

An die
Deutsche Bundesstiftung Umwelt
An der Bornau 2

49090 Osnabrück



Abschlussbericht

von

Dr. Peter Prochnow (ACMOS)

Dr. Holger Klyszcz-Nasko (ACMOS)

Dr. Klaus Vissing (Fraunhofer IFAM)

Aktenzeichen 27133-21/2	Bewilligungsempfänger ACMOS CHEMIE KG Industriestr. 49 28199 Bremen	
Projekttitle Entwicklung eines Verfahrens zur Hochrateabscheidung von plasmapolymere Trennschichten für Kunststoffentformungsprozesse		
Projektbeginn 01.02.2009	Projektlaufzeit bis 31.07.2010 verlängert bis 31.12.2010	Berichtszeitraum 01.02.2009 - 31.12.2010

Projektkennblatt
der
Deutschen Bundesstiftung Umwelt



Az	27133	Referat	21/2	Fördersumme	170.000,00 €
Antragstitel	Entwicklung eines Verfahrens zur Hochrateabscheidung von plasmapolymere Trennschichten für Kunststoffentformungsprozesse				
Stichworte	Verfahren, Kunststoff, Trennmittel, trennaktive Beschichtung				
Laufzeit	Projektbeginn	Projektende	Projektphase(n)		
23 Monate	01.02.2009	31.12.2010	1		
Zwischenberichte:	alle 6 Monate Kurzbericht				
Bewilligungsempfänger	ACMOS CHEMIE KG Industriestr. 49 28199 Bremen			Tel	0421/5189-0
				Fax	0421/511415
				Projektleitung	
				Hr. Dr. Klyszcz-Nasko	
				Bearbeiter	
				Hr. Dr. Prochnow	
Kooperationspartner					
 Zielsetzung und Anlass des Vorhabens <p>Zu besseren und umweltfreundlicheren Entformungen von Kunststoffbauteilen werden schon heute durch den Antragsteller Werkzeugformen mit einer plasmapolymere Trennschicht versehen. Der bisherige Beschichtungsprozess ist z.Z. sehr zeitaufwändig und verhindert z.T. die industrielle Einführung dieser umweltfreundlichen Technologie. Ziel dieses Vorhabens war es daher, die Beschichtungszeit durch neuartige Beschichtungsverfahren deutlich zu verringern, ohne die Haltbarkeit oder die Güte der Trennwirkung der plasmapolymere Trennschichten herabzusetzen und so eine breitere technische Anwendbarkeit der Trennschicht zu ermöglichen. Zudem sollte untersucht werden, inwiefern deren Abrasionsbeständigkeit durch eine veränderte Schichtzusammensetzung bzw. -aufbau erhöht werden kann.</p> <p>Mit Hilfe des im Projekt entwickelten neuartigen Beschichtungsverfahrens konnten erfolgreiche Technikums- und darüber hinaus z.Z. noch laufende Produktionsversuche bei der Entformung von Kunststoffbauteilen aus den zukünftigen Marktsegmenten Automotiv und Non-Automotiv durchgeführt werden. Dabei wurden die Entformbarkeit von sowohl reaktiven Kunststoffen wie z.B. Polyurethan, als auch von anderen Kunststoffen, wie z.B. Polyethylen oder thermoplastisches Polyurethan, aus metallischen Formwerkzeugen untersucht, die zuvor mit dem entwickelten Beschichtungsverfahren bearbeitet wurden. Die bislang erfolgreiche Funktionalität der im Zuge des Projektes verbesserten Trennschicht ist ein gutes Beispiel für den produktionsintegrierten Umweltschutz in einem Industriebereich der Kunststoffverarbeitung, in dem dies bislang nur in einzelnen Segmenten möglich war.</p>					
 Darstellung der Arbeitsschritte und der angewandten Methoden <p>Aufgabe dieses Projektes war, die Abscheiderate der Trennbeschichtung auf metallische Formoberflächen zu erhöhen. Neben dem Vorteil der erhöhten Abscheiderate sollte die Schichtzusammensetzung und Schichtmorphologie insbesondere im Hinblick auf eine höhere mechanische Beständigkeit verändert werden. Daher war es das Ziel, nicht nur die Abscheiderate zu erhöhen, sondern auch zu überprüfen, ob und wie die Schichtzusammensetzung hinsichtlich einer höheren mechanischen Beständigkeit verändert werden kann. Diese neuen Schichten wurden mit der herkömmlichen Schicht hinsichtlich Oberflächenanalytik und Dauertrenntest verglichen. Darüber hinaus galt es mit Hilfe von Schichtdickenmessungen zu prüfen, ob die mechanische Beständigkeit sowie die Beschichtungshomogenität, beispielsweise in Vertiefungen, Hinterschnitten oder auf porösen Oberflächen der zu beschichteten Werkzeugform, verbessert wurden.</p>					
Deutsche Bundesstiftung Umwelt • An der Bornau 2 • 49090 Osnabrück • Tel 0541/9633-0 • Fax 0541/9633-190					

Ergebnisse und Diskussion

Im Zuge des von der DBU geförderten Projektes „Entwicklung von trockenen, permanent trennwirksamen Beschichtungen für metallische Formen zur Herstellung von Kunststoffteilen (AZ 22635) konnte eine modifizierte plasmapolymere Trennschicht entwickelt und in seriellen Produktionsprozessen integriert werden, mit deren Hilfe Kunststoffbauteile mit deutlich reduziertem Trennmittelverbrauch und damit reduziertem Aufbauverhalten der Werkzeugformen entformt werden konnten. Ein reduziertes Aufbauverhalten führt zu einer längeren Formenstandzeit und dadurch zu einem verringerten Einsatz von ökologisch bedenklichen Formenreinigern, weil die Formen weniger oft gereinigt werden müssen. Da in der dadurch gewonnenen Zeit, in der vormals die Formen gereinigt wurden, weiter produziert werden kann, erhöht sich die Produktivität erheblich.

Das richtige Trennmittel stellt, neben der Trennwirkung, auch durch Übertragung von Trennmittel vom Formenwerkzeug auf das Bauteil die gewünschten Oberflächeneigenschaften wie Optik und Haptik ein. Dieses kann naturgemäß keine trockene Beschichtung. Der für eine einwandfreie Entformung notwendige Anteil an Trennmittel lässt sich jedoch durch den Einsatz der plasmapolymere Trennschicht auf Formwerkzeugen um bis zu 80% reduzieren, ohne Haptik oder Optik negativ zu beeinflussen.

Die Durchführung der plasmapolymere Beschichtung war zum Zeitpunkt der Antragstellung zeit- und damit kostenintensiv. Die mechanische Stabilität der abgeschiedenen Trennschichten erforderte einen vorsichtigen Umgang mit den beschichteten Formwerkzeugen, insbesondere in tiefen Hinterschnitten. Dies verhinderte häufig eine industrielle Einführung dieser umweltfreundlichen Technologie. Das Projektziel dieses Vorhabens war es daher, die Beschichtungszeit durch neuartige Beschichtungsprozesse deutlich zu verringern, ohne die Haltbarkeit oder Trennwirkung der plasmapolymere Trennschichten herabzusetzen. Dieses Ziel konnte sehr erfolgreich erreicht werden und bestärkt die Hoffnung des Antragstellers, so eine breitere technische Anwendbarkeit der plasmapolymere Trennschicht zu ermöglichen. Zusätzlich konnte durch Modifikation der Schichtzusammensetzung die Abrasionsbeständigkeit der plasmapolymere Trennschicht erhöht werden.

Öffentlichkeitsarbeit und Präsentation

Während der Projektlaufzeit wurden keine Veröffentlichungen publiziert oder Projektergebnisse auf Messen beworben. Es ist geplant, die Projektergebnisse erstmals auf der Fachausstellung Fakuma 2011 gemeinsam mit der DBU zu präsentieren.

Fazit

Das Projekt konnte sehr erfolgreich beendet werden. Es gelang durch ein neuartiges Beschichtungsverfahren, die plasmapolymere Trennschicht mit einem um 75% verkürzten Zeitaufwand abzuschneiden. Sowohl die Trennwirkung als auch die Lebensdauer dieser unter Hochratebedingungen abgeschiedenen plasmapolymere Trennschicht konnten verbessert werden. Tiefe Hinterschnitte in Formwerkzeugen zeigen nach dem Beschichtungsvorgang unter Hochratebedingungen eine wesentlich höhere und einheitlichere Schichtstärke. Zudem konnte durch die Erhöhung der Schichtstärke die mechanische Beständigkeit erhöht werden.

Es konnte nachgewiesen werden, dass durch den Einsatz der plasmapolymere Trennschicht der Einsatz von flüssigen Trennmitteln im Vergleich zur herkömmlichen plasmapolymere Trennschicht noch weiter reduziert werden konnte. Zusätzlich gelang es durch das neue Beschichtungsverfahren, den Arbeitsaufwand der Formenreinigung bzw. der Nachbearbeitung der fertigen Formbauteile nochmals zu reduzieren. Dieses führt zu einem nochmals verringerten Verbrauch an dafür nötigen Reinigungsmengen. Obwohl die Gegebenheiten und Produktionsweisen der Kunststoffverarbeiter immer neu bewertet werden müssen wenn ein Fertigungsprozess auf die plasmapolymere Trennschicht umgestellt werden soll, gelang es in diesem Projekt, den Grundstein für eine nachhaltige Umweltentlastung zu legen.

Inhaltsverzeichnis	Seite
Verzeichnis von Bildern und Tabellen	5
Verzeichnis von Begriffen, Abkürzungen und Definitionen	7
Zusammenfassung	9
Einleitung	10
Hauptteil	14
Fazit und Ausblick	46
Literaturverzeichnis	47

Verzeichnis von Bildern und Tabellen

Bild 1	Trennmittelapplikation auf einer Form per Roboter
Bild 2	Kunststoffeintragung in die Form
Bild 3	Entformung des Bauteils nach der Aushärtung des Kunststoffes
Bild 4	Ein stark mit Trennmittel- und Kunststoffresten verunreinigtes Formwerkzeug vor der Reinigung
Bild 5	Schematische Darstellung der Plasmapolymersation
Bild 6	Computerberechnetes Modell aus analytischen Messungen der plasmapolymerten Trennschicht. Das berechnete Modell-Molekül soll zur Simulation einer Struktureinheit der HMDSO-plasmapolymerten Trennschicht herangezogen werden. Die dicken grauen Kugeln symbolisieren Verknüpfungspunkte zu ähnlichen Struktureinheiten. Weiß: Wasserstoff; grau: Kohlenstoff; gelb: Silicium; rot: Sauerstoff
Bild 7	Eine mit der plasmapolymerten Trennschicht versehene, hochpolierte Form beim Entformen eines Kunststoffbauteils
Bild 8	Ein Niederdruck-Plasmareaktor
Bild 9	Ein beschichtetes Produktionsentformungswerkzeug der IMC-PUR-Sprühhautfertigung im BMW Werk Landshut
Bild 10	Eine fertig montierte Instrumententafel aus Kunststoff
Bild 11	Elektrisches Schaltbild für einen exemplarischen Versuchsaufbau für eine beschleunigte Schichtabscheidung durch eine angelegte Gleichspannung
Bild 12	Abbildung von Bügelelektroden unterschiedlicher Größe. Auf den so gebildeten Flächen können die zu beschichtende Formwerkzeuge leitend kontaktiert beschichtet werden. Größe der Bügelelektrode Links $1,44 \text{ m}^2$
Bild 13	Abbildung von Bügelelektroden unterschiedlicher Größe. Auf den so gebildeten Flächen können die zu beschichtende Formwerkzeuge leitend kontaktiert beschichtet werden. Größe der Bügelelektrode Rechts $2,88 \text{ m}^2$
Bild 14	Elektrisches Schaltbild für einen exemplarischen Versuchsaufbau für eine beschleunigte Schichtabscheidung durch Schaltung der Formwerkzeuge als HF-Elektrode
Bild 15	Großflächiges Dummy-Entformungswerkzeug während der Beschichtung. Durch die Schaltung des Werkzeugs als HF-Elektrode entsteht sichtbar das Plasma auf der Werkzeuoberfläche
Bild 16	DBU-finanzierte Technikumsanlage
Bild 17	Messung der Schichtdicke von abgeschiedenen plasmapolymerten Trennschichten in einer Ecke eines Versuchsaufbaus. Oben wurde eine Schicht ohne Hochratebedingungen abgeschieden
Bild 18	Messung der Schichtdicke von abgeschiedenen plasmapolymerten Trennschichten in einer Ecke eines Versuchsaufbaus. Unten wurde eine Schicht mit Hochratebedingungen abgeschieden
Bild 19	Topografische AFM-Aufnahme der unter Hochratebedingungen abgeschiedenen plasmapolymerten Trennschicht aus dem Arbeitspaket 2.1.3
Bild 20	Handschuhkastendeckel, Formwerkzeug des BMW Werkes Landshut, beschichtet mit der plasmapolymerten Trennschicht unter Hochratebedingungen

Bild 21	Plasmapolymerer Trennschicht in tiefen Hinterschnitten. Wird so ein Hinterschnitt ohne Hochratebedingungen beschichtet, sind die Interferenzfarben weniger intensiv und damit die Schichtdicke dünner
Bild 22	Zerlegtes Produktionswerkzeug von Eppendorf nach dem Beschichtungsprozess
Bild 23	Teile der Produktionswerkzeuge der Fa. Kessel nach dem Beschichtungsprozess
Bild 24	Instrumententafelformwerkzeug des BMW Werkes Landshut im Plasmareaktor während des Beschichtungsprozesses

Tabelle 1	Schichtdickenmessungen für einen exemplarischen Versuchsaufbau zur beschleunigten Schichtabscheidung durch eine angelegte Gleichspannung
Tabelle 2	Vergleich der Schichtdickenmessungen für einen exemplarischen Versuchsaufbau zur beschleunigten Schichtabscheidung
Tabelle 3	Übersicht der Entformbarkeit der plasmapolymeren Trennschicht ohne zusätzliche Trennmittel gegenüber einigen getesteten Kunststoffmaterialien
Tabelle 4	Vergleich der Trennwirkung der plasmapolymeren Trennschichten mit erhöhter mechanischer Beständigkeit ohne zusätzliche Trennmittel gegenüber einigen getesteten Kunststoffmaterialien
Tabelle 5	Hypothetische Auflistung der Produktivitätssteigerung eines Herstellers von PUR-Bauteilen

Verzeichnis von Begriffen, Abkürzungen und Definitionen

AD-Plasma	Atmosphärendruck-Plasma
AFM	Atomic Force Microscopy
AZ	Aktenzeichen
BIA	Bremer Innovations-Agentur
bzw.	beziehungsweise
ca.	zirka
C	atomarer Kohlenstoff
CKW	Chlorkohlenwasserstoffe
d.h.	das heißt
FCKW	Fluorchlorkohlenwasserstoff
FTIR	Fourier-Transform Infrarot-Spektroskopie
FuE	Forschung und Entwicklung
g	Gramm
Gew. %	Gewichtsprozent
H	atomarer Wasserstoff
h	Stunde
HF	Hochfrequenz
HMDSO	Hexamethyldisiloxan
i.a.	im allgemeinen
i.d.R.	in der Regel
IFAM, bzw. Fraunhofer IFAM	Fraunhofer Institut für Fertigungstechnik und angewandte Materialforschung
IMC	in mould coating (in die Form Lack auftragen)
inkl.	inklusive
IR	Infra-Rot
i.w.	im wesentlichen
KG	Kommanditgesellschaft
Kg	Kilogramm
KW-Schaum	Kalt-Weich-Schaum (ein PUR-Material)
ND-Plasma	Niederdruck-Plasma
N	atomarer Stickstoff
nm	Nanometer
O	atomarer Sauerstoff
OH	Hydroxy
PLATO-Gruppe	Plasmatechnik und Oberflächengruppe
PTFE	Polytetrafluorethylen (Teflon)
PUR	Polyurethan

PVC	Polyvinylchlorid
QS	Qualitätssicherung
REM	Rasterelektronenmikroskopie
RIM	Re-injection moulding (schnell reagierendes, kompaktes Polyurethan-System, welches unter hohem Druck in eine geschlossene Werkzeugform geschossen wird)
Si	atomares Silizium
s.o.	siehe oben
sog.	so genannt
t	Tonnen
TA-Luft	Technische Anleitung zur Reinhaltung der Luft
TEM	Transmissionselektronenspektroskopie
TPU	Thermoplastisches Polyurethan
u.a.	unter anderem
usw.	und so weiter
u.U.	unter Umständen
VOC	volatile organic compounds (flüchtige organische Substanzen)
XPS-Analyse	X-Ray photoelectron spectroscopy, auch ESCA – Elektronen Spektroskopie für die chemische Analyse
z.B.	zum Beispiel
z.T.	zum Teil
z.Z.	zur Zeit
µm	Mikrometer
°C	Grad Celsius
%	Prozent

Zusammenfassung

Bei der Herstellung von Kunststoffteilen werden Formen mit Trennmitteln [U96a] versehen, um eine einwandfreie Entformung der Teile zu erzielen. Erst durch den Einsatz von Trennmitteln ist diese Entformung durchführbar und ein reibungsloser Produktionsablauf möglich. Konventionelle Trennmittelsysteme bestehen aus trennaktiven Wirkstoffen in einem Trägermedium, i.d.R. organischen Lösungsmitteln oder Wasser. Lösungsmittel belasten die Umwelt. Um diese Belastung zukünftig zu minimieren, wurden gemeinsam mit dem IFAM eine permanent trennaktive plasmapolymere Beschichtung entwickelt [BIA00] und patentiert [WKBV00]. Im Zuge des von der DBU geförderten Projektes „Entwicklung von trockenen, permanent trennwirksamen Beschichtungen für metallische Formen zur Herstellung von Kunststoffteilen“ (AZ 22635) konnte eine modifizierte plasmapolymere Trennschicht entwickelt und in seriellen Produktionsprozessen integriert werden, mit deren Hilfe Kunststoffbauteile mit deutlich reduziertem Trennmittelverbrauch und damit reduziertem Aufbauverhalten der Werkzeugformen entformt werden konnten [DBU07]. Ein reduziertes Aufbauverhalten führt sowohl zu einer längeren Formenstandzeit (Steigerung der Produktivität) als auch zu einem verringerten Einsatz von ökologisch bedenklichen Formenreinigern (geringer Umweltbelastung), weil die Formen weniger oft gereinigt werden müssen [DBU07]. Das richtige Trennmittel stellt, neben der Trennwirkung, auch durch Übertragung von Trennmittel vom Formenwerkzeug auf das Bauteil, die gewünschten Oberflächeneigenschaften wie Optik und Haptik ein. Dieses kann naturgemäß keine trockene Beschichtung leisten. Der für eine einwandfreie Entformung notwendige Anteil an Trennmittel lässt sich jedoch durch den Einsatz der plasmapolymere Trennschicht auf Formwerkzeugen um bis zu 80% reduzieren, ohne Haptik oder Optik negativ zu beeinflussen [DBU07]. Die Durchführung der plasmapolymere Beschichtung war zum Zeitpunkt der Antragstellung zeit- und damit kostenintensiv. Die mechanische Stabilität der abgeschiedenen Trennschichten erforderte einen vorsichtigen Umgang mit den beschichteten Formwerkzeugen. Dies verhinderte sehr häufig eine industrielle Einführung dieser umweltfreundlichen Technologie. Ziel dieses Vorhabens war es daher, die Beschichtungszeit durch neuartige Beschichtungsprozesse deutlich zu verringern, ohne die Haltbarkeit oder Trennwirkung der plasmapolymere Trennschichten herabzusetzen und so eine breitere technische Anwendbarkeit der plasmapolymere Trennschicht zu ermöglichen. Neben dem Vorteil der erhöhten Abscheiderate sollte in diesem Projekt die Schichtzusammensetzung und Schichtmorphologie auch im Hinblick auf eine höhere mechanische Beständigkeit verändert werden. Daher war es das Ziel, nicht nur die Abscheiderate zu erhöhen, sondern auch zu überprüfen, ob und wie die Schichtzusammensetzung bzw. der Schichtaufbau verändert werden kann. Darüber hinaus galt es zu prüfen, ob die Beschichtungshomogenität, beispielsweise in Vertiefungen der Form oder der von porösen Oberflächen, sowie die mechanische Beständigkeit verbessert wurden. Mit Hilfe des neu entwickelten Beschichtungsverfahrens konnten erste erfolgreiche Technikums- und sogar z.Z. immer noch laufende Produktionsversuche bei der Entformung von Kunststoffbauteilen aus den zukünftigen Marktsegmenten Automotiv- und Non-Automotiv-Anwendungen durchgeführt werden. Dabei wurden die Entformbarkeit aus metallischen Formwerkzeugen, die zuvor mit der durch das neuartige Beschichtungsverfahren verbesserten plasmapolymere Trennschicht beschichteten wurden, sowohl von reaktiven Kunststoffen wie z.B. Polyurethan, als auch von anderen Kunststoffen, wie z.B. Polyethylen oder thermoplastisches Polyurethan untersucht. Dabei wurde immer der Vergleich hinsichtlich Lebensdauer und Trennwirkung mit der herkömmlichen plasmapolymere Trennschicht gezogen. Das Projekt konnte sehr erfolgreich beendet werden. Es gelang durch ein neuartiges Verfahren, die plasmapolymere Trennschicht mit einem um 75% verkürzten Zeitaufwand abzuscheiden. Die Trennwirkung, Lebensdauer und Abrasionsbeständigkeit der Beschichtung konnten verbessert werden. Tiefe Hinterschnitte in Formwerkzeugen zeigen nach der Beschichtung mit Hilfe des neuartigen Beschichtungsverfahrens eine wesentlich höhere und einheitlichere Schichtstärke. Die Einsatzmenge von zusätzlichen Trennmitteln konnte bei einigen Anwendungen nachweislich noch weiter reduziert werden. Zusätzlich werden dadurch auch der Arbeitsaufwand der Formenreinigung oder Nachbearbeitung der fertigen Formbauteile weiter deutlich reduziert. Dieses führt ebenfalls zu einem nochmals verringerten Verbrauch an dafür nötigen Reinigermengen, welche die Umwelt ebenfalls deutlich belasten. Die bislang erfolgreiche Funktionalität der im Zuge des Projektes verbesserten Trennschicht ist ein gutes Beispiel für den produktionsintegrierten Umweltschutz in einem Industriebereich der Kunststoffverarbeitung, in dem dies bislang nur in einzelnen Segmenten möglich war.

