

## Abschlussbericht

<i>Zuwendungsempfänger:</i>  Leibniz-Institut für Polymerforschung Dresden e.V.  Hohe Str.6, 01069 Dresden	<i>Förderkennzeichen:</i>  03X0115B
<i>Vorhabensbezeichnung:</i> <b>Entwicklung neuer Nanolacke und/oder Reinigerzusätze für Easy-to-Clean-Schichten im System Easy-to-Clean-Schicht - definierte Verschmutzung - Reinigerlösung / Nano-Clean</b>	
<i>Laufzeit des Vorhabens:</i> 01.10.2010 bis 30.09.2012	
<i>Projektbearbeiter:</i> <ul style="list-style-type: none"><li>• Dr. rer. nat. Alfredo Calvimontes</li><li>• Dipl.-Chem. Kathrin Estel</li><li>• Anja Caspari</li><li>• Martina Priebes</li><li>• Cornelia Krause</li></ul>	

Dresden, den 08.01.2013

Dr. rer. nat. Cornelia Bellmann

Projektleiterin

## Wissenschaftlich-technische Ergebnisse

Zielstellung der Arbeiten war die Entwicklung von neuen antiadhäsiven Nanolacken für Easy-to-Clean-Schichten, die den bewährten, geringen Verschmutzungseffekt aufweisen, aber auch eine deutlich verbesserte Reinigungsfähigkeit insbesondere gegen stark anhaftende Verschmutzungen erbringen und die Entwicklung von Zusätzen für Reinigungsmittel für ein effektives Gesamtsystem Easy-to-Clean-Schicht-Schmutz-Reinigungsmittel. Den Ausgangspunkt der Arbeiten stellen zwei hydrolysebeständige Standard – FEW – Sol/Gel – Systeme dar: das fluorfreie System H 1006 und das fluorhaltige System H 5055.

## Bereitstellung der Messmethoden

Die unterschiedlich chemisch modifizierten Sol-Gel-Schichten wurden beim Projektpartner FEW auf Edelstahloberflächen appliziert und anschließend im IPF charakterisiert:

- *Topographie:* optische berührungslose Messverfahren (MicroGlider mit einem chromatischen Weißlichtsensor (CWL) der Fries Research & Technology GmbH, Bergisch Gladbach und Konfokalmikroskop  $\mu$ surf explorer der NanoFocus AG, Oberhausen) und Rasterkraftmikroskopie (AFM, Asylum Research MFP-3DTM der Atomic Force F&E GmbH, Mannheim, D).
- *Benetzbarkeit:* statischer Kontaktwinkel, Kontaktwinkelhysterese, Abrollwinkel. (Geräte: Kontaktwinkelmesssystem von DataPhysics Instruments GmbH, Filderstadt und dynamisches Kontaktwinkelmesssystem von Fibro System AB, Stockholm)
- *Oberflächenladungen:* Strömungspotentialmessungen mit Elektrokinetischem Analysator (EKA) der Anton Paar GmbH, Graz, A
- *Oberflächenspektroskopie:* Untersuchungen mittels Röntgenphotoelektronenspektroskopie (XPS) mit einem AXIS ULTRA Photoelektronenspektrometer der Kratos Analytical Ltd., Manchester, UK.
- *Schichtdicke:* Untersuchung wurde am Neon 40EsB der Carl Zeiss Microscopy GmbH, Oberkochen, D durchgeführt, das Gerät hat eine Elektronenquelle (Feldemissionsquelle) sowie eine Ionenquelle (Galliumionen) zum Schneiden von Materialien

Die beschriebenen Methoden wurden an die von FEW hergestellten Systeme angepasst. Damit war es möglich, alle geplanten Nanolackrezepturen auf Stahlplatten aufgetragen zu charakterisieren.

Für Adsorptionsmessungen wurden auf Waferoberflächen applizierte Schichten mittels Ellipsometrie untersucht. Dafür kam ein Nullellipsometer der Optrel GbR, Sinzing zum Einsatz.

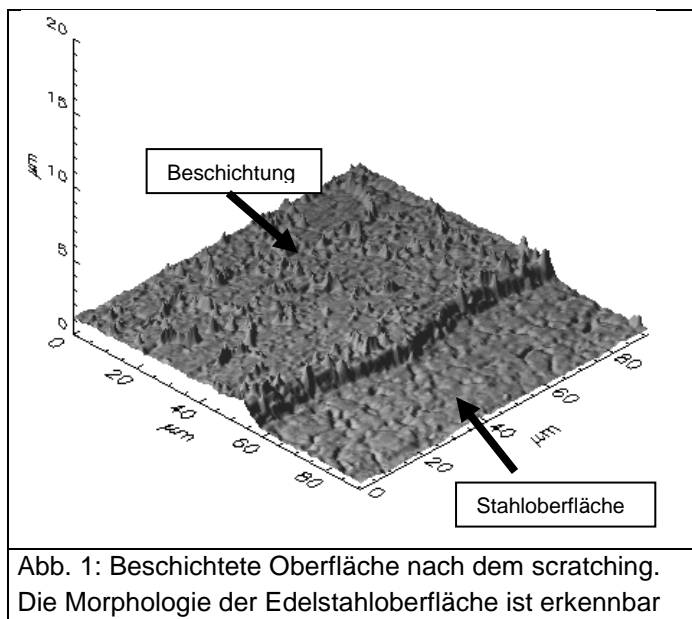
Die Rezeptur der Lacksysteme, sowie die Herstellung der Beschichtungen können aus dem Abschlussbericht der FEW Chemicals GmbH zu diesem Projekt entnommen werden.

# 1. Chemische /morphologische Modifizierung - Oberflächeneigenschaften

## 2.1 Alkylmodifizierung der fluorfreien Rezeptur „H 1006“

Ziel dieser Modifizierung war eine Erniedrigung der Oberflächenenergie der applizierten Lackschichten zur Verringerung der Schmutzanhaftung.

Diese Beschichtungsreihe weist besonders glatte Oberflächen auf (Abb.1). Dabei werden die Parameter „Area Percent“ und  $R_q$  zur Auswertung genutzt.  $R_q$  (auch RMS  $\triangleq$  Root mean square) entspricht der quadratischen Standardabweichung aller Bilddaten. „Area Percent“ ist der prozentuale Wert, um welchen die gemessene reale Oberfläche größer ist als die arithmetische Fläche und spiegelt somit auch Veränderungen der Nanorauheiten wider.



Der Einbau von Alkylseitenketten führt zu keiner signifikanten Änderung dieser Topographie. Die Wasser-Kontaktwinkel werden durch die Alkylmodifizierung nicht wesentlich erhöht und liegen noch im hydrophilen Bereich. Die Kontaktwinkelhysterese zeigt mit ca. 20° Differenz zwischen Fortschritt – und Rückzugswinkel Heterogenitäten an, die hier aber nicht durch die Topographie bestimmt werden (Tab.1). Für Dodekan wird eine fast vollständige Benetzung ermittelt. Damit ist die Oberfläche stark oleophil. In Abb. 1 wird durch das Abtragen eines Teiles der Lackschicht die erreichte Schichtdicke bestimmt, die um 1µm schwankt.

Tabelle 1: Alkyl-Modifizierung von „H 1006“. Charakterisierung der Topographie, Oberflächenladung und Benetzbarkeit.

Probenbeschreibung	$R_q$ [nm]	Area percent [ $\cdot 10^{-3}$ %]	IEP	$\zeta_{max}$ [mV]	$\theta_{H_2Ostat}$ [Grad]	$\theta_{H_2O}$ -Hysterese [Grad]	$\theta_{Dodekan stat}$ [Grad]	Schichtd. [µm]
H 1006	15,9	2,5	4,0	-31	72,6 $\pm$ 1,4	23,0 $\pm$ 1,6	4,0	1,29
H 1006 + Methyl-Ethoxysilan	19,8	1,5	4,0	-31	75,7 $\pm$ 2,1	25,8 $\pm$ 4,8	4,0	1,01
H 1006 + Dimethyl- Ethoxysilan	16,0	5,5	4,2	-39	77,9 $\pm$ 2,2	25,1 $\pm$ 2,6	4,0	1,20
H 1006 + iso-Butyl- Ethoxysilan	14,5	2,3	4,1	-41	78,4 $\pm$ 1,3	28,6 $\pm$ 0,5	4,0	0,85
H 1006 + Octyl- Ethoxysilan	20,1	1,9	4,3	-38	84,9 $\pm$ 3,2	24,1 $\pm$ 5,0	4,0	1,54

### Legende:

$R_q$  = quadratische Rauheit, Area percent = reale Fläche/projizierte Fläche,

IEP = Isoelektrischer Punkt = pH für Zetapotential ( $\zeta$ ) = 0 (aus Strömungspotentialmessungen vs. pH),

$\zeta_{max}$  = Plateauwert der Kurve  $\zeta$  vs. pH,  $\theta_{H_2Ostat}$  = statischer Kontaktwinkel mit Wasser,

$\theta_{\text{H}_2\text{O}}$ -Hysterese = Fortschritt- minus Rückzugskontaktwinkel,  $\theta_{\text{Dodekan stat}}$  = statischer Kontaktwinkel mit Dodekan

Damit wird mittels Alkylmodifizierung der hydrophilen H1006 Rezeptur das Ziel einer hydrophoben und oleophoben Oberfläche nicht erreicht.

## 2.2 Fluor-Modifizierung von „H 1006“

Auch mit dieser Rezeptur sollte eine signifikante Erniedrigung der Oberflächenenergie erreicht werden.

Bei dieser Serie weist schon die Referenzprobe eine höhere topographische Anisotropie (siehe Tab. 2) auf. Aus diesem Grund sind in dieser Gruppe alle „Area percent“-Werte relativ groß. Das kann daran liegen, dass der Verlauf des Lackes durch seine stark hydrophoben Eigenschaften beeinflusst wird. Auch die großen Unterschiede der erreichten Schichtdicken weisen auf Probleme bei der Beschichtung hin. Allerdings ist auch die Beschichtung mit der Grundrezeptur H 1006 rauer, als bei der vorangestellten Reihe. Die Modifizierung mit fluorhaltigen Silanen führte zu hydrophoben Oberflächen, im Falle von Fluorolink sogar zu Werten über 100°-Wasserkontaktwinkel (zum Vergleich:  $\theta_{\text{Teflon}} \sim 114^\circ$ ). Auch die Kontaktwinkel zu Dodekan wurden durch die Fluorierung vergrößert, übersteigen aber nicht die Grenze ( $\theta_{\text{Dodekan}} > 90^\circ$ ) zu einer oleophoben Oberfläche.

Tabelle 2: Fluor-Modifizierung von „H1006“. Charakterisierung der Topographie und der Benetzbarkeit.

Probenbeschreibung	Rq [nm]	Area percent [ $\cdot 10^{-3}$ %]	IEP	$\zeta_{\text{max}}$ [mV]	$\theta_{\text{H}_2\text{O stat}}$ [Grad]	$\theta_{\text{H}_2\text{O}}$ -Hysterese [Grad]	$\theta_{\text{Dodekan stat}}$ [Grad]	Schichtd. [ $\mu\text{m}$ ]
H 1006	23	8	3,5	-45	68,2 $\pm$ 1,6	30,4 $\pm$ 1,3	28,2 $\pm$ 5,5	2,94
H 1006 + F-Silan "F 8261"	22	10	3,8	-49	88,9 $\pm$ 1,1	21,4 $\pm$ 1,3	30,6 $\pm$ 1,0	0,87
H 1006 + Fluorolink "7007"	26	12	3,4	-41	97,7 $\pm$ 1,4	19,5 $\pm$ 3,0	46,8 $\pm$ 0,1	1,24
H 1006 + Fluorolink "S10"	29	7	3,7	-45	103,6 $\pm$ 1,5	20,4 $\pm$ 1,5	56,5 $\pm$ 0,4	1,73
H 1006 + PFDS- Amid	48	10	3,5	-45	93,9 $\pm$ 0,7	20,9 $\pm$ 1,9	39,6 $\pm$ 1,0	1,96

## 2.3 Ionische Modifizierung von „H 1006“ und „H 5055“ mit Silan A bis Silan C

Diese Modifizierung sollte vor allem zu einer Änderung der Oberflächenladungen bzw. Oberflächenfunktionalität führen, um eine zusätzliche abstoßende elektrostatische Kraft gegen mögliche Verschmutzungen einzubauen. Eine wirksame Ladungs- bzw. Funktionalitätsänderung sollte sich in einer Verschiebung des Isoelektrischen Punktes (IEP) bemerkbar machen. Für beide Grundrezepturen konnte keine Anreicherung von positiven (Aminfunktionalitäten) – im Falle von Silan A und Silan B – bzw. – negativen funktionellen Gruppen (Carboxyfunktionalität) – im Fall Silan C – nachgewiesen werden. Der IEP verändert sich nicht signifikant (Tab. 4) und auch die absolute Oberflächenladung ( $\zeta_{\text{max}}$ ), zeigte keine signifikanten Änderungen. Unterstützt wird dieses Ergebnis durch die Resultate der XPS-Messung einer mit Silan A modifizierten Probe. An der Oberfläche wurde nur eine geringe Menge an Stickstoff gefunden (Tab. 3), was vermuten lässt, dass es nicht zu einer Anreicherung der Amin-Gruppen des Silans an der Oberfläche kommt. Damit werden die Silane wahrscheinlich mit in das Netzwerk des Lackes eingebaut.

Tabelle 3: XPS-Ergebnisse der Elementzusammensetzung der Nano-Lack-Oberfläche an 2 Beispielen

Probe	C	N	O	F	Si	S
H1006 + Silan A	57.4	2.2	23.0	1.5	12.4	3.5
H5055 + Silan A	39.5	1.7	21.6	26.20	8.4	2.6

Die hohen Rauigkeiten der mit Silan C modifizierten Proben werden durch eine große Zahl an sichtbaren Partikeln auf der Oberfläche bestimmt. Diese Modifizierung scheint somit in den Schichtbildungsprozess stark einzugreifen. Das Benetzungsverhalten wurde durch diese Rezepturen nicht signifikant geändert.

Tabelle 4: Silan-Modifizierung von „H1006“ und „H5055“. Charakterisierung der Topographie und der Benetzbarkeit.

