

Schlussbericht

zu IGF-Vorhaben Nr. 19885 BR

Thema

Prozess- und Anlagenentwicklung zur industrietauglichen Beschichtung von Oberflächen mit photokatalytisch aktivem Titanoxid

Berichtszeitraum

01.01.2018 - 31.08.2020

Forschungsvereinigung

Europäische Forschungsgesellschaft Dünne Schichten e.V. (EFDS)

Forschungseinrichtung(en)

FE1: Leibniz-Institut für Plasmaforschung und Technologie e.V.

FE2: Institut für Bioprozess- und Analysenmesstechnik e.V.

19.02.2021
Greifswald, Datum

Leibniz-Institut für Plasmaforschung
und Technologie e.V. (INP)
Felix-Hausdorff-Str. 2
1889 Greifswald
Deutschland
Dr. Frank Hempel +49 3834 554 300
Fax +49 3834 554 375

22.02.2021
Heilbad Heiligenstadt, Datum

Institut für
Bioprozess- und
Analysemesstechnik e.V.
Rosenhof
37308 Heiligenstadt
Prof. Dr. Klaus Liefeith
Tel.: 03606 / 671 - 0
Fax 03606 / 67 12 00

Gefördert durch:

Inhalt

Gegenüberstellung der Ziele und Ergebnisse	1
Nutzen der Ergebnisse für KMU	2
Zusammenfassung der wichtigsten Projektergebnisse	3
Komplex I – Grundlegende Vorversuche, Anforderungsprofil.....	3
Anforderungskatalog / Definition SOLL-Zustand	3
Aktualisierung Stand der Literatur und Patente	3
Entwicklung Reinigungsprozess für Analysen und Beschichtung.....	4
Oberflächenanalytik Ausgangsmaterialien / Feststellung IST-Zustand.....	4
Komplex II – Prozess- und Anlagenentwicklung, grundlegende Schichtanalytik.....	5
Weiterentwicklung der bestehenden Plasmaanlage, Herstellung DC-gesputterter Referenzschichtsysteme	5
Entwicklung Beschichtungsprozess mittels HiPIMS	6
Entwicklung Kombinationsprozess HiPIMS / PbII.....	8
Beschichtung Demonstratoren.....	11
Komplex III – Schichtanalytik: Photoaktivierbarkeit, Photokatalyse, biologische Wirkung.....	13
Photoinduzierte Hydrophilie	13
Relaxation der photoinduzierten Hydrophilie	13
Photoinduzierte Katalyse	14
Analyse der Wirkmechanismen.....	16
Biologische Wirkung	19
Plan zum Ergebnistransfer in die Wirtschaft	22
Einschätzung der Umsetzbarkeit der Transfermaßnahmen	24
Verwendung der Zuwendung.....	25
Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit	25

Gegenüberstellung der Ziele und Ergebnisse

Die Arbeiten gemäß des Antrags wurden von den Forschungseinrichtungen (FE) in Zusammenarbeit mit dem projektbegleitenden Ausschuss (PA) nahezu komplett erfüllt. Die in der ursprünglichen Projektplanung gesteckten Ziele konnten mit Einschränkungen erreicht werden.

Es ist im Projekt gelungen, einen Kombinationsprozess aus HiPIMS und PbII zu etablieren und diesen anlagenseitig so umzusetzen, dass die gleichzeitige Beschichtung vieler Proben realisierbar ist. Der entwickelte Prozess zeigt gute Abscheideraten und die Schichten zeichnen sich durch eine gute Homogenität aus. Das Dotieren mit Fremdatomen durch den PbII-Prozess konnte am Beispiel von Kohlenstoff und Kupfer nachgewiesen werden.

Beschichtungsversuche an Materialdemonstratoren zeigten, dass eine Beschichtung sowohl auf Glas (Borofloat 33) als auch auf Metallen (Ti), Edelstahl-Legierungen (V4A) und Kunststoffen (PEEK) möglich ist. Es sind allerdings vor allem beim Kombinationsprozess HiPIMS + PbII Ergebnisse generiert worden, die eine weitere, grundlagenorientierte Untersuchung notwendig erscheinen lassen. Letzteres betrifft vor allem dem Nachweis der Kristallinität der Schichten. Die ungetemperten Schichten zeigen in XRD-Untersuchungen einen röntgenamorphen Charakter. Dies kann, neben der Möglichkeit des Fehlens kristalliner Phasen, daran liegen, dass möglicherweise die einzelnen Kristallite für die XRD-Untersuchungen zu klein sind, um detektiert zu werden. Aus Sicht der anderen Projektergebnisse erscheint letzteres wahrscheinlicher, da die Schichten auch ohne Temperung eine Photoaktivität aufweisen und die Brechzahlen im typischen Bereich dieser TiO₂-Phasenstrukturen liegen.