Einleitung

Bei der Formgebung von Kunststoffteilen werden in der Großserienfertigung i.d.R. metallische Formen eingesetzt, die zur einwandfreien Entformung der Teile mit Trennmitteln versehen werden müssen [U96]. Nur mit dem Einsatz solcher Trennmittelsysteme können die gewünschten Oberflächeneigenschaften eingestellt und reibungslose Produktionszyklen bei guten Werkzeugstandzeiten gewährleistet werden [KW99]. Trennmittelsysteme werden in Form von Lösungen oder Dispersionen üblicherweise auf die Oberfläche der Formteilwerkzeuge aufgesprüht [U96a]. Diese Trennmittelsysteme bestehen aus trennaktiven Wirkstoffen und einem Trägermedium, i.d.R. organischen Lösemitteln oder Wasser.

In sehr vielen Produktbereichen, bei denen das Thema der Entformbarkeit wichtig ist, hat ACMOS in der Vergangenheit kontinuierlich FuE-Arbeiten durchgeführt. Über die Gewährleistung der zerstörungsfreien Entformung hinaus können mit dem Trennmittel auch spezielle Eigenschaften der Formteile beeinflusst werden, z.B. Optik, Haptik oder Zelligkeit. Zunächst geben wir einen Überblick zu den verschiedenen Trennmittelsystemen, die beim gegebenen Stand der Technik bei der Herstellung von Kunststoff-Formteilen zum Einsatz kommen:

1. Interne Trennmittel
2. Formenbeschichtungen
3. Semi-permanente Formenbeschichtung
4. Wässrige Trennmittel
5. Kohlenwasserstoffhaltige Trennmittel
6. High-Solids
7. Wässrige High-Solids
8. Pasten
9. "Mischungen" der verschiedenen Optionen von 1. bis 8.

Interne Trennmittel [U96b] sind Bestandteil des für die Formgebung vorbereiteten Materialeinsatzes. Das prinzipielle Problem derartiger Stoffe ist oft, dass die Trennwirkung nur an der Oberfläche des Formteils gefordert wird, aber der Zuschlagstoff für das ganze Volumen zugegeben werden muss. Hierdurch verändern sich dann u.U. die gewünschten Eigenschaften des Fertigteils oder das Verfahren wird wegen der kostenintensiven Zugabe nicht mehr wirtschaftlich. Für einige Anwendungen hat man Zusatzstoffe gefunden, die an die Oberfläche migrieren und so in geringeren Mengen zugegeben werden können. Hier können jedoch bei einer Nachbehandlung des Fertigteils erhebliche Nachteile auftreten, wenn die trennaktiven Substanzen z.B. nach einer abschließenden Lackierung noch an die Oberfläche wandern und zum Abplatzen des Lackes führen. Generell würde die Verwendung interner Trennmittel zum Wegfall der Trennmittelauftragszeit führen und damit eine wesentliche Steigerung der Produktivität bewirken.

Auch Formenbeschichtungen eröffnen die Möglichkeit zur Reduzierung des Trennmittelauftrages. Versuche mit verschiedensten permanenten Formenbeschichtungen, wie z.B. PTFE-Beschichtungen (Teflon), haben sich als unwirtschaftlich erwiesen. Dieses liegt u.a. an der begrenzten Haltbarkeit und an der schwierigen Erneuerung. Hinzu kommt eine hohe Empfindlichkeit der Formenoberflächen, da es selbst bei kleinen Kratzern zu PUR-Anhaftungen kommt und somit eine Erneuerung der gesamten Formenbeschichtung notwendig wird. Ein weiterer Nachteil ist die sehr geringe Möglichkeit, die Oberfläche hinsichtlich Glanzgrad, Farbe oder Haptik des Fertigteils aufgrund der von Natur aus trockenen Beschichtung zu beeinflussen. Bei schwierigen Formengeometrien, wie z.B. Hinterschneidungen, können zusätzlich aufgrund fehlender Gleitwirkung Schwierigkeiten beim Entformen auftreten. Daher werden meist auch bei Teflon-Beschichtungen zusätzlich externe Trennmittel verwendet.

Semi-permanente Trennmittel erlauben 15-100 Entformungen pro Trennmittelauftrag. Polysiloxane können z.B. auf der Formenoberfläche auspolymerisieren und damit eine Trenn-

reserve für mehrere Entformungen ergeben. Nachteilig können unterschiedliche Oberflächen der Fertigteile aus einem Formgebungszyklus nach dem Trennmittelauftrag sein. Semi-permanente Trennmittel wirken oft erfolgreich in Verbindung mit internen Trennmitteln. Schnell reagierende RIM-Systeme arbeiten häufig als sog. „leicht trennende Systeme“, d.h. mit einem internen Trennmittel in Verbindung mit einem externen semi-permanenten Auftrag.

Wässrige Trennmittel [W1989] bilden momentan den mit Abstand wichtigsten Bereich mit den höchsten Wachstumsraten im Spektrum der Trennmittelsysteme. Im Bereich der Heißschaumstoffherstellung gehört die Verwendung wässriger Trennmittel seit Jahrzehnten zum Stand der Technik, weil die hohen Formtemperaturen ein problemloses Ablüften des Trennmittels ermöglichen. Ein entscheidender Hinderungsgrund, diese Systeme in anderen PUR-Gebieten einzusetzen, waren die nachteiligen physikalisch-chemischen Eigenschaften von Wasser im Vergleich zu anderen Trägermaterialien, z.B. aliphatischen Kohlenwasserstoffen, CKW oder FCKW. Diese Eigenschaften sowie auch das Problem der Reaktivität von Wasser mit Isocyanat sind mittlerweile durch chemische Kunstgriffe und verbesserte Sprühtechniken gelöst worden. In Bereichen wie z.B. Füllschaum für Armaturentafeln, Schaltungssteilen und Teppichhinterschäumungen sind inzwischen fast alle ACMOS-Kunden auf wässrige Trennmittel umgestellt worden.

Da chlorhaltige Produkte aus Arbeitsplatz- und Umweltschutzgründen abgelehnt werden, bleiben neben Wasser nur noch die reinen Kohlenwasserstoffe in ihren Fraktionen als geeignetes Trägermaterial für Trennmittel übrig. In vielen Ländern der Welt, speziell in den Volumenmärkten des Kaltweichschaumes, werden Trennmittel dieser Art seit Jahren eingesetzt. Der Grund liegt in den günstigen Preisen im Vergleich zu chlorierten Lösemitteln. Entscheidende Nachteile, wie die Brennbarkeit und das langsamere Ablüften, werden in Kauf genommen. Als Trägermaterial hat sich ein entaromatisiertes Testbenzin mit einem Flammpunkt von ca. 25 °C durchgesetzt. Insbesondere in Deutschland und den USA werden die Kohlenwasserstoffe als unerwünschte Emissionsquellen angesehen. Zur Abhilfe hat man hier die Wirkstoffe gegenüber dem Standard um ein Vielfaches erhöht.

Der Begriff High-Solid steht für aufkonzentrierte Produkte. Im Gegensatz zu Konzentraten, die vor dem Einsatz beim Endverbraucher verdünnt werden, handelt es sich bei den High-Solids um Produkte, die direkt verarbeitet werden können. Die Aufkonzentrierung ist von den einzusetzenden Rohstoffen abhängig und wird dadurch begrenzt, dass ein einwandfreies Versprühen sichergestellt werden muss. Eine Aufkonzentrierung der Wirkstoffe um den Faktor 3 bringt schon eine Emissionsreduzierung der Wirkstoffe um 66% gegenüber Standardtrennmitteln. Im Integralschaumbereich sind Einsparungen von 80-90% üblich, was einer Wirkstoffaufkonzentrierung um den Faktor 8-9 entspricht. Dieser Bereich stellt das größte Einsatzgebiet von High-Solids dar. Speziell bei Sichtteilen und schwierigen Formen gewähren High-Solid-Trennmittel im Vergleich zu wässrigen Produkten entscheidende technische Vorteile.

Bei wässrigen High-Solids ist unter Beibehaltung der Eigenschaften normaler High-Solids ein Teil des kohlenwasserstoffhaltigen Trägers durch Wasser ersetzt worden. Dieses empfiehlt sich jedoch nur, wenn die Lösemittlemissionen gegenüber normalen High-Solids noch einmal reduziert werden müssen. Diese Trennmittelgruppe hat sich die ACMOS CHEMIE weltweit patentieren lassen [SSWN00].

Die Trennmittelgeschichte für die Polyurethan-Industrie hat mit Pasten angefangen, so z.B. Bohnerwachs, die auch heute noch in großem Stil eingesetzt werden. Dieses gilt speziell für die Formengrundierung. Aber auch bei einer Vielzahl von Anwendungen, bei denen die Ablüfzeit kein Problem darstellt, werden Pasten der unterschiedlichsten Zusammensetzungen und Härten eingesetzt. In vielen Bereichen sind auch hier die organischen Lösemittel gegen Wasser ausgetauscht worden. Als Formengrundierung arbeiten viele wässrige Trennmittel nur in Verbindung mit einer wässrigen Paste. Bei lösemittelhaltigen Formengrundierungen kommt es oft zu Oberflächenstörungen des Fertigteils.

Zu „Mischungen“ der verschiedenen Optionen gehört z.B. der Einsatz einer Formen-Grundierung mit einer Paste in Verbindung mit einem flüssigen Trennmittel. Ein weiteres Beispiel wäre die Verwendung interner Trennmittel, die ein System „leichttrennend“ einstellen und einen regelmäßigen Trennmittelauftrag nur jede 20. Runde erforderlich machen. Ein weiteres Beispiel sind semi-permanente Formenbeschichtungen in Verbindung mit einem gelegentlichen Auftrag eines flüssigen Trennmittels zur Verlängerung der Standzeit der Formenbeschichtung bei kleineren Weichschaumproduktionen. Die Formenbeschichtung ist hier i.a. ein Silikonkautschuk.

Nach dem Entformungsvorgang verbleibt meistens Trennmittel auf dem Fertigteil und im Formwerkzeug, so dass Reinigungsprozesse angeschlossen werden müssen, um Schwierigkeiten in nachgeschalteten Fertigungsschritten zu vermeiden, z.B. beim Kleben, Lackieren, Kaschieren oder Metallisieren. Da die nach dem Stand der Technik eingesetzten Trennmittelsysteme neben Beeinträchtigungen bei der Gleichmäßigkeit der Entformungsergebnisse erhebliche Mengen an Lösemitteln in die Umwelt emittieren, sollen diese Probleme mit dem vorliegenden Forschungsvorhaben in wichtigen Markt Bereichen beseitigt werden.

Daher sind bisher auch vom Antragsteller vielfältige Anstrengungen unternommen worden, um trockene, permanent trennwirksame Beschichtungen zu entwickeln. Dieser innovative und umweltfreundliche Lösungsansatz arbeitet mit Hilfe eines Plasmapolymersationsverfahrens [WKBV00], welches in einem Reaktor trennaktive Schichten auf Formwerkzeuge aufbringt. Permanente plasmapolymere Entformungsschichten sind bereits seit einigen Jahren bekannt [BIA00, VS04]. Die Deutsche Bundesstiftung Umwelt förderte das Projekt „Entwicklung von trockenen, permanent trennwirksamen Beschichtungen für metallische Formen zur Herstellung von Kunststoffteilen“ (AZ22635-21/2, im folgenden auch Vorprojekt genannt) [DBU07]. Mit Hilfe dieses Vorprojektes gelang es, die plasmapolymere Beschichtung deutlich zu verbessern und eine dauerhafte Entformung von Kunststoffen, wie z.B. PUR-Lacke, Epoxy-Harzen oder PVC-Materialien, unter Zuhilfenahme von deutlich reduzierten Mengen an Trennmitteln zu erzielen. Insbesondere die Erfolge bei der Entformung von Polyester- und PVC-Systemen führten z.T. zu einer industriellen Einführung. Zwar werden noch viele PUR-Materialien ohne zusätzliche Trennmittel nicht entformt, aber deren Einsatzmenge konnte mit Hilfe der verbesserten plasmapolymere Trennschicht deutlich reduziert werden. Zusätzlich wurde durch die Beschichtung der Arbeitsaufwand der Formenreinigung oder die Nachbearbeitung der fertigen Formbauteile deutlich reduziert. Dieses führte ebenfalls zu einem geringeren Verbrauch an dafür nötige Reinigermengen und damit zu einer geringeren Umweltbelastung. Auf der anderen Seite konnten im Zuge der Nachhaltigkeit bei der Fertigung von Kunststoffbauteilen erhebliche Kosten eingespart und Produktivitätssteigerungen erzielt werden.

Die Durchführung der plasmapolymere Beschichtung war zu Projektbeginn zeitaufwendig und damit kostenintensiv. Die mechanische Stabilität der abgeschiedenen Trennschichten erforderte einen vorsichtigen Umgang mit den beschichteten Formwerkzeugen, insbesondere in tiefen Hinterschnitten, d.h. die Trennschicht könnte hier schneller versagen. Dies verhinderte sehr häufig eine industrielle Einführung dieser umweltfreundlichen Technologie. Ziel dieses Vorhabens war es daher, die Beschichtungszeit durch ein neuartiges Beschichtungsverfahren deutlich zu verringern, ohne die Haltbarkeit oder Trennwirkung der plasmapolymere Trennschichten herabzusetzen, und so eine breitere technische Anwendbarkeit der plasmapolymere Trennschicht zu ermöglichen. Zudem sollte untersucht werden, ob die Abrasionsbeständigkeit durch eine veränderte Schichtzusammensetzung bzw. veränderten Schichtaufbau der plasmapolymere Trennschicht zu erhöhen ist. Im Gegensatz zum Vorprojekt [DBU07] sollten insbesondere Feldversuche auch bei kunststoffverarbeitenden Unternehmen im Non-Automotiv-Bereich durchgeführt werden.

Für AC MOS als marktführendes Unternehmen von Problemlösungen beim Einsatz von Trennmittelsystemen in der Kunststoffindustrie, soll im Anschluss an das Projekt dieser innovative Produktbereich weiter ausgebaut werden, um unter Beibehaltung der gegenwärtigen Wettbewerbsposition auch den zukünftigen ökologischen Anforderungen gerecht werden zu können. Grundsätzlich sollte das Projekt einen zusätzlichen Beitrag zum produktionsintegrierten Umweltschutz in einem bedeutenden Marktsegment der Kunststoff-

industrie leisten. Die Umweltrelevanz soll exemplarisch primär am Marktbereich Polyurethan-Formteile für die Automobilindustrie begründet werden: Der weltweite Verbrauch von Polyurethan liegt bei etwa 10 Millionen Tonnen pro Jahr. Hiervon werden ca. 20% (also ca. 2 Mio. Tonnen) in der Automobilindustrie verarbeitet, wobei der Formschaumanteil bei über 95% liegt. Bei angenommenen 50 g Trennmittel pro kg Schaum ergibt sich ein weltweiter Trennmittelverbrauch von ca. 100.000 t. In Europa liegt der Anteil des Weltverbrauchs bei 30%, der Trennmittelverbrauch also bei ca. 30.000 t. Das schrittweise mit der Trockenbeschichtung zu reduzierende Volumen erhöht sich insgesamt noch um die anderen PUR-verarbeitenden Industriezweige, soweit Formteile hergestellt werden. Die Übertragung auf andere Anwendungsfälle (andere Kunststoffe im Formteilbereich) wird dieses Volumen noch erheblich erhöhen. Durch den angestrebten Vermeidungseffekt beim Einsatz von Lösemitteln werden nicht nur künftige Auflagen über VOC-Richtlinie und TA-Luft unterschritten, sondern es werden darüber hinaus in den angestrebten Marktbereichen bei erfolgreicher Projektdurchführung auch künftige Verschärfungen der Umweltauflagen diese Fertigungsbereiche nicht gefährden.

Der Lösungsansatz zur Realisierung der oben beschriebenen Projektziele liegt in der Entwicklung eines schneller arbeitenden Beschichtungsverfahrens unter Anwendung der Niederdruck (ND)-Plasmatechnik. In diesem Projekt sollte untersucht werden, wie die Abscheiderate der Beschichtung durch das Anlegen einer negativen Gleichspannung an die metallische Formoberfläche erhöht werden kann. Dieser technische Weg bedeutet, dass es möglich ist, das Plasma wie bisher zu erzeugen (Substrat frei floatend im Reaktor angeordnet) und trotzdem den Vorteil einer höheren Schichtabscheidung zu nutzen. Dieses Konzept ist zudem unabhängig von der Bauteilgröße. Das für dieses stark grundlagenbezogene Forschungsgebiet erforderliche Know-how wurde über das Fraunhofer-Institut IFAM eingebracht, welches im Arbeitsgebiet Oberflächen in den vergangenen ca. 18 Jahren in umfangreichen Forschungsvorhaben Plasmaprozesse erforscht und eine Reihe neuer Anwendungstechniken für Prozesse und Anlagen entwickelt hat. Basis des vorliegenden Projektes sind i.w. Forschungsarbeiten zur Entwicklung von schmutzabweisenden Oberflächen, die inzwischen zu routinemäßigen Umsetzungen in der Industrie geführt haben, sowie grundlegende Arbeiten zur Erforschung von trockenen Trennschichten. Im letztgenannten Bereich wurden von ACMOS und IFAM schon in der Vergangenheit gemeinsam plasmapolymere Trennschichten entwickelt, die eine gute Trennwirkungen bei gleichzeitig hoher Standzeit und guter Reproduzierbarkeit bei der Entformung von Kunststoffbauteilen zeigten.

