

Grenzflächenuntersuchungen zur Belagbildung von Kunststoffschmelzen auf Stahloberflächen

René Gustus¹, Maria Sonnenberg¹, Dr. Lienhard Wegewitz¹, Prof. Dr. Wolfgang Maus-Friedrichs¹,
Sascha Sedelmeier², Prof. Dr. Jürgen Wieser²,
Juan Vega³, Dr. Herbert Scheerer³

¹ Clausthaler Zentrum für Materialtechnik, Technische Universität Clausthal, Agricolastraße 2, 38678 Clausthal-Zellerfeld, Deutschland

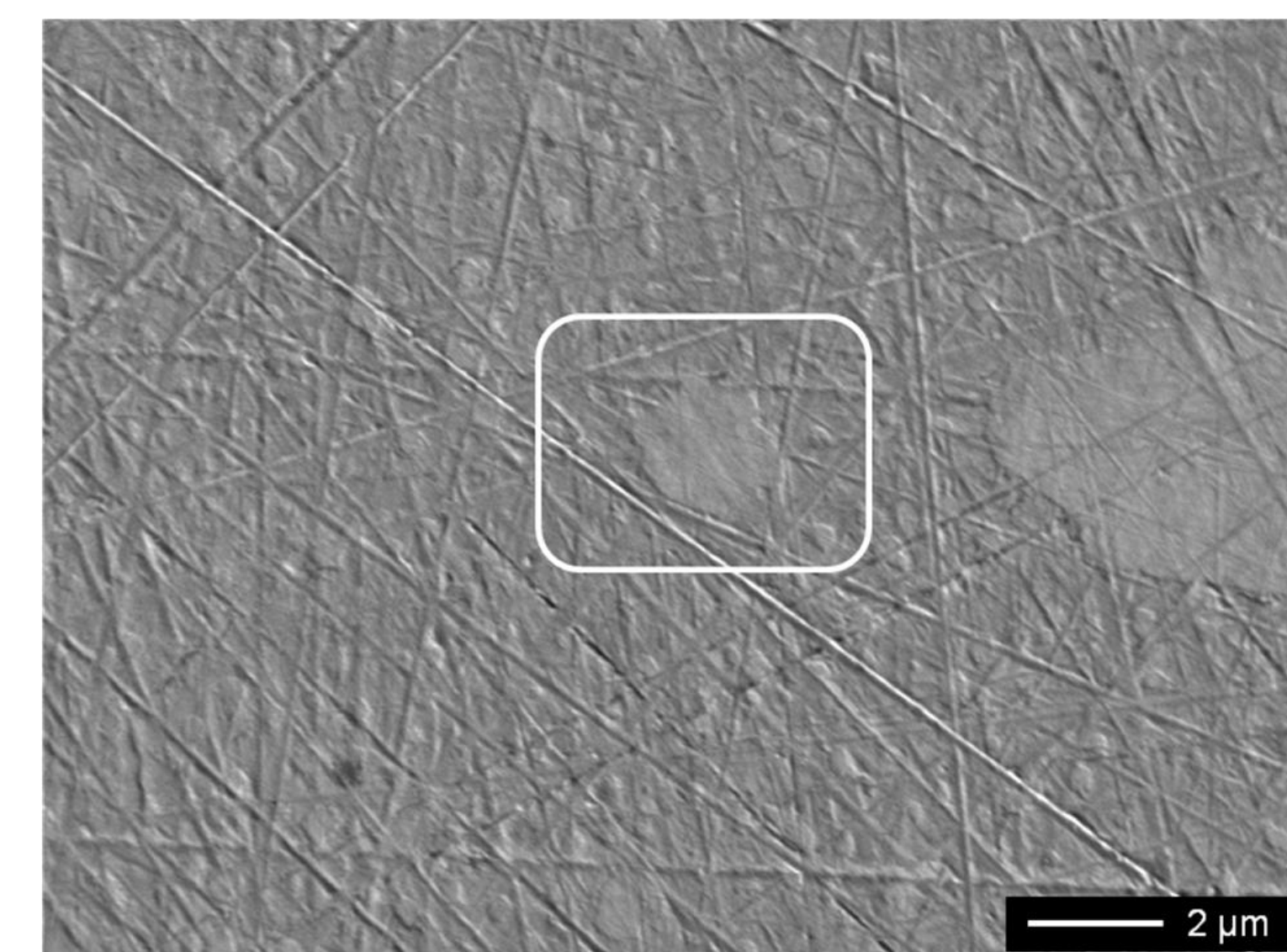
² Fraunhofer Institut für Betriebsfestigkeit und Systemzuverlässigkeit LBF, Schloßgartenstraße 6, 64289 Darmstadt, Deutschland

