

# UNTERSUCHUNG VON PLASMAPROZESSEN UND DEREN EINFLUSS AUF DIE VERBUNDEIGENSCHAFTEN VON MITTELS PLASMAPOLYMERISATION BESCHICHTETEM POLYPROPYLEN

<b>1</b>	<b>EINLEITUNG UND ZIELSETZUNG.....</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>POLYPROPYLEN (PP) .....</b>	<b>5</b>
<b>3</b>	<b>GRUNDLAGEN DER HAFTUNG .....</b>	<b>11</b>
3.1	Definition von Oberfläche, Adhäsion, Haftung und Interphase.....	11
3.2	Adhäsionskräfte und Grenzschichten in Kunststoff/PECVD-Schicht-Verbunden .....	14
3.2.1	Substrattopographie und Grenzschichtmorphologie .....	15
3.2.2	Schichtanbindung durch physikalische und chemische Effekte .....	15
3.2.3	Schichtspannungen .....	16
3.2.4	Schwache Grenzschichten .....	16
<b>4</b>	<b>FUNKTIONALISIERUNG VON KUNSTSTOFFEN IN NIEDERDRUCKPLASMEN.....</b>	<b>17</b>
4.1	Plasma-Oberflächen-Wechselwirkungen .....	19
4.2	Plasmaprobebehandlung von Kunststoffen zur Verbesserung der Schichthaftung.....	22
4.2.1	Elektrisch geladene Teilchen (Elektronen, Ionen) .....	23
4.2.2	Elektrisch nicht geladene Teilchen und Photonen .....	25
4.2.3	Vorbehandlungseffekte.....	26
4.3	PECVD-Beschichtung von Kunststoffen .....	28
4.3.1	Hexamethyldisiloxan-basierte Beschichtungen .....	29
4.3.2	Schichtwachstum .....	31
4.3.3	Schichtspannungen .....	32
4.3.4	Schichtdefekte .....	34
4.4	Anlagentechnik und Funktionalisierungsprozesse .....	35
4.5	Eigenschaften und Analyse von gepulsten Mikrowellen-Niederdruckplasmen .....	38
4.5.1	Zusammensetzung von Plasmen zur Vorbehandlung und Beschichtung.....	38
4.5.2	Elektronendichte sowie Ionendichte und -temperatur .....	39
4.5.3	Vakuum-Ultraviolett-Strahlung (VUV).....	46
4.6	Analyse der Substrattemperatur während des Plasmaprozesses .....	47
4.6.1	Temperaturmessstreifen.....	47
4.6.2	IR-Thermometer .....	47
4.6.3	Platin Widerstandssensoren .....	50
<b>5</b>	<b>METHODEN ZUR CHARAKTERISIERUNG DER KUNSTSTOFF-, SCHICHT- UND VERBUNDEIGENSCHAFTEN .....</b>	<b>52</b>
5.1	Charakterisierung der Oberflächenchemie mit Röntgen-Photoelektronen-Spektroskopie .....	52
5.2	Charakterisierung der Schicht- und Oberflächenchemie mit Infrarotspektroskopie (IR).....	53
5.2.1	Fourier-Transform-Infrarot-Spektroskopie (FT-IR) .....	54
5.2.2	Infrarot-Reflexions-Absorptions-Spektroskopie (IRRAS) .....	55
5.3	Charakterisierung der Oberflächentopographie und Morphologie .....	55