Das Projekt wurde mit Bezug auf den Projektantrag in den Arbeitsschritten realisiert, die dem Hauptteil als Gliederung vorangestellt sind. Im Projektzeitraum verliefen die Arbeiten weitgehend nach dem im Rahmen der Antragstellung aufgestellten Projektplan. Im folgenden werden zunächst die von den Projektpartnern kontinuierlich durchgeführten FuE-Aktivitäten in den einzelnen Arbeitsschritten geschildert. Es folgt eine Zusammenfassung zum Projektverlauf und den erzielten Ergebnissen in praktischen Anwendungen der plasmapolymere Beschichtung in laufenden Produktionsprozessen. Beendet wird der Bericht mit einer Öko-Bilanz am Beispiel der erfolgreichen Anwendung in der Produktion einiger Kunden der ACMOS CHEMIE KG. Abschließend folgen ein Fazit und Ausblick über weitere geplante Aktivitäten nach Projektende.

Hauptteil

Arbeitspakete

1. Grundlagenentwicklung: Lösungskonzept, Literatur-/Patentrecherchen
 - 1.1 Teilprojekt Plasmatechnologie
 - 1.2 Teilprojekt Formwerkzeug Technikum ACMOS
2. Schichtentwicklung und Screening verschiedener Lösungsansätze
 - 2.1 Entwicklung eines Prozesses zur beschleunigten Abscheidung der Trennschicht (Deckschicht) durch Gleichspannungsunterstützung
 - 2.1.1 Test der Trennschichten aus der beschleunigten Abscheidung auf Testplatten im ACMOS-Technikum
 - 2.1.2 Vergleich der Trennwirkung einer ausgewählten Schicht aus der beschleunigten Abscheidung auf Testplatten gegen verschiedene Kunststoffe im ACMOS-Technikum
 - 2.1.3 Test der Trennwirkung einer ausgewählten Schicht aus der beschleunigten Abscheidung auf einer Testplatte in Kombination mit Trennmitteln gegen verschiedene Kunststoffe im ACMOS-Technikum
 - 2.1.4 Untersuchung der Beschichtung aus der beschleunigten Abscheidung in Abhängigkeit von der Anzahl der Entformungen inkl. Oberflächenanalytik
 - 2.2 Entwicklung von Trennschichten mit erhöhter mechanischer Beständigkeit
 - 2.2.1 Test der Trennschichten mit erhöhter mechanischer Beständigkeit auf Testplatten im ACMOS-Technikum
 - 2.2.2 Vergleich der Trennwirkung einer ausgewählten Schicht mit erhöhter mechanischer Beständigkeit auf Testplatten gegen verschiedene Kunststoffe im ACMOS-Technikum
 - 2.2.3 Test der Trennwirkung einer ausgewählten Schicht mit erhöhter mechanischer Beständigkeit auf einer Testplatte in Kombination mit Trennmitteln gegen verschiedene Kunststoffe im ACMOS-Technikum
 - 2.2.4 Untersuchung der Beschichtung mit erhöhter mechanischer Beständigkeit in Abhängigkeit von der Anzahl der Entformungen inkl. Oberflächenanalytik
3. Zwischenauswertung und Erstellung Zwischenbericht Plasmapolymersation
4. Realisierung ausgewählter Lösungsansätze unter produktionstechnischen Bedingungen
 - 4.1 Applikation einer ausgewählten Trennschicht aus beschleunigter Abscheidung auf produktrelevante Technikumswerkzeuge auf Grundlage der unter 2.1 erhaltenen Erkenntnisse
 - 4.2 Applikation einer ausgewählten Trennschicht aus beschleunigter Abscheidung auf produktrelevante Technikumswerkzeuge auf Grundlage der unter 2.2 erhaltenen Erkenntnisse
5. Ökologische Zwischenbilanzierung anhand der erreichten Ergebnisse
6. Nachweis der Permanenz der entwickelten Trennschichten, Ermittlung der Prozessparameter für die Qualitätssicherung und erste Versuche im großtechnischen Produktionsmaßstab
 - 6.1 Nachweis der Permanenz der entwickelten Trennschichten aus beschleunigter Abscheidung, Ermittlung der Prozessparameter für die Qualitätssicherung und erste Versuche im großtechnischen Produktionsmaßstab
 - 6.2 Nachweis der Permanenz der entwickelten Trennschichten mit erhöhter mechanischer Beständigkeit, Ermittlung der Prozessparameter für die Qualitätssicherung und erste Versuche im großtechnischen Produktionsmaßstab
 - 6.3 Phase der Fehlerbeseitigung und Optimierung für Produkte und Produktionsprozesse aus Ergebnisanalyse der Feldversuche
7. Ökologische Endbilanzierung
8. Dokumentation der FuE-Ergebnisse und Festlegung der Kriterien nach DIN EN ISO 9000 ff. für die QS nach Projektabschluss

1. Grundlagenentwicklung: Lösungskonzept, Literatur-/ Patentrecherchen

Einführung zum Stand der Technik als Basis der Konzeptentwicklung

Bei der Herstellung von Kunststoffbauteilen aus reaktiven Polymeren oder Thermoplasten werden in der Regel metallische Formen eingesetzt. Zur problemlosen Entformung der Bauteile sind die Formen mit Trennmitteln zu versehen. Dies ist erforderlich, um die Haftung einer aushärtenden Polymermasse an der Oberfläche des Werkzeugs herabzusetzen. Ferner werden trennende Werkzeugoberflächen benötigt, um den Bauteilen die gewünschten Oberflächengüten zu geben und reibungslose Produktionszyklen bei guten Werkzeugstandzeiten zu gewährleisten. Die Bilder 1-3 zeigen einen Entformungsprozeß nach Eintrennen der Form (Bild 1), dem Befüllen der Form mit Kunststoff (in diesem Fall Polyurethan, PUR; Bild 2) und dem Entnehmen des ausgehärteten Bauteils aus der Form (Bild 3).



Bilder 1-3: Trennmittelapplikation (links) auf einer Werkzeugformoberfläche per Roboter, Kunststoffeintragung ins Formwerkzeug (mittig) und Entformung des Bauteils nach der Aushärtung des Kunststoffes (rechts)

Beim IMC-Sprühhautverfahren wird beispielsweise in ein mit ca. 80°C temperiertes, mit Trennmittel eingetrenntes oder beschichtetes Formenwerkzeug zunächst eine Lackformulierung eingebracht und nach dessen Trocknung zusätzlich ein versprühfähiges Polyurethan-Material (Sprühhaut) appliziert. Nach der gemeinsamen Aushärtung beider Materialien wird das Formteil aus dem Formwerkzeug entnommen. Die Bilder 1-3 zeigen diesen Vorgang am Beispiel der Fertigung einer Instrumententafel-Haut: Das unbeschichtete Werkzeug wird, wie links zu sehen, mit Trennmittel eingetrennt, mit Lack versehen und versprühfähigem PUR-Material hinterlegt. Rechts außen ist die Entformung zu sehen. Dieses Verfahren arbeitet ohne Formendeckel und liefert Häute mit einer definierten Dicke, auch bei komplizierter Bauteil-Geometrie. Die Anforderungen an die Optik und Haptik sind bei den so hergestellten Formbauteilen hochgradig. Z.B. ist die Instrumententafel eines der wichtigsten Teile im Auto-Cockpit, auf welches der Fahrer sehr oft schaut. Die Oberfläche der Instrumententafel ist durch eine sog. Narbung aufgeraut, um die Oberfläche matter und lederartiger erscheinen zu lassen. Zusätzlich liegt auf dieser Narbung noch eine zweite Fein-Narbung, die den Tiefenglanz noch weiter reduzieren soll. Externe Trennmittel setzen diese Feinnarbung schnell zu. Formen mit solchen Narbungen müssen alle 30-50 Entformungen gereinigt werden. Diese Reinigungsprozedur bedeutet eine Produktionsunterbrechung von ca. einer Stunde.

Neben klassischen, versprühfähigen Trennmittelsystemen (sogenannte externe Trennmittel), beispielsweise in Form von Lösungen oder Dispersionen, sind interne und semipermanente Trennmittelsysteme sowie Trennpasten bekannt. Interne Trennmittel werden vor der Aushärtung im Formwerkzeug in eine Komponente des Kunststoffes eingearbeitet. Während der Aushärtung schwitzt das interne Trennmittel unter Bildung eines Trennfilms auf der Formoberfläche aus. Die anderen genannten Trennmittelsysteme werden üblicherweise auf die Oberfläche des Formteilwerkzeugs aufgesprüht oder aufgewischt. Diese Systeme bestehen aus trennaktiven Wirkstoffen und einem Trägermedium, in der Regel organische Lösemittel oder Wasser. So aufgetragene Trennmittelsysteme trennen nach Ablüftung des Trägermediums im wesentlichen das Formteil von der Kavitätsoberfläche durch eine Mischung aus einem Kohäsionsbruch und einem Adhäsionsbruch. Ein Teil des Trennfilms wird bei der Entformung auf das Bauteil übertragen, der andere Teil verbleibt im Werkzeug und bildet mit Resten des Kunststoffes mit der Zeit den sog. Aufbau (siehe Bild 4). Der Aufbau in den Formen macht je nach geforderter Oberflächenqualität der entformten Bauteile eine

planmäßige Werkzeugreinigung notwendig, um eine einheitliche Qualität der so produzierten Bauteile zu garantieren. In dieser Zeit kann das Werkzeug nicht eingesetzt werden und die Produktivität sinkt. Die Lösungsmittellemissionen aus dem Trennmittel und aus den zum Entfernen des Aufbaus verwendeten Reinigern belasten zudem die Umwelt.



Bild 4: Ein stark mit Trennmittel- und Kunststoffresten verunreinigtes Formwerkzeug vor der Reinigung

Permanente plasmapolymerische Entformungsschichten sind bereits seit einigen Jahren bekannt [BIA00, VS04]. Um die oben beschriebenen Umweltbelastungen der dem heutigen Stand der Technik entsprechenden Trennsysteme zu vermindern, beschäftigen sich auch ACMOS und IFAM seit geraumer Zeit mit der Entwicklung von plasmapolymeren Beschichtungen mit permanenter Trennwirksamkeit an metallischen Formen zur Herstellung von Kunststoffteilen. Diese Schichten sind trocken, d.h. es findet kein Übertrag von Schichtbestandteilen auf das zu entformende Kunststoffbauteil statt. Neben dem Verzicht auf verbrauchende Trennsysteme und der damit verbundenen Reduzierung von Emissionen, hat die plasmapolymerische Beschichtung den großen Vorteil, dass arbeitsintensive Nachbearbeitungsschritte, wie z.B. das Entfernen von Trennmittelresten auf Formteilen, entfallen können. Die Oberfläche der Formteile kann nach einer Entformung aus einem mit der Trennschicht ausgestatteten Werkzeug ohne eine Nachbehandlung überlackiert, kaschiert oder verklebt werden.

Zum besseren Verständnis zunächst eine kurze Einführung in die Grundlagen der Plasmatechniken:

Das Plasma, der sog. 4. Aggregatzustand der Materie, ist ein ganz oder teilweise ionisiertes Gas (schematische Darstellung in Bild 5). Beim Ionisieren werden elektrisch neutrale Gasteilchen durch eine Energieanregung in freie Elektronen und die verbleibenden Rumpfe, positiv geladene Ionen, aufgespalten. Durch Stöße der Gasteilchen, Ionen und Elektronen untereinander entstehen zudem angeregte, nicht ionisierte Gasteilchen und Radikale. Außerdem bewirken die Stöße energetische Anregungen aller Plasmabestandteile. Die hohe Energie von Plasmateilchen, insbesondere der leicht beweglichen Elektronen, ermöglicht bei diesen Stößen die Trennung chemischer Bindungen. Gebräuchliche Plasmagase sind z.B. Stickstoff, Argon und Sauerstoff. Eine Besonderheit bilden Plasmen, in die zusätzlich schichtbildende Arbeitsgase (Monomere oder Precursor genannt) eingespeist werden, deren molekulare Fragmente sich miteinander verbinden können. Bei geeigneter Prozessführung lassen sich hiermit auf in das Plasma eingebrachten Substraten dünne Schichten abscheiden. Man spricht von einer Plasmapolymerisation. Typischerweise werden damit dreidimensional vernetzte Schichten einer Dicke zwischen 20 nm und 5 µm abgeschieden.

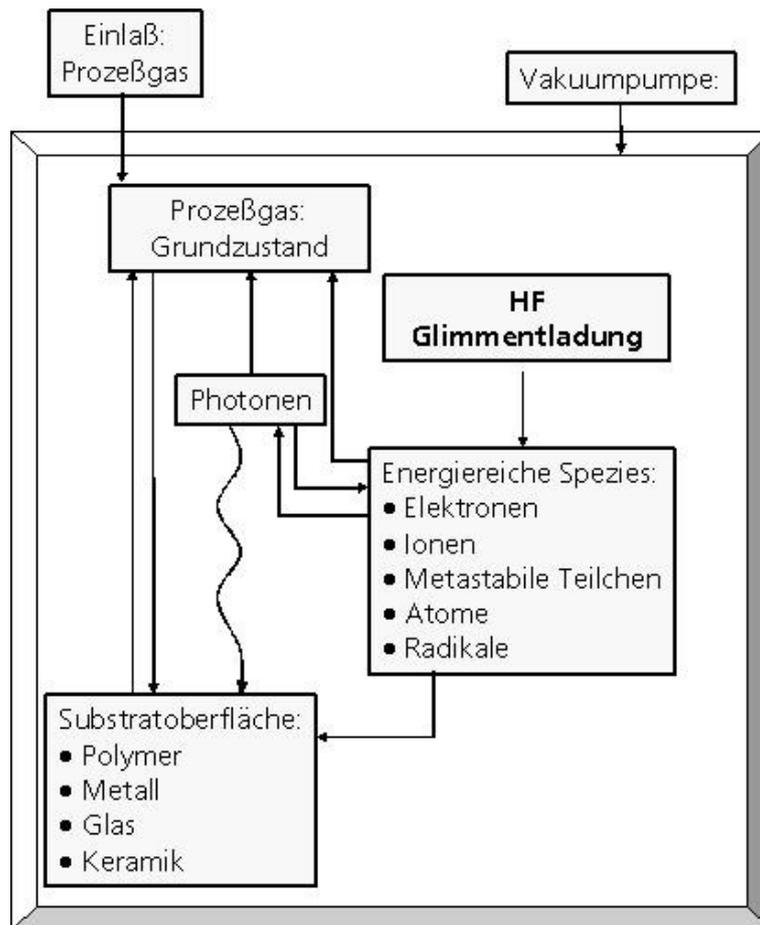


Bild 5: Schematische Darstellung der Plasmapolymerisation

Durch die große Palette der einsetzbaren Monomere und eine gezielte Steuerung des Plasmas werden die Eigenschaften von Plasmapolymere nahezu frei wählbar. Hauptmerkmale plasmapolymere Schichten sind die amorphe, hochvernetzte Schichtstruktur, die hohe Temperaturbeständigkeit von 150 bis 400°C, die Lösemittelbeständigkeit und die einstellbare Oberflächenenergie von niederenergetisch bis hochenergetisch. Ferner weisen solche Schichten eine hohe Dichte/Porenfreiheit, Korrosionsfestigkeit, eine gute Haftfestigkeit und eine hohe Oberflächenabbildungsgenauigkeit auf. Hieraus ergeben sich zahlreiche Anwendungsfelder für den Einsatz von Plasmapolymerschichten, die sich in adhäsive, optische, elektrische, chemische und mechanische Funktionsschichten einteilen lassen.

Beurteilungsfähige FuE-Ergebnisse können nur mit dem Einsatz höchst qualifizierter Oberflächenanalytik erbracht werden. Auch aus diesem Grunde war die Projektdurchführung nur mit einem entsprechend ausgestatteten Partner erfolgsversprechend. Das IFAM verfügt zur Charakterisierung von Oberflächen, ultradünnen Schichten und Phasengrenzen über ein umfassendes Know-how und eine moderne Ausstattung der chemischen und physikalischen Analytik.

Im Rahmen des von der Bremer Innovations-Agentur (BIA) geförderten FuE-Projektes "Entwicklung von permanenten Trennschichten für metallische Formen der Kunststoffverarbeitung" (1998-2000) wurden plasmapolymere Beschichtungen entwickelt [BIA00], die gegenüber einer Vielzahl von Kunststoffsystemen eine anti-adhäsive Wirkung (Dehäsion) aufwiesen. Die von IFAM und ACMOS gemeinsam im Patent PCT/DE0102112 dokumentierten plasmapolymere Trennschichten [WKBV00] für die einfache und zerstörungsfreie Entformung von Kunststoffen, führten in Langzeitversuchen bei Entformungsprozessen ohne den Einsatz von sonstigen Trennhilfen (Trennmitteln) erst im Laufe von mehreren hundert Entformungen zu einer irreversiblen Verringerung der Trennwirkung, bis hin zur Zerstörung des Formteils während des Entformungsprozesses.

Nach dem BIA-Projektabschluss wurden die Beschichtungen von IFAM und ACMOS eigen finanziert und auf Produktions-Formwerkzeugen bei Anwendern unter produktionsähnlichen

Bedingungen im Technikum getestet. Es zeigte sich, dass die dehäsiven Eigenschaften für verschiedene Kunststoffsysteme nach (im produktionstechnischen Sinne) vergleichsweise wenigen Entformungen verloren gingen. Dies gilt insbesondere für die industriell sehr bedeutenden Polyurethan-Systeme. Abhängig von den Produktionsbedingungen und dem Schaumsystem ließ die Trennwirkung bei vollständigem Verzicht auf Trennmittelsysteme schon nach wenigen hundert Entformungen irreversibel nach (Bereich Kalt-Weichschaum, Produktion von Häuten). Die Standzeit der Beschichtung konnte z.T. wesentlich verlängert werden, wenn zusätzlich Trennmittel auf die Beschichtung aufgebracht wurde. Dabei ließ sich die Menge des verwendeten Trennmittels im Gegensatz zu Versuchen ohne Beschichtung um z.T. ca. 30 Gew.% verringern. Beispielsweise zeigte sich bei der Produktion von PUR-Häuten mittels RIM-Verfahren, dass sich bei der Verwendung von internen und externen Trennmitteln in reduzierter Menge schon weit über 1000 Entformungen durchführen ließen.

Die Deutsche Bundesstiftung Umwelt förderte zur weiteren Verbesserung der plasmapolymere Trennschicht das Projekt „Entwicklung von trockenen, permanent trennwirksamen Beschichtungen für metallische Formen zur Herstellung von Kunststoffteilen“ (AZ22635-21/2, auch im folgenden Vorprojekt genannt) [DBU07]. Mit Hilfe dieses erfolgreichen Vorprojektes gelang es, die plasmapolymere Beschichtung deutlich zu verbessern und eine dauerhafte Entformung von Kunststoffen, wie z.B. PUR-Lacke, Epoxy-Harzen oder PVC-Materialien, unter Zuhilfenahme von deutlich reduzierten Mengen an Trennmitteln zu erzielen. Insbesondere die Erfolge bei der Entformung von Polyester- und PVC-Systemen führten z.T. zu einer industriellen Einführung. Dies gelang vor allem durch Änderungen im Beschichtungsprozess. Zwar werden z.Z. durch die Beschichtung viele Polyurethanmaterialien ohne zusätzliche Trennmittel noch nicht produktionsrelevant dauerhaft entformt, aber deren Einsatzmenge kann mit Hilfe der verbesserten plasmapolymere Trennschicht deutlich reduziert werden.