Probenbeschreibung	Rq [nm]	Area percent [ $\cdot 10^{-3}$ %]	IEP	$\zeta_{\max}$ [mV]	$\theta_{\text{H}_2\text{O stat}}$ [Grad]	$\theta_{\text{H}_2\text{O-Hysterese}}$ [Grad]	$\theta_{\text{Dodekan stat}}$ [Grad]	Schichtd. [ $\mu\text{m}$ ]
H 1006	12	3,0	4	-31	79,5 $\pm$ 1,7	22,6 $\pm$ 3,2	4,0	1,36
H 1006 + "Silan A"	39	6,0	4,2	-32	82,7 $\pm$ 1,8	19,8 $\pm$ 0,3	4,0	1,41
H 1006 + "Silan A" (2,5-fach)	13	1,0	4,2	-22	84,6 $\pm$ 0,5	34,3 $\pm$ 1,4	4,0	1,19
H 1006 + "Silan B"	22	7,3	4,1	-35	76,3 $\pm$ 0,7	26,3 $\pm$ 1,4	4,0	1,50
H 1006 + "Silan C"	50	102,0	4,3	-36	66,3 $\pm$ 0,9	22,5 $\pm$ 1,1	39,9 $\pm$ 0,1	1,64
H 5055	54	8,3	3,7	-45	106,6 $\pm$ 1,0	21,7 $\pm$ 2,1	57,8 $\pm$ 0,5	1,41
H 5055 + "Silan A"	27	12,0	4,0	-39	109,3 $\pm$ 0,3	13,4 $\pm$ 0,7	56,9 $\pm$ 0,3	1,27
H 5055 + "Silan A" (2,5-fach)	15	2,5	4,2	-31	108,3 $\pm$ 0,7	15,5 $\pm$ 0,7	55,0 $\pm$ 0,7	0,62
H 5055 + "Silan B"	36	19,0	4,0	-33	108,7 $\pm$ 1,2	13,3 $\pm$ 0,3	58,5 $\pm$ 0,1	1,39
H 5055 + "Silan C"	48	30,0	3,8	-44	95,5 $\pm$ 1,2	20,7 $\pm$ 1,0	44,2 $\pm$ 0,7	1,21

Eine Wiederholung der Synthesen (Tab. 5) mit stark erhöhtem Silangehalt führte nicht zu einem durchschlagenden Erfolg. Je höher die Zusätze waren, desto hydrolyseanfällig wurden die erzeugten Schichten.

Tabelle 5: Wiederholung der Silanmodifizierung von „H1006“ und „H5055“

Probenbeschreibung	Rq [nm]	Area percent [ $\cdot 10^{-3}$ %]	IEP	$\zeta_{\max}$ [mV]	$\theta_{\text{H}_2\text{O stat}}$ [Grad]	$\theta_{\text{H}_2\text{O-Hysterese}}$ [Grad]	$\theta_{\text{Dodekan stat}}$ [Grad]
H 1006	12	2,0	3,5	-41	74,1 $\pm$ 2,0	25,9 $\pm$ 4,4	35,8 $\pm$ 6,2
+ "Silan A" (einfache Konz.)	28	2,8	3,0	-42	82,5 $\pm$ 1,3	21,1 $\pm$ 0,2	4,0
+ "Silan A" (doppelte Konz.)	50	21,0	3,0	-33	83,8 $\pm$ 0,7	27,0 $\pm$ 0,8	4,0
+ "Silan B" (einfache Konz.)	33	10,0	<3	-50	79,2 $\pm$ 1,4	15,5 $\pm$ 1,1	14,5 $\pm$ 2,5
+ "Silan B" (doppelte Konz.)	28	3,6	<3	-45	77,8 $\pm$ 1,9	15,5 $\pm$ 3,3	32,7 $\pm$ 1,6
+ "Silan C" (einfache Konz.)	22	7,1	<3	-24	70,1 $\pm$ 0,8	21,8 $\pm$ 1,5	6,2 $\pm$ 1,9
+ "Silan C" (doppelte Konz.)	42	98,0	<3	-29	59,7 $\pm$ 2,1	45,0 $\pm$ 5,8	36,5 $\pm$ 1,4
H 5055	29	11,0	3,0	-30	104,9 $\pm$ 0,8	17,6 $\pm$ 0,6	57,0 $\pm$ 0,6
+ "Silan A" (einfache Konz.)	17	2,2	4,1	-44	105,9 $\pm$ 0,4	16,4 $\pm$ 2,1	55,4 $\pm$ 0,5
+ "Silan A" (doppelte Konz.)	15	0,7	4,0	-25	105,3 $\pm$ 1,3	21,1 $\pm$ 1,1	53,3 $\pm$ 0,1
+ "Silan B" (einfache Konz.)	32	22,0	3,1	-41	105,6 $\pm$ 0,1	16,1 $\pm$ 0,2	56,8 $\pm$ 0,2
+ "Silan B" (doppelte Konz.)	30	18,0	3,7	-40	104,6 $\pm$ 1,0	15,6 $\pm$ 1,1	57,6 $\pm$ 0,3
+ "Silan C" (einfache Konz.)	34	53,3	3,1	-36	103,0 $\pm$ 0,3	21,0 $\pm$ 0,9	54,1 $\pm$ 0,2
+ "Silan C" (doppelte Konz.)	50	141,0	3,3	-33	93,3 $\pm$ 0,8	14,1 $\pm$ 2,0	44,5 $\pm$ 1,2
H 5055 mit Silan A 1K			5,1				

Auch ein weiterer Zusatz von Tetrabutylammoniumacetat (TBAA) zu Verbesserung der Vernetzung in der Schicht führte zu keiner signifikanten Änderung der Oberflächenfunktionalität.

## 2.4 Kombination von ionischen Silanen in „H 1006“ und H 5055“ Silan A + Glymo/H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

Werden die Rezepturen mit einem Epoxysilan (Glymo) zur Einführung von sauren funktionellen Gruppen an der Beschichtungsoberfläche umgesetzt, kommt es auch hier wieder zu hydrolyseinstabilen Schichten. Somit ist eine Charakterisierung mittels Strömungspotential nur schwer möglich. Eine Stabilisierung mit TBAA zeigt aber, dass es möglich ist, den IEP unter 3 zu senken und damit saure funktionelle Gruppen an der Oberfläche anzureichern. In einigen Anwendungsfällen (z.B. Druckindustrie) ist eine Einwirkung von Wasser ausgeschlossen, so dass hier die Funktionalisierung zum Tragen kommen kann.

Tabelle 6: Ionische Modifizierung von H 1006 und H 5055 mittels Glymo

Probenbeschreibung	IEP	$\zeta_{\max}$ [mV]	$\theta_{\text{H}_2\text{Ostat}}$ [Grad]	$\theta_{\text{H}_2\text{O}}$ -Hysterese [Grad]	$\theta_{\text{Dodekan stat}}$ [Grad]
H 1006	<3,0	-35	72,0 ± 0,6	30,4 ± 2,1	39,2
H 1006 + "Glymo/H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> " (einfache Konz.)	3,3	-38	69,0 ± 1,0	22,7 ± 2,6	4,0
H 1006 + 1x "Glymo/H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> " + 1x TBAA	<3,0	-30	68,6 ± 0,9	16,9 ± 1,0	4,0
H 1006 + 1x "Glymo/H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> " (doppelte Konz.)	<3,0	-30	71,7 ± 1,5	20,6 ± 1,3	4,0
H 1006 + 2x "Glymo/H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> " + 1x TBAA	<3,0	-29	71,7 ± 0,4	22,2 ± 1,6	4,0
H 5055	3,1	-31	105,2 ± 0,3	23,7 ± 1,6	57,0 ± 0,1
H 5055 + "Glymo/H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> " (einfache Konz.)	<3,0	-29	101,6 ± 0,7	18,8 ± 0,8	51,1 ± 0,2
H 5055 + 1x "Glymo/H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> " + 1x TBAA	<3,0	-47	102,6 ± 0,2	18,4 ± 0,4	53,5 ± 0,3
H 5055 + 1x "Glymo/H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> " (doppelte Konz.)	3,3	-29	101,3 ± 0,9	20,5 ± 0,3	49,5 ± 0,4
H 5055 + 2x "Glymo/H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> " + 1x TBAA	<3,0	-31	100,8 ± 0,4	21,5 ± 0,3	50,3 ± 0,3

Tabelle 7: Modifizierung mit einer Kombination von sauren und basischen Silanen

Probenbeschreibung	Rq [nm]	Area percent [*10 <sup>-3</sup> %]	IEP	$\zeta_{\max}$ [mV]	$\theta_{\text{H}_2\text{Ostat}}$ [Grad]	$\theta_{\text{Dodekan stat}}$ [Grad]
H 1006	45	29,7	3,4	-13	75,8 ± 1,7	17,8 ± 3,4
H 1006 + "Silan A" 1K	35	8,3	3,2	-11	78,2 ± 1,2	0,0
H 1006 + "Silan A" 1K + Glymo/H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 1K	60	51,0	<3,0	-11	79,0 ± 0,1	7,7 ± 0,1
H 1006 + "Silan A" 1K + Glymo/H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 2K	42	48,0	3,0	-11	69,4 ± 1,8	0,0
H 1006 + Glymo/H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 1K	37	14,0	<3,0	-11	74,2 ± 1,5	0,0
H 1006 + Glymo/H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 1K + "Silan A" 1/2K	48	51,0	<3,0	-8	77,8 ± 0,7	0,0
H 1006 + Glymo/H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 1K + "Silan A" 1K			3,3	-8	81,6 ± 0,6	17,0 ± 5,0
H 5055	47	12,0	3,1	-12	104,4 ± 0,2	57,3 ± 0,4
H 5055 + "Silan A" 1K	33	7,0	3,9	-13	105,8 ± 0,5	57,0 ± 0,3
H 5055 + "Silan A" 1K + Glymo/H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 1K					101,8 ± 0,6	51,0 ± 0,9
H 5055 + "Silan A" 1K + Glymo/H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 2K	32	12,0	<3,0	-8	99,3 ± 0,3	49,9 ± 0,5
H 5055 + Glymo/H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 1K	35	14,0	<3,0	-15	100,6 ± 0,3	52,4 ± 0,3
H 5055 + Glymo/H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 1K + "Silan A" 1/2K	34	46,0	3,4	-19	100,8 ± 0,2	51,6 ± 0,2
H 5055 + Glymo/H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 1K + "Silan A" 1K	53	23,0	<3,0	-10	102,7 ± 0,3	51,8 ± 0,5

Der relativ hohe Wert für den Kontaktwinkel mit Dodekan an einer H 1006 Oberfläche, der gelegentlich bei den Referenzsystemen auftritt, zeigt, dass die Applikation der Schichten nicht immer stabil ist und damit die Schichtqualitäten eine geringe Chargenabhängigkeit

aufweisen. Die Einführung der sauren Gruppen führt hier allerdings zu einer völlig oleophilen Oberfläche (Tab. 6). Die gleiche Modifizierung der Grundrezeptur H 5055 bewirkt hingegen keine Veränderungen in den Benetzungseigenschaften.

Auch eine Kombination verschiedener Silane brachte keine Stabilisierung der Schichten, was auch an den niedrigen maximalen Zetapotentialwerte ( $\zeta_{max}$ ) zu sehen ist.

## 2.5 Strukturierung/Mikrostrukturierung von „H 1006“ und „H 5055“

Abb. 2 gibt eine Übersicht über die einzelnen eingesetzten Partikel zur Modifizierung der Oberflächenrauigkeit. Ziel war es hier, durch eine Strukturierung der Oberfläche die Haftkräfte zu Verschmutzungen zu verringern.

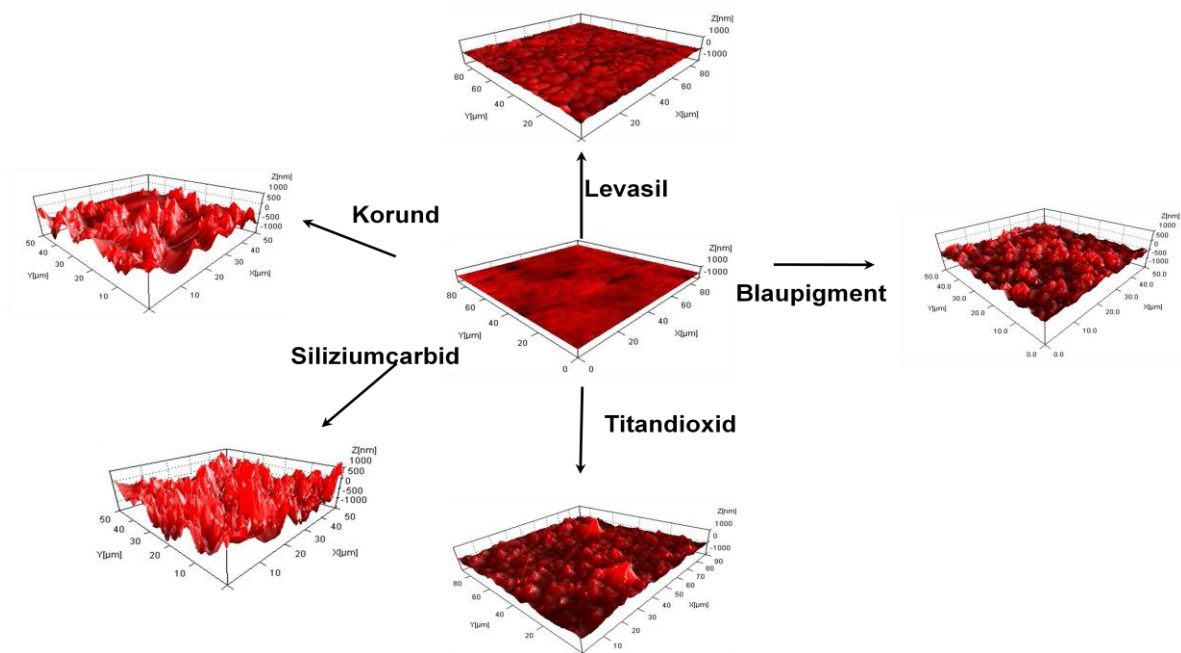


Abb.2: AFM-Aufnahmen unterschiedlich pigmentierter Oberflächen.

Es ist sehr deutlich zu erkennen, dass es einen Abstufung in den entstehenden Rauigkeiten in folgender Reihenfolge gibt: Korund  $\geq$  Siliziumcarbid  $>$  Titandioxid  $\gg$  Levasil. Das Blaupigment generiert eine deutlich andere Oberflächenstruktur.

