

Charakterisierung von flüssigen, leitfähigen Schichten mittels Wirbelstrom-Verfahren

Susanne HILLMANN*, Henning HEUER*, Juan G. CALZADA**, Adam T. COONEY**,
Bryan C. FOOS**, Norbert MEYENDORF*

* Fraunhofer IZFP Dresden, Maria-Reiche-Str.2, 01109 Dresden

** Air Force Research Laboratory, AFRL/RXLP, 2230 10th Street, Wright-Patterson AFB,
Ohio 45433-7817, USA

Kurzfassung. Zur Überwachung des Sprüh- und Trocknungsprozesses von leitfähigen Lacken bezüglich Schichtdicke und Leitfähigkeit wurde eine wirbelstrombasierte Lösung entwickelt. Die Herausforderungen bei dieser Anwendung liegen zum einen in der Applikation des Sensors an der flüssigen Schicht, zum anderen in der sich ändernden Dicke und Leitfähigkeit der Schichten während der Trocknung, sowie der Veränderung der Schichteigenschaften während der Trocknung mit unterschiedlichen Volumina der flüssigen Schichten. Dieser Beitrag zeigt experimentelle Ergebnisse von Wirbelstrommessungen an flüssigen Leitlackenschichten während der Trocknung, diskutiert die aufgezeichneten Trocknungskurven und zeigt Visionen für eine Umsetzung des Verfahrens in ein praxistaugliches Prüfgerät.

1 Technischer Hintergrund

Im Flugzeugbau werden Faserkompositwerkstoffe im Bereich der Außenhaut mit leitfähigen Schichten zum Zwecke des Blitzschutzes versehen. Zurzeit geschieht dies mit Netzen aus Kupferdraht, die in die Außenhaut integriert werden. Als Alternative werden Materialien und Prozesse entwickelt, mit denen die elektrisch leitfähige Schicht als Lack auf die Außenhaut der Flugzeuge aufgesprüht werden kann. Hierzu werden komplexe Leitlacke verwendet, deren Eigenschaften durch eine exakte Prozessführung eingestellt werden müssen. Hier gilt es, vor allem im Flugzeugbau, einen Kompromiss zwischen zu dicker Schicht und damit zu hohem Gewicht und zu dünner Schicht und damit nicht ausreichendem Blitzschutz zu finden. Weiterhin ist eine möglichst homogene resultierende Leitfähigkeit des aufgetragenen Schichtsystems notwendig, um kritische lokale Stromdichten im Falle eines Blitzschlages zu vermeiden. Wesentliche Vorteile durch die Verwendung von leitfähigen Lacken sind schnellere Produktionsprozesse der Blitzschutzschichten und eine potentielle Gewichtsreduktion. Von Nachteil ist, dass sich der flüssige Film durch unregelmäßige Konturen der Flugzeugstrukturen ungleichmäßig auf der Oberfläche verteilt. Daher muss die Dicke des flüssigen Films noch im flüssigen Zustand gemessen werden.

2 Trocknung von Leitlacken

Leitlacke bestehen aus kleinen, leitfähigen Partikeln, die in einer Flüssigkeit gelöst sind. Beim Trocknen verdunstet die Flüssigkeit und es bleiben die leitfähigen Partikel zurück,

die sich aneinanderlegen und eine elektrisch leitfähige Verbindung eingehen. Die folgende Abbildung 1 veranschaulicht diesen Prozess sowie das Verhalten von elektrischer Leitfähigkeit und der Schichtdicke während der Trocknung.

Direkt nach dem Auftrag des Leitlacks überwiegt das flüssige Lösungsmittel in der Lösung, wie unter dem Diagramm in Abbildung 1 schematisch dargestellt (blau das Lösungsmittel und rot die leitfähigen Partikel). In diesem Zustand ist die elektrische Leitfähigkeit der Schicht sehr gering und die Schichtdicke am höchsten. Während der Trocknung verdunstet die Flüssigkeit, wodurch die Schichtdicke sinkt. Gleichzeitig verringert sich der Abstand der leitfähigen Partikel wodurch sich die elektrische Leitfähigkeit erhöht. Nach vollständiger Trocknung der Schicht ist die Flüssigkeit vollständig verdunstet. Zurück bleiben die leitfähigen Partikel, die sich aneinander legen und miteinander verbacken. In diesem Zustand erreicht die elektrische Leitfähigkeit ihr resultierendes Maximum und die Schichtdicke ihr resultierendes Minimum. Somit ist erkennbar, dass die elektrische Leitfähigkeit und die Schichtdicke während der Trocknung variieren. [1]