Zusätzlich werden dadurch der Arbeitsaufwand der Formenreinigung und der Nachbearbeitung der fertigen Formbauteile deutlich reduziert. Dieses führt ebenfalls zu einem geringeren Verbrauch an dafür nötige Reinigermengen, welche die Umwelt ebenfalls deutlich belasten können. Die Arbeiten zur Optimierung der Standzeit permanenter plasmapolymere Entformungsschichten konzentrierten sich auf die Verbesserung der Beschichtung, z. B. durch die Optimierung des Verfahrensablaufes und der Vermeidung bzw. der gezielte Absättigung geringster Reste von reaktiven Zentren (bspw. von OH-Funktionalitäten). Obwohl diese Maßnahmen dazu geführt haben, dass heute derartige Beschichtungen reproduzierbar ausgeführt werden können und die Dauerhaftigkeit für Polyester- und PVC-Systeme nachgewiesen wurden, konnten nur relativ geringe technische Fortschritte in Bezug auf die Dauerhaftigkeit der Trennwirkung gegenüber reinen Polyurethanen erzielt werden [DBU07].

Das Projekt machte deutlich, dass weitere Untersuchungen notwendig sind, um die Ursache für das Versagen der Trennschicht beim Entformen von Kunststoffen exakt zu ermitteln. Die Bewertung dieser Arbeiten lässt nicht erwarten, dass auf dem Wege der gezielten chemischen Absättigung von geringen Resten reaktionsfähiger Oberflächenfunktionalitäten eine technisch und wirtschaftlich tragbare Lösung zu erzielen ist. Aus dem DBU-Vorprojekt ist bekannt, dass neben der Isocyanatkomponente des Polyurethans Katalysatoren zur Verschmutzung der Trennschichtoberfläche beitragen. Die reine Polyolkomponente ist dagegen unkritisch. Darüber hinaus hat sich gezeigt, dass die Standzeit durch abrasiven Verschleiß reduziert wird und die geringe Abscheiderate für den Prozess die Beschichtungskosten in die Höhe treibt [DBU07].

Untersuchungsbedarf gibt es weiterhin in der Frage, warum verschiedene PUR-Materialien unterschiedlich leicht zu entformen sind. Es gelang bisher noch nicht, eine Relation zwischen Trennwirkung und der Zusammensetzung der PUR-Komponenten zu entwickeln. Weitere Untersuchungen des Versagensmechanismus der Trennschichten sind hier notwendig, um einen großflächigen Einsatz der Trennschicht in den Massen-PUR-Märkten unter vollständigem Verzicht auf Trennmittel zu ermöglichen. Um Antworten auf diese Fragen zu erhalten, wurden weitere Grundlagenuntersuchungen durchgeführt. Hierzu beteiligte sich der Antragsteller (ohne Erhalt von Fördermitteln) im projektbegleitenden Ausschuss des AiF-Projektes „Permanente plasmapolymere Entformungsschichten als Trennmittlersatz für

Werkzeuge der Polyurethanverarbeitung¹“. In diesem ZuTech-Grundlagenprojekt haben das Institut für Kunststoffverarbeitung in Industrie und Handwerk an der Rheinisch-Westfälischen Technischen Hochschule Aachen (IKV) und das Fraunhofer-Institut für Fertigungstechnik und Angewandte Materialforschung (IFAM) versucht, Antworten und Lösungen im Hinblick auf die Versagensmechanismen zu finden.

Plasmapolymere Entformungsschichten werden vorzugsweise als Gradientenschicht ausgeführt, so dass ein langsamer Übergang von einer Haftvermittlungsbeschichtung (substratnaher unterer Bereich mit hoher Vernetzung) zu einer Trennschicht (Deckschicht des oberen Bereichs, polymerähnlich) realisiert wird. Charakterisiert man die äußere Oberfläche der Trennschicht mit Hilfe oberflächenanalytischer Methoden (X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS), Fourier-Transformation-Infrarot-Spectroscopy (FTIR) und Mikroelementaranalyse), so kann man hieraus ein Schichtmodell der chemischen Zusammensetzung entwickeln [Vis07a, VK06]. Eine Visualisierung stellt Bild 6 dar.

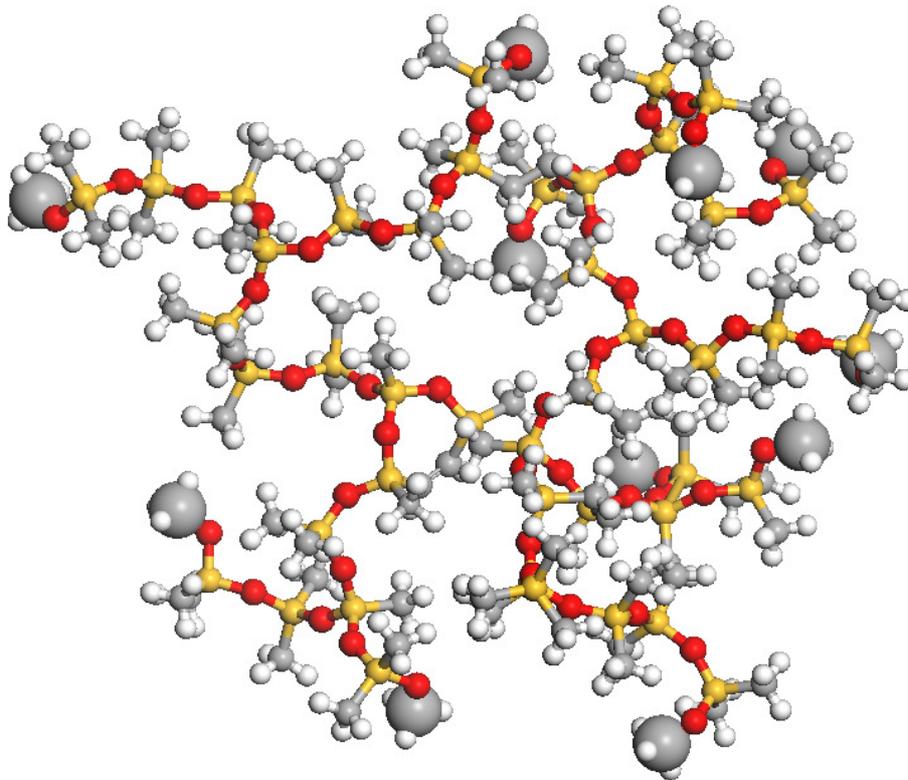


Bild 6: Computerberechnetes Modell aus analytischen Messungen der plasmapolymerten Trennschicht. Das berechnete Modell-Molekül soll zur Simulation einer Struktureinheit der HMDSO-plasmapolymerten Trennschicht herangezogen werden. Die dicken grauen Kugeln symbolisieren Verknüpfungspunkte zu ähnlichen Struktureinheiten. Weiß: Wasserstoff; grau: Kohlenstoff; gelb: Silicium; rot: Sauerstoff

¹ Hierin angestrebte Forschungsziele: In vom IKV und dem IFAM gemeinschaftlich geplanten und durchzuführenden Versuchsreihen unter produktionsähnlichen Bedingungen soll der Versagensmechanismus, der zum Nachlassen der Trennwirkung für Polyurethanwerkstoffe im Verlauf der Produktion führt, aufgeklärt werden. Ziel war es, die Standzeit des vom IFAM bis zum heutigen Tag entwickelten Schichtsystems zu erhöhen und so eine wirtschaftliche Anwendung dieser Schichten im Serieneinsatz zu ermöglichen. Besonderes Augenmerk wurde dabei auf verschiedene denkbare Versagensmechanismen, wie z.B. Verschleiß, Migration von Isocyanat-Molekülen in die Entformungsschicht und Entmischungspänomene, gelegt. Weiterhin wurde der Einfluss verschiedener, strukturierter Kavitätsoberflächen (Narbungen, Mikrostrukturen etc.) sowie der Einfluss von PUR-Systemen mit internen Trennmitteln auf den Entformungsvorgang ermittelt. Abschließend wurden Reinigungsmethoden untersucht, die es ermöglichen, möglichst schonend etwaige Anhaftungen aus der Kavität zu entfernen, ohne die Entformungsschicht zu beschädigen. Für den Fall von Verletzungen der Entformungsschicht im Betrieb wurden Methoden betrachtet, diese Beschädigungen möglichst ohne den Ausbau der Werkzeuge zu reparieren (z. B. über Transferfolien) sowie abgenutzte Entformungsschichten vollständig abzutragen, so dass das Werkzeug für eine Neubeschichtung zur Verfügung steht.

Es zeigt die hohe Dichte der nach außen gerichteten Methylgruppen, eine weitere Fragmentierung der im Precursor enthaltenen Kohlenwasserstoffe ist fast vollständig unterdrückt. Im Detail besitzt eine solche plasmapolymere Entformungsschicht im trennfrendlichen, oberen Schichtbereich ein stabiles, dreidimensionales Si-O-Si-Gerüst mit einer hohen Dichte an chemisch abweisenden Methylgruppen (siehe Bild 6). Theoretische Betrachtungen einer idealen plasmapolymere Trennschicht ohne Modifizierungen ergeben eine molekulare Struktur an der Oberfläche, die einem reinen Silikonöl ähnelt. Experimentell konnte aber ermittelt werden, dass reine Silikontrennmittel eine bessere Entformbarkeit von PUR-Bauteilen ermöglichen, als eine plasmapolymere Trennschicht. Entformbarkeit ist also nicht allein durch die Wechselwirkung zwischen Kunststoff und Formenoberfläche zu erklären, auch andere Faktoren, wie z.B. die Gleitwirkung und die Interphasenausbildung, spielen eine entscheidende Rolle.

Die Methylgruppen sorgen für eine für diese Materialklasse sehr niedrige Oberflächenenergie von ca. 20 mN/m mit nahezu rein disperser Natur – polare Gruppen werden somit fast vollständig unterdrückt –. Erzeugt werden solche Schichten durch einen Plasmapolymersationsprozess, der im Precursorüberfluss² betrieben wird, um eine weitgehende Fragmentierung des Precursors zu vermeiden und so seine Struktur in der Beschichtung im wesentlichen zu erhalten (strukturerehaltende Plasmapolymersation).

Zur Werkzeugoberfläche hin nimmt die Anzahl an abweisenden Methylgruppen ab und das Si-O-Si-Gerüst ist stärker vernetzt, so dass der organische Charakter der Schicht verringert wird. Der höhere Vernetzungsgrad wird durch die Erhöhung der Plasmaleistung und die zusätzliche Zufuhr von Sauerstoff erreicht. Diese stärker vernetzten Schichten dienen als Korrosionsschutz und gleichzeitig als Haftvermittlung zum Untergrund.

Plasmapolymere Entformungsschichten erlauben aufgrund ihrer inneren Vernetzung hohe Temperaturbelastungen und können bspw. auch mit Lösemitteln bearbeitet werden. Weiterhin wird das Werkzeug während des Beschichtungsvorgangs thermisch nicht belastet. Zu den verfahrenstechnischen Vorteilen der Plasmapolymersation gehören ferner, dass es möglich ist, auf der Entformungsschicht eine weitere gut haftende plasmapolymere Trennschicht zu applizieren. Hierdurch wird vermieden, dass das Werkzeug häufig einer Grundreinigung unterzogen werden muss, vielmehr kann zur Erneuerung der Entformungsschicht eine Mehrfachbeschichtung erfolgen.

Permanent trennwirksame plasmapolymere Schichten bilden die Topographie des Werkzeugs sehr gut ab, so dass hierdurch Formwerkzeug-Narbungen oder andere Strukturen in keiner Weise gestört werden (siehe Bild 7).

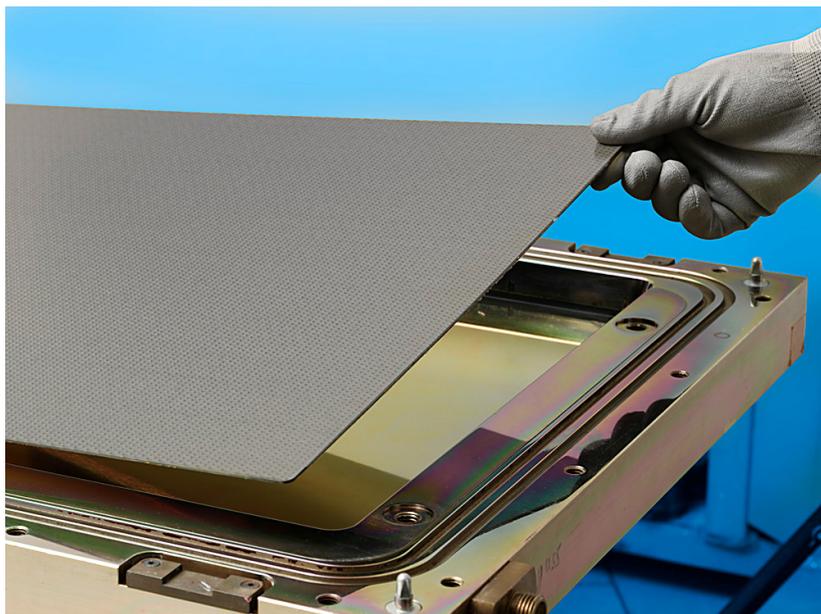


Bild 7: Eine mit der plasmapolymere Trennschicht versehene, hochpolierte Form beim Entformen eines Kunststoffbauteils

² Precursor: Arbeitsgas mit kettenbildenden Atomen wie Kohlenstoff, Silizium oder Schwefel

Der Plasma-Beschichtungsprozess von Trennschichten ist aufgrund der geringen Abscheiderate und die hohen Anforderungen an die Prozessgaszusammensetzung wesentlich aufwendiger als bei anderen gängigen plasmapolymeren Schichten (z.B. Korrosionsschutzschichten). Dass eine solche Schicht mit Hilfe eines statistisch fragmentierenden Plasmaverfahrens (mit Hexamethyldisiloxan, kurz HMDSO als Precursor) überhaupt abgeschieden werden kann, ist eine außerordentlich hohe technische Hürde. Die Abscheidung der oberflächennahen Bereiche kann nur innerhalb sehr enger Grenzen des "Prozessfensters" (z.B. HF-Senderleistung, Zufuhr der Gase, Druck, Anordnung von Elektroden und Bauteilen im Reaktor) realisiert werden. Die Ermittlung dieses Prozessfensters ist das Ergebnis einer jahrelangen Entwicklungsarbeit von ACMOS und IFAM. Prozessparameter, die der oben beschriebenen Anti-Schmutz-Beschichtung ähneln, werden bei den Trennschichten lediglich für den substratnahen "unteren" Bereich gewählt. Während die Plasma-Prozessparameter bei den Anti-Schmutz-Beschichtungen in einem größeren Umfang variiert werden können, ohne die schmutzabweisenden Eigenschaften zu verlieren, müssen die Prozessparameter bei den Trennschichten sehr genau eingehalten werden. Selbst geringfügige Schwankungen führen zu einer erheblichen Reduzierung der Trennleistung der Beschichtung.

Die trennaktiven Beschichtungen werden in einem Plasmareaktor abgeschieden (Bild 8). Inzwischen ist ACMOS in der Lage, Formenwerkzeuge von einer Größe bis 2,5 x 1,1 x 1,1 Metern und einem Gewicht von bis zu 4 Tonnen beschichten zu lassen.



Bild 8: Ein Niederdruck-Plasmareaktor

Mit Hilfe des DBU-unterstützten Vorprojektes konnte die plasmapolymeren Trennschicht erfolgreich weiterentwickelt werden. Diese verbesserten Trennschichten befinden sich z.Z. im seriellen Einsatz oder in weit vorangeschrittenen Testphasen bei diversen Verarbeitern von Kunststoffen, die ihren Trennmittelverbrauch bei der Fertigung von Kunststoffbauteilen aus formgebenden Produktionsformen drastisch reduzieren möchten (siehe Bild 9 und 10).



Bild 9 und 10: Ein beschichtetes Produktionsentformungswerkzeug der IMC-PUR-Sprühhauffertigung im BMW Werk Landshut (links) sowie eine fertig montierte Instrumententafel aus Kunststoff (rechts)

Viele Testphasen zeigten jedoch auch, dass der Beschichtungsprozess eines Werkzeugs z.Z. noch zu lange dauert. So wird z.B. doppelt soviel Zeit für die Beschichtung einer dreidimensionalen Form benötigt, als für eine Plattenform mit vergleichbarer Oberflächengröße. Um eine ausreichend hohe Schichtstärke in tiefen Hinterschnitten von Produktionswerkzeugen zu erzielen, müssen lange Beschichtungszeiten in Kauf genommen werden. In dieser Zeit können die Werkzeuge nicht produzieren. Selbst das Aufstellen von Plasmareaktoren in Kundennähe kann zwar die Transportzeit verringern, es bleibt aber neben dem logistischen ein zeitliches Problem, wie viele Formen wann und wie schnell beschichtet werden können. Einem Anwender der Trennschicht ist es wichtig, seine Flexibilität in seinem Produktionsablauf zu erhalten. Diese Flexibilität ist in den letzten Jahren aufgrund der sogenannten just-in-time-Fertigung weitgehend verlorengegangen. Kapazitätsspitzen und Produktionsausfallzeiten werden durch Wochenendarbeit aufgefangen. Zusätzlich sind die Kosten für einen Transport einzelner Formen viel höher, als mehrere Formen gleichzeitig in einem einzigen Transport zusammenzufassen (Kosten Einzeltransport einer Form bis 400 km ca. 100 Euro, Mehrfachtransport von 10 Formen 600 Euro). Zudem wird die Umwelt durch den Treibstoffverbrauch durch Einzeltransporte viel höher belastet. Durch lange Beschichtungszeiten von Werkzeugen mit komplexen Formgeometrien benötigen große Lieferungen an Werkzeugen für eine Beschichtung mehrere Tage. Dadurch steigen wie oben beschrieben die Produktionsausfallkosten, und die Produktionsflexibilität der Kunden sinkt. All dies erhöht die Gesamtproduktionskosten und erschwert die Einführung dieser umweltfreundlichen Technologie im großtechnischen Maßstab.

Folgendes Beispiel möge dies verdeutlichen: Die Herstellung von Kunststoffbauteilen aus Kalt-Weichschaum-Polyurethan-Material erfolgt meist auf sogenannten Rundläuferanlagen, die mit 10-16 Formwerkzeugen bestückt sind. Die Reinigung der Werkzeuge, die Rüstzeit der Werkzeuge (Ein- und Ausbau vom Rundläufer) und ein An- und Abtransport zum Beschichten dauert ca. 5 Tage. Z.Z. würde das Beschichten von 10 Werkzeugen zusätzlich ca. 1 Woche dauern. Der Rundläufer kann also in dieser Zeit (ca. 2 Wochen) nicht produzieren. Diese Ausfallzeit ist zu hoch, um über zusätzliche Produktionsschichten aufgefangen werden zu können, und wird daher von potentiellen Kunden klar abgelehnt. Ziel muss es daher sein, die Beschichtungsdauer von derzeit 4 Stunden pro Werkzeug auf 1 Stunde zu reduzieren. 10 Formen könnten dann innerhalb eines Tages beschichtet und die Produktionsausfallzeit damit um 50% gesenkt werden.

Nachteilig ist neben der geringen Abscheiderate die im Vergleich zu den Metalloberflächen geringe mechanische Stabilität gegen abrasive Belastungen, die das plasmapolymere Verfahren teuer und oft unwirtschaftlich machen. Die beschichteten Formwerkzeuge müssen sehr vorsichtig behandelt werden, um Gebrauchsfehler ausschließen zu können. Auch hierdurch wird das Einsatzpotential dieses umweltfreundlichen und ressourcen-schonenden Verfahrens stark eingeschränkt.

