

## Vom Aerosol zur Nanoschicht – der Flammenpyrolyse auf der Spur

*Im Rahmen einer Kooperation führten Wissenschaftler\*innen der industrienahen Forschungseinrichtung INNOVENT e.V. und der Technischen Universität Dresden Analysen von Precursor- und Verbrennungsaerosolen in einer umfangreichen Studie durch. Dabei konnte erstmalig ein Zusammenhang zwischen den angewendeten Prozessparametern und der Qualität der Schichten empirisch nachgewiesen werden.*

Die Abscheidung von Nanoschichten unter Atmosphärendruckverhältnissen mittels Flammenpyrolyse (engl. Combustion Chemical Vapour Deposition – CCVD) ist ein etabliertes Verfahren, um beispielsweise Haftvermittlerschichten, aber auch andere Oberflächenfunktionalisierungen, zu applizieren. Bei dem Verfahren wird eine chemische Vorläufersubstanz (Precursor) innerhalb einer Flamme, welche durch ein Brenngas-Luft oder-Brenngas-Sauerstoff-Gemisch gespeist wird, zu einer Nanoschicht umgesetzt.

Dabei ist das Verständnis der ablaufenden Prozesse nicht nur für die Anpassung und Optimierung dieser Beschichtungstechnologie, sondern auch für die Entwicklung neuer Schichtsysteme von großer Bedeutung. Neben der Precursorzuführung wurden auch die Precursorumsetzung in der Flamme sowie die Bildung einer Schicht auf dem Substrat untersucht. Primäres Ziel war die Klärung der Fragen wo, wann und wie sich die schichtbildenden Partikel in dem flammenpyrolytischen Prozess bilden und welchen Einfluss diese Partikel auf die Schichteigenschaften haben.

## Zusammenhang zwischen Aerosolierungsbedingungen und Schichteigenschaften

Das Ziel der Studie bestand in der Identifizierung möglicher Beziehungen zwischen den Aerosoleigenschaften und den Schichteigenschaften. Dazu zählen die Eigenschaften der in den verschiedenen Prozessstufen gebildeten Partikel sowie Wachstum, Struktur und physikalische Eigenschaften der erzeugten Schichten.

Hierfür wurden die Untersuchungen an drei für die Prozessführung relevanten Stellen durchgeführt (Abb. 1). Mittels einer granulometrischen Charakterisierung (Bestimmung der Partikelgrößenverteilung) wurden die Aerosolzustände direkt am Auslass eines Aerosolgenerators (Messpunkt A1), am Einlass des Brenners (Messpunkt A2) und nach der Verbrennung im Abgas der Flamme unter die Lupe genommen.

Im Gegensatz zu den bislang häufig eingesetzten Verdampfersystemen können über eine Zerstäubung der Precursorflüssigkeit neben verdampfenden Precursoren auch gelöste Feststoffe oder Nanopartikel-Dispersionen dem Verbrennungs- und damit Schichterzeugungsvorgang zugeführt werden. Dadurch wird die Palette der abscheidbaren Materialien deutlich erweitert.

Die bei den Versuchen gebildeten Schichten wurden einer Multiparameter-Analyse unterzogen. Auf Basis dieser Analyse konnten Vergleiche der Aerosoleigenschaften in den drei genannten Messpunkten mit den identifizierten Schichteigenschaften durchgeführt werden.

Bisherige Untersuchungen beschäftigten sich überwiegend nur mit der Analyse der Verbrennungsaerosole oder der Schichten. Ein allgemeiner Überblick, von der Generierung der Aerosole, deren Transportweg zum Brenner, die in der Flamme gebildeten Verbrennungsaerosole bis hin zum Vergleich der abgeschiedenen Schichten, wurde bisher in der entsprechenden Fachliteratur nicht beschrieben.

### INNOVENT e.V.

Verein zur Förderung von Innovationen  
durch Forschung, Entwicklung und  
Technologietransfer e.V.

#### Vorstand:

Dr. Bernd Grünler und Dr. Arnd Schimanski  
Amtsgericht Jena VR 230470

### Bankverbindung:

Commerzbank AG

Konto 0342 658 000

BLZ 820 800 00

BIC DRES DE FF 827

IBAN DE28 8208 0000 0342 6580 00

Steuer-Nr. 162/142/02 542

### Sparkasse Jena

Konto 2011

BLZ 830 530 30

BIC HELA DE F1 JEN

IBAN DE73 8305 3030 0000 0020 11

USt-IdNr. DE 161181730

## **Einfache Kontrolle der Schichteigenschaften**

Durch die Variation des Systemdruckes an der Zweistoffdüse konnten die mittleren Durchmesser der zur Schichtbildung führenden Partikel in der Flamme (A3) gezielt beeinflusst werden, von 27 nm bei 1 bar bis zu 55 nm bei 2 bar (Abb. 2).

Mit Hilfe verschiedener Methoden zur Schichtcharakterisierung konnte ein linearer Zusammenhang zwischen den physikalischen Eigenschaften der Schichten und dem eingestellten Systemdruck festgestellt werden.

Eine Erhöhung des Systemdrucks führt zu einer Erhöhung des Ausstoßluftstroms und der ausgestoßenen Partikel. Dies resultiert in einer erhöhten Partikelerzeugungsrate sowohl vor als auch nach der Verbrennung. Die Erzeugungsrate wirkt sich unmittelbar auf die Schichtdicke, die Oberflächenrauheit und den Brechungsindex der erzeugten Schicht aus.