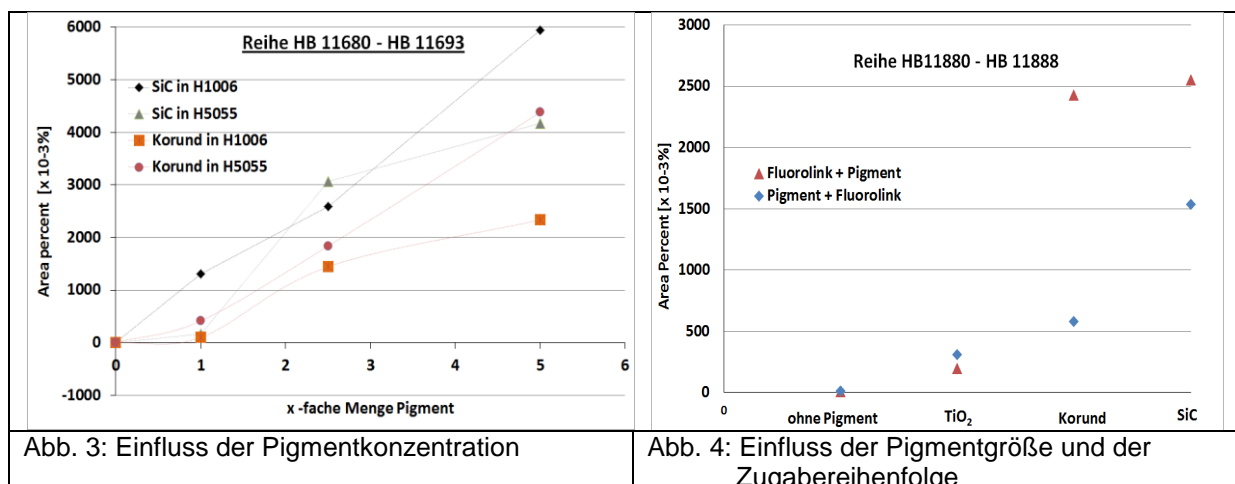


Abb. 3: Einfluss der Pigmentkonzentration

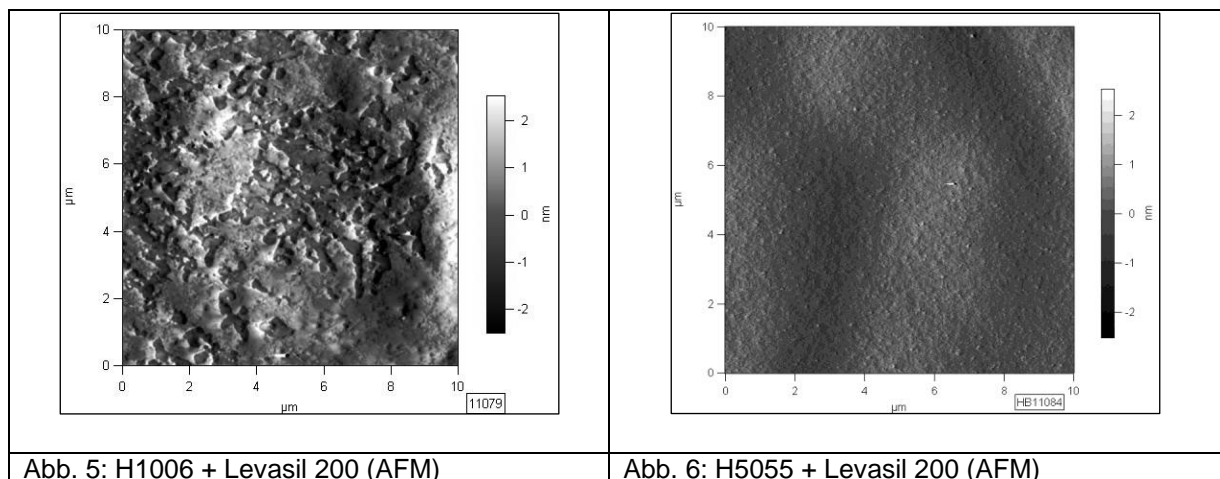
Abb. 4: Einfluss der Pigmentgröße und der Zugabereihenfolge

Durch die Erhöhung der Pigmentkonzentration kann die Oberflächenrauigkeit stetig erhöht werden (Abb. 3). Gleichzeitig ist die resultierende Oberflächenrauigkeit proportional zur Partikelgröße (Abb. 4). Bei größeren Partikeln kann man einen deutlichen Einfluss der Präparationsreihenfolge erkennen: Beim Einbringen der Pigmente **vor** Fluorolink „S10“ werden die Oberflächen von Korund und Siliciumcarbid deutlich geglättet (Abb. 4, Tab. 8). Dabei bleibt die Aufrauhung im Mikrometerbereich aber erhalten. Bei Titandioxid ist dieser Effekt bei Untersuchung der Partikel (im 2 µm x 2 µm Scan) zwar zu sehen, doch folgen die Rauheitswerte nicht dieser Beobachtung. Durch die Fluorzugabe wird der Kontaktwinkel in den Bereich der Grundrezeptur H 5055 angehoben (Tab. 8).

Tabelle 8: Kombination von Pigment und Fluorsilan

Probenbeschreibung	Rq [nm]	Area percent [ $\cdot 10^{-3}$ %]	$\theta_{\text{H}_2\text{Ostat.}}$ [Grad]
H 1006	50	12	73,3 ± 1,4
H 1006 + "TR-85" (Titandioxid) -> + Filk "S10"	112	307	104,8 ± 1,2
H 1006 + "F-1200" (Korund) -> + Filk "S10"	167	580	100,5 ± 0,7
H 1006 + "UF-05" (Siliciumcarbid) -> + Filk "S10"	336	1538	106,8 ± 0,3
H 1006 + Filk "S10" -> + "TR-85" (Titandioxid)	47	194	105,0 ± 0,4
H 1006 + Filk "S10" -> + "F-1200" (Korund)	331	2430	105,0 ± 0,7
H 1006 + Filk "S10" -> + "UF-05" (Siliciumcarbid)	332	2550	104,3 ± 0,7
H 1006 mit Fluorolink "S10"	23	3,2	106,5 ± 0,5
H 5055	32	9	105,7 ± 0,3

Die Modifizierungen mit Levasilpartikeln führen hingegen zu keiner signifikanten Änderung der Oberflächenrauigkeit. Die Schwankungen in der Rauigkeit sind schon durch die Grundrezeptur gegeben. Allerdings zeigen AFM-Aufnahmen eine vermehrte Agglomeratbildung von Silikapartikeln in der hydrophilen Grundrezeptur H 1006 (Abb. 5). Ein signifikanter Einfluss auf das Benetzungsverhalten konnte nicht festgestellt werden (Tab. 9).



Obwohl die größeren Partikel sehr wohl eine signifikante Strukturierung der Probenoberflächen bewirken, wird weder die Hysterese zwischen Fortschritt- und Rückzugswinkel mit Wasser beeinflusst, noch die Größe des Wasser-Kontaktwinkels (Tab. 10). Anders verhält es sich beim Kontaktwinkel mit Dodekan. Hier kann man erkennen, dass für die Grundrezeptur H 1006 ein deutlicher Einfluss der Rauigkeit auf den Kontaktwinkel gegeben ist.

Die Strömungspotentialmessungen lassen vermuten, dass die Partikel nicht aus der Oberfläche herausragen, sondern vom Grundgerüst bedeckt sind. Das konnte aber durch XPS-Messungen nicht bestätigt werden. Es konnten sowohl Aluminium als auch Titan an der Oberfläche nachgewiesen werden. Eine Unterscheidung zwischen SiC und SiO<sub>2</sub> war leider nicht möglich (Tab. 11).

Tabelle 9: Strukturierung der Lackschichten mit Levasilen

Probenbeschreibung	Rq [nm]	Area percent [*10 <sup>-3</sup> %]	IEP	ζ <sub>max</sub> [mV]	θ <sub>H<sub>2</sub>O stat.</sub> [Grad]	θ <sub>H<sub>2</sub>O</sub> -Hysterese [Grad]	θ <sub>Dodekan stat</sub> [Grad]
H 1006	46	61,0	3,9	-38	76,4 ± 0,4	26,7 ± 1,0	29,9 ± 1,0
H 1006 + "Levasil 300 / Hac"	34	54,0	3,5	-38	73,1 ± 0,7	24,9 ± 0,7	29,5 ± 2,1
H 1006 + "Levasil 200 / Hac"	26	13,5	3,9	-33	73,1 ± 1,4	17,9 ± 1,0	35,0 ± 2,8
H 1006 + "Levasil 100 / Hac"	55	71,4	3,7	-35	73,2 ± 0,6	19,4 ± 0,4	29,2 ± 1,4
H 1006 + "Levasil 50 / Hac"	34	44,0	4,0	-36	73,8 ± 0,8	21,4 ± 0,5	30,5 ± 1,6
H 5055	38	4,5	3,9	-38	111,5 ± 0,9	22,6 ± 0,3	59,2 ± 1,0
H 5055 + "Levasil 300 / Hac"	45	62,0	3,8	-46	108,4 ± 0,7	15,4 ± 0,3	57,3 ± 0,5
H 5055 + "Levasil 200 / Hac"	60	8,9	3,6	-47	111,2 ± 1,9	14,3 ± 0,8	56,4 ± 0,6
H 5055 + "Levasil 100 / Hac"	68	55,0	4,4	-48	104,2 ± 1,8	19,9 ± 1,5	56,7 ± 0,1
H 5055 + "Levasil 50 / Hac"	22	5,0	3,6	-42	113,1 ± 0,4	17,1 ± 1,1	56,5 ± 0,4

Tabelle 10: Modifizierung mit Pigmenten

Probenbeschreibung	Rq [nm]	Area percent [*10 <sup>-3</sup> %]	IEP	ζ <sub>max</sub> [mV]	θ <sub>H<sub>2</sub>O stat.</sub> [Grad]	θ <sub>H<sub>2</sub>O</sub> -Hysterese [Grad]	θ <sub>Dodekan stat</sub> [Grad]
H 1006	29	4,4	3,3	-39	71,6 ± 1,0	15,3 ± 0,9	8,4
H 1006 + "UF-05" (SiC) - 1x	180	1315	3,1	-37	72,1 ± 0,9	14,9 ± 2,1	32,5
H 1006 + "UF-05" (SiC) - 2,5x	422	2591	3,2	-40	72,7 ± 1,4	22,5 ± 3,6	34,6
H 1006 + "UF-05" (SiC) - 5x	513	5937	3,0	-39	72,5 ± 0,7	29,8 ± 2,2	22,0
H 1006 + "F-1200 (Korund) - 1x	110	101	<3,0	-44	72,2 ± 0,7	17,1 ± 1,4	19,1
H 1006 + "F-1200 (Korund) - 2,5x	162	1446	3,0	-34	71,6 ± 1,1	18,8 ± 1,7	34,2
H 1006 + "F-1200 (Korund) - 5x	225	2337	3,2	-33	75,5 ± 0,5	18,5 ± 3,8	28,7
H 5055	16	9	3,2	-54	104,5 ± 0,4	15,9 ± 0,8	58,0
H 5055 + "UF-05" (SiC) - 1x	56	170	3,0	-51	104,6 ± 0,4	16,4 ± 1,7	55,6
H 5055 + "UF-05" (SiC) - 2,5x	316	3066	3,6	-54	104,1 ± 0,5	16,4 ± 1,5	56,0
H 5055 + "UF-05" (SiC) - 5x	615	1476	3,3	-49	102,4 ± 0,9	18,3 ± 0,9	50,9
H 5055 + "F-1200 (Korund) - 1x	116	416	3,1	-52	102,8 ± 0,4	16,8 ± 1,5	52,5
H 5055 + "F-1200 (Korund) - 2,5x	224	1838	3,7	-55	104,2 ± 0,5	16,6 ± 3,9	56,5
H 5055 + "F-1200 (Korund) - 5x	400	4380	3,3	-46	104,8 ± 0,5	19,1 ± 1,0	54,9

Tabelle 11: XPS-Resultate der pigmentierten Schichtoberflächen

Probe	Pigment	Verhältnis zum Si (Atomkonzentrationen)
HB 11693	Korund 5x	Si:Al = 100:4
HB 11690	Siliziumcarbid 5x	Kein SiC signifikant nachweisbar*
HB 11881	Titandioxid	Si:Ti = 100:2

\* SiC wird im Si-Peak neben großen Mengen SiO<sub>2</sub> gefittet, und konnte nicht signifikant nachgewiesen werden! Nachweisgrenze hier: SiC ca. 0,3 Atom % , das entspricht in etwa dem Verhältnis Si (aus SiO<sub>2</sub>): Si (aus SiC) = 100:2

## 2.6 Kombination von hydrophoben und hydrophilen Additiven in „H 1006“

Diese Rezeptur hat keinen signifikanten Einfluss auf das Benetzungsverhalten. Allerdings scheint die Rezeptur mit einem Überschuss an ABCR/011 relativ raue Schichten zu bilden, was sich auch in einer Verringerung des Kontaktwinkels auswirkt.

Tabelle 12: Hydrophob-Hydrophil-Balance

Probenbeschreibung	Rq in nm	Area percent [ $\cdot 10^{-3}$ %]	Wasser KW (Grad)	Stabw
H 1006	22	6	74,5	0,430
H 1006 mit "FC-4430" 1K	48	5	86,2	0,760
H 1006 mit "FC-4430" 1K + "ABCR/011" 1K	18	9	63,2	0,404
H 1006 mit "FC-4430" 1K + "ABCR/011" 2K	32	108	29,3	0,558
H 1006 mit "ABCR/011" 1K	18	4	56,9	0,874
H 1006 mit "ABCR/011" 1K + "FC-4430" 1K	21	4	63,8	0,401
H 1006 mit "ABCR/011" 1K + "FC-4430" 2K	20	8	59,5	0,610

## 3 Probenherstellung

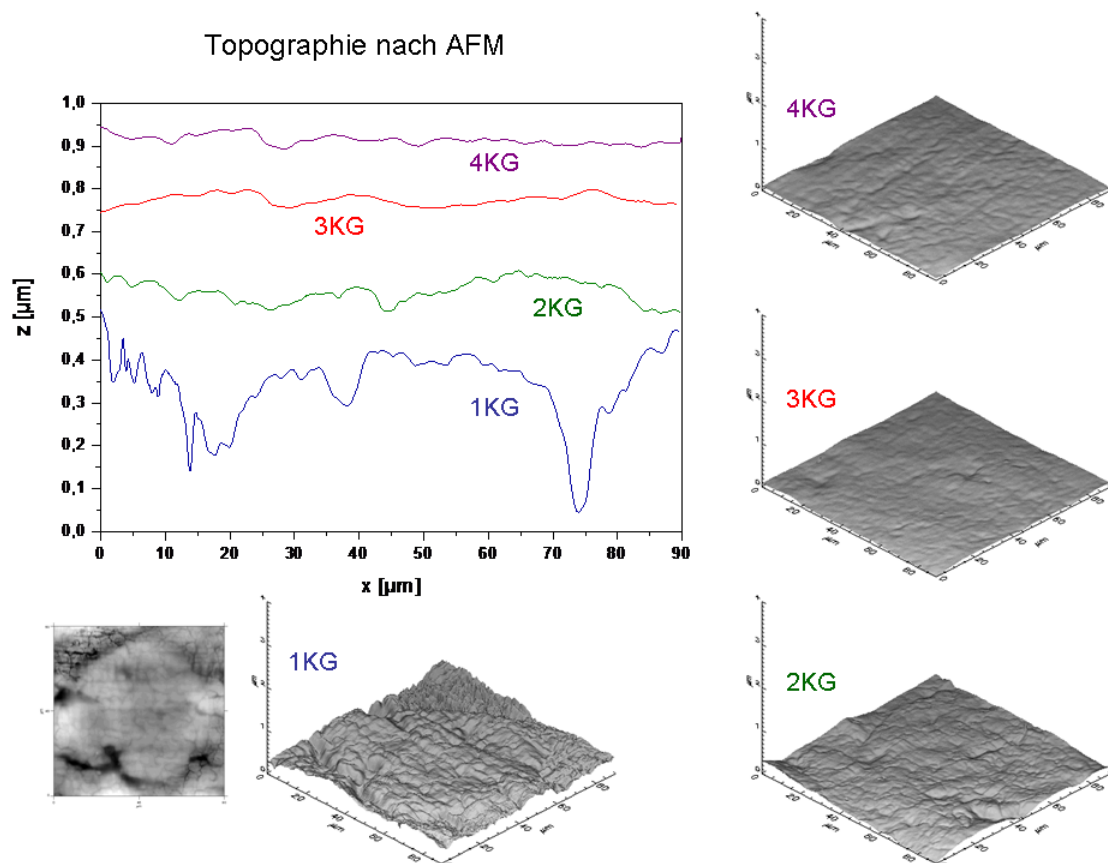


Abb. 7: AFM Untersuchungen der Oberflächentopographie in Abhängigkeit von der Anzahl der Sprüh-Kreuzgänge (KG)

Eine wichtige Voraussetzung für die Evaluierung der einzelnen Einflussparameter war eine möglichst gute Reproduzierbarkeit der Schichtqualität. Die im IPF zu untersuchenden Proben

wurden mittels Sprühpistole auf Stahlträger aufgesprüht (siehe Abschlussbericht FEW S. 8). Zu Beginn der Projektarbeiten mussten wir feststellen, dass die Qualität der Schichten auf dem Edelstahl erheblichen Schwankungen unterlag, so dass die Reproduzierbarkeit der Oberflächenparameter der Referenzschichten relativ schlecht war. Die äußerst sensitiven oberflächenanalytischen Methoden, wie die Kontaktwinkelmessung bzw. die Elektrokinetik, die nur die Eigenschaften der äußersten Moleküllage der Oberflächen erfassen, zeigten erhebliche Schwankungen der Messwerte auf.