Ziel dieses Vorhabens war es daher, die Beschichtungszeit durch ein neuartiges Beschichtungsverfahren deutlich zu verringern, ohne die Haltbarkeit oder die Güte der Trennwirkung der plasmapolymere Trennschichten herabzusetzen und so eine breitere technische Anwendbarkeit der plasmapolymere Trennschicht zu ermöglichen. Zudem sollte

untersucht werden, wie die Abrasionsbeständigkeit durch veränderte Schichtzusammensetzung oder veränderten Schichtaufbau der plasmapolymerten Trennschicht erhöht werden kann. Damit verfolgt ACMOS, als marktführendes Unternehmen von Problemlösungen beim Einsatz von Trennmittelsystemen in der Kunststoffindustrie, das Ziel, einen innovativen Produktbereich auszubauen, der konventionelle Produkte schrittweise substituiert, um unter Beibehaltung der gegenwärtigen Wettbewerbsposition den zukünftigen ökonomischen und ökologischen Anforderungen gerecht zu werden.

Lösungskonzepte

Das Lösungskonzept des Projektes sah vor, die Abscheiderate der Beschichtung durch das Anlegen einer negativen Gleichspannung an die metallische Formoberfläche zu erhöhen, um die im Plasma entstandenen positiven Ionen auf die Formoberfläche zu ziehen. Allerdings birgt dieser Weg das Risiko, dass durch zu starken Ionenbeschuss die trennenden Eigenschaften verlorengehen, denn die Schichtzusammensetzung und Schichtmorphologie wird verändert werden. Der angestrebte technische Weg bedeutet andererseits, dass es möglich ist, das Plasma wie bisher zu erzeugen (Substrat frei floatend im Reaktor angeordnet; die Form nicht direkt als Elektrode geschaltet) und darüber hinaus mit Hilfe einer zusätzlichen Spannungsquelle der Form, unabhängig von den Plasmabedingungen, ein Gleichspannungspotential zu verleihen. Somit kann durch die Änderung der angelegten externen Spannung gezielt auf die einzelnen Prozessschritte der plasmapolymere Entformungsschicht eingewirkt werden.

Es wurde dabei ein vergleichbarer Effekt erwartet, wie er bei der Benutzung von Self-BIAS-gestützten Prozessen³ erzielt wird. Derartige Prozesse ziehen durch den negativen Self-BIAS positiv geladene Ionen auf die Elektrodenoberflächen und erhöhen hierdurch die Abscheiderate erheblich.

Darüber hinaus war es das Ziel, nicht nur die Abscheiderate zu erhöhen, sondern auch zu überprüfen, ob und wie die Schichtzusammensetzung verändert werden kann. Hierfür wurde die FTIR-Spektroskopie (Fourier Transformed Infrared Spectroscopy) ebenso eingesetzt wie die XPS-Spektroskopie. Zudem galt es zu überprüfen, ob durch das neuartige Beschichtungsverfahren die Beschichtungshomogenität, beispielsweise in Vertiefungen von Werkzeugformen oder der von porösen Oberflächen, sowie die mechanische Beständigkeit verbessert wurden.

1.1 Teilprojekt Plasmatechnologie

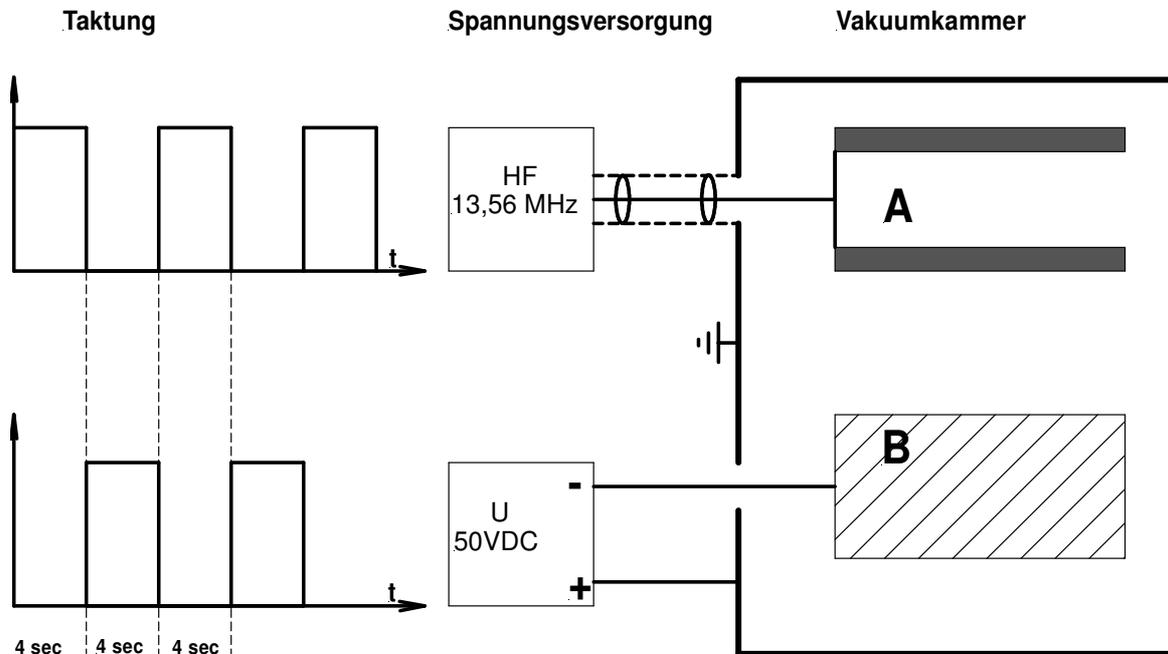
Das Projekt wurde während der gesamten Projektlaufzeit durch eine Literatur- und Patentrecherche begleitet. Wie bereits oben aufgeführt, sind die Anforderungen an die Plasma-Anlagentechnik für das Beschichten von Formenwerkzeugen mit der plasmapolymere Trennschicht sehr hoch. Schon relativ geringe Schwankungen im Beschichtungsprozess führen zu Schwankungen in der Trennqualität und die Prozessparameter müssen sehr eng gefasst werden.

Durch das Anlegen einer externen negativen Gleichspannung an das zu beschichtende leitfähige Substrat (schematischer Aufbau siehe Bild 11) lassen sich die fragmentierten positiven Teilchen des Plasmas in Richtung Bauteil beschleunigen. Da die entstehende plasmapolymere Beschichtung als Nichtleiter zu betrachten ist, stellte sich die Frage, in welchen Spannungsbereichen gearbeitet werden kann, ohne Überschläge und damit lokale Schichtdefekte zu erzeugen. Zur Entwicklung eines Prozesses zur beschleunigten Abscheidung der Trennschicht musste die am IFAM verfügbare Plasmaanlage einem umfangreichen Umbau unterzogen werden. Danach mussten verschiedene Aufbauten und elektrische Anschlussmöglichkeiten geprüft werden. Die Arbeiten begannen mit der Bestimmung des geeigneten Spannungsbereichs, in welchem es, in Abhängigkeit zur Trennwirkung der Schicht, zu einer beschleunigten Schichtabscheidung kam. Durch die im Laufe des Berichtszeitraums gewonnenen Erkenntnisse wurden spezielle Verfahrensweisen (z.B. Taktung von HF und Gleichspannung) und Reaktor-Konditionierungen weiterentwickelt. Es

³ Die Self-BIAS-Spannung entsteht bei Mittel- bzw. Hochfrequenzplasmen dadurch, dass es sich um kalte Plasmen handelt, bei denen nur die Elektronen eine hohe kinetische Energie aufnehmen. Dies bedeutet, dass die Elektronen des Plasmas auch eine viel höhere Wahrscheinlichkeit besitzen, gegen die geerdete Reaktorwand zu treffen und somit dem Plasma verlorengehen. Da dem Plasma nun Elektronen „fehlen“, lädt es sich im Vergleich zur geerdeten Kammerwand elektrisch positiv auf. Ist die Fläche der Plasmaelektrode kleiner als die der geerdeten Kammerwand, entsteht aus Gründen der Ladungserhaltung auf der Elektrode eine negative Gleichspannung, die von der Wechselspannung des Plasmagenerators überlagert wird. Die Höhe der Self-BIAS-Spannung hängt von der zugeführten Plasmaleistung, der Leitfähigkeit des Plasmas und dem Flächenverhältnis zwischen Kammerwand und Plasmaelektrode ab.

musste dabei auch festgestellt werden, dass eine schnellere Trennschichtabscheidung einen erhöhten Aufwand in der Anlagentechnik erfordert. Bild 11 zeigt exemplarisch ein elektrisches Schaltbild für einen Versuchsaufbau.

Es zeigte sich, dass der ursprünglich eingeschlagene Lösungsweg zwar zu der erwünschten Steigerung der Abscheiderate führte und auch die Schichteigenschaften erhalten blieben, doch Überschlüge nicht vermeidbar waren. Ausweichlösungen, z.B. durch die Taktung beider Spannungsquellen, überwinden zwar das Problem der Überschlüge, lieferten jedoch keine relevante Erhöhung der Abscheiderate mehr.



Beschreibung:

- Isolierte Plattenelektrode (B) in Vakuummkammer.
- Plasmaerzeugung über HF-Elektroden (A)
- Wechselbetrieb zwischen HF-Plasma und Gleichspannung
- Gleichspannung 50 VDC
- Vergleichsproben (Si-Wafer) auf isolierter Trägerplatte und auf Plattenelektrode

Bild 11: Elektrisches Schaltbild für einen exemplarischen Versuchsaufbau für eine beschleunigte Schichtabscheidung durch eine angelegte Gleichspannung

Als weiterer vielversprechender Ansatz hatte sich gegen alle Erwartungen gezeigt, dass die Schaltung der zu beschichtenden Werkzeugform als HF-Elektrode unter bestimmten Bedingungen möglich ist. Hierdurch bildet sich ein sogenannter Self-BIAS aus, der von der Fläche der Elektrode im Verhältnis zur Kammeroberfläche abhängig ist. Somit wird die elektrisch wirksame Fläche des Bauteils Teil der Prozessparameter. Wählt man große Elektrodenflächen so ist bekannt, dass sich ein geringerer Self-BIAS ausbildet als bei kleinen Flächen. Dies kann soweit geführt werden, dass der Self-BIAS auf Null gesenkt wird. Trotzdem wird das schichtbildende Plasma unmittelbar oberhalb der zu beschichtenden Form gebildet. Dies führt zu einer schnelleren und gleichmäßigeren Schichtabscheidung, insbesondere auch in den tiefen Werkzeughinterschnitten und Kanten. Die schichtbildenden Spezies müssen nicht mehr von den Elektroden durch den Plasmaraum zur Oberfläche diffundieren.

Dieser Versuchsaufbau wurde aufgrund der gewonnenen, vielversprechenden Ergebnisse und der gemeinsamen Diskussion in die Projektplanung neu aufgenommen. Hierzu mussten nochmals Modifikationen am neuen Versuchsaufbau vorgenommen werden, um den durch den Self-BIAS verursachten Ionenbeschuss der sich bildenden Schicht zu kontrollieren.

Vorversuche haben gezeigt, dass eine saubere Kontaktierung unter Vermeidung von Hohlräumen und scharfen Kanten notwendig ist. Formwerkzeuggeometrie, -gewicht, -werkstoff und -fläche sind nicht immer vorteilhaft und müssen in ihrer Funktionstauglichkeit als Elektrode geprüft werden. Formwerkzeuge aus Epoxyharz können z.B. nicht mit diesem Versuchsaufbau beschichtet werden. Ein entsprechender Anlagenaufbau wurde im IFAM in Form einer „Bügelelektrode“ (Bild 13) realisiert. Dabei wurden die beiden HF-Zuführungen über einen Bügel miteinander verbunden.

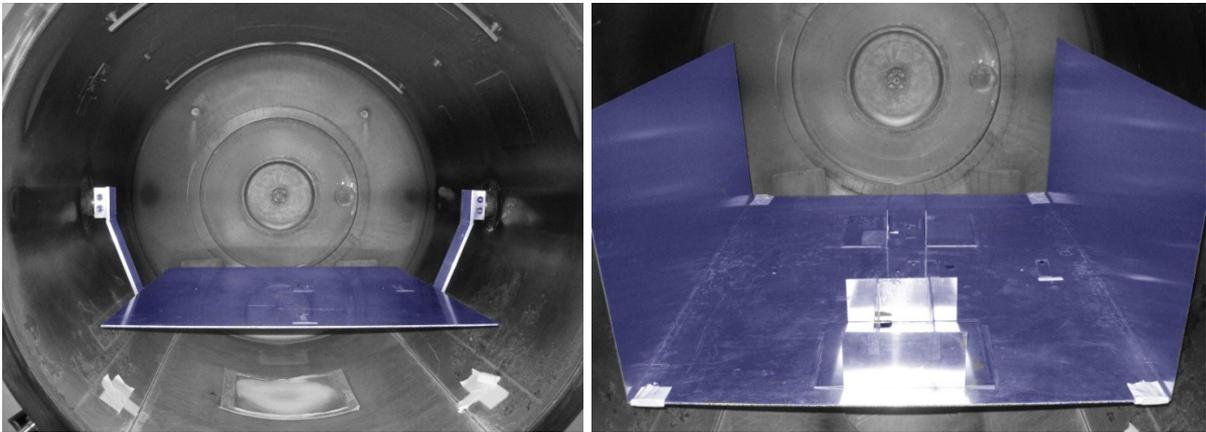


Bild 12 und 13: Abbildung von Bügelelektroden unterschiedlicher Größe. Auf den so gebildeten Flächen können die zu beschichtende Formwerkzeuge leitend kontaktiert beschichtet werden. Größe der Bügelelektrode Links 1,44 m², Rechts 2,88 m²

Bild 14 zeigt einen schematischen Versuchsaufbau für eine exemplarische beschleunigte Schichtabscheidung durch Schaltung der Formwerkzeuge als HF-Elektrode.

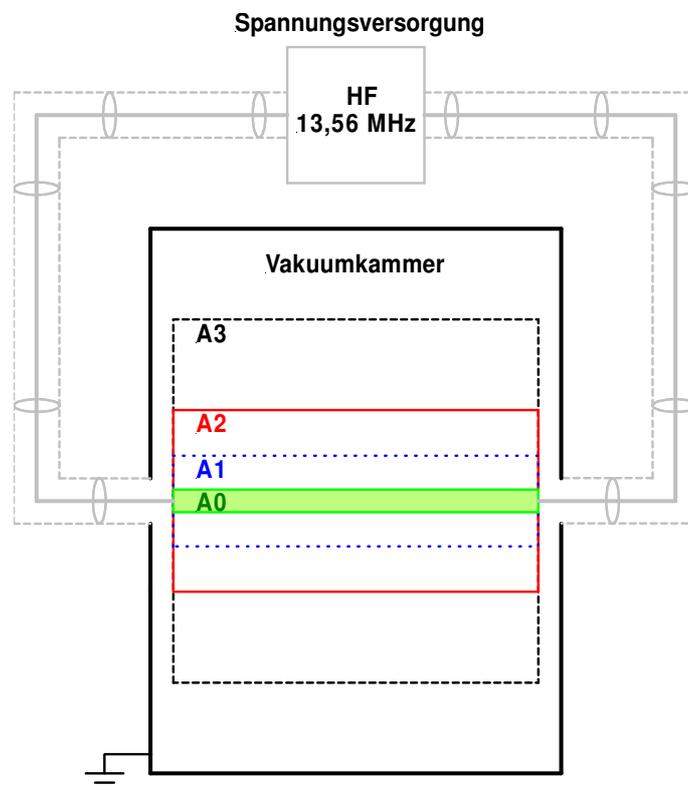


Bild 14: Elektrisches Schaltbild für einen exemplarischen Versuchsaufbau für eine beschleunigte Schichtabscheidung durch Schaltung der Formwerkzeuge als HF-Elektrode

Auf der Bügelelektrode konnten nun verschiedene Aufbauten zur Waren- und Probenaufnahme installiert werden. Zudem konnte über die Größe der Elektrodenfläche auf den sich bei

derartigen Aufbauten bildenden Self-BIAS Einfluss genommen werden. Auch der Anschluss von metallischen Formwerkzeugen direkt an die HF-Elektrodenanschlüsse des Reaktors ist möglich. Durch diesen Versuchsbaubau gelingt es, den Ionenbeschuss bei unterschiedlichen Formwerkzeuggrößen zu kontrollieren. Bild 15 zeigt ein großflächiges Dummy-Entformungswerkzeug während der Beschichtung. Durch die Schaltung des Werkzeugs als HF-Elektrode entsteht sichtbar das Plasma auf der Werkzeugoberfläche.



Bild 15: Großflächiges Dummy-Entformungswerkzeug während der Beschichtung. Durch die Schaltung des Werkzeugs als HF-Elektrode entsteht sichtbar das Plasma auf der Werkzeugoberfläche

Die im Projektzeitraum durchgeführten Versuche wurden auf der Basis des bisher bekannten Beschichtungsprozesses durchgeführt. In schwer zugänglichen Bereichen förderte die Vorgehensweise die Abscheiderate verglichen mit Prozessen ohne direkte Kontaktierung.

1.2 Teilprojekt Formwerkzeuge, Schäumtechnologie

Um die im Laufe des Projektes entwickelten, mit höherer Geschwindigkeit abgeschiedenen plasmapolymere Beschichtungen bei der Entformung von Kunststoffbauteilen auch für Hochtemperatur-Anwendungen ausgiebig testen zu können, sah die Projektplanung vor, das schon im DBU-Vorprojekt [DBU07] gefertigte Technikumsformwerkzeug mit einem Temperiergerät für Formentemperaturen bis ca. 200°C auszustatten. Zusätzlich wurde aus arbeitssicherheitstechnischen Gründen in Eigenregie ein spezieller Formenträger konstruiert und gefertigt (siehe Bild 16 der gesamten Technikumsanlage).



Bild 16: DBU-finanzierte Technikumsanlage

2. Schichtentwicklung und Screening verschiedener Lösungsansätze

Im folgenden soll nun auf die Versuchsergebnisse zur Schichtentwicklung in Kapitel 1.1 erläuterten erhöhten Abscheideraten eingegangen werden.

2.1 Entwicklung eines Prozesses zur beschleunigten Abscheidung der Trennschicht

Anlegen einer negativen Gleichspannung an das zu beschichtende Substrat

Durch Anlegen einer negativen Gleichspannung an das zu beschichtende Substrat sollte versucht werden, die Abscheiderate der plasmapolymerten Beschichtung zu erhöhen. Als erster Schritt wurde zunächst nur die Deckschicht abgeschieden, da diese die Trennwirkung maßgeblich bestimmt. Dabei zeigte sich, dass mit Zunahme der angelegten Spannung eine höhere Abscheiderate erzielt werden konnte. Allerdings gab es nur einen fest umrissenen Spannungsbereich, bei dem die Trennwirkung der abgeschiedenen Schicht verglichen mit der Referenz nicht nachließ. Die begleitende Ermittlung der Trennwirkung der Trennschichten aus der beschleunigten Abscheidung auf Testplatten erfolgte hierzu im AC-MOS-Technikum. Wie Tabelle 1 zeigt, konnte bei ausgewählten Abscheidungsparametern die Abscheidungsrate um ca. 51 % erhöht werden, ohne die Trennwirkung negativ zu beeinflussen.

Proben	Schichtdicke (ohne Spannung) [nm]	Schichtdicke (mit Spannung) [nm]
1	60	84
2	61	85
3	65	101
4	-	104
Mittelwert	62	94
absolute Abscheiderate [nm/min]	6,2 nm/min	9,4 nm/min (+ 51 %)
Trennwirkung	gut	gut

Tabelle 1: Schichtdickenmessungen für einen exemplarischen Versuchsaufbau zur beschleunigten Schichtabscheidung durch eine angelegte Gleichspannung

Die Trennwirkung der Schicht mit Spannung nahm verglichen mit der Referenz nicht ab. Allerdings führten Parameter- oder Versuchsaufbauvariationen zu keiner weiteren Steigerung der Abscheiderate oder zu einer Erhöhung der Trennleistung. An Versuchsaufbauten zur Simulation von tiefen Hinterschnitten wurden unkontrollierbare Funkenüberschläge beobachtet, welche bei einem späteren Einsatz zu einer Beschädigung der zu beschichtenden Formwerkzeugoberfläche führen würden. Die nur geringe Steigerung der Abscheiderate um 51% führte zusammen mit der Beobachtung von Funkenüberschlägen zum Abbruch der Versuche mit der angelegten Gleichspannung.