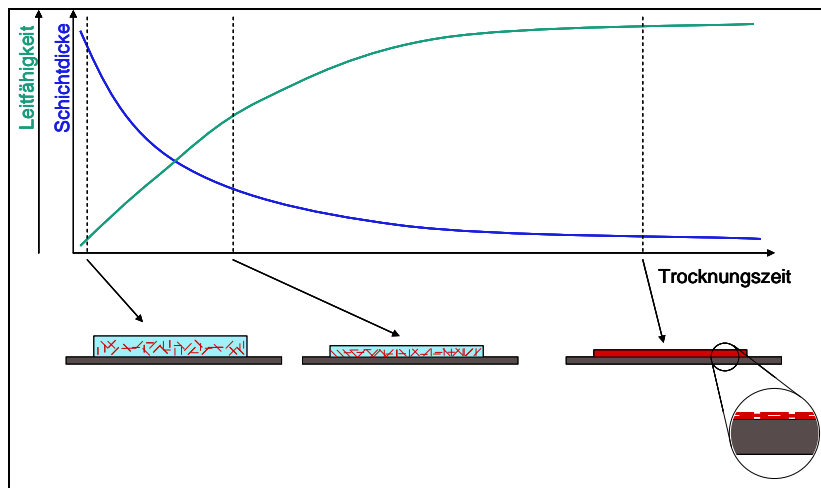


Abbildung 1. schematische Darstellung der Vorgänge in Leitlacken während der Trocknung sowie dem Verlauf von elektrischer Leitfähigkeit und Schichtdicke

Ein solcher Trocknungsvorgang kann je nach Zusammensetzung des Leitlackes mehrere Stunden bis Tage dauern. Muss die Schichtdicke erhöht werden, ist ein erneuter Auftrag von Schicht nur im flüssigen Zustand der bereits aufgetragenen Schicht möglich, da sich sonst die beiden Schichten nicht vollständig verbinden. Dies unterstreicht die Notwendigkeit, noch während des flüssigen Zustandes der Schicht dessen resultierende Schichtdicke zu messen.

3 Durchführung der Experimente

3.1 Probenherstellung

Zur Untersuchung des Verfahrens wurden Experimente an Proben durchgeführt, auf die gezielt flüssige Leitlack-Schichten mit unterschiedlichen Schichtdicken aufgebracht wurden. In dieser Untersuchung wurde zunächst ein Standard-Leitlack aus Silberpartikeln verwendet. Der Leitlack wurde mittels Siebdruckverfahren auf die Proben aufgebracht. Das Prinzip des Siebdrucks ist in Abbildung 2 schematisch dargestellt. Man nutzt hierfür einen Rahmen, in dem ein Gewebe eingespannt ist. In diesem Gewebe ist eine Art Schablone eingearbeitet, die das Motiv für den Druck in Form von durchlässigen und undurchlässigen

Bereichen enthält. Der Leitlack wird auf den Rahmen gegeben und mittels eines Rakels über die Schablone geschoben. Dabei dringt der Leitlack durch die durchlässigen Bereiche der Schablone. Nach dem Abheben der Schablone mit dem Rahmen verlaufen die aufgedruckten Bereiche miteinander und bilden eine zusammenhängende Schicht. Je nach Ausführung der Schablone bezüglich Porendurchmesser und Gewebedicke lassen sich somit Schichten verschiedener Dicke erzeugen. [3]

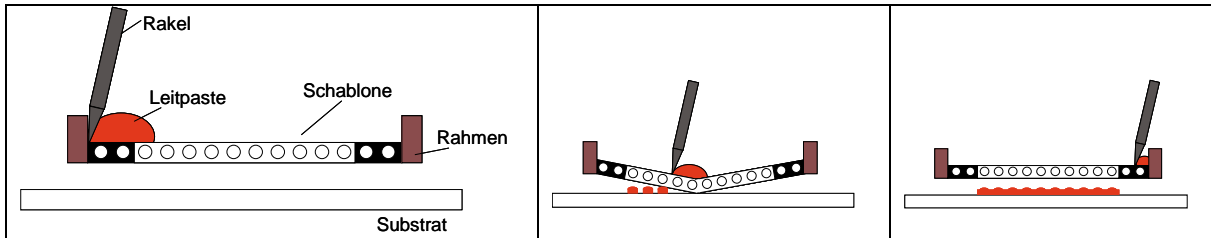


Abbildung 2. schematische Darstellung des Siebdruckverfahrens

Es wurden insgesamt 12 Proben mit 3 verschiedenen Schichtdicken hergestellt. Dabei wurde jeweils auf dünne Keramikscheiben mit 500 μm Dicke eine kreisförmige Schicht aus Silberleitlack mit einem Durchmesser von 40 mm aufgebracht.