Um eine Reproduzierbarkeit der Schichten zu erreichen, musste der Schichtauftrag optimiert werden. Es zeigte sich, dass erst ab einer bestimmten Schichtdicke (minimal 3 Kreuzgänge) eine geschlossene Nanolackschicht auf der Oberfläche vorhanden war (Abb. 7/8). Die neue Qualität zeigt sich in einer verringerten Oberflächenrauigkeit und am Beispiel der H 5055 Grundrezeptur in einem höheren Kontaktwinkel (Fortschreitwinkel) und einer geringeren Kontaktwinkelhysterese (Abb. 9).

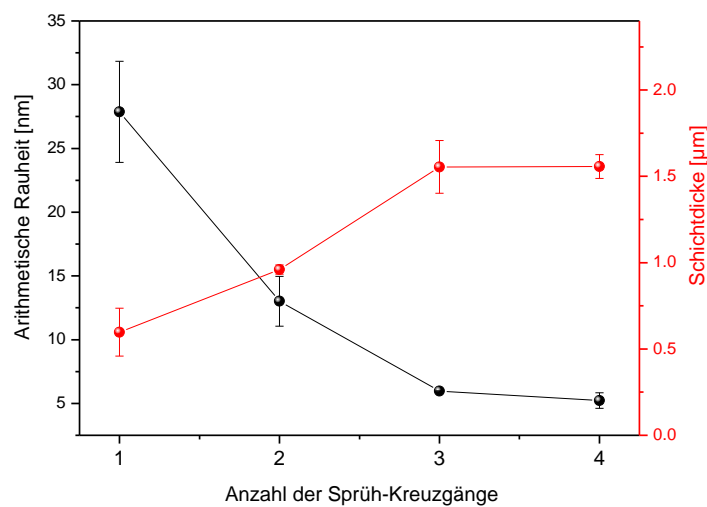


Abb. 8: Rauheit und Schichtdicke in Abhängigkeit von der Anzahl der Sprüh-Kreuzgänge

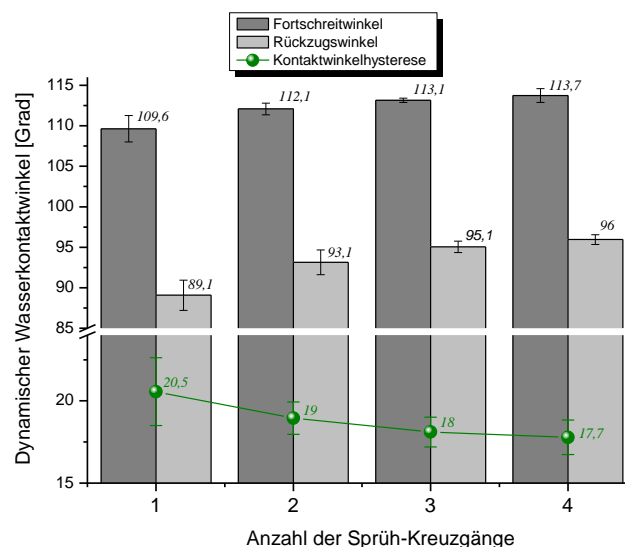


Abb. 9: Dynamische Kontaktwinkel in Abhängigkeit von der Anzahl der Sprüh-Kreuzgänge

Die höhere Hydrophobie der fluorierten Proben basiert auf der Ausrichtung der fluorierten Ketten an der Schichtoberfläche. Mittels XPS war sehr gut zu zeigen, dass Fluor nur in den äußersten Bereichen der Schicht zu finden ist. Schon ein Abtrag von ca. 5 nm lässt den F-Gehalt auf nahe Null sinken (Abb. 10). Damit wurde die Arbeitshypothese der starken Orientierung der F-Ketten bestätigt.

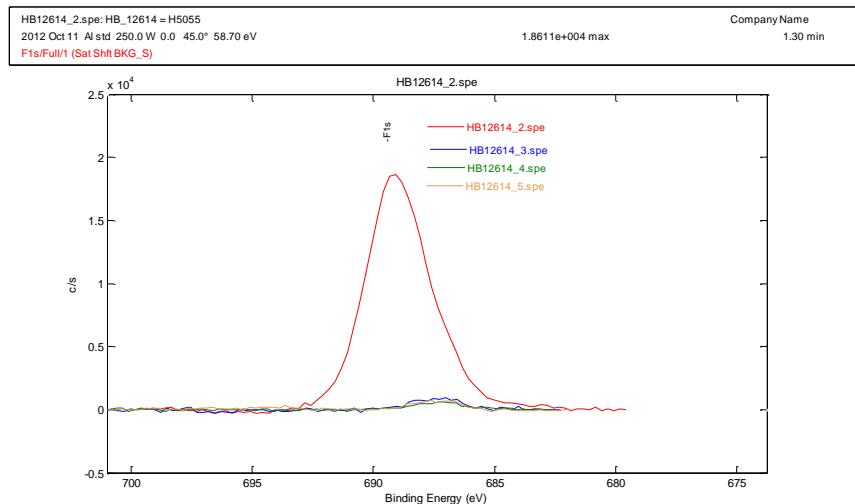


Abb. 10: XPS im Ausgangszustand (rot) und nach Abtragschritten blau (ca. 5 nm), grün (ca. 6,5 nm), orange (ca. 10 nm)

## 4 Verschmutzungs- und Reinigungsuntersuchungen

### 4.1 Verschmutzung mit FOGRA-Wasser

Interessant für praktische Anwendungen dieser Schichtsysteme ist deren Einsatz in geschlossenen Systemen, die ständig mit Wasser gefüllt sind. Das betrifft Wasserleitungssysteme, Wärmetauscher, Abwasseranlagen und ähnliches. In solchen Fällen liegt eine Zwangsbenetzung der Oberfläche vor. Damit ist nicht mehr die Benetzbarkeit (Oberflächenenergie) die treibende Kraft für eine Verschmutzung, sondern die Grenzflächenenergie an der Phasengrenze: Sol-Gel-Schicht/Wasser, welche indirekt proportional zur Oberflächenenergie ist [1]. Augustin und Mitarbeiter [2] haben sich intensiv mit dem Verkalken der Innenwände in Wärmetauschern beschäftigt und konnten hier 3 Phasen der Verkalkung/Verschmutzung definieren: 1. Die Initialisierungsphase, 2. Die rauigkeitsgesteuerte Wachstumsphase und 3. Die Kristallisationsphase. Mittels optimierter Oberflächeneigenschaften ist es nur möglich, in die ersten beiden Schritte einzugreifen. So könnte Schritt Nr. 1 durch die Ausstattung der Oberfläche mit repulsiven Oberflächeneigenschaften, die eine verzögerte Anbindung von Ionen bewirken, inhibiert werden. Besonders glatte Oberflächen hingegen können die Wachstumsphase der Kalkablagerungen verzögern und damit Schritt Nr. 2 beeinflussen. In Phase 3 ist ein Eingreifen über die Gestaltung der Gefäß-/Rohrwandungen nicht mehr möglich.

Aus thermodynamischer Sicht sollte eine sehr niedrige Grenzflächenenergie zwischen Rohrwandung und Wasser zu einer verminderten Ionenadsorption beitragen. Nun weisen aber vor allem die fluorierten Oberflächen (H 5055) entsprechend unseren Kontaktwinkelmessungen Grenzflächenenergien zwischen 40 und 45 mJ/m<sup>2</sup> in Kontakt mit Wasser auf. Es könnte also sein, dass eine bevorzugte Adsorption von Ionen zur Erniedrigung der Grenzflächenenergie beitragen kann. Mit Hilfe von Strömungspotentialmessungen war zu zeigen, ob eine solche spezifische Ionenadsorption vorliegt, die eine Kalkanlagerung inhibieren oder initiieren kann und ob tatsächlich eine Beeinflussung durch die Oberflächenenergie der Beschichtung nachweisbar ist.

An Stelle von Leitungswasser, das uns nur in schwankender Qualität zur Verfügung steht, wurde ein „synthetisches Leitungswasser“ folgender Zusammensetzung für die Untersuchungen eingesetzt: 128,3 mg MgSO<sub>4</sub> x 7H<sub>2</sub>O, 77,2 mg CaCl<sub>2</sub> x 2H<sub>2</sub>O, 38,1 mg Ca(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> x 4H<sub>2</sub>O, 11,0 mg Mg(CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub> x 4H<sub>2</sub>O, 42,1mg Ca(CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub> x XH<sub>2</sub>O. Darin liegen alle Ionen vorerst vollständig gelöst (solvatisiert) vor. Dabei wurden die Salze im ersten Schritt einzeln untersucht.

Schon Stern [3] zeigt in seinen Arbeiten, dass an einer Festkörperoberfläche die sich im Kontakt zu einer Elektrolytlösung befindet, Ionen aus der Lösung spezifisch adsorbiert werden können. Das bedeutet, dass die Adsorptionspotentiale der An- ( $\Phi_-$ ) bzw. Kationen ( $\Phi_+$ ) ungleich sind. Dieses Verhalten zeigt sich in einem unsymmetrischen Kurvenverlauf des Elektrokinetischen bzw. Zetapotentials ( $\zeta$ ) über der Elektrolytkonzentration ( $c$ ). Mit Hilfe des Extremwertes ( $\zeta_{\max}$ ) im Kurvenverlauf können dann die entsprechenden Adsorptionspotentiale der Ionen berechnet werden:

$$\Phi_- + \Phi_+ = 2RT \ln c_{\max} \quad (1)$$

$$\Phi_- - \Phi_+ = 2RT \ln \zeta_{\max} \quad (2)$$

In Abb. 11 ist der von Stern erwartete Verlauf dargestellt. Es ist deutlich zu erkennen, dass 4-wertige Kationen in die Sternschicht eingebaut werden und damit die Oberfläche umladen können (-O-), während im Falle eines 1:1 Elektrolyten die Anionen spezifisch adsorbiert werden und damit bis zu einer bestimmten Konzentration die negative Oberflächenladung verstärken. Nach Überschreiten dieses Extremwertes kommt es dann durch die starke Erhöhung der Gesamtionenkonzentration zu einer Komprimierung der Elektrochemischen Doppelschicht (-●-), die zu einer nachweisbaren Verringerung des Zetapotentials führt.

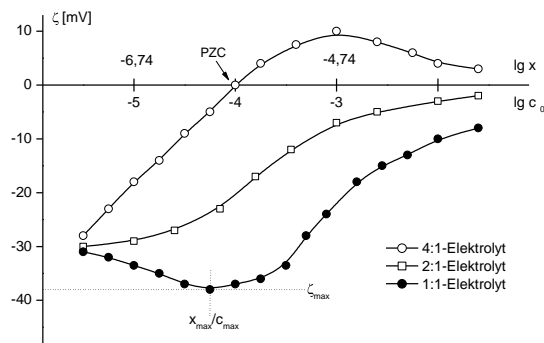


Abb. 11: Adsorptionsverhalten unterschiedlicher Ionen dargestellt mittels Zetapotential  
( $x$  = Volumenbruch /  $c$  = Konzentration) [2]

Diese grundlegenden Aussagen wurden in der nachfolgenden Literatur sehr kontrovers diskutiert. In Arbeiten von Jacobasch und Mitarbeitern wurden sehr viele grundlegende Arbeiten dazu durchgeführt [4/5]. Vollständig sind allerdings diese Phänomene vor allem an hydrophoben Oberflächen noch nicht geklärt. Zurzeit wird sehr häufig diskutiert, dass sich an solchen hydrophoben Oberflächen eine sehr dünne sehr gut geordnete Wasserschicht ausbildet („ice-like structure“), an der sich dann bevorzugt hydratisierte Hydroxyl-Ionen anlagern [6]. Dieses Modell würde auch erklären, dass bei nahezu allen hydrophoben Oberflächen ein Isoelektrischer Punkt (IEP) um  $\text{pH}=4$  gefunden wird. Dass auf jeden Fall eine Anionenadsorption stattfindet wird schon darin deutlich, dass im neutralen  $\text{pH}$ -Bereich eine negative Oberflächenladung nachgewiesen wird. Durch Versuche [7], aber auch Modellrechnungen [8] belegt ist dieses Verhalten vor allem für die Halogenionen in Verbindung mit Alkaliionen, das heißt, für einwertige Systeme. Wobei auch hier schon eine Ausnahme diskutiert wird. Interessanterweise finden Koelch u.a. [9] bei der Berechnung der WWK der Halogenionen an einer hydrophoben Oberfläche, dass das Fluorid-Ion auf Grund seines geringen Radius eine dem Hydroxyl-Ion vergleichbare Anziehungskraft aufweist und deshalb auch an der Oberfläche adsorbiert wird. Die größeren Halogen-Ionen zeigen dagegen ein neutrales Verhalten und das große Jodid-Ion weist sogar ein abstoßendes Potential auf. Das Verhalten der Kationen wird in der neueren Literatur weitgehend vernachlässigt, wobei hier auch nur die Alkaliionen in die Betrachtung einbezogen wurden, die in den Berechnungen von Koelch und Mitarbeitern nur geringfügige attraktive Wechselwirkungen zeigen [9].

