

Bestimmung der Haftfestigkeit von aufgedampften, metallischen Dickschichten auf Polymersubstrat

H. Gruhn, T. Krüger, M. Mund, M. W. Kandula, K. Dilger

TU Braunschweig, Institut für Füge- und Schweißtechnik

h.gruhn@tu-braunschweig.de

Abstract

Inaktivkomponenten in der Batterieherstellung, wie z. B. Stromsammler, Separator oder die Kontaktierungstaps rücken zunehmend in den Fokus der Forschung. Der Wechsel zu leichteren und günstigeren Materialien ist Gegenstand aktueller Forschungsarbeiten. In diesem Zusammenhang wird auch das Potential von Verbundstromkollektoren näher betrachtet. Dabei handelt es sich um Polymerfolien, die beidseitig mit 0,5 μm bis 1,5 μm dicken Aluminium- oder Kupferschichten metallisiert sind. Als Verbundmaterial müssen dabei im Vergleich zu konventionellen, metallischen Stromkollektoren zusätzliche Materialeigenschaften betrachtet werden. Dazu gehört vor allem die Haftfestigkeit der metallischen Beschichtungen auf den Folien. Es muss ausgeschlossen werden, dass durch wechselnde mechanische Beanspruchungen oder chemische Wechselwirkungen (z.B. mit dem Elektrolyten) in der Li-Ionen-Batteriezelle Delaminationen auftreten und sich die Metallisierung ablöst. Dazu ist eine quantitative Methode zur Bestimmung der Haftfestigkeit notwendig. Nur so kann eine Korrelation zwischen der Haftfestigkeit und dem Verhalten in der Zelle hergestellt werden. Bisherige Versuchsmethoden decken den Anwendungsfall von beidseitig metallisierten Polymersubstraten als Stromkollektorfolie jedoch nicht ab. Aus diesem Grund werden in dieser Studie Prüfverfahren zur Bestimmung der Haftfestigkeit, die bereits in Normen spezifiziert werden, zur Bewertung der Haftfestigkeiten der Verbundfolien adaptiert und bewertet. Die betrachteten Verfahren umfassen Schälversuche, Stirnabzugs- und Zugschertests, welche hinsichtlich ihrer Eignung zur Beurteilung der Haftfestigkeit von Verbundstromkollektoren evaluiert werden. Dabei werden Verbundfolien mit unterschiedlicher Schicht- sowie Substratdicke und variierendem Beschichtungsmaterial berücksichtigt, sodass die Sensitivität der Verfahren zur

Bestimmung der Haftfestigkeit aufgelöst und darauf aufbauend deren Eignung zur Charakterisierung der Verbundfolien bewertet werden kann.

1 Einleitung

Beidseitig metallisierte Polymerfolien mit Beschichtungen aus Kupfer und Aluminium sind Gegenstand intensiver Forschungsarbeiten in der Batteriezellenentwicklung. Dabei wird die Substitution von konventionellen Metallfolien aus Kupfer und Aluminium, die als Stromkollektoren eingesetzt werden, durch metallisierte Polymerfolien angestrebt. Die Dicke der Metallisierung liegt dabei zwischen 0,5 und 1,5 μm und richtet sich nach dem elektrischen Strom, der von der Elektrode abgeleitet werden muss. [1 – 4]

Die Haftung der Metallisierung auf dem Polymersubstrat muss über den gesamten Produktions- und Lebenszyklus garantiert werden, damit die Funktion der Zelle gewährleistet bleibt. Dabei werden die Folien sowohl mechanischen Beanspruchungen während der Fertigung als auch chemischen und thermischen Belastungen im Betrieb ausgesetzt. Somit ist eine Methode notwendig, die die Haftfestigkeit quantifizieren kann. Gängige Methoden zur Bestimmung der Haftfestigkeit von dünnen (metallischen) Schichten sind dabei qualitative Verfahren wie der Nano Scratch Test und die Nanoindentation oder aber Verfahren wie die Stirnzugprüfung, Scherversuche, Double Cantilever Beam (DCB)-Teste sowie diverse Schälprüfungen, die eine quantitative Bewertung der Haftfestigkeit ermöglichen. [5, 6]

Dabei sind der Nano Scratch Test und die Nanoindentation nur zur Charakterisierung dünner Schichten auf harten Substraten geeignet, da ansonsten primär plastische Verformungen auftreten und die Beschichtung nicht abgelöst wird. Außerdem sind diese Verfahren sehr sensibel gegenüber Schichtdickenvariationen und ermöglichen als qualitative Verfahren nur den direkten Vergleich ähnlicher Schichten [7, 8]. Daher sind diese Verfahren zur Charakterisierung der Verbundfolien ungeeignet.