³ Zentrum für Konstruktionswerkstoffe MPA/IfW, Technische Universität Darmstadt, Grafenstraße 2, 64283 Darmstadt, Deutschland

Einleitung

Stippen in Kunststoff-Formteilen sind ein weit verbreitetes Problem in der Kunststoff-verarbeitenden Industrie. Ursache für die Entstehung von Stippen ist in vielen Fällen die Anhaftung bzw. die Belagbildung von Polymerschmelze an den Stahloberflächen der Kunststoff-verarbeitenden Maschinen. Obwohl das Problem der Belagbildung seit vielen Jahren bekannt und akut ist, sind die zu Grunde liegenden Ursachen und Mechanismen nicht vollständig verstanden. Dies liegt nicht zuletzt daran, dass die verantwortlichen Prozesse im nur sehr schwer zugänglichen Grenzflächenbereich zwischen Stahloberfläche und Polymerschmelze ablaufen. In diesem Posterbeitrag sollen exemplarisch einige Ergebnisse durchgeführter Grenzflächen-Untersuchungen, welche im Rahmen eines AiF-Projektes in engem Kontakt mit Vertretern der Kunststoffindustrie zur Thematik der Anhaftung und Belagbildung entstanden sind, vorgestellt werden.

- Auf vergleichsweise glatten Stahloberflächen ist nach dem Trennen der Verbundproben ein dünner löchriger Belag zu finden.
- Dieser weist eine durchschnittliche Schichtdicke von rund 9 nm auf.
- Ortsaufgelöste spektroskopische Messungen (AES) deuten auf das Vorhandensein von Eisen in der Schicht hin.
- Der Nachweis von Eisen lässt auf eine chemische Reaktion zwischen der Polycarbonatschmelze und Eisenatomen bzw. -ionen der Stahloberfläche schließen.



REM-Aufnahme der Stahloberfläche einer auseinandergebrochenen Polycarbonat-Stahl-Verbundprobe. (Stahlprobekörper geschliffen und poliert mit 3 µm Polierpaste.)

Experimentelles Vorgehen

Untersuchung der physikalisch-chemischen Wechselwirkung zwischen Polymerschmelze und Stahloberfläche unter Zuhilfenahme spektroskopischer und mikroskopischer Methoden der Oberflächenanalytik.