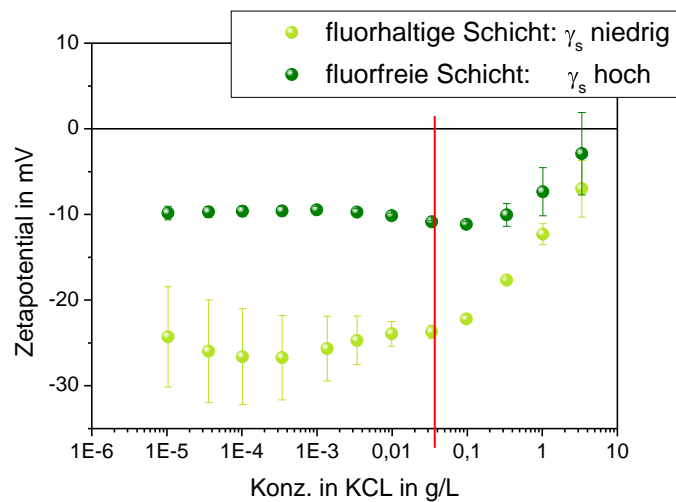
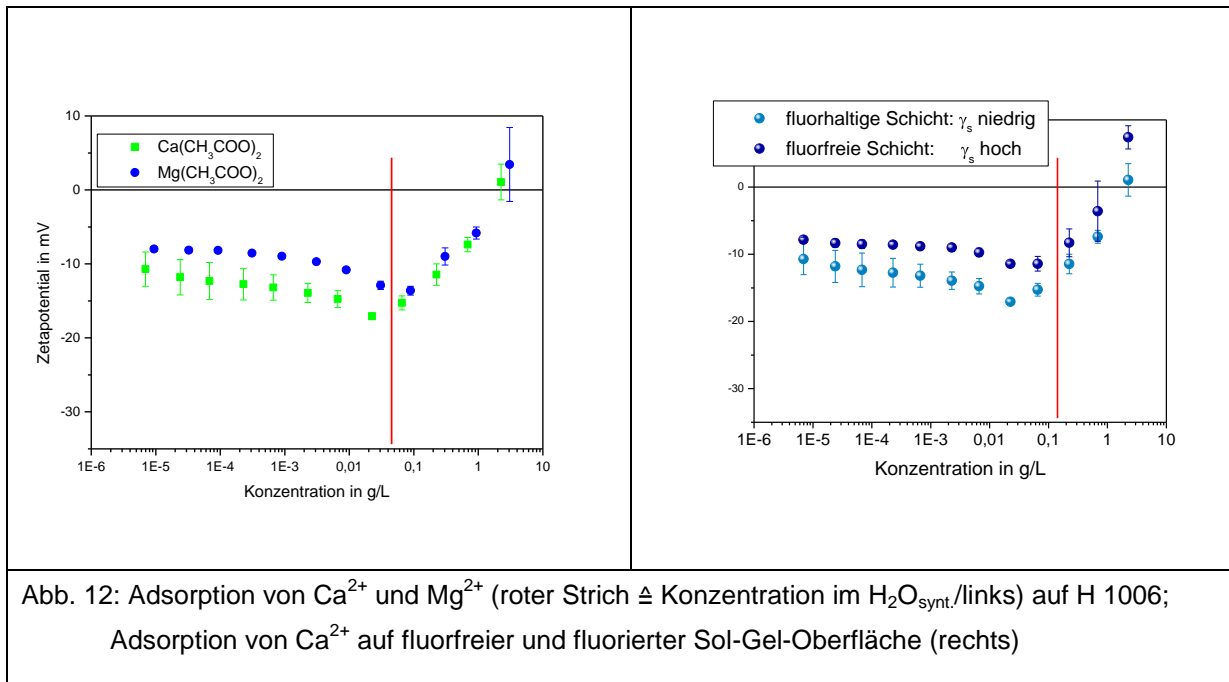
Die Frage ist nun, wie verhalten sich größere Ionen, die auch zum Teil höhere Ladungen aufweisen oder/und einen starken Dipolcharakter zeigen. Hier sollte man davon ausgehen,

dass die von solchen Ionen ausgehenden van der Waals Wechselwirkungen sehr viel stärker werden können. Andererseits wird seit Hofmeister [10] darüber diskutiert, dass Ionen die Struktur solvatisierter Wassermoleküle stabilisieren oder stören können. Die dahinterstehenden physikalischen Gesetzmäßigkeiten sind bis heute noch nicht vollständig geklärt. Moderne Spektroskopische Verfahren [11] und neue Modellierungsalgorithmen [12] zeigen den Einfluss von Ionen auf die Struktur und Dynamik des Wassers. Damit könnte auch diskutiert werden, dass solche strukturbrechenden Ionen die postulierten strukturierten Wasserschichten (ca. 2 Molekülaggen [9]) stören können, durch starke attraktive van der Waals WWK stärker an die Oberfläche gebunden werden und dabei selbst ihre Hydrathülle verlieren.

Im Falle von hydrophilen Oberflächen mit dissoziationsfähigen funktionellen Gruppen wird im oberflächennahen Bereich vor allem die Konzentration von Protonen bzw. Hydroxylionen groß sein. Die hier zu erwartende stärkere Anbindung von Wasser führt zur Verdrängung von größeren anorganischen Ionen [13]. In vielen Fällen kann hier eine direkte Quellung beobachtet werden, die zur Erniedrigung der Oberflächenladungen führt.

Die Eigenschaft einer Oberfläche, Ionen attraktiv zu binden oder abzustoßen, kann den Verkalkungsprozess dahingehend beeinflussen, dass eine Erhöhung der Kalk bildenden Ionen zu einer Ausfällung direkt an der Oberfläche führt und damit die Keime für den Wachstumsprozess ausgebildet werden.

Für die beiden härtebildenden Ionen konnte mit Hilfe von Strömungspotentialmessungen gezeigt werden, dass sowohl  $\text{Ca}^{2+}$ - als auch  $\text{Mg}^{2+}$ -Ionen in die Sternschicht an der Festkörperoberfläche eingelagert werden können (Abb. 12). Das wird durch die Ladungsumkehr der Oberflächen ab einer bestimmten Ionenkonzentration deutlich. Allerdings wurden hier keine signifikanten Unterschiede in Abhängigkeit von der Oberflächen/Grenzflächenenergie gefunden (Abb. 12, rechts). Die starke attraktive Wirkung der Erdalkalitionen entspricht der Vorhersage von Hofmeister, dass vor allem größere Kationen eine wasserstrukturbrechende Wirkung haben und somit die dünne Hydratschicht auf der Festkörperoberfläche stören können. Dazu kommt noch, dass die Acetationen im Sinne der Strukturbeeinflussung sich eher invariant verhalten. Durch diese spezifische Adsorption der Kationen wird die Konzentration der beiden Erdalkali-Ionen an der Oberfläche stark erhöht und es kommt bei Zutritt von  $\text{CO}_3^{2-}$ - bzw.  $\text{SO}_4^{2-}$ -Ionen zu einer Ausfällung der Carbonate/Sulfate durch Überschreitung des Löslichkeitsproduktes. Hier wirken sich natürlich auch Änderungen von Temperatur und pH-Wert an dieser Oberfläche aus, die einen Einfluss auf die Löslichkeit der Salze, aber auch auf das Adsorptionspotential der Ionen haben.



In unseren Untersuchungen konnten wir nur im Falle von  $\text{CaNO}_3$  eine Anionenadsorption beobachten (Abb. 13). Hier ist auch sehr deutlich der Einfluss der Oberflächeneigenschaften zu beobachten. Die Adsorption, das heißt eine starke Erhöhung der negativen Oberflächenladungen wird nur bei der fluorierten hydrophoben Oberfläche nachgewiesen. Schon Hofmeister, aber auch Holzmann und Mitarbeiter [12] konnten den deutlichen strukturbrechenden Effekt der Nitrat-Ionen nachweisen. In unserem Falle führt dieses Verhalten zu einer starken Erhöhung der Anionen in der Grenzfläche. Somit kann dieses Anion die kalkbildenden Ionen verdrängen und somit die Verkalkung inhibieren

Für die Mischung aller eingesetzten Salze (synthetisches Wasser) (Abb. 14) kommt es im Falle der hydrophoben Oberflächen zu einer bevorzugten Anionenadsorption und damit zu einer Inhibierung der Kationenadsorption. Natürlich ist mit unseren Messungen nun nicht mehr zu spezifizieren, welche Anionen an der Oberfläche zu finden sind. Wahrscheinlich ist aber, dass vor allem die Nitrat-Ionen die Oberfläche abschirmen und somit auch hier die Adsorption der kalkbildenden Kationen gestört wird. Allerdings kreuzen sich die beiden Kurven im Bereich eines deutlichen Anstieges der Leitfähigkeit im System. Da die Doppelschichtausdehnung sehr stark von der Gesamtionenkonzentration und damit von der Leitfähigkeit im System abhängig ist, könnte diese Verhaltensänderung eine Komprimierung der Doppelschicht anzeigen.

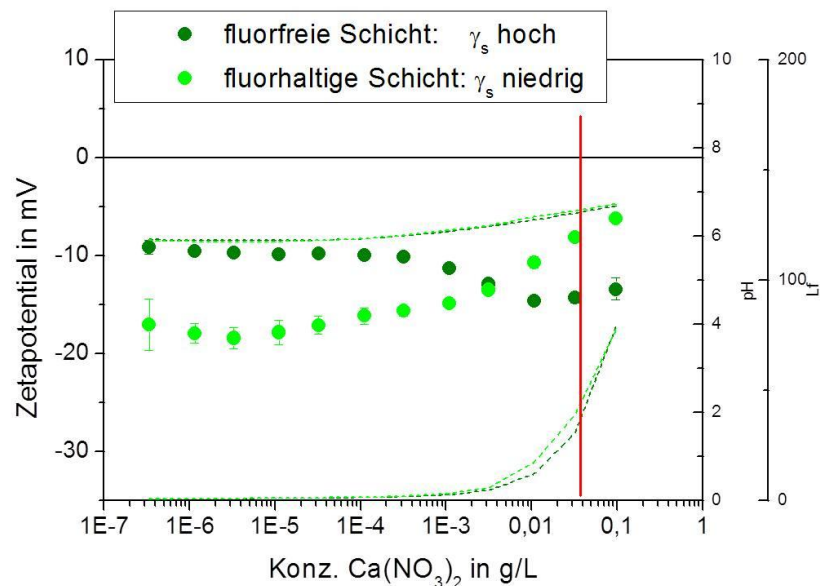


Abb. 13: Adsorption des *synthetischen Leitungswassers*:  
 $\text{MgSO}_4$ ,  $\text{Mg}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ ,  $\text{CaCl}_2$ ,  $\text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ ,  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$

Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass die hydrophobe Modifizierung der Oberflächen in wasserdurchflossenen Systemen zu einer bevorzugten Adsorption von Anionen führt, die die Anlagerung von Kationen an dieser Oberfläche stören kann.

## 4.2 Verschmutzung mit Druckfarbe

### 4.2.1 Hintergrund

Der zweite modellhafte Verschmutzungsfall war die Verschmutzung mit Druckfarben. Hintergrund ist hier der Einsatz dieser Beschichtungen in Druckmaschinen. Dafür wurde eine neue Methode entwickelt, um das Systems Feststoff / hochviskose Flüssigkeit / Reinigungsmittel untersuchen zu können, sowie die Reinigungsmechanismen in

industriellen Anwendungen zu verstehen und zu optimieren. In der aktuellen Literatur gibt es ausreichende Informationen über Methoden zur Charakterisierung des Systems Feststoff / Flüssigkeit / Luft. Die Anwendung dieser Methoden auf das System Feststoff / hochviskose Flüssigkeit / Reinigungsmittel erlaubt nur eine partielle und indirekte Charakterisierung der Wechselwirkungen an den Grenzflächen Feststoff / Reinigungsmittel / Luft und / oder Reinigungsmittel / Luft.

Die Untersuchung von Systemen Feststoff / hochviskose Flüssigkeit oder Reinigungsmittel / hochviskose Flüssigkeit wird durch die rheologischen Eigenschaften der hochviskosen Flüssigkeit erschwert. Oxsher et al. (2003) [14] verwendeten eine dünne Schicht einer hochviskosen Flüssigkeit auf einer Glasoberfläche. Damit konnten Kontaktwinkel von Reinigungsmitteltropfen gemessen werden, wobei die hochviskose Flüssigkeit als feste Oberfläche betrachtet wurde. Diese Messanordnung vernachlässigt allerdings die schnelle Vermischung der beiden Flüssigkeiten und die Interaktion des Reinigungsmittels mit der Oberfläche des Substrats.

Darüber hinaus ist es eine übliche industrielle Praxis, Reinigungseffekte durch den visuellen Vergleich der Oberflächen vor und nach der Reinigung zu quantifizieren.

#### **4.2.2. Beschreibung des Verfahrens**

Die direkte Untersuchung der physikalischen Wechselwirkungen an der Grenzfläche beschichteter Edelstahl / Druckfarbe / Reinigungsmittel mittels der Methode des liegenden Tropfens ist aufgrund der hohen Viskosität der Druckfarbe nicht möglich. Aus diesem Grund wurde die Wilhelmy-Platten-Methode als Grundlage genommen, um eine neue dynamische Messmethode zur Quantifizierung der Änderung der Haftung zwischen Beschichtung und Druckfarbe durch das Reinigungsmittel zu entwickeln (Abb. 14).

Mit Hilfe eines Tensiometers taucht man die Probe in eine mit Druckfarbe gefüllte zylindrische Stahlmesszelle ein. Dabei wird ein Meniskus zwischen Probe und hochviskoser Flüssigkeit ausgebildet (Abb. 15). Dafür werden zuvor doppelseitig beschichtete Proben der Höhe  $h$ , Breite  $l$  und Dicke  $d$  vorbereitet. Die Mikrowaage des Tensiometers tariert das Gewicht der Probe, wenn sich deren unterer Rand direkt über der Oberfläche der Druckfarbe (kontaktlos) befindet (Abb. 15, a). Dann wird die Probe mit einer Höhe  $z$  in die Druckfarbe eingetaucht (Abb. 15, b) und sogleich in ihre ursprüngliche Position zurückgebracht (Abb. 15, c). Dieses Verfahren ermöglicht, einen Meniskus der hochviskosen Druckfarbe an den vertikalen Wänden der Probe zu erzeugen. Die Höhe dieses Meniskus ( $m$ ) ist durch Auswertung eines photographischen Bildes messbar (während des Experiments wird alle

0,20 Sekunden ein Bild des Meniskusprofils durch eine Videokamera aufgenommen). Die Dicke der Probe, die vorher kalibriert wurde, dient als Referenz für diese Bestimmung.

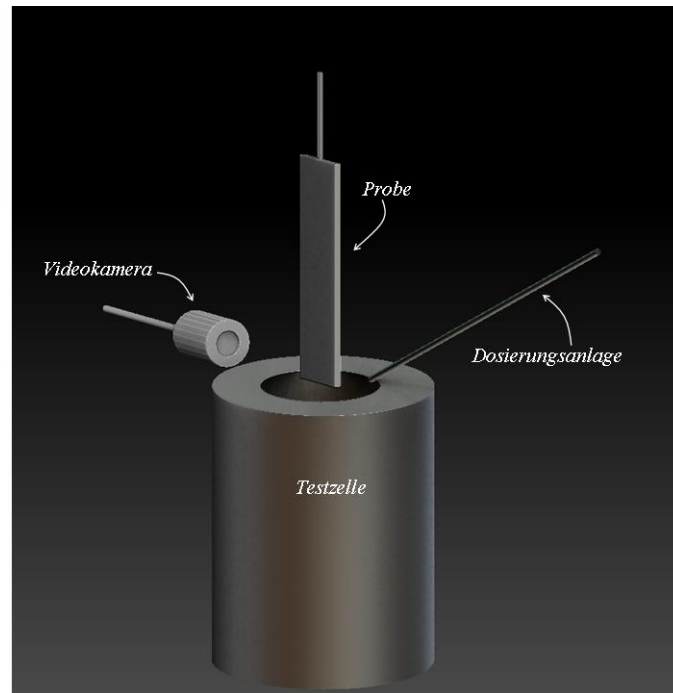


Abb. 14: Vorrichtung

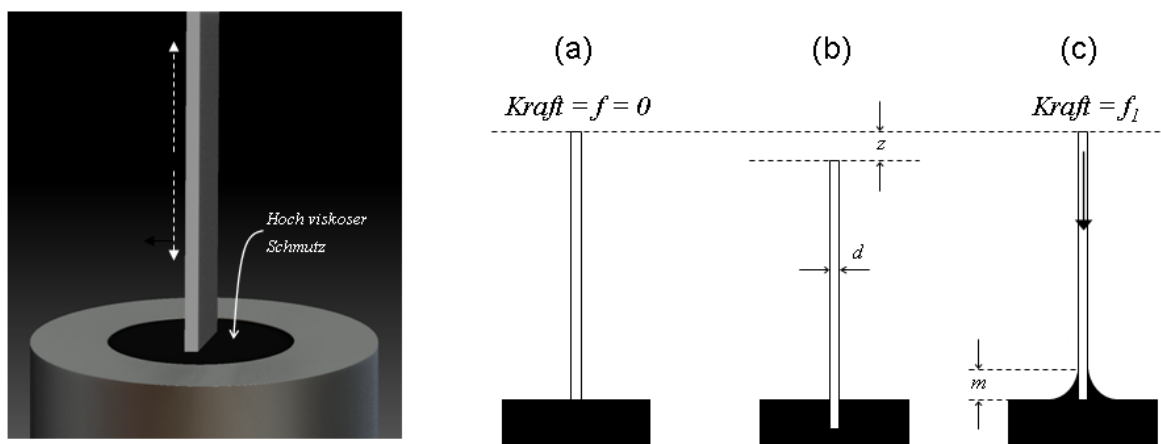


Abb. 15 Bildung des Meniskus zur Haftungsmessung

Unter dieser neuen Bedingung (Abb. 15, c) zieht die anhaftende Druckfarbe die Probe nach unten. Um die Position der Probe beizubehalten, stellt das Gerät eine Kraft bereit, die dynamisch alle 0,20 Sekunden nachgeregelt und durch die Mikrowaage bestimmt wird. Aufgrund der Viskoelastizität der Druckfarbe, ist diese Kraft anfangs nicht konstant und nimmt vom ersten Datensatz ( $f_0$ ) auf den Wert  $f_1$  nach den ersten 60 Sekunden ab. Zu

diesem Zeitpunkt wird die Kraft stabilisiert und die Haftung Probeoberfläche – Druckfarbe registriert (Abb. 16).