Über diesen Weg der Partikelanalysen konnten erstmals und eindeutig die bisher vermuteten Zusammenhänge analytisch untermauert werden. Die Ergebnisse zeigen auch, dass die Schichteigenschaften über ein vergleichsweise einfaches System wie einen Aerosolgenerator kontrolliert werden können.

Damit ist ein Weg für den wirtschaftlichen Einsatz nicht-verdampfbarer Precursoren und der daraus gebildeten Schichten aufgezeigt.

Ihre Forschungen publizierten die Wissenschaftler im Fachmagazin Aerosol Science & Technology:

[1] Kretzschmar, B.S.M., Bergelt, P., Göhler, D., Firmbach, F., Köcher, R., Heft, A., Stintz, M., Grünler, B. 2020. Modulation of silica layer properties by varying the granulometric state of tetraethyl orthosilicate precursor aerosols during combustion chemical vapour deposition (CCVD). Aerosol Science & Technology 1762845. doi: 10.1080/02786826.2020.1762845

Autor: Dr.-Ing. B.S.M. Kretzschmar

## **Über INNOVENT**

Die Industrieforschungseinrichtung INNOVENT e.V. analysiert, forscht und entwickelt seit über 25 Jahren in den Bereichen Oberflächentechnik, Primer und chemische Oberflächen, Magnetisch-Optische Systeme, Biomaterialien und Analytik. Das Institut aus Jena beschäftigt etwa 130 Mitarbeiter, leitet verschiedene Netzwerke und führt bundesweit Fachtagungen durch. INNOVENT ist Gründungsmitglied der Deutschen Industrieforschungsgemeinschaft Konrad Zuse.

### **Kontakt:**

INNOVENT e.V. Technologienentwicklung Jena  
Prüssingstraße 27B  
07745 Jena

Marketing und Öffentlichkeitsarbeit:  
Stephan Stern  
E-Mail: [ss1@innovent-jena.de](mailto:ss1@innovent-jena.de)

Bereich Oberflächentechnik:  
Dr. Bernd Grünler  
E-Mail: [bg@innovent-jena.de](mailto:bg@innovent-jena.de)

Bilder:

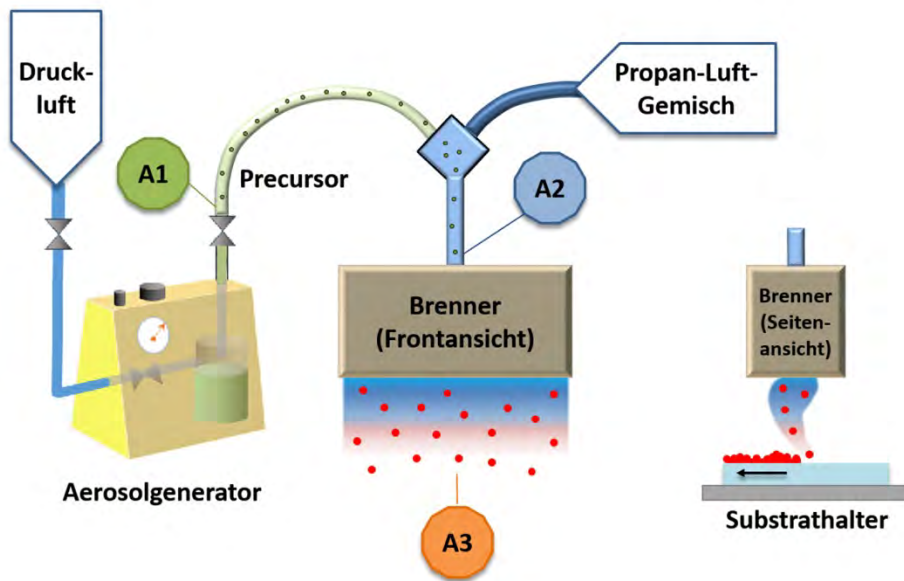


Abbildung 1: CCVD-Prozessschema

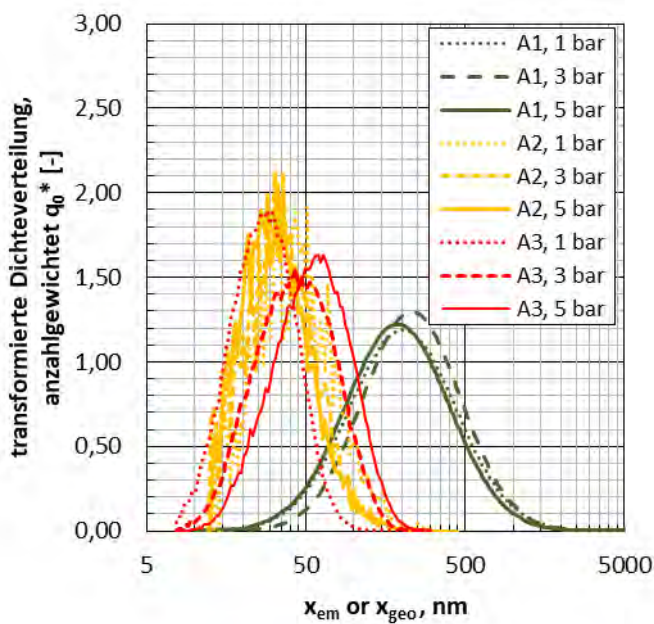


Abbildung 2: Anzahlgewichtete Aerosolgrößenverteilung am Ausgang des Collision Nebulizers (A1, logarithmische Extrapolation), unmittelbar vor der Verbrennung (A2) und nach der Verbrennung (A3).  $x_{em}$  Elektromobilitätswert,  $x_{geo}$  Projektionsflächenäquivalentdurchmesser [1]