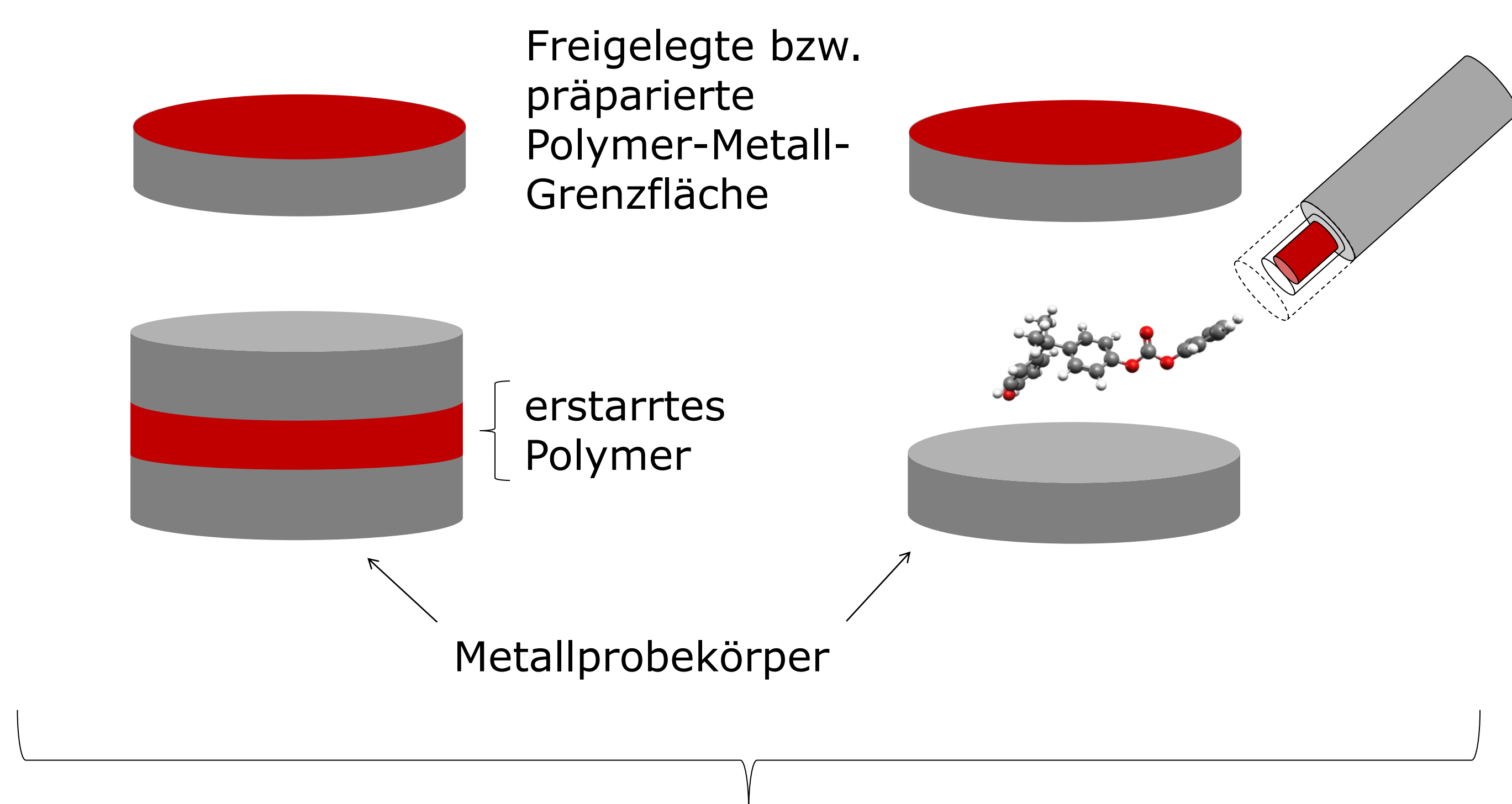
Modellpolymere: Polycarbonat (PC) und Polyamid (PA)
Stahlsorte: 1.2379

Top-Down

- Herstellung von Polymer-Metall-Verbundproben (Presslinge)
- Freilegen der Grenzfläche durch mechanisches Aufbrechen des Presslings nach dem Erstarren des Polymers