Schichtabscheidung durch Schaltung der Formwerkzeuge als HF-Elektrode

Als vielversprechender Ansatz hatte sich gegen alle Erwartungen gezeigt, dass die Schaltung der zu beschichtenden Werkzeugform als HF-Elektrode möglich ist. Hierdurch bildet sich ein sogenannter Self-BIAS aus, der allerdings von der Fläche der Elektrode abhängig ist. Somit wird die elektrisch wirksame Fläche des Bauteils zu einem Prozessparameter. Daher wurde für die Untersuchungen ein großflächiges Dummy-Bauteil ausgewählt (siehe Abbildung 15), um den Self-BIAS nahe Null zu halten. Durch diesen Versuchsbaubau gelingt es, den Ionenbeschuss bei unterschiedlichen Formwerkzeuggrößen zu kontrollieren. Die im Projektzeitraum durchgeführten Versuche wurden auf der Basis des bisher bekannten Beschichtungsprozesses (Gradientenschicht) durchgeführt. Vorversuche hatten zuvor gezeigt,

dass für den Versuchsaufbau eine saubere Kontaktierung unter Vermeidung von Hohlräumen und scharfen Kanten notwendig ist. Zunächst wurde in den Vorversuchen allein nur die Deckschicht abgeschieden. Es zeigte sich dabei, dass durch die Schaltung des Dummy-Bauteils als Elektrode die Abscheiderate nochmals deutlich erhöht werden konnte. Die Ermittlung der Trennwirkung dieser Deckschicht ergab keinen Unterschied zur Abscheidung unter Standardbedingungen (Referenz).

In einem weiteren Schritt wurde dann die gesamte Gradientenschicht abgeschieden. Auch hier zeigte sich eine starke Erhöhung der Abscheiderate durch die Schaltung des Substrats als HF-Elektrode. Tabelle 2 zeigt beispielhaft die unterschiedlichen Schichtdicken und Abscheideraten der verschiedenen Methoden zur beschleunigten Abscheidung der plasmapolymere permanenten Trennschicht.

Probenbezeichnung	Mittelwert Schichtdicke [nm]	Mittelwert absolute Abscheiderate [nm/min]	Erhöhung der Abscheiderate	Trennwirkung
Standardabscheidung (Referenz)	195 nm	6,2	100 %	gut
Anlegung einer Gleichspannung	294 nm	9,4	151 %	gut
Schaltung Substrat als HF-Elektrode	632 nm	20,1	324 %	gut

Tabelle 2: Vergleich der Schichtdickenmessungen für einen exemplarischen Versuchsaufbau zur beschleunigten Schichtabscheidung

Die Trennwirkungen der in Tabelle 2 abgeschiedenen Schichten unterschieden sich kaum, somit konnte ein wesentliches Ziel dieses Projektes erreicht werden. Weitere Parametervariationen, z.B. mit Self-BIAS Werten > 50 V, führten zwar zu noch höheren Abscheideraten, jedoch war die Trennwirkung negativ beeinflusst.

Ein weiteres Projektziel bestand darin, auch die Abscheidung in tiefen Hinterschnitten und Ecken von Formwerkzeugen zu verbessern. Um eine ausreichend hohe Schichtstärke in diesen Bereichen zu gewährleisten, mussten beim herkömmlichen Beschichtungsverfahren lange Beschichtungszeiten in Kauf genommen werden [DBU07]. Dazu wurde ein nach dem Beschichten aufklappbarer Versuchsaufbau konzipiert, um auch in den Ecken eine Schichtdickenmessung durchführen zu können (siehe Abbildung 17 und 18).

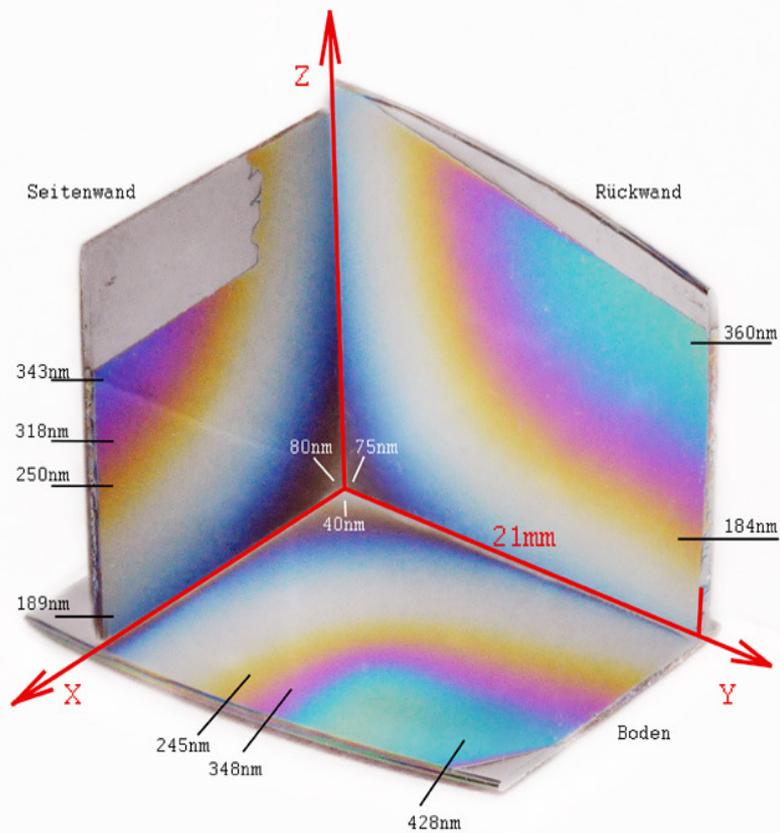
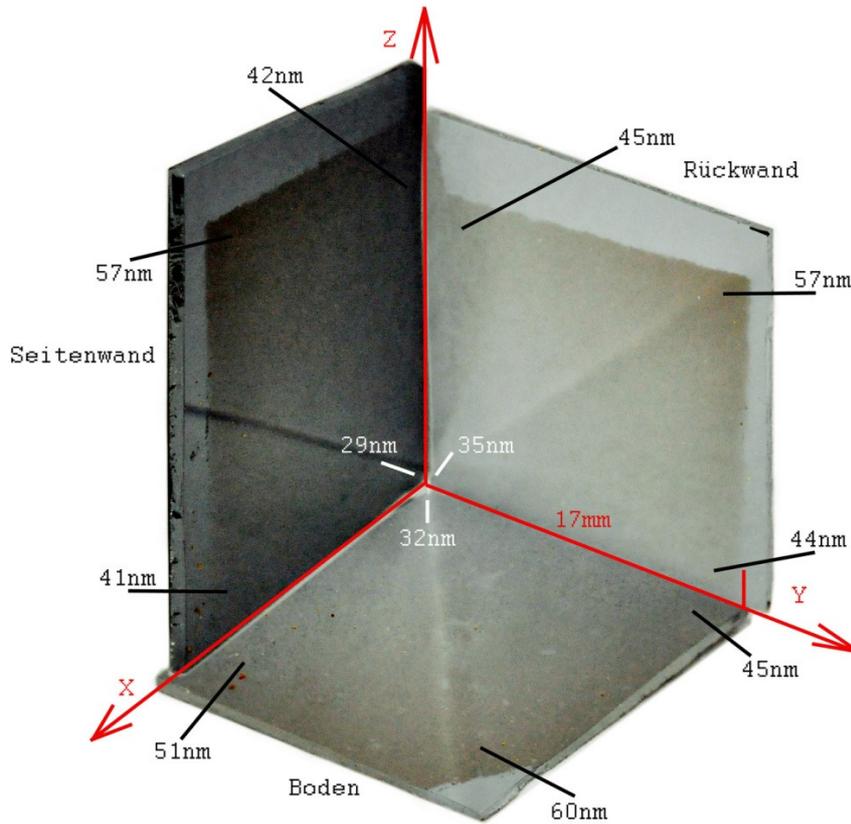


Bild 17 und 18: Messung der Schichtdicke von abgeschiedenen plasmapolymere Trennschichten in einer Ecke eines Versuchsaufbaus. Oben wurde eine Schicht ohne und unten mit Hochratebedingungen abgeschieden

Wie die optische Wahrnehmung und die Werte der Schichtdickenmessung direkt in der Ecke und auf den Flächen der Versuchskörper in den beiden Abbildungen 17 und 18 zeigen, konnte durch die Abscheidung unter Hochratebedingungen die Schichtdicke deutlich erhöht werden. Man erkennt an den sich ausbildenden Interferenzfarben die Schichtdickenzunahme unter Hochratebedingungen direkt bis in der Ecke von mehr als 100% und die viel schnellere Zunahme der Schichtdicke von der Ecke bis zu einer Entfernung von ca. 2 cm. Die Schichtdicke entspricht hier in etwa schon der Schichtdicke auf leichter für das Plasmagas zugänglichen Flächen.

2.1.1 Test der Trennschichten aus der beschleunigten Abscheidung auf Testplatten im AC/MOS-Technikum

Die Trenntests der abgeschiedenen plasmapolymere Trennschichten wurden mit einem ausgewählten Kalt-Weichschaum-PUR-Material der Firma BASF durchgeführt. Ziel dieses Arbeitspaketes war es, die Abscheiderate hinsichtlich der Trennwirkung zu optimieren. Eine höhere Abscheiderate ohne gleichbleibende oder verbesserte Trennwirkung machte für das Erreichen des Projektzieles keinen Sinn. Daher wurden alle durchgeführten Modifikationen an der Anlage, Spannungsveränderungen oder sonstige Parametervariationen mit einem Trenntest begleitet und auf diesen Trenntest hin optimiert. Die in Tabelle 1 und 2 aufgeführten optimierten Schichten zeigten im PUR-Test im AC/MOS-Technikum keinerlei Unterschiede hinsichtlich Trennwirkung (siehe Ergebnisse in Tabelle 1 und 2), Beständigkeit der Trennwirkung oder Haltbarkeit (Standzeit der Schicht bis zur nächsten durchzuführenden plasmapolymere Beschichtung). Andere, durch Parametervariation z.T. noch schneller abgeschiedene Schichten, zeigten dagegen eine reduzierte Trennwirkung.

2.1.2 Vergleich der Trennwirkung einer ausgewählten Schicht aus der beschleunigten Abscheidung auf Testplatten gegen verschiedene Kunststoffe im AC/MOS-Technikum

Diese begleitenden Trenntests wurden mit verschiedenen Kunststoffen an der in Bild 16 gezeigten Technikumsform durchgeführt.

Kunststoffmaterial	Entformungsergebnis nach 20 Entformungen	
	Referenz	Schaltung Substrat als Elektrode
Ether-Schuhschaum	n.i.O.	n.i.O.
Ester-Schuhschaum	n.i.O.	n.i.O.
Hartschaum	gut, aber zu wenig Gleitwirkung	gut, aber zu wenig Gleitwirkung
Gießhaut	gut	gut
Weichschaum	gut	gut
Kalt-Weich-Schaum	gut	gut
IMC (Isocyanat-basierend)	noch gut	noch gut
IMC (Carbodiimid-basierend)	sehr gut	sehr gut
thermoplastisches Polyurethan (TPU)	sehr gut	sehr gut
Polyvinylchlorid (PVC)	sehr gut	sehr gut
Polyesterharze	sehr gut	sehr gut

Tabelle 3: Übersicht der Entformbarkeit der plasmapolymere Trennschicht ohne zusätzliche Trennmittel gegenüber einigen getesteten Kunststoffmaterialien

Es sollte geprüft werden, ob die in Arbeitspaket 2.1.1 validierte Trennschicht „Schaltung Substrat als Elektrode“ auch bei der Entformung anderer Kunststoffe die Trennwirkung beibehält oder sogar verbessert. Als Referenz diente die unter Standardbedingungen abgeschiedene plasmapolymere Trennschicht.

Die vielversprechende, in Tabelle 2 als Probe „Schaltung Substrat als Elektrode“ benannte Schicht zeigte im Langzeit-PUR-Test im AC MOS-Technikum keinerlei Unterschiede hinsichtlich Trennwirkung, Beständigkeit der Trennwirkung oder Haltbarkeit (Standzeit der Schicht bis zur nächsten durchzuführenden plasmapolymerten Beschichtung) im Vergleich zur langsamer abgeschiedenen Standardbeschichtung (Referenz). Die Trennversuche mit anderen Kunststoffen, wie z.B. IMC-PUR-Lack, aufgeschmolzenes PVC-Slush-Pulver oder Epoxy-Harzen, zeigten im AC MOS-Technikum ebenfalls keine Unterschiede in der Trennwirkung oder Gleichmäßigkeit des Entformungsergebnisses. Tabelle 3 dokumentiert die Zusammenfassung dieses Ergebnis.

2.1.3 Test der Trennwirkung einer ausgewählten Schicht aus der beschleunigten Abscheidung auf einer Testplatte in Kombination mit Trennmitteln gegen verschiedene Kunststoffe im AC MOS-Technikum

Dieser Trenntest wurde ebenfalls mit einem Kalt-Weichschaum-PUR-Material an der in Bild 16 gezeigten Technikumsform durchgeführt. Die vielversprechende, in Tabelle 2 als Probe „Schaltung Substrat als Elektrode“ benannte Schicht auf einer weiteren Testplatte, zeigte in Kombination mit einem versprühfähigen, externen Trennmittel im Langzeit-PUR-Test im AC MOS-Technikum keinerlei Unterschiede hinsichtlich Trennwirkung, Beständigkeit der Trennwirkung oder Haltbarkeit (Standzeit der Schicht bis zur nächsten durchzuführenden plasmapolymerten Beschichtung) im Vergleich zur Standardbeschichtung (Referenz). Das Trennmittel wurde dabei nach jeder 5. Entformung appliziert.

2.1.4 Untersuchung der Beschichtung aus der beschleunigten Abscheidung in Abhängigkeit von der Anzahl der Entformungen inkl. Oberflächenanalytik

Zunächst wurde in diesem Arbeitspaket mittels AFM die Oberflächentopografie der plasmapolymerten Trennschichten untersucht. Bild 19 zeigt eine AFM-Aufnahme der unter Hochratebedingungen abgeschiedenen Trennschicht.

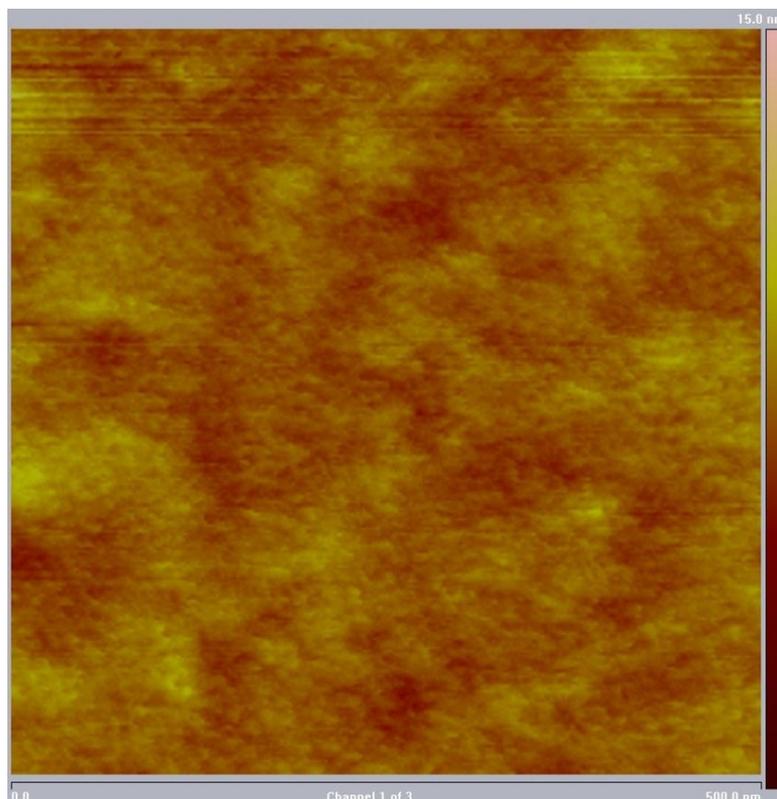


Bild 19: Topografische AFM-Aufnahme der unter Hochratebedingungen abgeschiedenen plasmapolymerten Trennschicht aus dem Arbeitspaket 2.1.3

Diese Topografie ist nahezu identisch mit der von herkömmlichen plasmapolymeren Trennschichten. Es ist keine Clusterbildung zu erkennen.

Der nach dem Langzeitversuch aus Arbeitspaket 2.1.3 auf der plasmapolymer beschichteten Testplatte zurückbleibende Aufbau (Mischung aus Resten des unverbrauchten Trennmittels und PUR-Komponenten) wurde mittels FT-IR und HTGC (Hoch-Temperatur Gaschromatographie) untersucht. Vergleichsweise wurde auch eine unbeschichtete Testplatte mit dem gleichen externen Trennmittel eingetrennt und mit dem Kalt-Weich-Schaum-PUR übergossen. Nach der abgeschlossenen Schäumreaktion wurde entformt und dieser Vorgang mehrmals wiederholt. Auch hier wurde der auf der unbeschichteten Testplatte zurückbleibende Aufbau mittels FT-IR und HTGC untersucht. Dabei konnten keine Unterschiede hinsichtlich der Zusammensetzung des Aufbaus (nur jede 5. Entformung Neu-Applikation des Trennmittels) oder eine Anreicherung von bestimmten Komponenten des Trennmittel- oder PUR-Systems detektiert werden. D.h. die beschleunigt abgeschiedene plasmapolymeren Trennschicht verändert nicht die Zusammensetzung des Aufbaus. Komponenten im Trennmittel werden gleichförmig an das entformte PUR abgegeben, nur dass die dazu benötigte Menge viel geringer ist.

2.2 Entwicklung von Trennschichten mit erhöhter mechanischer Beständigkeit

Ein weiteres Projektziel bestand darin, die mechanische Stabilität der plasmapolymeren Trennschicht zu erhöhen. Daher wurde zunächst die mechanische Beständigkeit der bisherigen plasmapolymeren Trennschicht untersucht und diese mit der Beständigkeit der Schichten mit erhöhter Abscheiderate verglichen.

2.2.1 Test der Trennschichten mit erhöhter mechanischer Beständigkeit auf Testplatten im AC MOS-Technikum

Am IFAM wurden Silizium-Wafer beschichtet, um einen möglichst glatten und reflektierenden Untergrund zur Verfügung zu stellen. So werden Fehlstellen durch Wischen sofort optisch wirksam. Leider stellte sich heraus, dass eine vollständig quantifizierende Methode (z.B. Erichsen Prüfstab oder Taber Abraser Test) nicht einsetzbar war. Daher wurde ein qualitativer Test eingeführt, indem ein trockener Wisch- und Reibtest mit einem Reinigungstuch für Objektive durchgeführt wurde. Dabei wurde das Tuch mit dem Daumen sehr kraftvoll auf die Oberfläche gedrückt und 3 Mal hinundher gewischt. Anschließend wurde beurteilt, ob und wenn ja, wieviele Kratzspuren erkennbar sind. Mittels dieses Wischtest wurden folgende Erkenntnisse gewonnen:

- Die Kratz- und Wischfestigkeit wird ganz wesentlich durch die chemische Zusammensetzung und die Schichtdicke bestimmt. Alleine die Erhöhung der Schichtdicke von ca. 300 nm auf ca. 1500 nm stellt eine gravierende Verbesserung in der Wischfestigkeit dar.
- Schichten mit zu geringer Sauerstoff- bzw. zu geringer Leistungszugabe sind mechanisch nicht ausreichend stabil, obwohl sie gute Trenneigenschaften aufweisen können. Eine zu hohe Sauerstoff- bzw. Leistungszugabe führt zu deutlich härteren und wischfesten Schichten, allerdings geht die Trennwirkung verloren.
- Ein Wechselschichtaufbau (weich, hart, weich, hart, weich, hart, weich) ergibt keinen Vorteil.