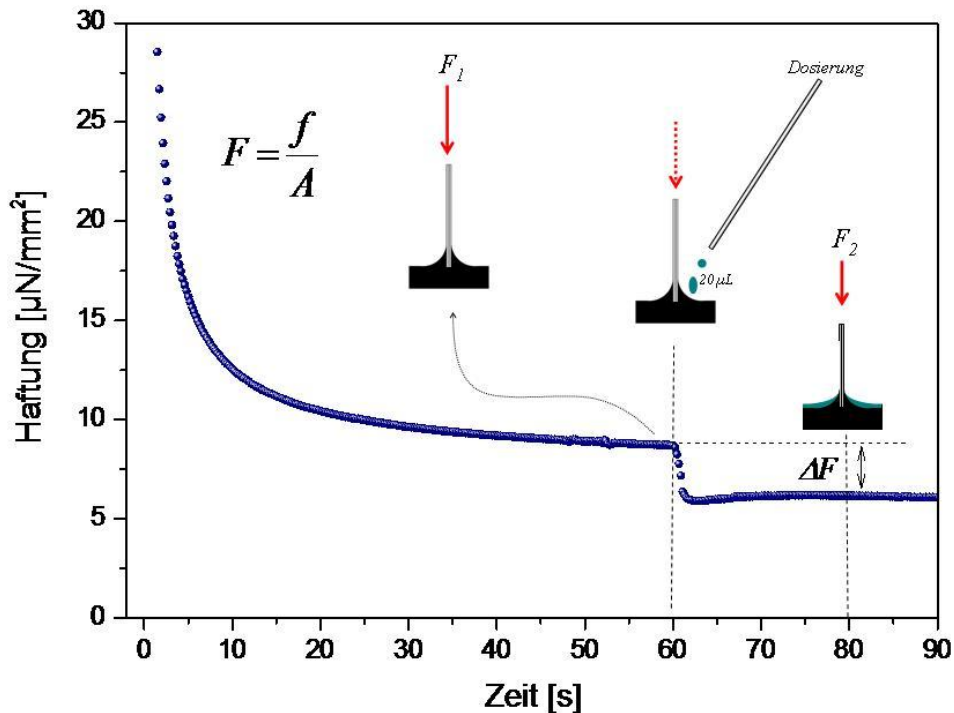


Abb. 16: Zeitregime der Haftungsmessung vor und nach der Wirkung des Reinigungsmittels

Nun werden genau 20 µL des Reinigungsmittels durch eine in der Testzelle integrierte Dosierungsanlage hinzugefügt (Abb. 14). Die Flüssigkeit diffundiert über den Bereich des Meniskus in den Schmutz hinein. Ein Kontakt zur nicht kontaminierten Probenoberfläche wird vermieden (Abb. 17). Nach der Vermischung des Reinigungsmittels mit der Druckfarbe wird die Haftung Beschichtung / Druckfarbe schnell reduziert (Abb. 16). 20 Sekunden nach dem Einbringen des Reinigungsmittels wird die Kraft  $f_2$  registriert. Die Wirkung des Reinigungsmittels in der Grenzfläche wird als die Abnahme der Kraft durch das Reinigungsmittel definiert:

$$\Delta f = f_1 - f_2 \quad (1)$$

Diese Parameter können auch als Kraft pro Flächeneinheit verwendet werden:

$$F = \frac{f}{A} \quad (2)$$

Die Kontaktfläche zwischen Druckfarbe und Probe ist dabei:

$$A = 2m(d + l) + dl \quad (3)$$

Die ermittelten Haftparameter können genutzt werden, um zum Einen die Verschmutzungsneigung und zum Anderen die Reinigungswirkung zu beschreiben.

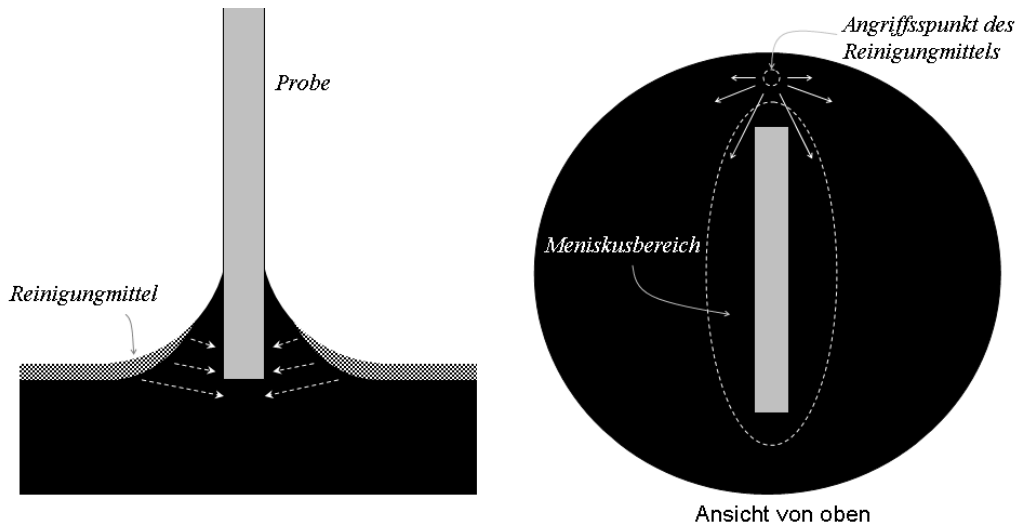


Abb. 17. Schematische Darstellung vom Angriffspunkt und der Diffusion des Reinigungsmittels

#### 4.2.3. Anwendung des Verfahrens

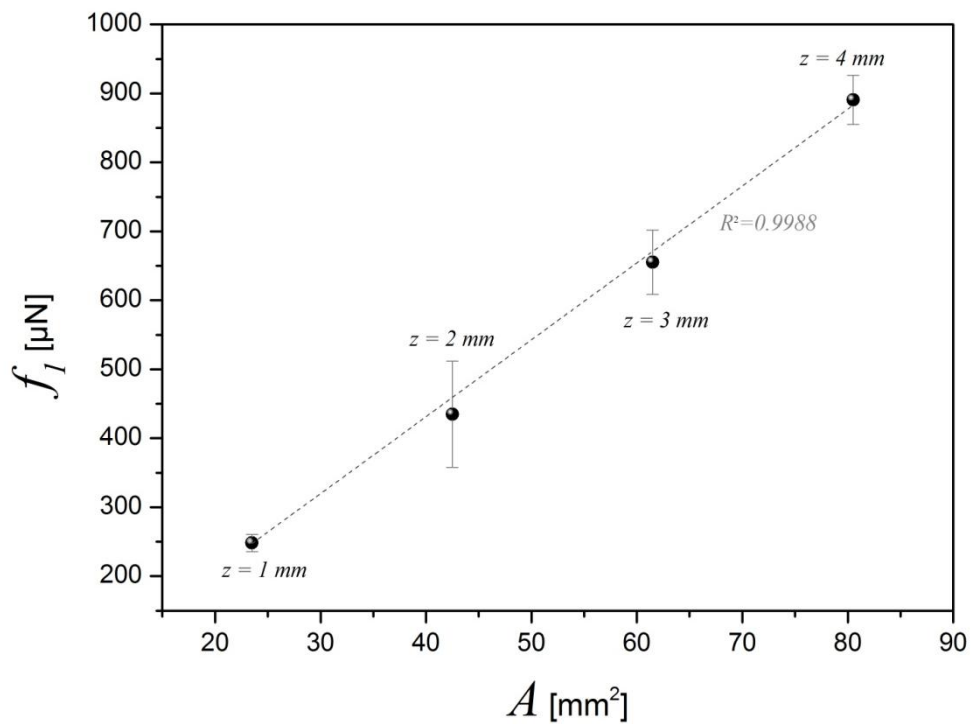


Abb. 18: Die gemessenen Kräfte ( $f_t$ ) in Abhängigkeit von der Kontaktfläche ( $A$ )

Die Haftung der Druckfarbe NOVAVIT 918 SUPREME BIO auf fünf Edelstahlprüfplättchen, beschichtet mit dem fluorfreien Nanolack FEW H 1006, wurde nach vier verschiedenen Eintauchtiefen (z) gemessen. Die Ergebnisse werden in der Abb. 18 dargestellt. Der nahezu konstante Anstieg der Kurve ( $F = f/A = 11,15 \mu\text{N}/\text{mm}^2$ ) zeigt, dass die gemessene Kraft ( $f_1$ ) direkt proportional zu der Kontaktfläche (A) ist und beweist damit, dass es durch dieses Verfahren möglich ist, die Haftung zwischen Beschichtung und Druckfarbe zu quantifizieren.

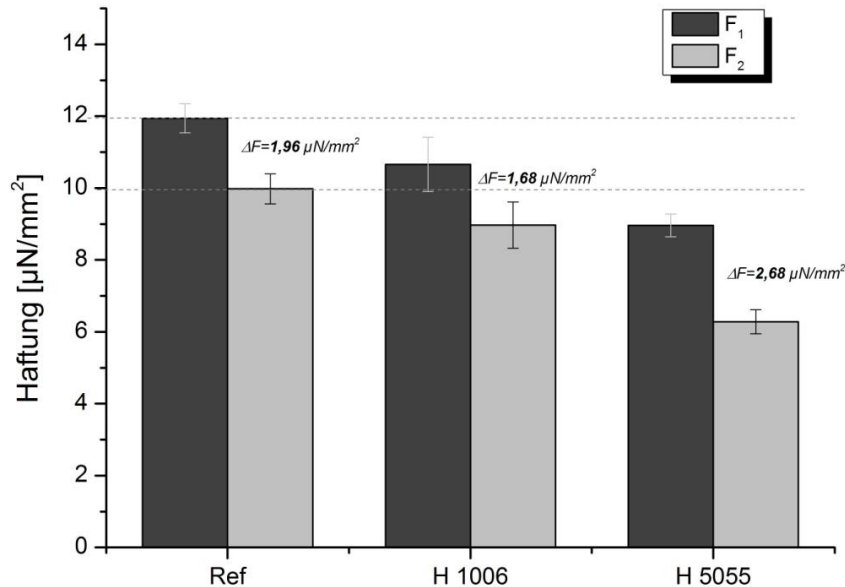


Abb. 19: Einfluss von Schichtqualität und Reinigungsmittel auf die Haftung der Druckfarbe (Referenz = Stahl)

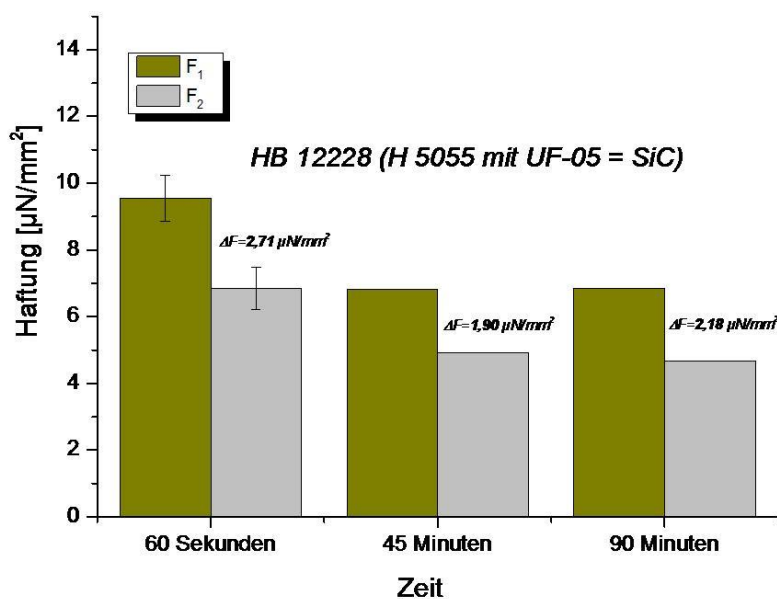


Abb. 20: Einfluss der Trocknung der Druckfarbe auf Haftung und Reinigungswirkung an einer beschichteten H 5055 Oberfläche

Abbildung 19 zeigt, dass die Erniedrigung der Oberflächenenergie in der Reihenfolge Stahl > H 1006 > H 5055 zu einer Verringerung der Verschmutzungsneigung mit der Druckfarbe NOVAVIT kommt. Andererseits wird aber auch deutlich, dass die Erniedrigung der Oberflächenenergie die Reinigung der mit Druckfarbe verschmutzten Oberflächen erschwert.

Die Haftung zwischen Druckfarbe und Beschichtung bleibt nicht unverändert im Laufe der Zeit. Gemäß Abb. 20 verringert die Trocknung der Druckfarbe ihre Haftung auf der Beschichtung.

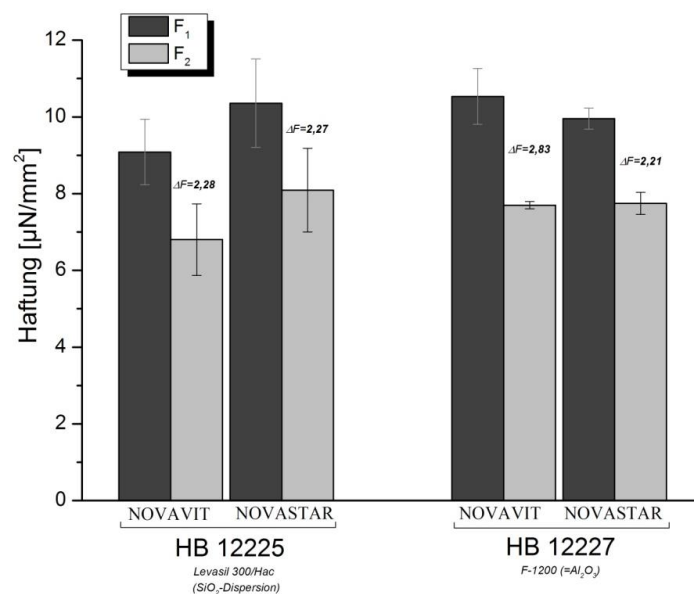


Abb. 21: Vergleich der Haftung von zwei Druckfarben

Ein Vergleich der Haftung Druckfarbe / Beschichtung unterschiedlicher Druckfarben zeigt, dass die Haftung von NOVAVIT 918 SUPREME BIO und NOVASTAR 738 Schwarz auf den Beschichtungen HB 12225 und HB 12227 erhebliche Unterschiede zwischen den einzelnen Systemen zeigt (Abb. 21).