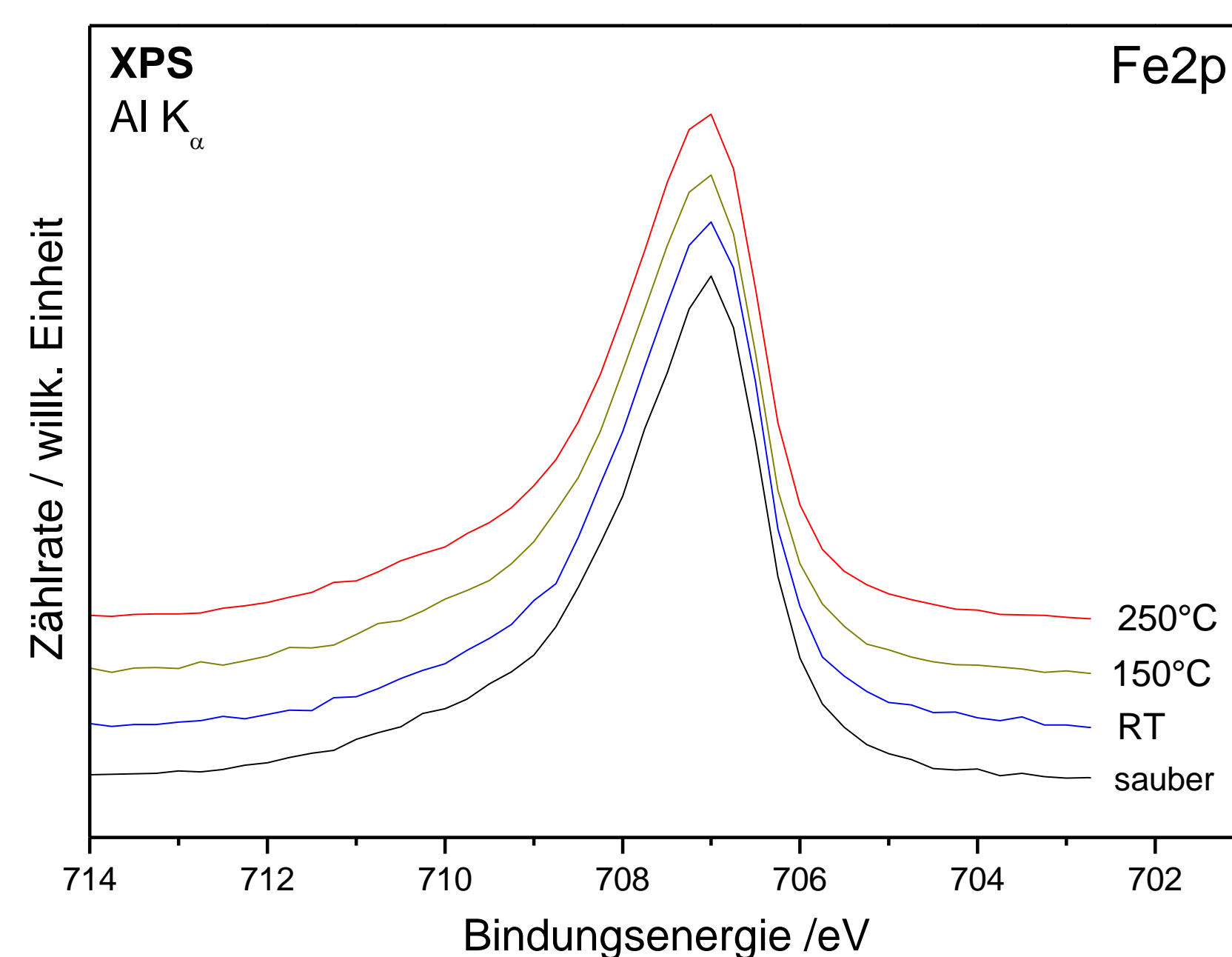
Bottom-Up

- Herstellung synthetischer Polymer-Metall-Grenzflächen im Ultrahochvakuum (UHV)



