

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

1 EINLEITUNG UND ZIELSETZUNG	1
2 POLYPROPYLEN (PP)	5
3 GRUNDLAGEN DER HAFTUNG	11
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
4 FUNKTIONALISIERUNG VON KUNSTSTOFFEN IN NIEDERDRUCKPLASMEN	17
4.1 Plasma-Oberflächen-Wechselwirkungen	19
4.2 Plasmabehandlung 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
5 METHODEN ZUR CHARAKTERISIERUNG DER KUNSTSTOFF-, SCHICHT- UND VERBUNDEIGENSCHAFTEN	52
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 Oberflächentopografie 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 Benetzungeigenschaften.....	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	O₂-Barriereeigenschaften der beschichteten Verbunde	67
6	EIGENSCHAFTEN DER UNTERSUCHTEN SiOCH- UND SiO_x-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_x-VERBUNDEN IN ABHÄNGIGKEIT DER PLASMAEIGENSCHAFTEN	77
7.1	Eigenschaften des Plasmas zur SiO_x-Barriereforschung	77
7.2	Wachstum und Eigenschaften von SiO_x-Schichten auf Polypropylen	80
7.2.1	Substrattemperatur bei der SiO _x -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_x-Schichten auf PP.....	94
7.3.1	Einfluss von Eigenspannungen im PP/SiO _x -System.....	95
7.4	O₂-Barriereeigenschaften von PP/SiO_x.....	100
7.5	Einfluss einer Plasmavorbehandlung auf die Schichthaftung und Barriereforschung	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	Plasmavorbehandlung 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 ₂ -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 Zwischenfazit	142
9 UNTERSUCHUNGEN VON PP/SiOCH/SiO_x-MULTILAGENSYSTEMEN	143
9.1 Schutzwirkung der SiOCH-Schicht in PP/SiOCH/SiO _x -Systemen	143
9.2 Schichtdefekte und Barriereeigenschaften.....	146
9.3 Einfluss einer SiOCH-Zwischenschicht auf die Interphase im PP/SiOCH/SiO _x -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 _x	156
9.3.4 Einfluss einer Vorbehandlung auf die Verbundeigenschaften von PP/SiOCH/SiO _x	157
9.4 Zwischenfazit	159
10 FAZIT UND AUSBLICK	160
11 ZUSAMMENFASSUNG & SUMMARY.....	164
11.1 Zusammenfassung.....	164
11.2 Summary	168
12 ABKÜRZUNGEN UND FORMELZEICHEN	172
12.1 Abkürzungen	172
12.2 Formelzeichen.....	174
13 LITERATUR.....	177
14 ANHANG.....	192
14.1 Betreute studentische Arbeiten	192
14.2 Material- und Plasmaeigenschaften sowie Zuordnungstabellen	193
14.3 Rissbildung unter Dehnung	196
14.4 Ergänzende Ergebnisse	199