Die Trocknung dieser Schicht dauert bei Raumtemperatur mehrere Tage. Bei höherer Temperatur wird diese Dauer auf wenige Minuten reduziert. Daher erfolgte die Trocknung der Schichten in einem Ofen bei 120°C und normaler Atmosphäre. Die Verweildauer im Ofen wurde alle 3 Minuten unterbrochen, die Proben herausgenommen, auf Raumtemperatur abgekühlt und Messungen an den ihnen durchgeführt. Danach kamen die Proben zurück in den Ofen. Dieser Vorgang wurde so lange wiederholt, bis die Schichten vollständig getrocknet waren.

3.2 Analyse der Schichtdicke mit dem Laserprofilometer

Um einen unabhängigen Parameter über die Schichtdicke zu erhalten, wurde die Schichtdicke zu mehreren Zeitpunkten der Trocknungsdauer mit einem Laserprofilometer bestimmt. Dabei wird die Oberfläche mit einem Laser abgescannt, wobei ein dreidimensionales Oberflächenprofil entsteht. Da die Keramik-Substrate, auf die die Schicht aufgetragen wurde, im Verhältnis zu der dünnen Schicht sehr gekrümmt waren, wurden die Scans an den Proben mit Hilfe der Scan-Daten der unbedruckten Keramik rechnerisch kompensiert. Damit wurde ein von der Krümmung des Substrates unabhängiges Profil der flüssigen Schicht erzeugt, aus dem der Mittelwert der jeweiligen Schichtdicken berechnet wurde. Abbildung 3 zeigt schematisch das Prinzip der Laserprofilometer-Messungen sowie am Ergebnisse, die an einer Probe erhalten wurden.

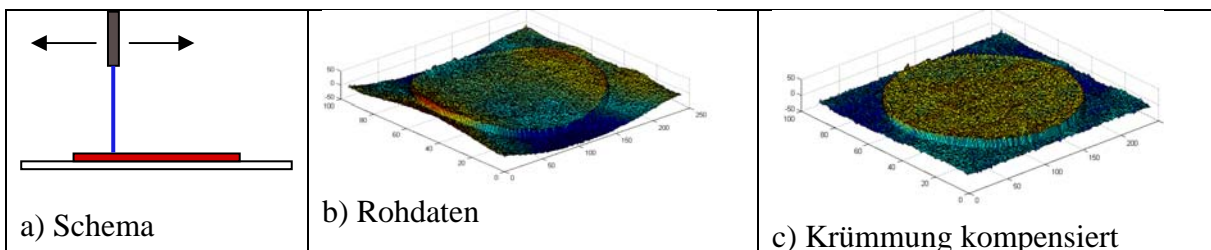


Abbildung 3. a) schematische Darstellung des Verfahrens der Laserprofilometer-Messung; b) Messergebnis mit gekrümmten Substrat; c) Ergebnis nach Kompensation der Krümmung

3.3 Wirbelstrom-Messungen

Die Wirbelstrommessungen wurden mit dem im Fraunhofer IZFP entwickelten Labor-Equipment EddyCus® Pro100Lab durchgeführt. Es wurden mehrere Messfrequenzen zwischen 300 kHz und 100 MHz aufgenommen, um eine möglichst große Bandbreite an Messergebnissen mit verschiedenen Feldeindringtiefen zu erhalten [2]. Bei dem verwendeten System ist der Sensor in eine größere planare Fläche eingearbeitet. Die Messung erfolgte durch das Keramik-Substrat hindurch, indem die Proben mit dem Keramiksubstrat nach unten kippelfrei auf den planaren Sensor gelegt wurden. Abbildung 4 verdeutlicht diese Anordnung schematisch.