- Untersuchung der mikroskopischen Eigenschaften mittels der Rasterelektronenmikroskopie (REM) und der Rasterkraftmikroskopie (AFM)
- Untersuchung chemischer Wechselwirkungen mit Hilfe der Röntgenphotoelektronenspektroskopie (XPS), Ultravioletphotoelektronenspektroskopie (UPS) und Augerelektronenspektroskopie (AES)

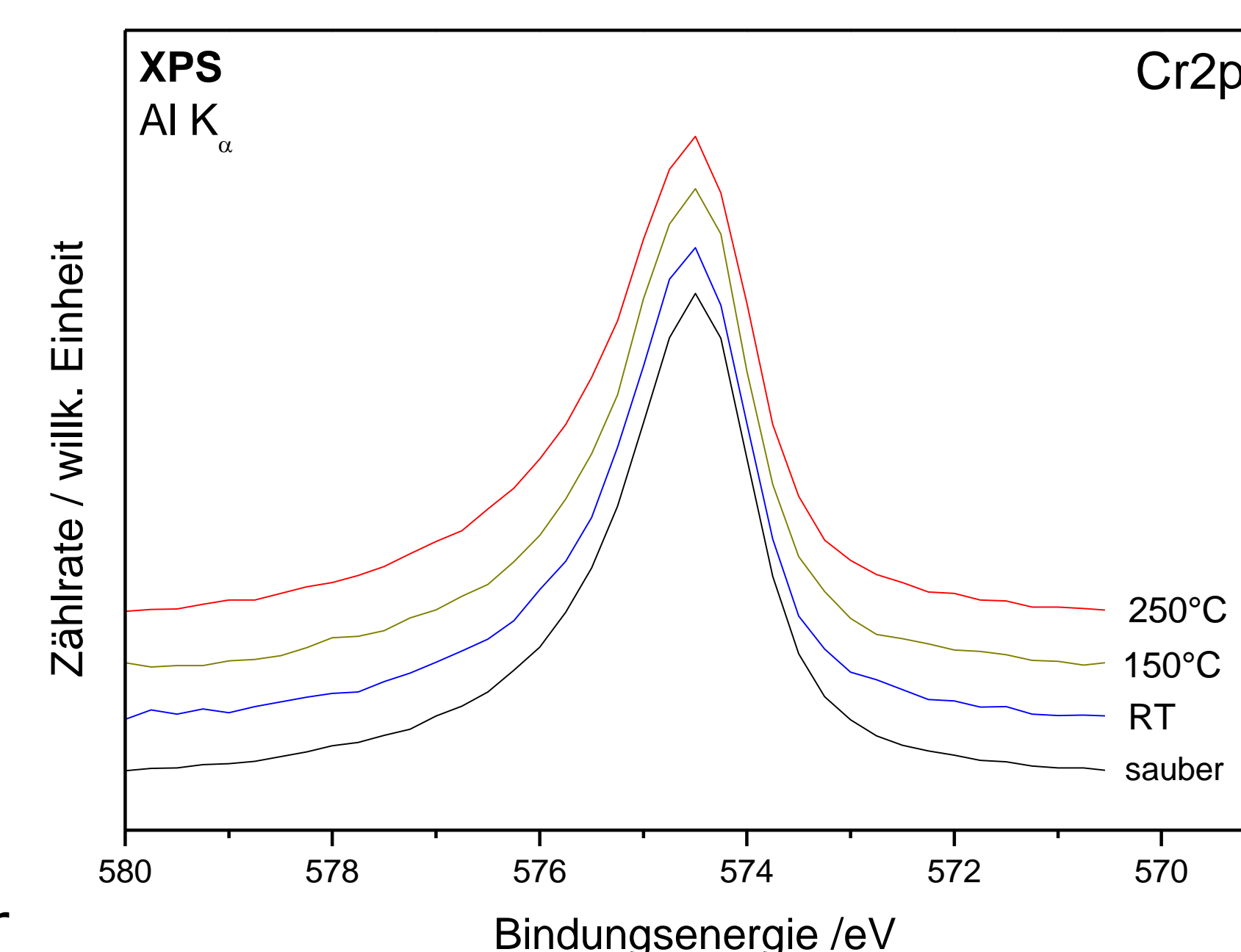
Bottom-Up: PA auf Eisen und Chrom



XPS-Spektren der Eisen-spezifischen Orbitalbande (Fe2p) unterschiedlich präparierter Eisenoberflächen. (schwarz: saubere Eisenoberfläche, blau: nach der Präparation einer dünnen Polyamidschicht (< 10 nm), gelb und rot: nach anschließender Temperprozedur im UHV bei 150 °C bzw. 250°C.)