Die Stirnabzugsprüfung ist dagegen sowohl ein Standardverfahren für thermisch gespritzte Schichten als auch zur Bestimmung der Zugfestigkeit von Stumpfklebungen [9, 10]. Dabei wird eine Stumpfklebung mit rechteckigem oder kreisförmigem Querschnitt realisiert. Die dafür benötigten Probenkörper werden in einer Zugprüfmaschine unter einer Zugbelastung geprüft. Das Verfahren ist es sehr variabel und kann zur Prüfung der Haftfestigkeit von Beschichtungen adaptiert werden [11]. Es bietet dabei die Möglichkeit, unterschiedlichste Beschichtungen zu charakterisieren [9, 12].

Schälversuche sind die mit Abstand gängigsten Versuche zur Beurteilung der Haftfestigkeit. Dabei gibt es verschiedene Methoden, die sich im Wesentlichen dadurch unterscheiden in welchem Winkel die Beschichtung vom Substrat gelöst wird. Gängig sind Rollen-, Trommel-, 180°- und 90°-Schälversuche [13]. Zum Abschälen der Beschichtung wird eine Trägerfolie oder ein Klebeband aufgebracht. Durch dieses wird die Beschichtung vom Substrat abgelöst. [14] Dabei ist die Ergebnisgröße die auf die Breite normierte Kraft, der sogenannte Schälwiderstand. Großen Einfluss auf den Schälwiderstand, haben, neben dem Schälwinkel, die Dicke der zu prüfende Beschichtungen sowie die mechanischen Eigenschaften der Beschichtung und der Trägerfolie, die Prüfgeschwindigkeit, die Prüftemperatur und, sofern vorhanden, die Klebschichten. Gerade die Dicke der zu prüfenden Verbunde und deren mechanischen Eigenschaften sind zur Vergleichbarkeit konstant zu halten, da ein großer Teil der Energie, die während des Versuchs dissipiert, für die elastische Verformung der Trägerfolie und Beschichtung aufgewendet wird. [15]

Zur Haftungsprüfung von beidseitig metallisierten Polymer substraten mit Beschichtungsdicken von über 1 μm gibt es bisher keine Untersuchungen. Dementsprechend ist auch kein standardisiertes, quantitatives Verfahren etabliert, das mit genügender Sensitivität die Bestimmung Haftfestigkeiten ermöglicht. Um eine Grundlage zur Charakterisierung der Haftfestigkeit von metallischen Beschichtungen auf Polymerfolien zu schaffen, beschäftigt sich diese Arbeit mit der Bewertung mechanischer Prüfverfahren zur Haftfestigkeitsbestimmung, wobei neben dem Schälversuch, der Stirnabzugstest und Zugscherversuch betrachtet werden.

2 Versuchsaufbau und -durchführung

In dieser Arbeit werden daher drei mechanische Prüfverfahren hinsichtlich ihrer Eignung zur Haftfestigkeitsbestimmung bewertet. Im Rahmen der Untersuchungen wurden dabei drei metallisierte Folien betrachtet, die mit drei in anderen Bereichen etablierten Prüfverfahren geprüft wurden. Wichtig bei der Umsetzung aller Verfahren ist, dass die Adhäsion des Klebstoffs oberhalb der von der zu prüfenden Kohäsion oder Adhäsion der Schicht liegt [9, 12]. Zur Vermeidung von thermischen Einflüssen auf die Haftung durch die Probenherstellung wurde auf die Verwendung von Acrylsäureester wie in [14] für die Schälversuche verzichtet und es wurden ausschließlich kalthärtende Klebstoffe bzw. Haftklebebänder verwendet. Die in dieser Studie dargestellten Prüfkörper wurden dabei mit Klebstoffen gefertigt, die in Voruntersuchungen das größte Potential zur Umsetzung der jeweiligen Versuche gezeigt haben.

