

# Thermische Aufbringung neuartiger Korrosionsschutzschichten auf Leichtmetall auf der Basis oxidischer Nanopartikel

H.-Q. Nguyen, W. Furbeth, M. Schütze  
 E-mail: [nguyen@dechema.de](mailto:nguyen@dechema.de), [furbeth@dechema.de](mailto:furbeth@dechema.de)  
 gefördert durch: AiF (ZUTECH)  
 Laufzeit: 01.02.2002 - 31.01.2004



## Hintergrund

Bedingt durch ihre große Oberflächenenergie, besitzen Materialien mit einer Korngröße im Nanometerbereich eine außerordentlich hohe Sinteraktivität. Somit kann aus z. B.  $\text{SiO}_2$ -Nanoteilchen mit Zusatz von geeigneten Sinteradditiven, wie  $\text{B}_2\text{O}_3$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$  etc., ein dichter, glasartiger dünner Film auf Metallsubstrate aufgebracht werden, ohne die Grenze der thermischen Stabilität des jeweiligen Substrates zu überschreiten. Auf dieser Grundlage soll ein neuartiges umweltverträgliches Beschichtungssystem zum dauerhaften Schutz metallischer Oberflächen entwickelt werden.

## Ergebnisse und Diskussion

Die Präparation der oxidischen Multikomponenten-Nanoteilchen erfolgte durch Hydrolyse und Polykondensationsreaktionen der eingesetzten Mischung aus Si-, B-, P- Alkoxiden mit Wasser unter Abspaltung der Alkoholreste. Sphärische Teilchen variiert GröÙen zwischen 10-150 nm wurden unter basischer Katalyse synthetisiert. Diese Teilchen sind monodispers, haben eine sehr niedrige Neigung zur Agglomeration (Abb. 1) und zeichnen sich durch die Formation einer Matrix aus  $[\text{SiO}_4]^-$ ,  $[\text{PO}_4]^-$ -Tetraedern und  $[\text{BO}_3]^-$ -Triedern bei einem Verhältnis von 85:10:5 aus. Diese Zusammensetzung entspricht einem Erweichungspunkt von 700 °C. Unter Anwendung elektrophoretischer

Deposition (EPD) lassen sich die Nanoteilchen zu einer dichtest gepackten homogenen Schicht kugeligem Partikel auf dem Substrat (Abb. 2) abscheiden. Nach dem Sintern entsteht ein rein-anorganischer Überzug mit einer extrem hohen Härte. Jedoch wurde das Entstehen von Mikrorissen festgestellt (Abb. 3). Die Unterdrückung der RiÙbildung bzw. die Erniedrigung der erforderlichen Sintertemperatur auf 300 - 400 °C wurden durch die Modifikation der Partikel-Oberfläche erreicht. Ein Zwei-Stufen-Sol-Gel-Prozess wurde verwendet. In der ersten Stufe handelt es sich um die nicht-hydrolytische Kondensation von Phenylphosphonsäure und Tetraäthylorthosilicat. Dadurch wird das P-Atom mit dem Si-Atom über eine Sauerstoffbrücke verbunden. Es folgt die zweite Stufe mit der Hydrolyse der Rest-Alkoxygruppen und Kondensation unter saurer Katalyse zu einem -Si-O-P( $\text{C}_6\text{H}_5$ )-Netzwerk. In Anwesenheit der Nanopartikel (an dieser Stelle können auch kommerzielle  $\text{SiO}_2$ -Nanopartikel eingesetzt werden) bildet sich auf ihrer Oberfläche eine organisch-anorganische Hybrid-Hülle (OAHH) hochverzweigter Polymerstruktur. Die Beschichtung kann über Spin-, Dip-Coating oder Spritzen erfolgen. Das Resultat nach einer thermischen Behandlung bei 300 - 400 °C ist eine bis ca. 4 µm-dicke transparente Schicht aus festen Nanoteilchen, die in dieser Hybrid-Masse eingebettet sind (Abb. 4). Der Einbau von P-Atomen ins Netzwerk der Hybrid-Hülle führt zu einer erhöhten Säurebeständigkeit der Beschichtung, weitere Untersuchungen weisen auf eine sehr gute Barriereeigenschaft (Abb. 5), eine ausgezeichnete Unterwanderungsstabilität und einen hohen Korrosionswiderstand in NaCl (Abb. 6 - 8) hin.