## 5 Zusätze für Reinigungsmittel

Da gezeigt werden konnte, dass die hydrophobe Modifizierung zwar zu einer verzögerten Anschmutzung führt, aber danach auch schwerer zu reinigen ist, sollte ein optimiertes Reinigungsmittel zu einer verbesserten Abreinigung führen. Dafür wurde der kommerzielle Reiniger EUROSTAR 65/2.0 unterschiedlich modifiziert:

### Euro 125

50 g H4132 (=5Vol%-ige Lösung von „Fluorolink S10 in 1-Methoxy-2-propanol)

50 g H4133 (=25%-ige Lösung von „TEGO Twin 4000“ in 1-Methoxy-2-propanol)

500 g Eurostar 65/2.0

### Euro 126

50 ml Octyl/7007

500 ml Eurostar 65/2.0

[Octyl/7007 = 50 ml Fluorolink 7007 (10Vol% in 1-Methoxy-2-propanol)  
40 ml n-Octyltriethoxysilan  
10 ml TFE (conz)]

### Euro 127

50 ml Octyl/S10

500 ml Eurostar 65/2.0

[Octyl/S10 = 50 ml Fluorolink S10 (10Vol% in 1-Methoxy-2-propanol)  
40 ml n-Octyltriethoxysilan  
10 ml TFE (conz)]

Abb. 22 zeigt, dass die Reinigungsmittel spezifisch auf den unterschiedlichen Oberflächen wirksam werden: EUR 126 zeigt für die hydrophobe H 5055 Oberfläche die beste Reinigungswirkung während EUR 125 für die hydrophile H 1006 geeigneter ist.

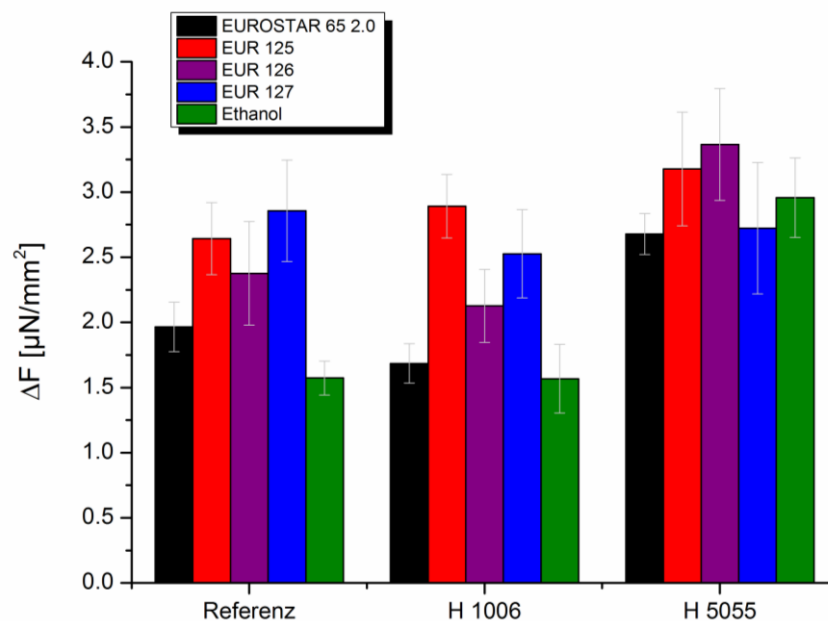


Abb. 22: Vergleich der Wirksamkeit verschiedener Reinigungsmittel

Während des Reinigungsprozesses ist, zusätzlich zu den Wechselwirkungen des Reinigungsmittels in der Grenzfläche Beschichtung / Druckfarbe die Spreitung des Reinigungsmittels auf der Druckfarbe von großer Bedeutung. Die Kontaktwinkel der vier Eurostar Varianten sowie Ethanol auf einer NOVAVIT Oberfläche wurden durch das Kontaktwinkelmessgerät FIBRO DAT 1100 (Dynamic Absorption and Contact Angle Tester, Schweden) bestimmt. Abb. 23 zeigt die gemessenen Winkel nach 10 ms Kontaktzeit. Es ist deutlich zu sehen, dass es keine eindeutige Abhängigkeit zwischen der Spreitungsgeschwindigkeit und der Reinigungswirkung gibt: eine schnelle oder langsame

Spreitung bedeuten keine schlechtere oder bessere Reinigungswirkung ( $\Delta F$  Daten von Beschichtung H 5055).

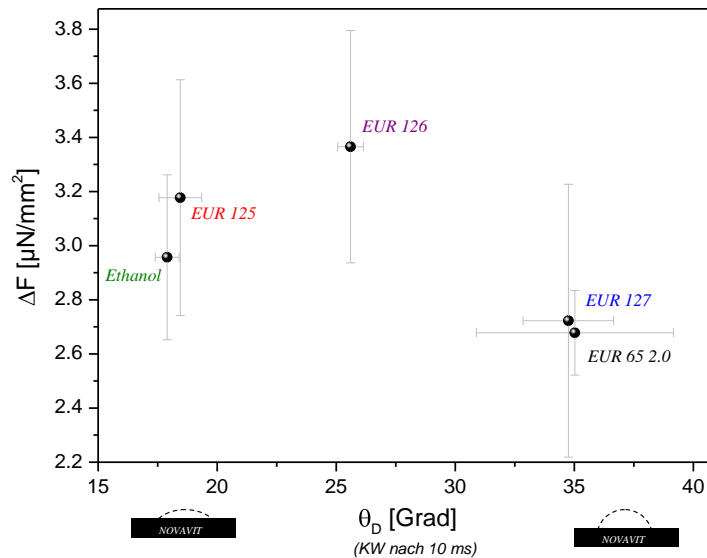


Abb. 23: Spreitung der Reinigungsmittel auf der Druckfarbe

Eine weitere Möglichkeit zur Charakterisierung der Reinigungswirkung ist die Untersuchung der Diffusion der Druckfarbe in das Reinigungsmittel – und möglicherweise auch umgekehrt – sobald das Reinigungsmittel auf die Oberfläche der Druckfarbe auftrifft.

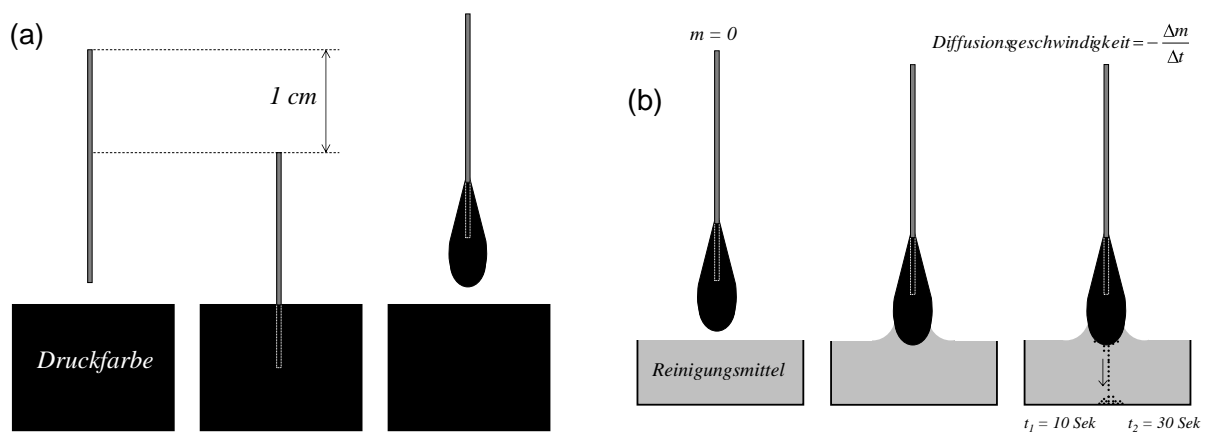


Abb. 24: Schematische Darstellung des Experiments zur Quantifizierung der Auflösengeschwindigkeit der Druckfarbe durch das Reinigungsmittel. Aufbau des Druckfarbentropfens (a), Messung der Gewichtsverlust (b)

Um die Diffusion der Druckfarbe in die verschiedenen Reinigungsmittel zu vergleichen, wurde das folgende Experiment durchgeführt: zunächst wird ein Tropfen der Druckfarbe an dem unteren Ende eines dünnen Stahlstabes durch Eintauchen aufgebaut (Abb. 24 a). Zu diesem Zweck wurde das digitale Tensiometer DCAT 21 (DataPhysics, Deutschland) verwendet.

Anschließend wurde der Tropfen in Kontakt mit dem Reinigungsmittel gebracht, wobei der Stab im Messinstrument verblieb. Der Gewichtverlust des Tropfens wurde alle 0,2 Sekunden gemessen (Abb. 24 b). Während des Versuches war es möglich das Auflösen der Druckfarbe in die Reinigungsflüssigkeit deutlich zu beobachten.

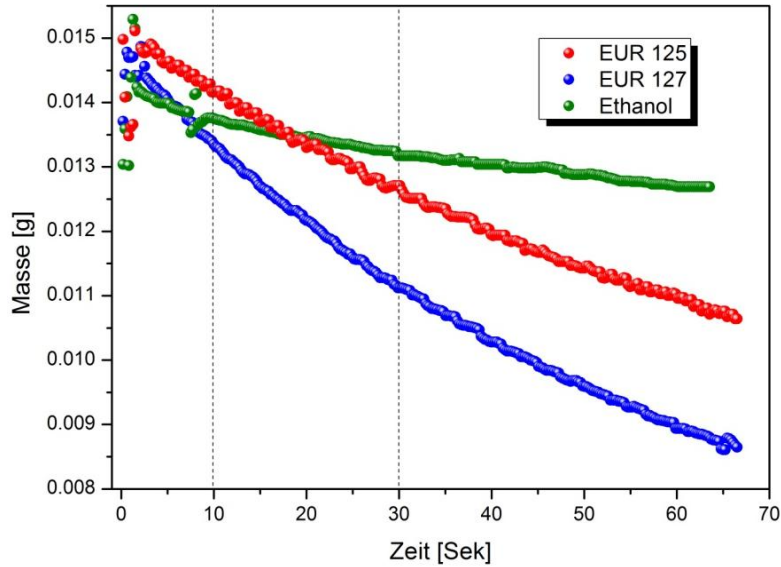


Abb. 25: Auflösekurven der Druckfarbe NOVAVIT

Abbildung 25 zeigt die Auflösekurven von zwei Eurostarvarianten sowie Ethanol. Der negative Wert der Steigung der Kurven stellt die Auflösegeschwindigkeit der Druckfarben in der Flüssigkeit dar. Die Parameter wurden durch Linearisierung der Kurven in dem Bereich von 10 bis 30 Sekunden bestimmt. (Abb. 26 a). Diese Werte wurden mit denen der Spreitung der Reinigungsmittel auf der Druckfarbe verglichen. Abb. 26 b zeigt einen interessanten Zusammenhang: je größer der Kontaktwinkel nach 10 ms Kontaktzeit (je langsamer die Spreitung) des Reinigungsmittels auf der Druckfarbe, desto schneller ist das Auflösen der Druckfarbe in das Reinigungsmittel.

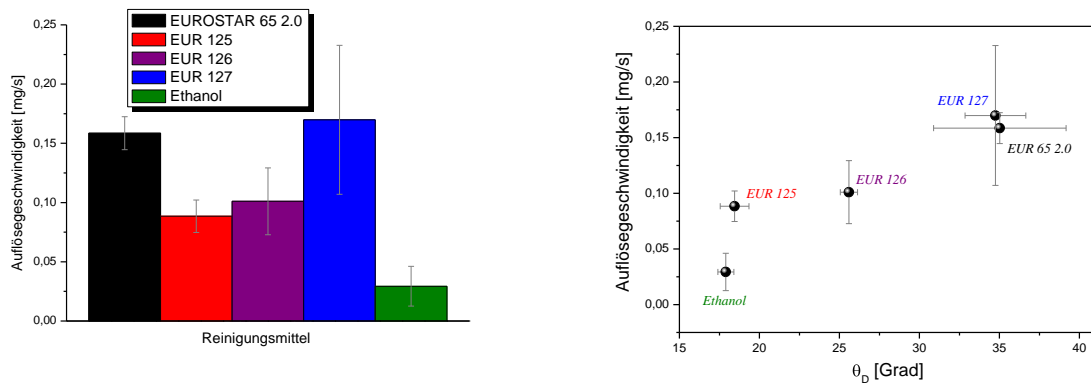


Abb. 26: Lösegeschwindigkeiten von NOVAVIT in den Eurostarvarianten sowie Ethanol (a), Zusammenhang zwischen Spreitung der Reinigungsmittel und Auflösung der Druckfarbe (b)

## 6 Thesen zur Beschreibung der Reinigungsmechanismen

Voranstehend sowie in früheren Berichten haben wir die Wechselwirkung zwischen den drei Komponenten des betrachteten Systems untersucht, wobei der Reinigungsprozess für diese Betrachtungen in fünf verschiedene Prozessschritte aufgeteilt werden kann:

- i. Haftung zwischen Beschichtung und Druckfarbe
- ii. Spreitung des Reinigungsmittels auf der Oberfläche der Druckfarbe
- iii. Diffusion der Druckfarbe in das Reinigungsmittel
- iv. Benetzung der darunter liegenden Beschichtung durch das Reinigungsmittel
- v. Diffusion des Reinigungsmittels in die Grenzfläche Beschichtung-Druckfarbe

Die Haftung der Druckfarbe auf der Beschichtungsoberfläche kann schematisch in drei Kategorien eingeteilt werden, Abbildung 27 a. Je nach den Oberflächeneigenschaften der Haftpartner kommt es zu einer hohen, mittleren oder niedrigen Adhäsion zwischen Untergrund und Druckfarbe. Wenn das Reinigungsmittel aufgebracht wird, wird es zuerst auf der Druckfarbe spreiten (ii in Abb. 27 b). Gleichzeitig beginnt die Druckfarbe in die Flüssigkeit zu diffundieren (iii). Das Reinigungsmittel benetzt aber auch die Oberfläche unserer Beschichtung (iv) und parallel wird das Reinigungsmittel versuchen, in die Grenzfläche Druckfarbe-Beschichtung (v) einzudringen.