Durch nicht zu kalkulierende Verzögerungen während der Projektbearbeitung wurde die Laufzeit zweimal kostenneutral verlängert. Einzelne Arbeitspakete wie die Entwicklung des HiPIMS-Prozesses sowie die Etablierung einer Teststrategie zur getrennten Quantifizierung photohydrophiler und photokatalytischer Effekte waren zudem deutlich arbeitsintensiver als ursprünglich prognostiziert. Die daraus resultierenden zeitlichen Verschiebungen ergaben, dass die finalen Versuche zur Beschichtung an Demonstratoren erst im Jahr 2020 stattfanden. Durch die Kontaktbeschränkungen im Zusammenhang mit der Pandemielage war hier eine Interaktion zwischen FE und PA nur sehr eingeschränkt möglich. Hinsichtlich der Beschichtung von Materialdemonstratoren konnten diese Einschränkungen teils durch Eigenleistungen der FE, teils durch andere PA als ursprünglich geplant, kompensiert werden. Mit den beteiligten potenziellen Anwendern des PA wurde jedoch abgestimmt, dass eine Beschichtung von Bauteil-Demonstratoren nicht zielführend gewesen wäre. Es sprechen aus wissenschaftlicher und technischer Sicht keine Gründe gegen den Erfolg der Beschichtung von Bauteil-Demonstratoren, jedoch hätten diese bei den Firmen aufgrund des Lockdowns nicht getestet werden können.

Die umfangreichen physikochemischen und biologischen Untersuchungen bestätigten die dem Antrag zugrundeliegende These, dass es sich bei den auf photokatalytisch aktiven Schichten beobachteten Effekten, der photoinduzierten Hydrophilie und der photoinduzierten Katalyse um zwei unabhängig voneinander zu betrachtende Phänomene handelt. Weiterhin konnte nachgewiesen werden, dass aktivierte Schichten auch nach Abschalten der Lichtexposition weiterhin eine photokatalytische Aktivität aufweisen, welche erst im Zeitraum von mehreren Stunden vollständig abklingt. Das bedeutet für eine Nutzung der Schichtsysteme, dass beschichtete Oberflächen nicht dauerhaft bestrahlt werden müssen, um einen photokatalytischen Abbau organischer Kontaminanten zu gewährleisten.

Hinsichtlich der biologischen Wirkung wurde ein Experiment-Design entwickelt, welches die Effekte der photoinduzierten Hydrophilie und der photoinduzierten Katalyse eindeutig voneinander trennen kann. Die methodische Entwicklung ging während der Projektlaufzeit z.T. deutlich über die im Antrag geplanten Arbeiten hinaus, war jedoch zum Erreichen der Ziele notwendig und angemessen. Zur Methodenentwicklung wurden zudem weitere Kontakte zu Firmen hergestellt, die die laufenden Arbeiten mit geldwerten Leistungen unterstützten. Die entwickelten Methoden und Routinen haben das Potenzial, die derzeit sehr uneinheitlichen Testungen photokatalytisch aktiver Schichten und Materialien standardisierbar zu machen.

Die im Projekt hergestellten HiPIMS-Schichtsysteme zeigten in den biologischen Testungen eine Reduktion der mikrobiellen Adhäsion durch die photoinduzierte Hydrophilie von >35%, in Kombination mit der photokatalytischen Aktivität konnte eine Reduktion der Adhäsion von >85% nachgewiesen werden. Eine Biofilmbildung wird durch die genannten Effekte ebenfalls stark gehemmt, der Anteil der photoinduzierten Hydrophilie liegt hierbei bei >30%, in Kombination erreichen die Schichtsysteme hierbei eine Effektivität von >95%.

Die beobachteten Effekte zeigen bei einer Reduktion der Bestrahlungsstärke um bis zu 50% kaum Effizienzverluste, was für spätere Anwendungen aus wirtschaftlichen Gesichtspunkten hervorzuheben ist.

Der Bearbeitungsstand sowie die Ergebnislage des Projektes zum Ende der Förderung deckt sich mit den oben aufgeführten Einschränkungen mit der ursprünglichen zeitlichen und inhaltlichen Zielstellung gemäß des Antrags.

Nutzen der Ergebnisse für KMU

Die Projektergebnisse sind aus Sicht der beteiligten KMU grundsätzlich als positiv einzuschätzen. Dies wurde zuletzt auf einem online durchgeführten Workshop am 17.02.2021 von den beteiligten KMU bestätigt. Vor allem die Tatsache, dass die Schichten auf diversen Materialgruppen abgeschieden werden können, verbreitert das potenzielle Anwendungsspektrum enorm. Ebenso wird der Nachweis, dass einmal aktivierte Schichten in wässriger Umgebung durch die langzeitstabile Hydrophilie eine Reduktion der Adhäsion und Biofilmbildung aufweisen, als sehr positiv für spätere Anwendungen gesehen. Die verwendete Hardware zur Umsetzung des HiPIMS+PbII-Kombinations-Schichtabscheidungsprozesses ist kommerziell verfügbar und kann daher leicht für eine kommerzielle Nutzung dupliziert und erweitert werden. Insbesondere die Orientierung auf die gleichzeitige Behandlung vieler Proben im etablierten Plasmaprozess ermöglicht eine wirtschaftliche Umsetzung der Projektergebnisse in den KMU des PbA. Innerhalb der Projektlaufzeit kam es zu keiner direkt verwertbaren Produktentwicklung. Die Übertragung der entwickelten Prozesse und Technologien auf eine industrielle Nutzung kann allerdings in einem Folgeprojekt erreicht werden. Die FE sowie einzelne Firmen des PA planen daher die Ausarbeitung eines Projektantrages zur Einreichung in der ZIM-Richtlinie des BMWi innerhalb des laufenden Jahres.