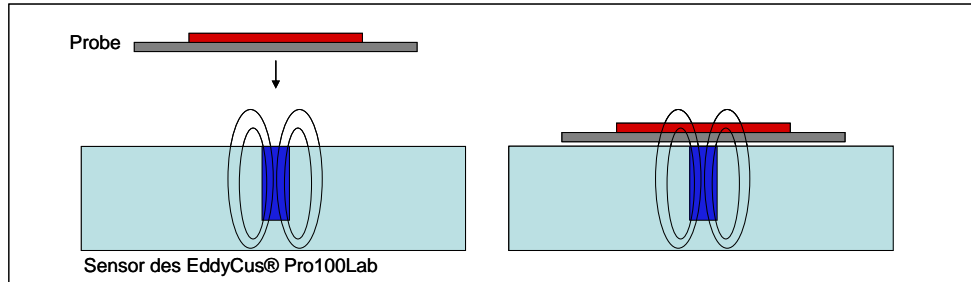


Abbildung 4. schematische Darstellung der Applikation der Wirbelstrommessungen: Die Probe (grau: Keramik-Substrat, rot: Leitlackschicht) wird mit der Keramikschicht nach unten auf den Sensor des Wirbelstromsystems (blau) gelegt.

4 Ergebnisse

Zunächst wurden die Messergebnisse der einzelnen Proben über der Trocknungszeit aufgetragen.

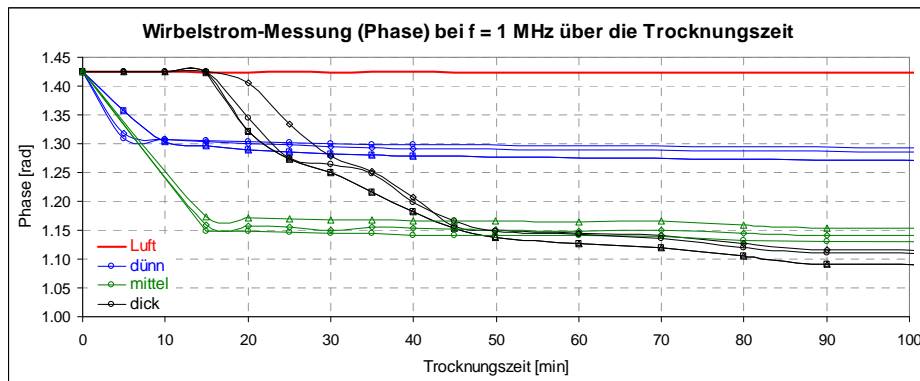


Abbildung 5.a) Phase des Wirbelstromsignals bei 1 MHz als Funktion der Trocknungszeit

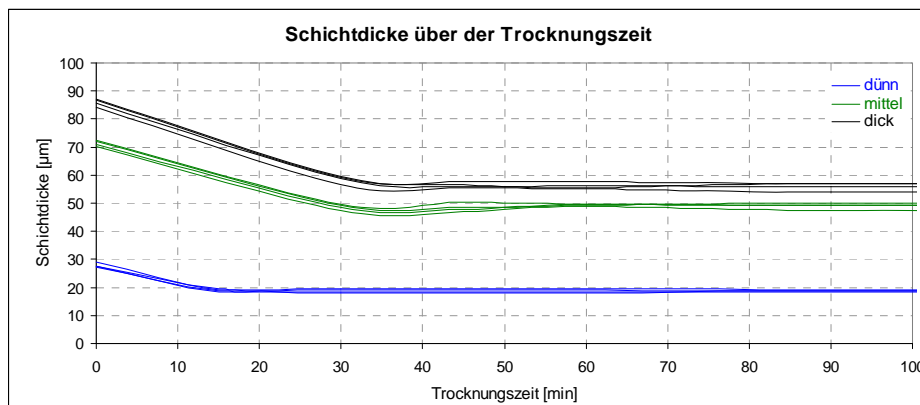


Abbildung 5.b) Schichtdicke (Laserprofilometer) als Funktion der Trocknungszeit

Abbildung 5.a) zeigt beispielhaft die Phase des komplexen Wirbelstromsignals bei einer Messfrequenz von 1 MHz als Funktion der Trocknungszeit. Man sieht deutlich, wie sich die Phase im Gegensatz zur Referenzmessung bei Luft dreht. Je geringer die Schichtdicke, desto zeitiger beginnt die Drehung der Phase, weil die Schicht zeitiger trockene und damit leitfähige Bereiche bildet. Zusätzlich ist bei den dünnen Proben die Phasendrehung zeitiger beendet und erreicht kleinere Werte als bei den dickeren Proben, was auch erwartet wurde. Alle Proben erreichen einen Bereich, in dem sich das Messsignal nicht mehr ändert (Sättigung). Dies ist der Bereich, in dem die Probe vollständig trocken ist und Schichtdicke und Leitfähigkeit konstant bleiben. In Abbildung 5.b) sind die mit dem Laserprofilometer ermittelten Schichtdicken (Mittelwerte) als Funktion der Trocknungszeit dargestellt. Die Schichtdicke sinkt mit zunehmender Trocknungszeit und geht dann in eine Sättigung über. Dabei sinkt die Schichtdicke gegenüber dem Anfangswert um rund ein Drittel.