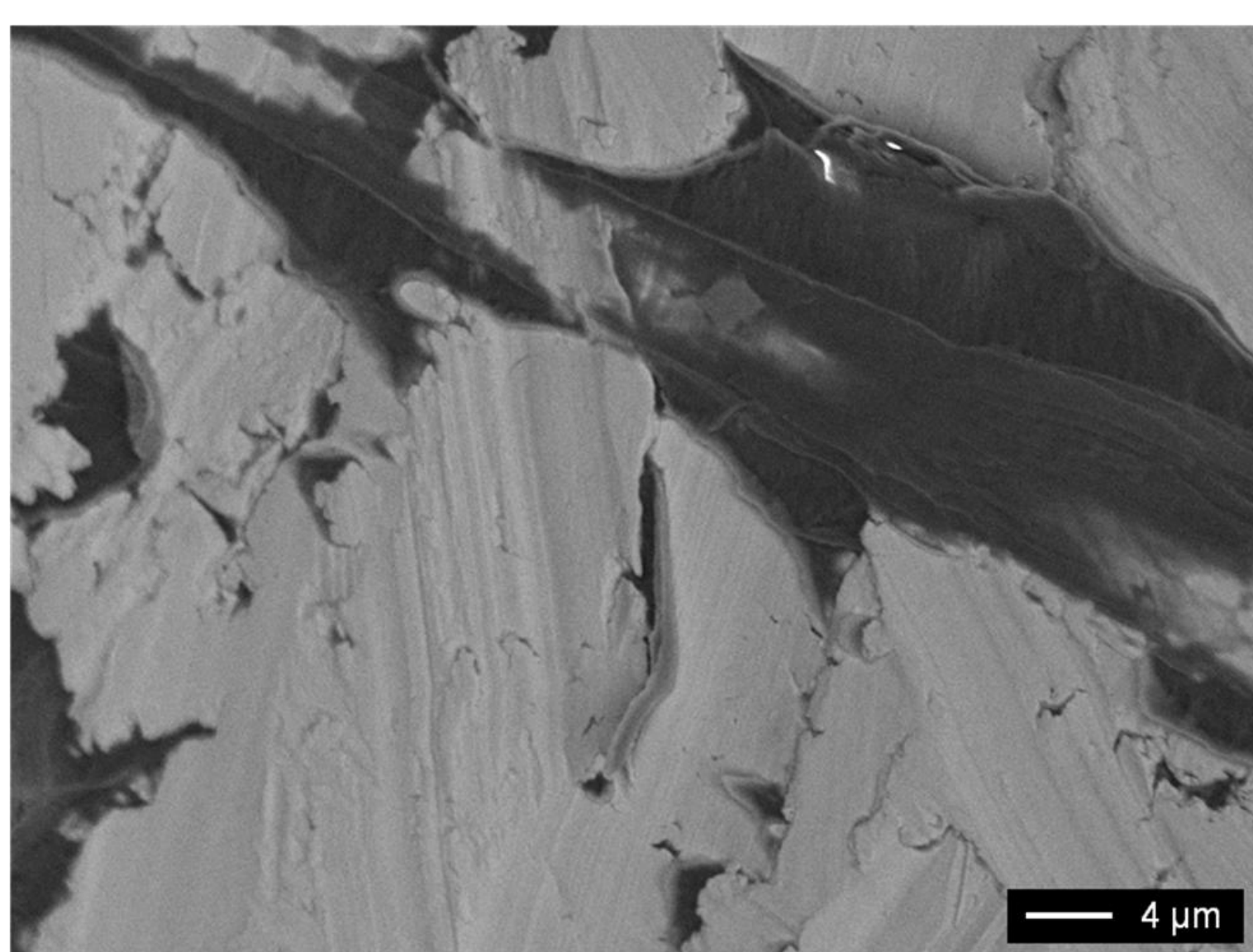
- Das XPS-Spektrum einer sauberen Eisenoberfläche weist eine symmetrische Emissionsbande (Fe2p) auf.
- Sowohl die Position als auch die Form dieser Bande ändern sich bei Adsorption von PA nicht.
- Dies spricht für eine chemisch nicht veränderte Eisenoberfläche.
- Auch nach anschließendem Tempern der Eisenoberfläche bleibt die Fe2p-Bande unverändert.
- Eine signifikante chemische Anbindung der präparierten PA-Schicht an die Eisenoberfläche kann daher ausgeschlossen werden.