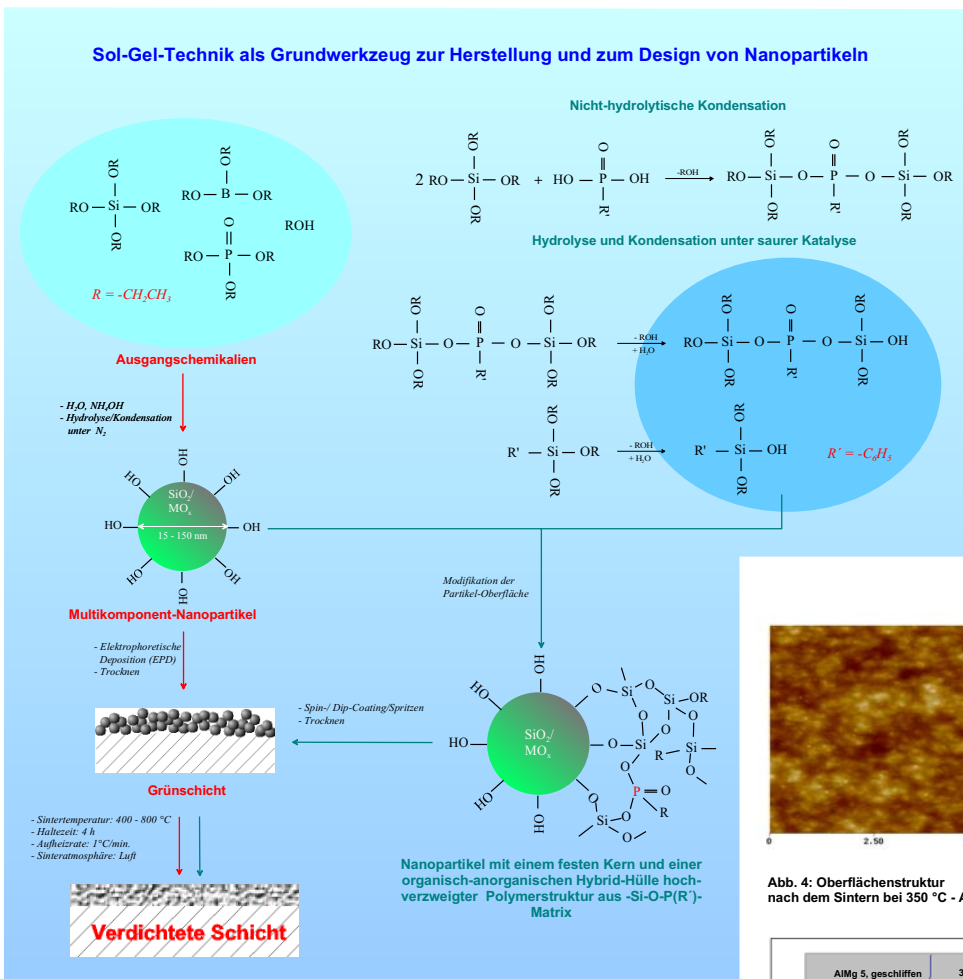


Abb. 1: Multioxid-Nanopartikel - TEM

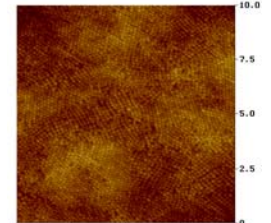


Abb. 2: Kompakte Grünschicht mittels EPD - AFM

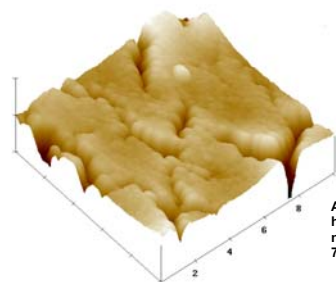


Abb. 3: Mit EPD hergestellte Schicht nach dem Sintern bei 700 °C - AFM

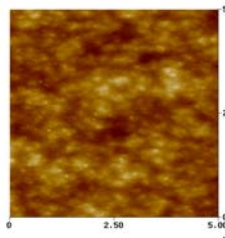


Abb. 4: Oberflächenstruktur nach dem Sintern bei 350 °C - AFM

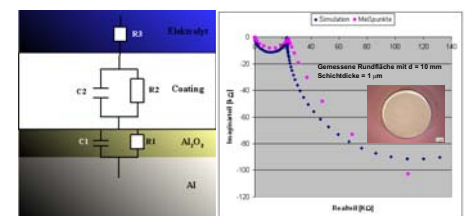


Abb. 5: Impedanzmessung: 0,5 M  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ , Amplitude = 10 mV, beschichtetes AlMg 5, bei 350 °C behandelt

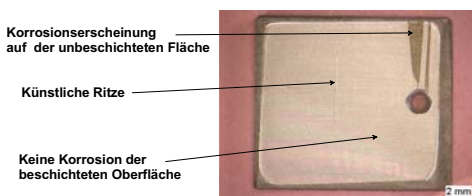


Abb. 6: 1500 h Auslagerung in 5%iger NaCl: Beschichtetes AlMg 5, behandelt bei 350 °C

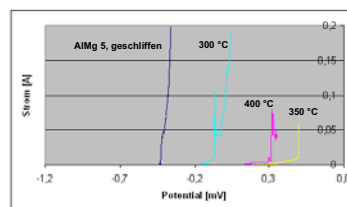


Abb. 7: Anodische Polarisation in 5%iger NaCl: Beschichtetes AlMg 5, behandelt bei verschiedenen Temperaturen

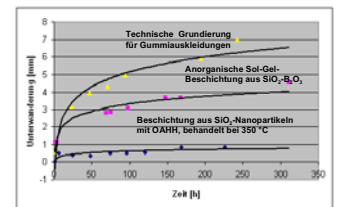


Abb. 8: Unterwanderungskinetik in 0,5 M NaCl: Beschichtetes X5CrNi18 9 im Vergleich mit einer kommerziellen Beschichtung