Ein Vergleich der Diagramme 5.a) und 5.b) zeigt, dass der Beginn der Sättigung bei den mit Laserprofilometer gemessenen Schichtdicken teilweise, insbesondere bei der dicken Schicht, zu anderen Zeitpunkten beginnt als bei den Wirbelstrommessungen. Dies verdeutlicht, dass die aufgezeichnete Phasenänderung in 5.a) gleichzeitig von variierender elektrischer Leitfähigkeit und sich ändernder Schichtdicke verursacht worden ist. Eine Separierung der beiden Parameter ist in dieser Darstellung nicht möglich. Dies ändert sich allerdings bei Betrachtung der Trocknungskurven in der komplexen Impedanzebene.

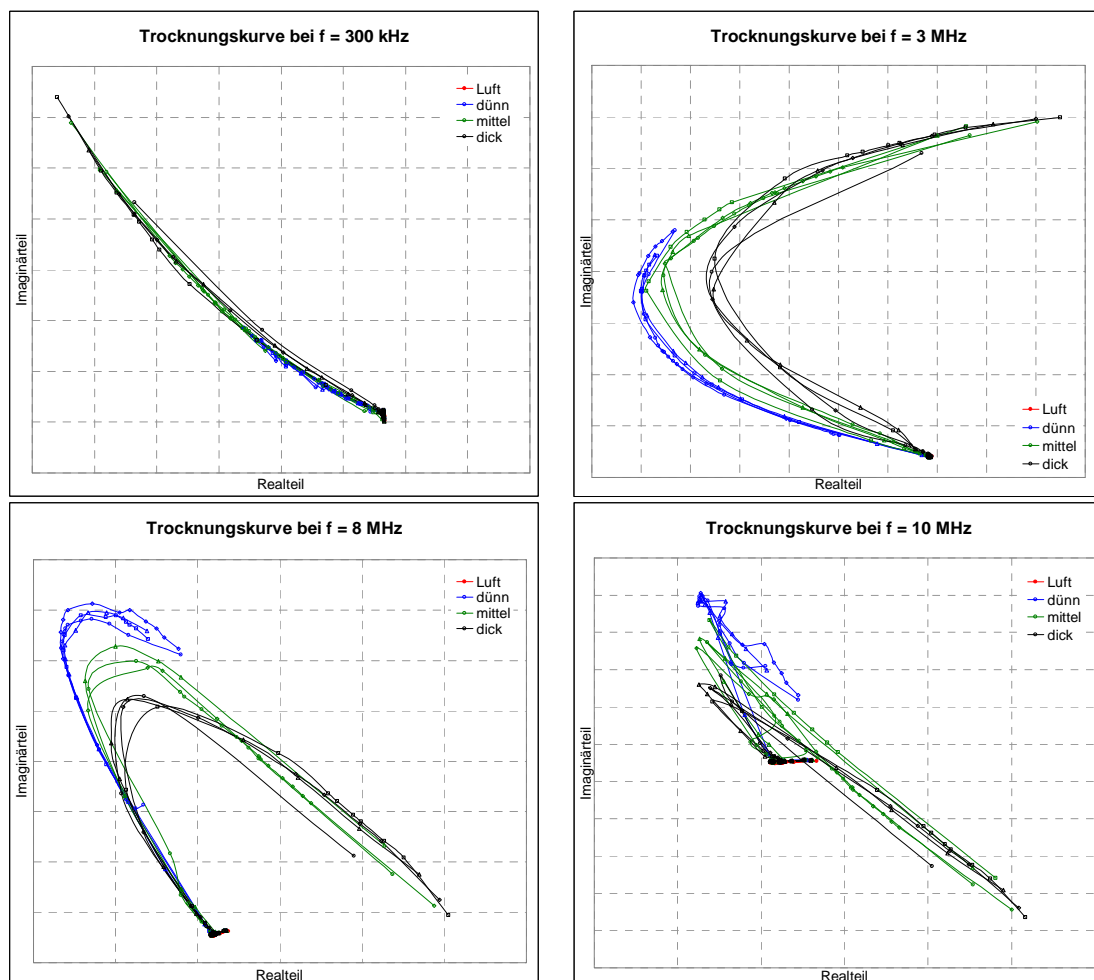


Abbildung 6. Trocknungskurven des Wirbelstromsignals in der komplexen Impedanzebene für die Messfrequenzen 300 kHz, 3 MHz, 8 MHz und 10 MHz