2.1 Verbundfolien

Die polymeren Trägerfolien bestehen aus Polyethylenterephthalat (PET) und sind anforderungsbedingt biaxial gestreckt. Die metallische Beschichtung wird durch Elektronenstrahlverdampfen kontinuierlich in einem Roll-zu-Rolle Prozess auf diesen Folien abgeschieden. Bei zwei der Folien, die sich in der Dicke der Trägerfolien unterscheiden, besteht diese aus Aluminium und hat eine Schichtdicke von circa 1,1 μm , wohingegen die dritte betrachtete Folie mit Kupfer metallisiert wurde. Diese Beschichtung ist lediglich wenige Nanometer dick. Eine Auflistung der Eigenschaften findet sich in *Tab. 1*.

Tabelle 1: Eigenschaften der untersuchten Folien

Folienbezeichnung	Substrat	Beschichtung	Beschichtungsdicke
Al-PET-8	8 μm PET	Aluminium	1,1 μm
Al-PET-12	10 μm PET	Aluminium	1,1 μm
Cu-PET-12	12 μm PET	Kupfer	wenige Nanometer*

* genaue Messung der Schichtdicke war mit dem dafür angewandten Verfahren nicht möglich

Die Auswahl dieser Folien erfolgte, um die Eignung der unterschiedlichen Testverfahren unter Berücksichtigung verschiedener Einflussfaktoren bewerten zu können. Durch die variierende Substratdicke der mit Aluminium beschichteten Folien verändert sich im Beschichtungsprozess die thermische Belastung des PET, was einen Einfluss auf die Haftfestigkeit und auf die mechanischen Eigenschaften der Folien haben kann. Zudem ändert sich durch die unterschiedlichen Foliendicken das mechanische Verhalten der Folien. Die Metallisierung durch Kupfer wurde primär mit einbezogen, um die Möglichkeiten zur Prüfung dünnster Schichten zu bewerten. Hierbei ist zu beachten, dass aufgrund der sehr dünnen Beschichtungen die thermische Belastung des PET während der Beschichtung reduziert wird und die Adhäsionseigenschaften der Kupferbeschichtungen sich von denen der aluminiumbasierten Metallisierungen unterscheiden kann. Zudem kann durch die Berücksichtigung der Kupferbeschichtung neben der Sensitivität der Verfahren zur Prüfung dünnster Schichten auch die Adaptierbarkeit auf andere Werkstoffe und Herstellprozesse beurteilt werden.

2.2 Mechanische Prüfungen

Im Rahmen der mechanischen Prüfungen wurden Stirnabzugstests, Zugscherversuche sowie Schälversuche durchgeführt und analysiert, um auf Basis der Versuchsergebnisse die Eignung der Verfahren zur Charakterisierung der Haftfestigkeit von metallischen Beschichtungen auf Polymerfolien zu bewerten. Zur Bewertung der Robustheit der Verfahren und zur statistischen Absicherung wurden in jeder Versuchsreihe mindestens sieben Prüfungen berücksichtigt. Die eingesetzten mechanischen Prüfverfahren und Probenkörper sind in der *Abb. 1* schematisch dargestellt. Die Probenherstellung, die Versuchsdurchführung sowie die zur Auswertung der einzelnen Versuche genutzten Messergebnisse werden nachfolgend für die Verfahren beschrieben. Neben der Auswertung der Messdaten wurden auch die aus den Versuchen resultierenden Bruchflächen untersucht. Hierzu wurden Sichtprüfungen und rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen zur Bewertung der Bruchflächen genutzt, um ein tiefergehendes Verständnis der Prüfergebnisse zu erlangen.