2.2.2 Vergleich der Trennwirkung einer ausgewählten Schicht mit erhöhter mechanischer Beständigkeit auf Testplatten gegen verschiedene Kunststoffe im AC MOS-Technikum

Die ausgewählte Schicht wurde unter Hochratebedingungen abgeschieden. Die Beschichtungsdauer wurde so gewählt, dass die abgeschiedene Schicht eine modifizierte Schichtzusammensetzung und eine Stärke von 1500 nm aufwies. Der Trenntest (siehe

Tabelle 4) gegen verschiedene Kunststoffe zeigte keine Veränderungen hinsichtlich der Trennwirkung oder Haltbarkeit im Vergleich zur Trennschicht ohne Hochratebedingungen.

Kunststoffmaterial	Entformungsergebnis nach 20 Entformungen		
	Referenz	Schaltung Substrat als Elektrode	Schaltung Substrat als Elektrode, höhere mech. Beständigkeit
Ether-Schuhschaum	n.i.O.	n.i.O.	n.i.O.
Ester-Schuhschaum	n.i.O.	n.i.O.	n.i.O.
Hartschaum	gut, aber zu wenig Gleitwirkung	gut, aber zu wenig Gleitwirkung	gut, aber zu wenig Gleitwirkung
Gießhaut	gut	gut	gut
Weichschaum	gut	gut	gut
Kalt-Weich-Schaum	gut	gut	gut
IMC (Isocyanat-basierend)	noch gut	noch gut	noch gut
IMC (Carbodiimid-basierend)	sehr gut	sehr gut	sehr gut
thermoplastisches Polyurethan (TPU)	sehr gut	sehr gut	sehr gut
Polyvinylchlorid (PVC)	sehr gut	sehr gut	sehr gut
Polyesterharze	sehr gut	sehr gut	sehr gut

Tabelle 4: Vergleich der Trennwirkung der plasmapolymerten Trennschichten mit erhöhter mechanischer Beständigkeit ohne zusätzliche Trennmittel gegenüber einigen getesteten Kunststoffmaterialien

2.2.3 Test der Trennwirkung einer ausgewählten Schicht mit erhöhter mechanischer Beständigkeit auf einer Testplatte in Kombination mit Trennmitteln gegen verschiedene Kunststoffe im AC/MOS-Technikum

Die in diesem Arbeitspaket erzielten Ergebnisse unterschieden sich nicht von denen in Arbeitspaket 2.1.3.

2.2.4 Untersuchung der Beschichtung mit erhöhter mechanischer Beständigkeit in Abhängigkeit von der Anzahl der Entformungen inkl. Oberflächenanalytik

Die in diesem Arbeitspaket erzielten Ergebnisse unterschieden sich nicht von denen in Arbeitspaket 2.1.4.

4 Realisierung ausgewählter Lösungsansätze unter produktionstechnischen Bedingungen

In diesem Arbeitspaket werden nun die Versuchsergebnisse der Beschichtung von Technikumswerkzeugen aus beschleunigter Abscheidung und erhöhter mechanischer Beständigkeit aufgezeigt. Dabei sollte die Beschichtungsfähigkeit realer 3-D-Geometrien überprüft und die Einsatzfähigkeit unter Technikumsbedingungen ausgewählter Kunststoffverarbeiter getestet werden. Zur Vereinfachung werden die Ergebnisse aus den Arbeitspaketen 4.1 und 4.2 im folgenden zusammengefasst.

4.1/2 Applikation einer ausgewählten Trennschicht aus beschleunigter Abscheidung auf produktionsrelevanten Technikumswerkzeugen auf Grundlage der unter 2.1 und 2.2 erhaltenen Erkenntnisse

Die Versuche in den Technika ausgewählter Kunststoffverarbeiter verliefen ohne Ausnahme sehr erfolgreich und erleichterten erheblich die Bereitschaft, Produktionswerkzeuge für die Versuche in laufender Serie für die Bearbeitung des Arbeitspaketes 6 beschichten zu können. Die Versuche wurden meist in Kombination mit internen oder externen Trennmittel durchgeführt, da aus den Vorversuchen des Arbeitspaketes 2 und den Vorerfahrungen bekannt war, dass eine trockene Beschichtung ohne Gleithilfe nicht permanent trennaktiv ist. Besonders konnten auch speziell Nicht-Automotiv- und zusätzlich Nicht-PUR-Kunststoffverarbeiter für diese Technikumsversuche gewonnen werden.

PUR-RIM-Bauteile mit internen Trennmitteln wurden durch die plasmapolymere Trennschicht (Hochrate) ebenso dauerhaft entformt, wie PUR-Lacke bei einem großen Automobilkonzern und PUR-Hartschaum bei der Firma Eppendorf. Bei letzterer Anwendung konnte mit Hilfe der herkömmlichen plasmapolymere Trennschicht der Trennmittelverbrauch um 80% gesenkt werden. Durch die Abscheidung unter Hochratebedingungen konnte nun der Trennmittelverbrauch nochmal abgesenkt werden (jetzt ca. 90% im Vergleich zu einem unbeschichteten Werkzeug). Ein Nachlassen der Trennwirkung oder eine Abnutzung der Trennschicht konnte während des Versuchszeitraums nicht beobachtet werden.

Auch im BMW Werk Landshut konnten mit einem, mit der Hochrateschicht beschichteten Produktionswerkzeug (siehe Bild 20) unter produktionsähnlichen Bedingungen mehr als 600 Entformungen durchgeführt werden.



Bild 20: Handschuhkastendeckel, Formwerkzeug des BMW Werkes Landshut, beschichtet mit der plasmapolymere Trennschicht unter Hochratebedingungen

Auch hier konnte im Vergleich zur bisherigen plasmapolymeren Trennschicht eine weitere Verringerung des Trennmittelverbrauchs und eine noch höhere Formenstandzeit (Intervall zwischen zwei Werkzeugreinigungen zur Entfernung von PUR- und Trennmittelresten) erzielt werden.

In diesen Technikumsversuchen konnte also gezeigt werden, dass eine Kombination aus einer plasmapolymeren Beschichtung, abgeschieden unter Hochratebedingungen, und geringen Mengen an externen oder internen Trennmitteln weiterhin eine sehr gute Entformbarkeit bei sehr guten Oberflächeneigenschaften der entformten Bauteile liefert.

Deutlich ist im Bild 21 die hohe Schichtdicke in den tiefen Hinterschnitten an den Interferenzfarben zu erkennen. Wird so ein Werkzeugbereich ohne Hochratebedingungen in der gleichen Zeitdauer beschichtet, sind die Interferenzfarben weniger intensiv und im Hinterschnitt gar nicht vorhanden. Dies ist ein klares Erkennungsmerkmal für eine deutlich geringere Schichtdicke.

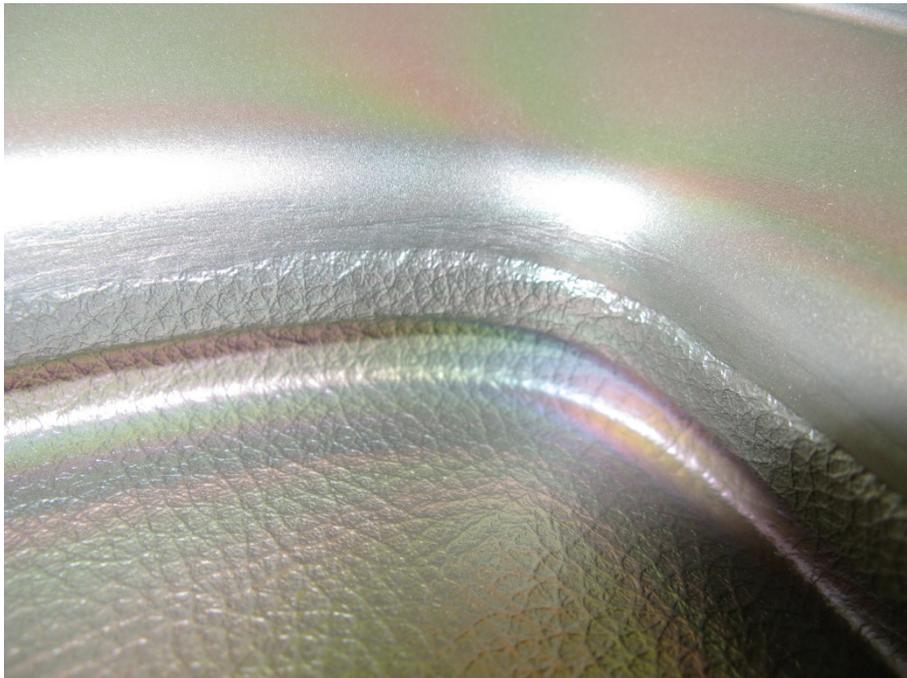


Bild 21: Plasmapolymerer Trennschicht in tiefen Hinterschnitten. Wird so ein Hinterschnitt ohne Hochratebedingungen beschichtet, sind die Interferenzfarben weniger intensiv und damit die Schichtdicke dünner

Z.Z. laufen noch Technikumsversuche mit Trennschichten, die unter Hochratebedingungen abgeschieden wurden und durch den modifizierten Aufbau (Schichtdicke, Zusammensetzung) eine erhöhte mechanische Beständigkeit aufweisen. Mit Hilfe dieser Schicht gelang es bisher, Kunststoffbauteile aus Polyethylen (PE) und Polypropylen (PPE) ohne weiteres Trennmittel entformen zu können. Dies untermauert das Bestreben des Antragstellers, auch nach Projektende weiterhin neue Anwendungsfelder für die plasmapolymeren Beschichtung zu erschließen.

5. Ökologische Zwischenbilanzierung anhand der erreichten Ergebnisse

Eine Zwischenbilanzierung zeigte schon nach den Technikumsversuchen das hohe Potential der modifizierten plasmapolymeren Beschichtungen. Neben der zusätzlichen Einsparung an Trennmittel kann auch durch den dadurch stärker verminderten Reinigungsaufwand der Formen auf erhebliche Mengen an Reinigungsmaterialien verzichtet werden. Zudem wird die Produktivität gesteigert, da die vormals für die Reinigung notwendige Zeit nun in zusätzliche Produktivität umgewidmet werden kann. Daher möchten wir an dieser Stelle auf die Endbilanzierung in Arbeitspaket 7 verweisen.

6 Nachweis der Permanenz der entwickelten Trennschichten, Ermittlung der Prozessparameter für die Qualitätssicherung und erste Versuche im großtechnischen Produktionsmaßstab

Die Maßnahmen der Qualitätssicherung wurden aus den bisherigen plasmapolymeren Beschichtungsprozessen übernommen, d.h. eine trennaktive Beschichtung benötigt einen sauberen, haftfähigen Untergrund. Daher wird jedes Werkzeug vor der Beschichtung anhand einer Checkliste auf Verunreinigungen überprüft. Die Beschichtung verläuft EDV-gesteuert, vollautomatisch nach genormten Prozessparametern ab. Zudem muss nun auf eine sehr gute Reaktorkonditionierung und saubere Kontaktierung der Elektroden geachtet werden.

Während der Beschichtung werden kleine Proben mit beschichtet. Diese Proben werden nach der Beschichtung unterschiedlichen Tests zugeführt, so dass die Schichthftung, Schichtstärke, Oberflächenenergie und Trennwirkung gegenüber einem standardisierten PUR-Material für jeden Beschichtungsprozess überprüft werden kann, ohne die Werkzeugoberfläche direkt prüfen zu müssen.

Im folgenden werden nun die Ergebnisse der durchgeführten Versuche mit unter Hochratebedingungen beschichteten Formwerkzeugen unter Produktionsbedingungen präsentiert. Dabei werden die Arbeitspakete 6.1 bis 6.3 zusammengefasst betrachtet.

6.1 Nachweis der Permanenz der entwickelten Trennschichten aus beschleunigter Abscheidung, Ermittlung der Prozessparameter für die Qualitätssicherung und erste Versuche im großtechnischen Produktionsmaßstab

+

6.2 Nachweis der Permanenz der entwickelten Trennschichten mit erhöhter mechanischer Beständigkeit, Ermittlung der Prozessparameter für die Qualitätssicherung und erste Versuche im großtechnischen Produktionsmaßstab

+

6.3 Phase der Fehlerbeseitigung und Optimierung für Produkte und Produktionsprozesse aus Ergebnisanalyse der Feldversuche

Auch unter den Bedingungen der Hochrateabscheidung können ohne den zusätzlichen Einsatz von Trennmitteln nur bestimmte PUR-Materialien unter bestimmten Voraussetzungen, wie z.B. keine tiefen Hinterschnitte, dauerhaft entformt werden. Isocyanathaltige PUR-Systeme, wie zum Beispiel in Schuhschäumen, benötigen noch weiter als Trennunterstützung geringe Mengen an Trennmittel. Abrasive PUR-Systeme, wie mit Glasfasern oder Bariumsulfat gefüllte Systeme, können auch mit der unter Hochratebedingungen abgeschiedenen plasmapolymeren Trennschicht mit erhöhter mechanischer Wischbeständigkeit nicht dauerhaft entformt werden. Dafür fehlt diesen weichen polymeren Schichten die Härte. Bei der Verarbeitung solcher Systeme leiden selbst metallische Formenwerkzeuge unter der Abrasion und müssen regelmäßig nachgearbeitet werden. Daher wird erst recht eine Beschichtung schon nach wenigen Zyklen beschädigt werden. Eine einwandfreie Entformung kann danach nicht mehr gewährleistet werden.

Es wurden bei folgenden ausgewählten Kunden Produktionsversuche in der laufenden Serie mit beschichteten Formwerkzeugen in der Projektlaufzeit begonnen:

- Fa. BMW Werk Landshut, Anwendung PUR-IMC-Sprühhaut (PUR, Automotiv)
- Fa. Eppendorf, PUR-Hartschaum (PUR, Non-Automotiv)
- Fa. CeraCon, 1-K-PUR-Spritzguss-Dichtungen (PUR, Non-Automotive)
- Kunde in Süddeutschland (TPU-Spritzguss, Automotive)
- Fa. Kessel (PE-Rotomoulding, Non-Automotive)

Ihr Einsatz in der Produktion erforderte z.T. einige Änderungen im Produktionsablauf. So musste z.B. bei der Entformung von PUR-Hartschaummaterialeien das Eintrennintervall verlängert und für die Dokumentation erfasst werden. Auch konnten während der Produktions-

versuche Handlingsfehler beim Umgang mit der plasmapolymerten Beschichtung erkannt und beseitigt werden.

Bei der Firma Eppendorf in Leipzig werden temperierbare Zentrifugenkessel aus PUR-Hartschaum gefertigt und zu fertigen Zentrifugen verbaut. Um den Einsatz von Trennmittel in Form einer Trennpaste zu reduzieren, werden seriell die Formwerkzeuge mit der plasmapolymerten Trennschicht versehen. Auch hier wurde ein Produktionswerkzeug mit der neuen Hochrate-Trennschicht versehen. Dieser Versuch zeigte eine bessere Trennwirkung bei einer gleichzeitigen Reduzierung der benötigten Trennmittelmenge um bis zu 15%. Bild 22 zeigt ein beschichtetes Produktionswerkzeug.

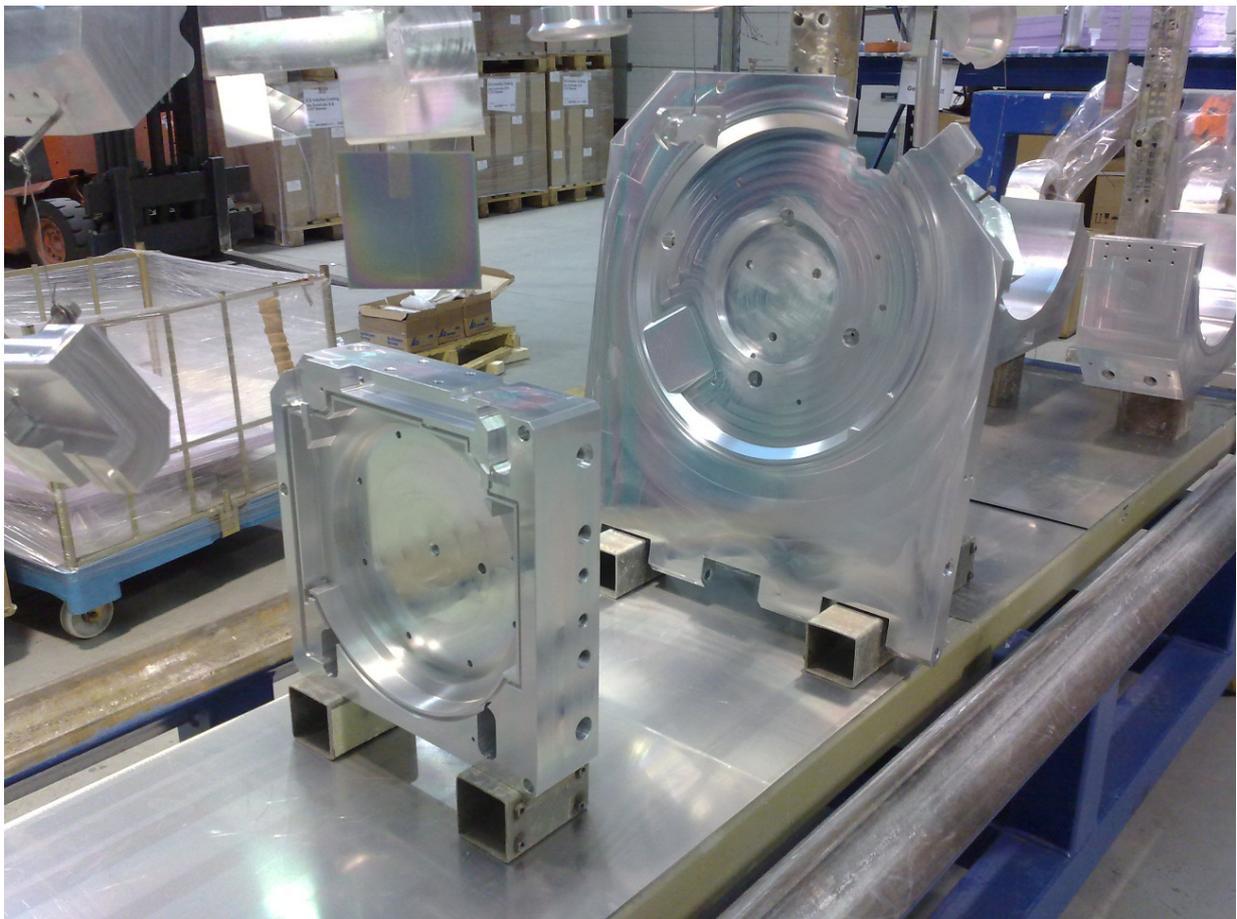


Bild 22: Zerlegtes Produktionswerkzeug von Eppendorf nach dem Beschichtungsprozess

Auch Entformungsprobleme aus dem Nicht-PUR- und Nicht-Automotive-Bereich wurden mit der plasmapolymerten Trennschicht erfolgreich gelöst. Die Firma Kessel stellt Tanks und andere Hohlkörper mit Hilfe des sog. Rotomoulding-Verfahrens her. Hierbei wird PE-Pulver durch Wärme verflüssigt, in der heißen Form ausgießert und die gesamte Form abgekühlt. Um die Bauteile sowohl leicht zu entformen als auch mit einer glänzenden Oberfläche zu versehen, werden normalerweise die Poren des Metalls mit einem lösungsmittelhaltigen semipermanenten Trennmittel richtiggehend aufgefüllt. Teile der sehr großen Werkzeuge (siehe Bild 23) wurden daher mit der neuen Trennschicht mit hoher Schichtstärke versehen. Die abgeschiedene Schicht war mit ca. 2 μm so dick, dass keine Interferenzfarben mehr auf dieser Werkzeugoberfläche zu erkennen waren.