In Abbildung 6 sind 4 Trocknungskurven für die 4 Messfrequenzen 300 kHz, 3 MHz, 8 MHz und 10 MHz abgebildet. Zunächst kann festgestellt werden, dass die Trocknungskurven mit zunehmender Messfrequenz gekrümmt in der komplexen Ebene verlaufen. Bei der Krümmung entstehen Bereiche, in denen sich die Trocknungskurven für die einzelnen Schichtdicken voneinander trennen. Diese Bereiche liegen in den Trocknungsabschnitten, in denen die Schicht noch nicht vollständig verfestigt ist, aber bereits leicht angetrocknet ist. Wirbelstrommessungen in diesem Bereich scheinen also die Möglichkeit zu bieten, Einflüsse der Leitfähigkeit von denen der Schichtdicke zu separieren. Diese Möglichkeit ist besonders wichtig, da dies der interessante Bereich ist, in dem die Schichtdicke bereits aus technischer Sicht gemessen werden muss, damit bei Bedarf noch eine zusätzliche Schicht auftragen werden kann.

5 Ermittlung der Schichtdicke

5.1 Ermittlung der Schichtdicke nach vollständiger Trocknung

Zur Evaluierung der Schichtdickenbestimmung aus den Messwerten wurden zunächst die Messwerte nach vollständiger Trocknung betrachtet. Hierzu wurden die entsprechenden Messwerte einer niedrigen Messfrequenz (300 kHz) gewählt, bei der die Trocknungskurve in der komplexen Impedanzebene ungekrümmt verläuft. Die Phasen dieser komplexen Wirbelstrom-Messwerte wurden über den Schichtdicken aufgetragen, welche mit dem Laserprofilometer nach vollständiger Trocknung ermittelt wurden. Abbildung 7 zeigt die entsprechenden Diagramme. Im rechten Diagramm ist eine Justierkurve dargestellt, die aus diesen Werten gewonnen werden kann. Mit dieser kann anhand von Proben mit unbekannt dicker, getrockneter leitfähiger Schicht deren Schichtdicke anhand von Wirbelstrommessungen mit gleichen Parametern deren Schichtdicke ermittelt werden. [2]

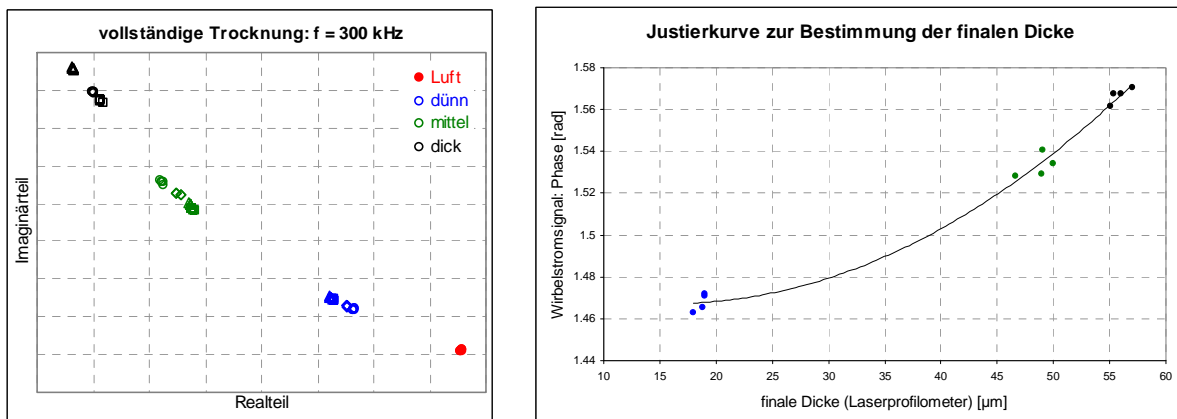


Abbildung 7. Ergebnisse der Wirbelstrommessungen nach vollständiger Trocknung bei 300 kHz in der komplexen Impedanzebene (links), die Phase der komplexen Impedanz bei 300 kHz nach vollständiger Trocknung als Funktion der finalen Schichtdicken (rechts)