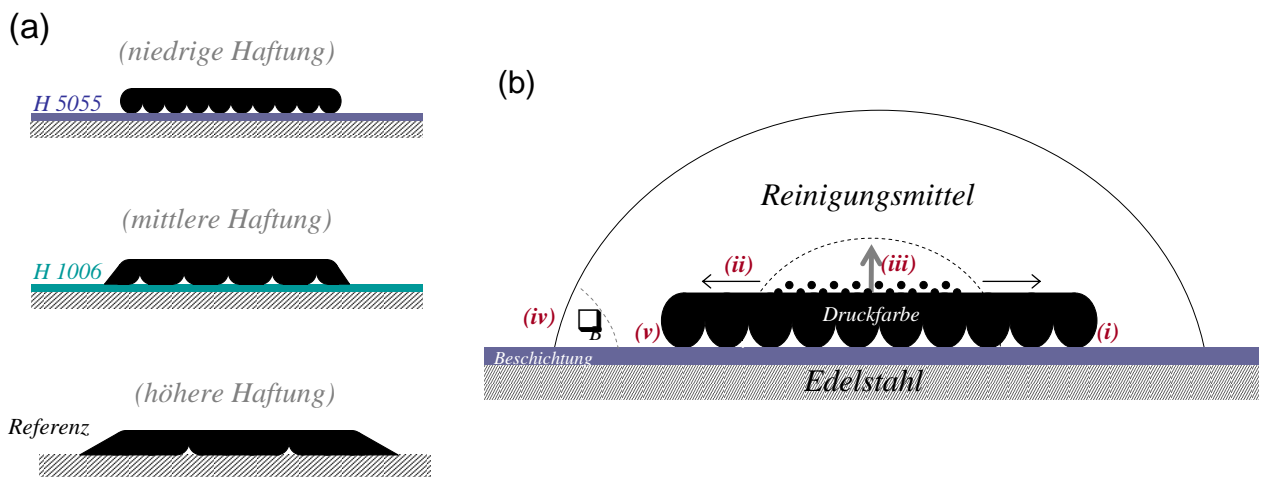


Abb. 27: Drei Kategorien der Haftung Druckfarbe-Oberfläche (a). Schematische Darstellung der fünf Teilprozesse der Reinigung (b).

Die Benetzung der unterschiedlichen im Projekt betrachteten Beschichtungen durch das Reinigungsmittel zeigt, dass die fluorhaltigen Beschichtungen (H 5055-Basis) bessere Reinigungsergebnisse ermöglichen, obwohl eine schlechtere Benetzung der Oberfläche durch das Reinigungsmittel vorliegt (die größere Kontaktwinkel) (Abb. 28). Es kann hier auch

gezeigt werden, dass entsprechend den unterschiedlichen Oberflächeneigenschaften der Beschichtungen unterschiedliche Reinigerrezepturen erfolgreich eingesetzt werden können.

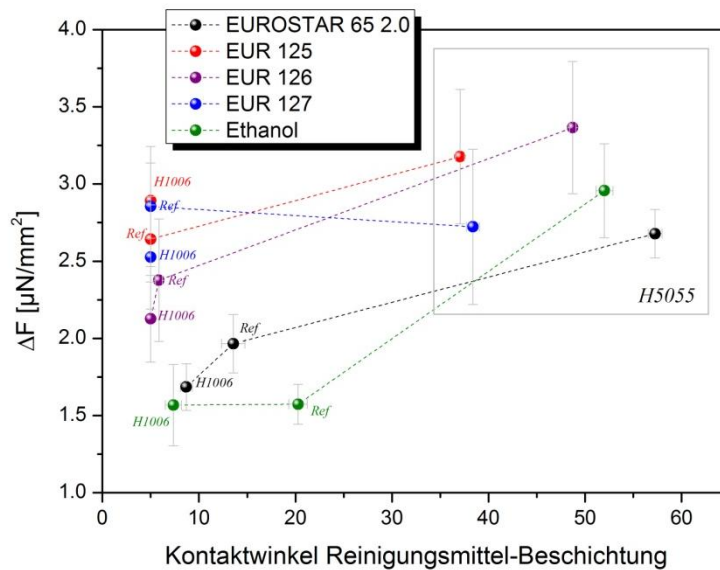


Abb. 28: Zusammenhang zwischen Benetzung der Beschichtung und Reinigung

Mit all diesen Informationen ist es möglich, zwei unterschiedliche Reinigungsmechanismen zu postulieren. Der erste für den Fall einer niedrigen Haftung Druckfarbe-Oberfläche (H 5055-Basis), und der zweite für den Fall einer hohen Haftung Druckfarbe-Oberfläche (Referenz-Stahl, ohne Beschichtung). Die fluorfreien Beschichtungen (H1006-Basis) zeigen eine Kombination beider Mechanismen.

*Mechanismus 1:* Die Reinigung im Falle einer niedrigen Haftung zwischen Druckfarbe und Oberfläche (Abb. 29 a) erfolgt durch schnelle Spreitung des Reinigungsmittels (bspw. EUR 125, 126 und Ethanol) auf der Druckfarbenoberfläche und langsame Diffusion der Druckfarbe in die Reinigungsmittelphase (siehe Abb. 26). Gleichzeitig wird durch eine gute Benetzung der Beschichtung eine Trennung an der Grenzfläche Druckfarbe-Beschichtung, ermöglichen.

*Mechanismus 2:* Die Reinigung im Falle einer starken Haftung zwischen Druckfarbe und Oberfläche (Abb. 29b) erfolgt durch langsame Spreitung des Reinigungsmittels (bspw. EUR 127) auf der Druckfarbenoberfläche und schnelle Diffusion der Druckfarbe in die Reinigungsmittelphase (Abb. 26). Eine gute Benetzung der Beschichtung durch das Reinigungsmittel ist auch hier notwendig. Die Reinigung erfolgt in diesem Fall durch Diffusion der Druckfarbe in das Reinigungsmittel und nicht durch Trennung der Grenzfläche Druckfarbe-Beschichtung.

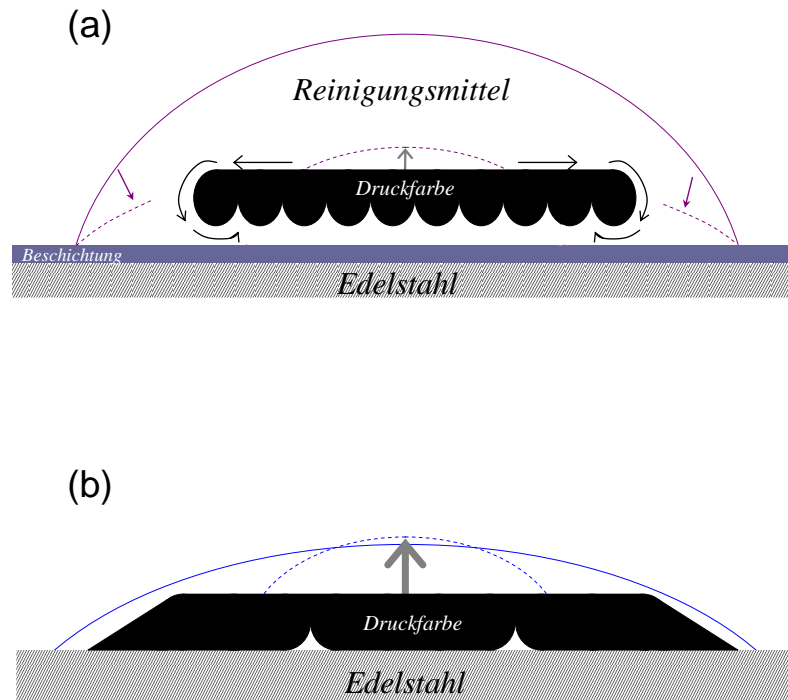


Abb. 29: Schematische Darstellung des

## 7 Fazit

Mit der Aufklärung der Wechselwirkungsmechanismen zwischen intelligenten Beschichtungssystemen, möglichen Schmutzen und entsprechenden Reinigungssystemen war es in diesem Projekt möglich, einen Beitrag zur Weiterentwicklung sowohl von „anti-fouling“ als auch von „easy-to-clean“ Schichten zu erbringen. Außerdem wurde ein besseres Verständnis von Verkalkungs- und Reinigungsprozessen erreicht und ein Instrument geschaffen, Reinigungseffekte zu quantifizieren.

## 8 Literatur:

- 1 St.C. Dexter, J. Colloid Interface Sci. **70** (1979), 346-354
- 2 F. Albert, W. Augustin, St. Scholl, Chem. Eng. Sci. **66** (2011), 499-509
- 3 O. Stern, Z. El. Ch. **30** (1924), 508-516
- 4 H.-J. Jacobasch, Prog. Org. Coat. **17** (1989), 115-133
- 5 H.-J. Jacobasch, F. Simon, P. Weidenhammer, Colloid Polym. Sci. **276** (1998), 434-442
- 6 R. Zimmermann, N. Rein, C. Werner, Phys. Chem. Chem. Phys. **11** (2009), 4360-4364

- 7 A. Härtl, J.A. Garrido, S. Nowy, R. Zimmermann, C. Werner, D. Horinek, R. Netz, M. Stutzmann, *J. Am. Chem. Soc.* **129** (2007), 1287-1292
- 8 R. Zangi, B.F.N. Engberts, *J. Am. Chem. Soc.* **127** (2005), 2272-2276
- 9 P. Koelsch, P. Viswanath, H. Motschmann, V.-L. Shapovalov, G. Brezesinski, H. Möhwald, D. Horinek, R.R. Netz, K. Giewekemeyer, T. Salditt, H. Schollmeyer, R. v. Klitzing, J. Daillant, P. Guenoun, *Colloids Surf., A* **303** (2007), 110-136
- 10 F. Hofmeister, *Arch. Exp. Pathol. Pharmacol.* **24** (1888), 247-260
- 11 P. Jungwirth, D.J. Tobias, *Chem. Rev.* **106** (2006), 1259-1281
- 12 J. Holzmann, R. Ludwig, A. Geiger, D. Paschek, *Angew. Chem.* **119** (2007), 9065-9069
- 13 C. Bellmann, *Chem. Ing. Tech.*, **75** (2003), 662-668
- 14 Oxsher A., Robertshaw, V., Rulison, C.: Surface Energy Characterization and Adhesion Properties of High Viscosity Ink Pastes, Application Note 239 e, KRÜSS GmbH, <http://www.kruss.de>

## Berichtsblatt

1. ISBN oder ISSN	2. Berichtsart (Schlussbericht oder Veröffentlichung) <b>Schlussbericht</b>
3. Titel  <b>Entwicklung neuer Nanolacke und/oder Reinigerzusätze für Easy-to-Clean-Schichten im System Easy-to-Clean-Schicht - definierte Verschmutzung - Reinigerlösung / Nano-Clean</b>	
4. Autor(en) [Name(n), Vorname(n)]  <ul style="list-style-type: none"> <li>• Dr. rer. nat. Alfredo Calvimontes</li> <li>• Dipl.-Chem. Kathrin Estel</li> <li>• Anja Caspari</li> <li>• Dr. rer. nat. Cornelia Bellmann</li> </ul>	5. Abschlussdatum des Vorhabens <b>30.09.2012</b>
	6. Veröffentlichungsdatum ---
	7. Form der Publikation ---
8. Durchführende Institution(en) (Name, Adresse)  Leibniz-Institut für Polymerforschung Dresden e. V. Hohe Straße 6 01069 Dresden	9. Ber. Nr. Durchführende Institution
	10. Förderkennzeichen <b>03X0115A</b>
	11. Seitenzahl <b>30</b>
12. Fördernde Institution (Name, Adresse)  Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF) 53170 Bonn	13. Literaturangaben <b>14</b>
	14. Tabellen <b>12</b>
	15. Abbildungen <b>29</b>
16. Zusätzliche Angaben Zum Thema wurden 2 Vorträge gehalten: VVD2012 vom 22./23.3.2012 in Dresden: „ <i>Strömungspotentialmessungen: Verschmutzungsprozesse an Festkörperoberflächen simulieren</i> “ Lacktagung der GDCh vom 26.-28.9.2012 in Bremerhaven: „ <i>Innovative Oberflächenmodifikationen zur Verminderung von Schmutz- und Kalkablagerungen</i> “ Veröffentlichung zum Thema: „ <i>Innovative Oberflächen zur Verminderung von Kalkablagerungen</i> “ ist in Arbeit Patent zum Thema „ <i>Verfahren und Vorrichtung zur Ermittlung der Adhäsion viskoser Flüssigkeiten an festen Oberflächen</i> “ angemeldet	
17. Vorgelegt bei (Titel, Ort, Datum)	

18. Kurzfassung

**Zielstellung** der Arbeiten war die Entwicklung von neuen antiadhäsiven Nanolacken für Easy-to-Clean-Schichten, die den bewährten, geringen Verschmutzungseffekt aufweisen, aber auch eine deutlich verbesserte Reinigungsfähigkeit insbesondere gegen stark anhaftende Verschmutzungen erbringen und die Entwicklung von Zusätzen für Reinigungsmittel für ein effektives Gesamtsystem Easy-to-Clean-Schicht-Schmutz-Reinigungsmittel. Den Ausgangspunkt der Arbeiten stellen zwei hydrolysebeständige Standard – FEW – Sol/Gel – Systeme dar: das fluorfreie System H 1006 und das fluorhaltige System H 5055. Alle untersuchten Systeme waren auf Stahloberflächen appliziert.

Die unterschiedlich chemisch modifizierten Sol-Gel-Schichten wurden beim Projektpartner FEW auf Edelstahlflächen appliziert und anschließend im IPF charakterisiert mittels

- **Topographie:** optische berührungslose Messverfahren (MicroGlider mit einem chromatischen Weißlichtsensor (CWL) der Fries Research & Technology GmbH, Bergisch Gladbach und Konfokalmikroskop  $\mu$ surf explorer der NanoFocus AG, Oberhausen) und Rasterkraftmikroskopie (AFM, Asylum Research MFP-3DTM der Atomic Force F&E GmbH, Mannheim).
- **Benetzbarkeit:** statischer Wasserkontaktwinkel, Wasser-Kontaktwinkel-hysteresis, Wasserabrollwinkel. (Geräte: Kontaktwinkelmesssystem von DataPhysics Instruments GmbH, Filderstadt und dynamisches Kontakt-winkelmesssystem von Fibro System AB, Stockholm)
- **Oberflächenladungen:** Strömungspotentialmessungen mit Elektrokinetischem Analysator (EKA) der Anton Paar GmbH, Graz
- **Oberflächenspektroskopie:** Untersuchungen mittels Röntgenphotoelektronen spektroskopie (XPS) mit einem AXIS ULTRA Photoelektronenspektrometer der Kratos Analytical Ltd., Manchester, UK.
- **Schichtdicke:** Untersuchung wurde am Neon 40EsB der Carl Zeiss Microscopy GmbH, Oberkochen, G durchgeführt, das Gerät hat eine Elektronenquelle (Feldemissionsquelle) sowie eine Ionenquelle (Galliumionen) zum Schneiden von Materialien

Die beschriebenen Methoden wurden an die von FEW hergestellten Systeme angepasst. Damit war es möglich, alle geplanten Nanolackrezepturen auf Stahlplatten aufgetragen zu charakterisieren.

**Ergebnisse:**

- Charakterisierung der Oberflächeneigenschaften und deren Korrelation zu den Verschmutzungs- und Reinigungsprozessen der einzelnen Schichten
- Optimierung der Schichtqualität (mind. 3 Kreuzgänge)
- Neue Ansätze zum Verkalkungsmechanismus in wasserdurchflossenen Systemen
- Vorschlag zur Beschreibung der Reinigungsmechanismen
- Methodenentwicklung zur Charakterisierung der Schmutzanhaftung (Patentanmeldung)

19. Schlagwörter

Sol/Gel, Easy-to-Clean, Verschmutzungs- und Reinigungs-Verhalten, Schmutz, Reinigungsmittel, Verkalkung, Benetzungsverhalten, Topographie

20. Verlag

21. Preis