Bild 23: Teile der Produktionswerkzeuge der Fa. Kessel nach dem Beschichtungsprozess

Das beschichtete Werkzeug läuft z.Z. sehr erfolgreich unter Produktionsbedingungen bei der dauerhaften Entformung von PE-Bauteile für einen Tiefbauschacht. Es musste durch die Beschichtung bei diesem Bauteil nur noch eine minimale Menge Trennmittel, beispielsweise für die Bolzen-Öffnungen, verwendet werden.

Für das BMW Werk Landshut wurde ein fein-gearbt Instrumententafel-Werkzeug für die PUR-IMC-Sprühhautfertigung mit der plasmapolymere Trennschicht unter Hochratebedingungen versehen und befindet sich dort seit einigen Monaten im seriellen Einsatz. Bislang verlief der Produktionsversuch sehr erfolgreich und wird auch, trotz des Projektendes, weiter durch ACMOS begleitet. Bild 24 zeigt das beschichtete Formwerkzeug im Plasmareaktor. Sehr schön ist hier das Brennen des Plasmas über der Werkzeugoberfläche zu erkennen.



Bild 24: Instrumententafelformwerkzeug des BMW Werkes Landshut im Plasmareaktor während des Beschichtungsprozesses

Schon die Technikumsversuche anhand eines einfachen Plattenwerkzeugs im BMW Werk Landshut zeigten ohne den Einsatz von Trennhilfen eine längere Lebensdauer der Trennschicht unter Hochratebedingungen, verglichen mit der Standard-plasmapolymeren Trennschicht. Diese verlängerte Lebensdauer beruhte auf einer höheren Schichtdicke von ca. 1 μm , welche laut den Ergebnissen des Arbeitspaketes 2.2.1 ja eine höhere mechanische Beständigkeit liefert. Während des bislang positiv verlaufenen Produktionsversuchs über mehr als 1000 Entformungen im BMW Werk Landshut, konnte kein Unterschied in der Performance (z.B. Trennwirkung, Reinigungsintervall, Oberflächengüte der entformten Bauteile) der Beschichtung festgestellt werden. D.h. auch fein strukturierte Formwerkzeugoberflächen können unter den Hochratebedingungen weiterhin problemlos mit der plasmapolymeren Trennschicht, auch bei sehr komplizierten Formwerkzeuggeometrien, abgebildet werden.

Der Produktionsversuch im BMW Werk Landshut ist der Beweis für den sehr erfolgreichen Abschluss des Projektes. Es gelang dem Antragsteller in Zusammenarbeit mit dem IFAM, die plasmapolymeren Trennschicht durch die Abscheidung unter Hochratebedingungen schneller und mit höherer Qualität hinsichtlich der mechanischen Beständigkeit auf Formwerkzeugen abzuscheiden und erfolgreich in einen laufenden Produktionsprozess zu integrieren.

7. Ökologische Endbilanzierung

Die Praxis zeigt, dass die plasmapolymere Trennschichten gegenüber verschiedenen Polyurethanmaterialien ohne Hilfe von externen Trennmitteln nicht ausreichend trennen. Die hierfür verantwortlichen Grenzflächenphänomäne sind bisher nicht untersucht und verstanden. Daher kann in diesen Fällen bisher auf die Verwendung von geringen Mengen an Trennmitteln nicht verzichtet werden. Die herkömmliche plasmapolymere Trennschicht in Formwerkzeugen ermöglichte im Vergleich zu den unbeschichteten Formen eine Trennmittelreduktion von bis zu 80%. Die Dauer eines Beschichtungsvorgangs betrug ca. 4 Stunden, um auch in den Hinterschnitten der Werkzeuge eine ausreichende Schichtstärke zu erzielen [DBU07].

Wird eine vergleichbare plasmapolymere Trennschicht unter Hochratebedingungen abgeschieden, reduziert sich die Beschichtungsdauer um ca. 75% auf ca. 1 Stunde. Beispiele aus den durchgeführten Produktionsversuchen zeigten, dass diese Schicht, je nach Anwendungsfall, in der Lage ist, die benötigte Trennmittelmenge aufgrund der besseren Trennwirkung nochmals um ca. 10% zu reduzieren. Wird durch die unter Hochratebedingungen abgeschiedene plasmapolymere Trennschicht für die Entformung von PUR-Kunststoffbauteilen letztendlich nur noch 10% Trennmittel (im Vergleich zu unbeschichteten Formwerkzeugen) benötigt, reduziert sich nachhaltig auch das Aufbauverhalten von Verschmutzungen in der Form. Dieses gilt für die Verwendung von lösungsmittelhaltigen und wässrigen Trennmitteln gleichermaßen. Ein nochmals reduziertes Aufbauverhalten führt zu einer noch längeren Formenstandzeit und dadurch zu einem nochmals verringerten Einsatz von ökologisch bedenklichen Formenreinigern, da die Formen weniger oft gereinigt werden müssen. Da in der nun gewonnenen Zeit, in der vormals die Formen gereinigt wurden, weiter produziert werden kann, erhöht sich die Produktivität erheblich. Zusätzlich wird die Umfeldverschmutzung durch überschüssiges Trennmittel im sog. Over-Spray reduziert. Arbeitsplätze, Maschinen und Ablüftung werden erheblich langsamer verschmutzt und eine Hallen-/Maschinen-Reinigung sowie eine Wartung kann hinausgezögert werden.

Besondere Polyurethanmaterialien, wie spezielle IMC-PUR-Lacke mit bestimmten chemischen Bestandteilen, werden auch ohne Trennmittel sowohl mit der herkömmlichen plasmapolymere Trennschicht als auch mit der Beschichtung unter Hochratebedingungen dauerhaft entformt. Die schneller abgeschiedene Beschichtung zeigt keinen Trennunterschied zur herkömmlichen plasmapolymere Beschichtung. Aber auch andere Kunststoffmaterialien, wie z.B. TPU oder PE, können mit Hilfe der unter Hochratebedingungen abgeschiedenen plasmapolymere Beschichtung dauerhaft entformt werden. Dies zeigt ebenfalls einen Erfolg des Projektes und beweist, dass durch die Hochratebedingungen die Gesamtleistung der Trennschichten nicht beeinflusst wird.

Permanente plasmapolymere Trennschichten zeichnen sich dadurch aus, dass sie in einem kalten, lösemittelfreien Verfahren als Dünnschicht aufgetragen werden. Hierfür wird einmalig nur eine geringe Menge Energie (ca. 120 kWh bei einer Großanlage) und eine sehr, sehr geringe Menge an gasförmigen Chemikalien (ca. 20 g) benötigt. Der energetische Aufwand (Stromverbrauch) für das Herstellen einer Trennschicht-Beschichtung ist äußerst gering. Den meisten Strom verbrauchen, auch unter den Hochratebedingungen, die Vakuumpumpen, so dass durch eine verkürzte Beschichtungszeit auch der Stromverbrauch entsprechend gesenkt wird. Auch die für eine Beschichtung nötige Gas- und Chemikalienmenge ist sehr gering und beeinflusst die ökologische Gesamtbilanzierung nur unwesentlich. Jedoch werden diese umweltfreundlichen plasmapolymere Trennschichten erst dann einen breiten Markt bedienen können, wenn sie in vielen Anwendungsbereichen wirtschaftlich einsetzbar sind. Ein wesentlicher Aspekt hierbei war die bisher mangelhafte Abrasionsfestigkeit. Auch dieser Punkt konnte in diesem Projekt erfolgreich verbessert werden. Durch die Möglichkeit, Trennschichten mit einer höheren mechanischen Stabilität abzuscheiden, erhöht sich nicht nur ihr möglicher technischer Einsatzbereich, sondern die Werkzeuge müssen auch weniger häufig zur Nachbeschichtung versendet werden. Dies führt ebenfalls zu einer höheren Produktivität des Kunststoffverarbeiters sowie geringeren Transportkosten und einen reduzierten Logistikaufwand. Alle Faktoren erhöhen zweifelsohne nachhaltig die Umweltrelevanz.

Werden zukünftig Formwerkzeuge mit der plasmapolymerten Trennschicht unter Hochratebedingungen versehen, ließen sich für die Ziele Umweltschutz und Effektivitätssteigerung nachhaltige Einflüsse nehmen auf die Stoff- und Energieströme des Trennmittelherstellers, Beschichters und der Anwender (Kunststoffverarbeiter).

Trennmittelhersteller:

- Herstellung und Versand von (lösungsmittelhaltigen) Trennmitteln
- Herstellung und Versand von (lösungsmittelhaltigen) Reinigern
- Geringer Verbrauch an Rohstoffen
- Geringer Transport- und Logistikaufwand
- Umstellung der Kunden auf wässrige Trennmittel in Kombination mit der Trennschicht

Beschichter:

- Kapazitätssteigerung durch die schnellere Herstellung der plasmapolymerten Trennschicht
- Reduktion des Energie- und Materialeinsatzes
- Reduktion des Logistik- und Transportaufwandes durch längere Lebensdauer der Beschichtung

Verarbeiter:

- Reduktion des Trennmittelverbrauchs
- Reduktion des Reinigerverbrauchs
- Reduktion der Umfeldverschmutzung
- Reduzierung von Reinigungsvorgängen
- Verringerung der Anlagenwartung durch geringere Umfeldverschmutzung
- Verringerung des Entsorgungsaufwandes
- Reduktion von umweltbelastenden Emissionen verursacht durch Trenn- und Reinigungsmittel
- Reduktion des internen Transportvolumens an Reinigern und Trennmitteln
- Reduzierung von Aufheizvorgängen durch Reduktion der Reinigungsintervalle (Energieersparnis)
- Reduktion Formtransport im Zuge der Formenreinigungsintervalle

Durch die erfolgreiche Projektdurchführung wird unter dem Vermeidungsaspekt eine vollständige Entlastung der Umwelt im Bereich lösemittelhaltiger Trennmittel im hier angesprochenen Teilsegment der Fertigung von Kunststoffteilen erreicht. Da auch die Niederdruckplasma-Prozesse zur Erzeugung der plasmapolymerten Trennschichten mit keiner Umweltbelastung einhergehen, schlägt die Entlastung bei der Anwendung vollständig zu Buche. Aus heutiger Sicht sind dem Antragsteller keine zukünftigen Umweltauflagen bekannt, welche diese positiven Effekte schmälern würden.

Da kein Kunststoffverarbeiter bereit war seine Herstellungsdaten preiszugeben, soll abschließend an dieser Stelle eine auf den Stand der Technik bezogene, jedoch hypothetische Ökobilanzierung für die Verwendung der unter Hochratebedingungen abgeschiedenen plasmapolymerten Trennschicht bei einem typischen Hersteller von PUR-PUR-Bauteilen erstellt werden.

Eingesetzt wird ein lösungsmittelhaltiges Trennmittel. Angenommen wird eine Formstandzeit von 1500 Teilen pro Werkzeug. D.h. nach 1 Woche bei ununterbrochener 5-tägiger und 3-schichtiger Produktion mit einer Entformungszeit von 5 Minuten, muss das Werkzeug mit Trockeneis (CO₂-Strahlverfahren) gereinigt werden. Experimentell konnte eine Reduktion des Trennmittelverbrauchs durch die herkömmliche plasmapolymere Trennschicht um 60% erzielt werden. Durch Verwendung der unter Hochratebedingungen abgeschiedenen Trennschicht konnte der Verbrauch um 70% reduziert werden.

Tabelle 5 zeigt die einzelnen Entlastungen durch den reduzierten Trennmittel- und Reinigerverbrauch. Wird für die Reinigung eine Stunde benötigt, steigt die Produktivität bei einer Anlage mit 10 Werkzeugen und einer Produktion von 15000 Teilen pro Woche um ca. 4 Stunden (entspricht ca. 3%), wenn die plasmapolymere Trennschicht, abgeschieden unter

Hochratebedingungen, verwendet wird. Eine Steigerung der Produktivität von 3% ist für viele Kunststoffverarbeiter aufs Jahr gerechnet sehr interessant.

	Fomwerkzeug		
Beschichtungsart	unbeschichtet	herkömmliche plasmapolymere Trennschicht	plasmapolymere Trennschicht unter Hochratebedingungen
Dauer der Beschichtung	0	4 h	1 h
Trennmittelverbrauch pro Bauteil	100 g/Teil	40 g/Teil	30 g/Teil
Trennmittelverbrauch für die Herstellung von 1500 Teilen	150 kg	60 kg	45 kg
Reinigungsintervall	alle 1500 Teile	alle 2400 Teile	alle 2550 Teile
Benötigte Reinigermenge pro Bauteil (5 kg CO₂ pro Reinigung)	3,3 g	2,1 g	2,0 g
Reduktion Umfeldverschmutzung	0%	60%	70%

Tabelle 5: Hypothetische Auflistung der Produktivitätssteigerung eines Herstellers von PUR-Bauteilen

Durch die Erhöhung der mechanischen Beständigkeit der Trennschicht führte das Projekt weiterhin dazu, dass ein ernsthaftes Interesse bekundet, wurde diese Beschichtungstechnik im Bereich der CFK-Fertigung für Luftfahrtbauteile einzusetzen. Innovationstreiber ist zunächst primär der Wunsch, die Produktivität zu erhöhen und die Kosten zu senken. Erste Abschätzungen zeigen, dass durch die Beschichtung der Produktionszyklus um 30 – 80% verkürzt werden kann. So können z.B. die Prozessschritte „Entformung und Oberflächenbehandlung“ von CFK-Bauteilen im Leitwerkbereich um 66 % verkürzt werden. Allein die Einsparung von Personalkosten liegt dadurch bei ca. 500 T€ an einem Standort in einem Jahr.

Neben dem beschriebenen ökonomischen Vorteil ergibt sich automatisch ein erheblicher, derzeit aber nicht genau bezifferbarer ökologischer Vorteil durch Trennmittelvermeidung und die Vermeidung von Formen- und Bauteilreinigung.

Die Partner IFAM und Acmos werden alles tun, um diesen Markt für die Zukunft zu erschließen und Produktionsfreigaben zu erwirken.

8. Dokumentation der FuE-Ergebnisse und Festlegung der Kriterien nach DIN EN ISO 9000 ff. für die QS nach Projektabschluss

Die FuE-Ergebnisse wurden im Projektverlauf kontinuierlich dokumentiert, analysiert und zwischen den Partnern diskutiert. Diese Dokumentationen der Partner bildeten die Grundlage zur vorliegenden Berichterstellung.

Fazit und Ausblick

Das Projekt konnte sehr erfolgreich beendet werden. Es gelang durch ein neuartiges Verfahren die plasmapolymere Trennschicht mit einem um 75% verkürzten Zeitaufwand abzuschneiden. Sowohl die Trennwirkung als auch die Lebensdauer dieser unter Hochratebedingungen abgeschiedenen plasmapolymere Trennschicht konnten verbessert werden. Tiefe Hinterschnitte in Formwerkzeugen zeigen nach dem Beschichtungsvorgang unter Hochratebedingungen eine wesentlich höhere und einheitlichere Schichtstärke. Zudem konnte durch die Erhöhung der Schichtstärke die mechanische Beständigkeit erhöht werden.

Durch Schaltung der zu beschichtenden Formwerkzeuge als HF-Elektrode konnte auch ein positives Ergebnis für die Plasmabeschichtungstechnologie im Allgemeinen erzielt werden. Zwar entspricht schon heute die Schaltung von zu beschichtenden Substraten als Elektrode dem Stand der Technik, jedoch führt der Ionenbeschuss durch den sich selbst ausbildenden Self-Bias zu oxidativen Schädigungen von Beschichtungen mit hohem organischen Anteil (hydrophobe Schichten). Daher blieb das Verfahren bisher auf das Abscheiden von nicht hydrophoben Beschichtungen beschränkt. Durch diesen neuartigen Versuchsbaubau gelingt es nun, den Ionenbeschuss auch bei unterschiedlichen Formwerkzeuggrößen zu kontrollieren. Somit lassen sich nun auch hydrophobe, trennende Schichten beschleunigt abscheiden.

Es konnte festgestellt werden, dass die Einsatzmenge zusätzlicher Trennmittel, je nach Anwendungsfall der Kunststoffentformung, im Vergleich zur herkömmlichen plasmapolymere Trennschicht noch weiter reduziert werden konnte. Zusätzlich konnten durch das neue Beschichtungsverfahren auch der Arbeitsaufwand der Formenreinigung oder die Nachbearbeitung der fertigen Formbauteile nochmals reduziert werden. Dieses führt neben der Einsparung an Trennmitteln ebenfalls zu einem nochmals verringerten Verbrauch an dafür nötigen Reinigermengen. Somit gelang es in diesem Projekt nachhaltig, die Umwelt nochmals deutlich zu entlasten. Gleichwohl müssen die Gegebenheiten und Produktionsweisen der Kunststoffverarbeiter immer neu bewertet werden, wenn ein Fertigungsprozess auf die plasmapolymere Trennschicht umgestellt werden soll.

Der Antragsteller führt z.Z. weitere Bemusterungen mit der unter Hochratebedingungen abgeschiedenen plasmapolymere Beschichtung durch und wertet die gestarteten Technikums- und Produktionsversuche für Entformungsprobleme von verschiedenen PUR- und thermoplastischen Kunststoffen weiter aus. Auch 6 Monate nach Projektende kam es noch zu keinem Versagen der Trennwirkung. Die Zuversichtlichkeit, dass dies so bleibt, ist ungebrochen.

Literaturverzeichnis

- [BIA00] BIA – Entwicklungsprojekt „Entwicklung von permanenten Trennschichten für metallische Formen der Kunststoffverarbeitung“, Bremer Innovations-Agentur (1998 – 2000)
- [DBU07] DBU – Forschungsprojekt „Entwicklung von trockenen, permanent trennwirksamen Beschichtungen für Formen zur Herstellung von Kunststoffbauteilen“; (2004 – 2007)
- [KWK99] Klyszcz-Nasko, H.; Wochnowski, H.; „Oberflächenphänomene nach Trennmittelapplikation“, 19. Schaumkunststoff-Tagung, Tagungsband: Polyurethan Formteile, neue Trümpfe im Wettbewerb, S. 149, Wiesbaden 1999
- [SSWN00] Schneider, A.; Schneider, V.; Wochnowski, H.; Niemeier P.: „Release agent“, US Patent, 6162290
- [U96a] Ullmanns Enzyklopädie der technischen Chemie 5 Auflage, Bd.23, S.375, 1996
- [U96b] Ullmanns Enzyklopädie der technischen Chemie 5 Auflage, Bd.15, S.269, 1996
- [Vis07a] Vissing, K.D.: „Aufskalierung plasmapolymere Beschichtungsverfahren“; Noch unveröffentlichte Dissertation der Universität Bremen
- [VS04] Vissing, K., Salz, D.: „Permanente Trennschichten für Formgebungswerkzeuge durch Plasmapolymere“, FhG-IFAM, Jahresbericht 2004
- [VK06] Vissing, K.D.; Klyszcz-Nasko, H.: „Permanente plasmapolymere Trennschichten“; In: Vakuum in Forschung und Praxis 18 (2006) 1, S. 12
- [W1989] Wochnowski, H.: „Trennmittel auf Wasserbasis für die PUR-Verarbeitung“, Kunststoffe, 79, S. 8, 1989
- [WKBV00] Wochnowski, H.; Klyszcz-Nasko, H.; Baalman, A.; Vissing, K.: „Verfahren zur Herstellung einer permanenten Entformungsschicht durch Plasmapolymere auf der Oberfläche eines Formteilwerkzeugs, ein nach dem Verfahren herstellbares Formteilwerkzeug und dessen Verwendung“, DE 100 34 737 A1