5.2 Ermittlung der Schichtdicke an der noch nassen Schicht

Zur Ermittlung der Schichtdicke an der noch nassen Schicht bietet sich das Mehrfrequenz-Wirbelstromverfahren an. Durch Verwendung einer relativ hohen Messfrequenz gewinnt man Informationen über die aktuelle elektrische Leitfähigkeit der Schicht, ohne dass das Messsignal sehr stark von der Schichtdicke beeinflusst wird. Durch die gleichzeitige

Verwendung einer niedrigeren Messfrequenz erhält man zusätzlich eine Information über die Schichtdicke. Mit dem Wissen über die aktuelle Leitfähigkeit lässt sich zusätzlich eine Information über den aktuellen Trocknungsbereich gewinnen. Damit wiederum lässt sich der Zeitpunkt bestimmen, bei dem die Wirbelstrommessung in den Zeitbereich fällt, in dem sich die Trocknungskurven in der komplexen Impedanzebene für verschiedene Schichtdicken voneinander separieren. Abbildung 8 verdeutlicht schematisch die Auswahl der Messfrequenz.

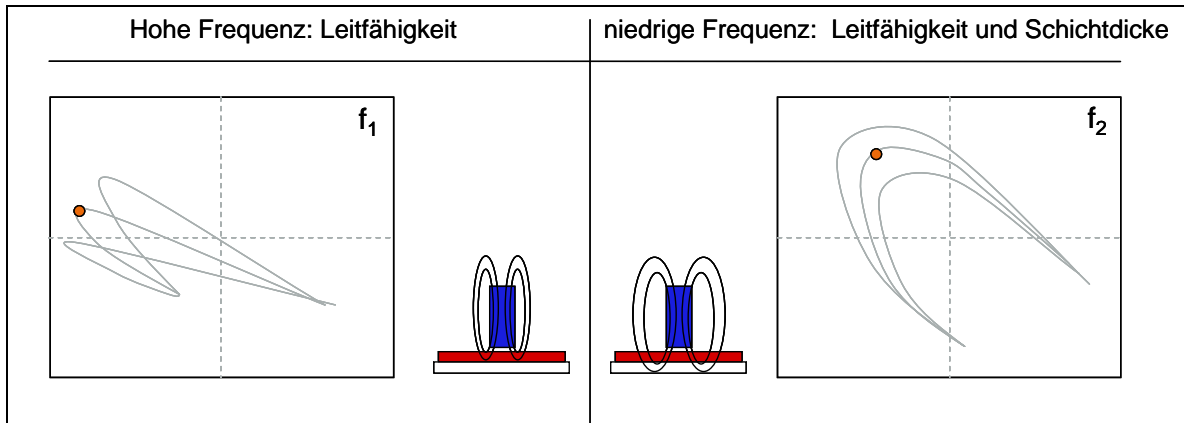


Abbildung 8. schematische Darstellung zur Verdeutlichung des Mehrfrequenzverfahren bei der Bestimmung der Schichtdicke im nassen Zustand der Schicht

Mit Hilfe dieses Algorithmus ist es möglich, eine Information über die aktuelle Schichtdicke zu erhalten. Die finale Schichtdicke lässt sich ermitteln, indem man Trocknungskurven für verschiedene Enddicken im Auswerteprogramm hinterlegt und damit unter Berücksichtigung des Zeitpunktes der Messung die Enddicke bestimmt.

6 Umsetzung eines Hand-Sensors für nasse Schichten

Ein klassischer Handsensor zur Wirbelstrommessung an flüssigen Schichten lässt sich zur berührungslosen Messung nicht umsetzen, da der Sensor sehr nah an die Schicht herangeführt werden muss und ein Eintauchen des Sensors in die Schicht vermieden werden soll. Daher wurde ein Sensor konzipiert, der mit 3 dünnen Nadeln als Abstandshalter mit diesen in die flüssige Schicht eintaucht und somit einen konstanten Abstand des Sensors zur Oberfläche einstellt, den Sensor aber vor dem Eintauchen in die flüssige Schicht schützt. Abbildung 9 zeigt schematisch dieses Sensorkonzept.