- Auch im Fall einer reinen Chromoberfläche, kann nach der Präparation von PA keine signifikante chemische Wechselwirkung mit dem Substrat beobachtet werden.
- Einzig nach dem Tempern bei 250 °C ist eine geringfügige Veränderung der Cr2p-Bande zu verzeichnen.
- Diese lässt auf eine leichte Oxidation der Chromoberfläche schließen.
- Eine chemische Anbindung der präparierten PA-Schicht kann jedoch auch in diesem Fall ausgeschlossen werden.



XPS-Spektren der Chrom-spezifischen Orbitalbande (Cr2p) unterschiedlich präparierter Chromoberflächen. (schwarz: saubere Chromoberfläche, blau: nach der Präparation einer dünnen Polyamidschicht (< 10 nm), gelb und rot: nach anschließender Temperprozedur im UHV bei 150 °C bzw. 250°C.)

Top-Down: PC auf Stahl



REM-Aufnahme der Stahloberfläche einer auseinandergebrochenen Polycarbonat-Stahl-Verbundprobe. (Stahlprobekörper geschliffen mit 80er Körnung.)

- Bei Verwendung grob geschliffener Stahlprobekörper können nach dem Trennen der Verbundproben zahlreiche Schmelzerückstände auf der Stahloberfläche nachgewiesen werden.
- Die Rückstände sind hierbei insbesondere in Vertiefungen bzw. Hohlräumen der Oberfläche zu finden
- Dies weist zum einen auf eine gute Benetzbarkeit der Stahloberfläche mit der Polymerschmelze und zum anderen auf eine starke Verankerung des Polymers in Kavitäten der Oberfläche hin.

Zusammenfassung

- Vertiefungen bzw. Hohlräume einer Stahloberfläche können effektiv durch eine Polycarbonatschmelze aufgefüllt werden.
- Im erstarren Zustand zeigt die Polymerschmelze hier eine starke mechanische Verankerung mit der Stahloberfläche.
- Die Polycarbonatschmelze bildet zudem eine nur wenige Nanometer dicke Grenzschicht unmittelbar an der Stahloberfläche aus.
- Das Vorhandensein von Eisen in der Grenzschicht, lässt auf eine chemische Reaktion (z.B. Komplexbildungsreaktion) zwischen der Polymerschmelze und der Stahloberfläche schließen.
- Synthetisch präparierte Polyamid-Filme zeigen keine chemische Wechselwirkung mit reinen Eisen- bzw. Chromoberflächen.

Auf die Möglichkeit einer chemischen Reaktion zwischen Polycarbonatschmelze und Stahloberfläche wird im Vortrag von Maria Sonnenberg (Beitrag 7.4) näher eingegangen.