5.3.1	Nanorauheit der Oberfläche .....	55
5.3.2	Mikrorauheit von Oberflächen- und Bruchstrukturen .....	56
5.3.3	Schnittbilder der Verbunde .....	56
5.4	Ermittlung der Benetzungseigenschaften .....	56
5.5	Ermittlung der Schichtdicke und Abscheiderate .....	57
5.6	Härte- und Elastizitätsmodulprüfung .....	57
5.7	Methoden zur Untersuchung der Schichthaftung .....	57
5.7.1	Abreißprüfung oder Pull-off-Test .....	59
5.8	Methoden zur Untersuchung der Schichtspannungen .....	62
5.8.1	Intrinsische Schichtspannungen .....	64
5.8.2	Schichtspannungs- und Retardationsuntersuchungen an beschichteten PP-Proben .....	66
5.9	O <sub>2</sub> -Barriereeigenschaften der beschichteten Verbunde .....	67
6	EIGENSCHAFTEN DER UNTERSUCHTEN SiOCH- UND SiO <sub>x</sub> -SCHICHTEN .....	68
6.1	Oberflächen- und Bulkchemie sowie Morphologie .....	68
6.2	Härte und Eindringmodul der Beschichtungen .....	74
6.3	Intrinsische Schichtspannungen .....	74
6.4	Zwischenfazit .....	75
7	UNTERSUCHUNGEN VON PP/SiO <sub>x</sub> -VERBUNDEN IN ABHÄNGIGKEIT DER PLASMAEIGENSCHAFTEN .....	77
7.1	Eigenschaften des Plasmas zur SiO <sub>x</sub> -Barrierebeschichtung .....	77
7.2	Wachstum und Eigenschaften von SiO <sub>x</sub> -Schichten auf Polypropylen .....	80
7.2.1	Substrattemperatur bei der SiO <sub>x</sub> -Beschichtung .....	80
7.2.2	Chemische Zusammensetzung der Schicht in Abhängigkeit der Pulsung .....	87
7.2.3	Einfluss der Plasmaeigenschaften auf die Morphologie bzw. Topographie .....	90
7.3	Haftung von SiO <sub>x</sub> -Schichten auf PP .....	94
7.3.1	Einfluss von Eigenspannungen im PP/SiO <sub>x</sub> -System .....	95
7.4	O <sub>2</sub> -Barriereeigenschaften von PP/SiO <sub>x</sub> .....	100
7.5	Einfluss einer Plasmavorbereitung auf die Schichthaftung und Barrierewirkung .....	101
7.6	Zwischenfazit .....	103
8	UNTERSUCHUNGEN VON PP/SiOCH-VERBUNDEN IN ABHÄNGIGKEIT DER PLASMAEIGENSCHAFTEN .....	104
8.1	Eigenschaften des Plasmas zur SiOCH-Beschichtung .....	104
8.2	Wachstum und Eigenschaften von SiOCH-Schichten auf Polypropylen .....	105
8.2.1	Oberflächentopographie der SiOCH-Beschichtungen .....	106
8.2.2	Schichthaftung und Einfluss der Schichtspannungen .....	110
8.2.3	Einfluss eines Bias auf die Haftung von SiOCH-Schichten auf PP .....	111
8.3	Plasmavorbereitung von PP .....	113
8.3.1	Die Ionenfluenz als Maß für die Vorbehandlungsintensität .....	114
8.3.2	Sauerstoff- und Argonplasmen zur Behandlung von PP-Oberflächen .....	115
8.3.3	Substraterwärmung durch die Plasma-Vorbehandlungsprozesse .....	119

8.3.4	Einbau polarer Gruppen und Ausbildung von schwachen Grenzschichten durch Ar- und O <sub>2</sub> -Plasmen.....	121
8.3.5	Schichthaftung sowie Art und Lage der Grenzschicht.....	130
8.3.6	Einfluss des Photonenbeschusses auf die Schichthaftung .....	134
8.3.7	Prozessübertragbarkeit.....	139
8.4	<b>Zwischenfazit .....</b>	<b>142</b>
9	<b>UNTERSUCHUNGEN VON PP/SiOCH/SiO<sub>x</sub>-MULTILAGENSYSTEMEN .....</b>	<b>143</b>
9.1	Schutzwirkung der SiOCH-Schicht in PP/SiOCH/SiO <sub>x</sub> -Systemen .....	143
9.2	Schichtdefekte und Barriereigenschaften .....	146
9.3	Einfluss einer SiOCH-Zwischenschicht auf die Interphase im PP/SiOCH/SiO <sub>x</sub> -Verbund .....	151
9.3.1	Einfluss der Zwischenschichtdicke auf Haftung und Schichtspannungen .....	151
9.3.2	Einfluss der Zwischenschichtdicke auf die Oberflächentopographie .....	153
9.3.3	Einfluss eines Bias auf die Verbundeigenschaften von PP/SiOCH/SiO <sub>x</sub> .....	156
9.3.4	Einfluss einer Vorbehandlung auf die Verbundeigenschaften von PP/SiOCH/SiO <sub>x</sub> .....	157
9.4	<b>Zwischenfazit .....</b>	<b>159</b>
10	<b>FAZIT UND AUSBLICK .....</b>	<b>160</b>
11	<b>ZUSAMMENFASSUNG &amp; SUMMARY .....</b>	<b>164</b>
11.1	<b>Zusammenfassung .....</b>	<b>164</b>
11.2	<b>Summary .....</b>	<b>168</b>
12	<b>ABKÜRZUNGEN UND FORMELZEICHEN .....</b>	<b>172</b>
12.1	<b>Abkürzungen .....</b>	<b>172</b>
12.2	<b>Formelzeichen .....</b>	<b>174</b>
13	<b>LITERATUR.....</b>	<b>177</b>
14	<b>ANHANG.....</b>	<b>192</b>
14.1	<b>Betreute studentische Arbeiten .....</b>	<b>192</b>
14.2	<b>Material- und Plasmaeigenschaften sowie Zuordnungstabellen .....</b>	<b>193</b>
14.3	<b>Rissbildung unter Dehnung .....</b>	<b>196</b>
14.4	<b>Ergänzende Ergebnisse .....</b>	<b>199</b>