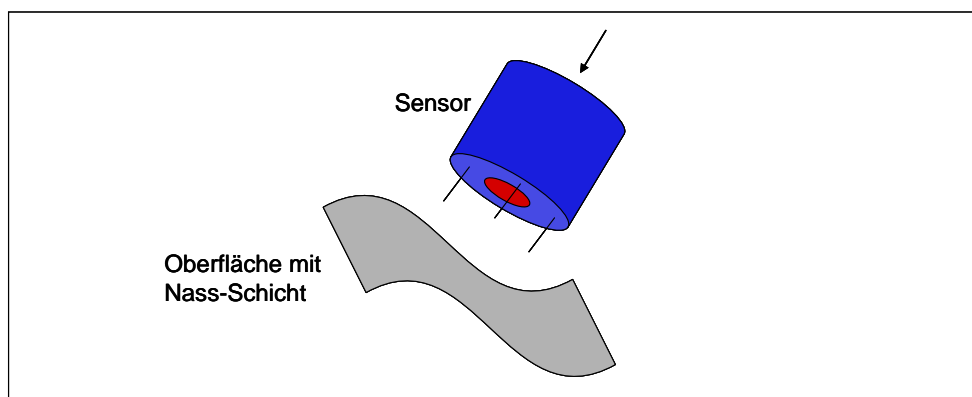


Abbildung 9. Schematische Darstellung eines Konzepts für einen Handsensor zur Wirbelstrommessung an flüssigen Schichten

Abbildung 10 verdeutlicht die Funktionsweise des Sensors. Mit den dünnen Nadeln, die beim Sensorprototypen mit Kanülen realisiert wurden, tauchen die Abstandshalter in die flüssige Schicht ein (1). Dann wird die Messung ausgelöst, was wenige Sekunden benötigt. Direkt danach kann der Sensor wieder entfernt werden (2). Die in der flüssigen Schicht zurückgebliebenen Löcher durch die Nadeln schließen sich wieder, sofern die Schicht noch flüssig genug ist (3). Um die Nadeln vor Verkrustung durch Rückstände der flüssigen Schichten zu schützen, sollte der Sensor zwischen den Messungen in einer Schale oder einem Schwamm mit Lösungsmittel gelagert werden (4).

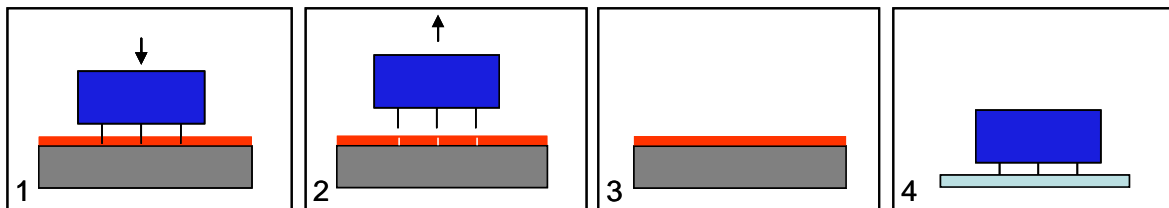


Abbildung 10. Schematische Darstellung der Funktionsweise eines Handsensors zur Wirbelstrommessung an flüssigen Schichten

7 Ausblick

Die prinzipielle Machbarkeit der finalen Schichtdickenbestimmung während des Trocknungsprozesses an flüssigen, leitfähigen Schichten mit dem Wirbelstromverfahren wurde gezeigt. Im weiteren Verlauf der Arbeiten wird das Verfahren weiter erprobt. Dabei werden sowohl das Sensorkonzept als auch die Algorithmik weiter entwickelt. Neben dem Test des Verfahrens an realen Strukturen werden auch weitere Einflüsse auf das Messsignal erprobt. Dazu zählt neben der Zusammensetzung der Schichten und der Partikelgröße der Leitlacke auch die flächenhafte Ausdehnung der Schichten, da das Trocknungsverhalten bei relativ kleinen Flächen anders verläuft als bei größeren Flächen.

Referenzen

- [1] P. Neumaier (2000). Möglichkeiten der Schichtdickenmessung an Lackschichten: Vergleich und Stand der Technik (Thickness Measurement of Paint and Coatings Layers: Comparison and State of the Art) tm - Technisches Messen: Vol. 67, Issue 12, pp. 519. doi: 10.1524/teme.2000.67.12.519
- [2] S. Hillmann, R. Dayoub, M. Röllig, N. Meyendorf, and H. Heuer „High-Frequency Eddy Current Conductivity Measurement for Near-Surface Layer Characterization” ,J. Knopp et al. (Eds.), Electromagnetic Nondestructive Evaluation (XIII), IOS Press. 2010, S. 79 – 86
- [3] H.-G. Scheer: Siebdruck Handbuch. Dräger Druck, Lübeck 1999