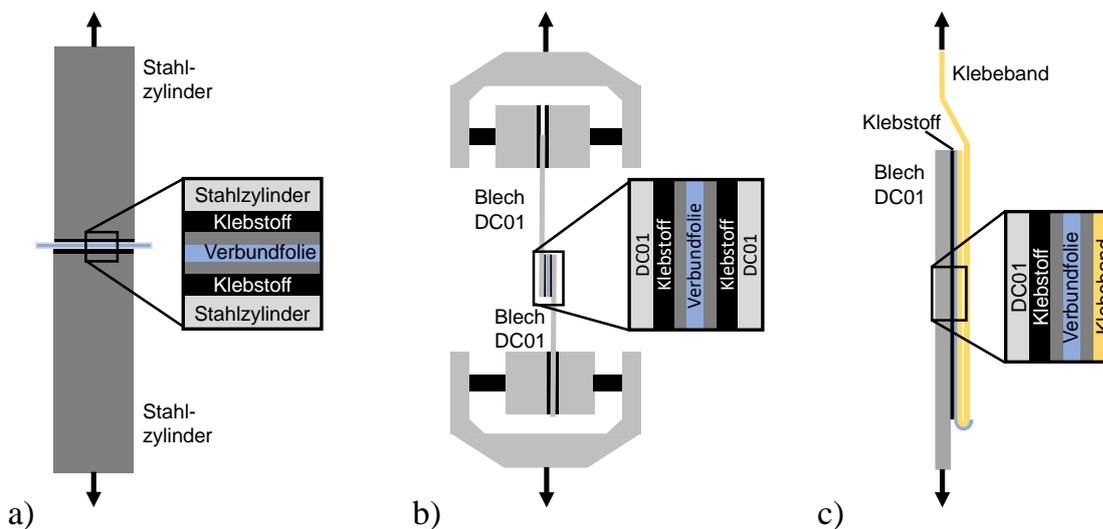


Abbildung 1: Schematischer Aufbau der Versuche: a) Stirnabzugstest, b) Zugscherversuch, c) Schälversuch

Stirnabzugstests - Probenherstellung und Versuchsdurchführung

Die Probenkörper zur Durchführung der Stirnabzugstest bestehen aus zwei Stahlzylinder (Durchmesser 25 mm), zwischen die mit einem kalthärtenden Klebstoff die metallisierten Polymerfolien eingeklebt wurden. Zur Probenherstellung wurden die Oberflächen der Stahlzylinder mit einem Markierlaser MD-X 2500A der Fa. Keyence (Osaka, Japan) vorbehandelt und anschließend mit Aceton gereinigt. Im Anschluss wurde die Folie mit dem 2K-Epoxidklebstoff Adekit A135 der Fa. Sika (Baar, Schweiz)

zwischen den Zylindern eingeklebt, wobei die Klebschichtdicke 0,3 mm betrug. Die Proben wurden für zwei Tage bei 23 °C und 30 % Luftfeuchtigkeit ausgehärtet. Anschließend wurden überschüssige Klebstoffreste an den Rändern der Fügezone entfernt, um definierte und reproduzierbare Proben zu erhalten.

Die mechanische Prüfung der so hergestellten Proben erfolgte in Anlehnung an die DIN 50 160. Zur Prüfung wurde die Universalprüfmaschine Instron 5567 der Fa. Instron (Norwood, MA, USA) mit einer 30 kN Kraftmessdose eingesetzt, in die die Proben durch Kalotten eingespannt wurden. So wurde eine uniaxiale Belastung gewährleistet. Die Prüfung erfolgt mit einer Prüfgeschwindigkeit von 1 mm/s bis zum Bruch der Proben, wobei die Kraft aufgezeichnet und die mit der Klebfläche berechneten Zugfestigkeiten ausgewertet wurden.

Zugscherversuche - Probenherstellung und Versuchsdurchführung

Die zur Probenfertigung eingesetzten Füge­teile bestehen aus DC01 und sind 100 mm lang, 25 mm breit und 1,5 mm dick. Der Klebstoff wurde auf die gereinigten Füge­teile appliziert und die Verbundfolie zwischengelegt, sodass nach dem Fügen ein mechanisch prüfbarer Probenkörper entsteht. Als Klebstoff diente hier der 3M Scotch Weld DP 490. Die Folie trennte dabei die Klebung in der Mitte. Die Klebfläche umfasste eine Fläche mit einer Länge von 12,5 mm und einer Breite von 25 mm. Um eine konstante Klebschichtdicke zu gewährleisten wurden 100 µm Glaskugeln in den Klebstoff eingebracht. Die Aushärtung erfolgte für 8 h bei 40 °C und 24 h bei 23 °C und 30 % Luftfeuchtigkeit. Auch hier wurden überschüssige Klebstoffreste nach der Aushärtung entfernt

Die Zugscherversuche wurden gemäß der DIN EN 1465 durchgeführt. Dazu wurden die Proben in einer Instron Prüfmaschine mit 10 kN Kraftmessdose bei 2 mm/s geprüft. Der Abstand der Klemmbacken betrug 80 mm. Zur Auswertung wurde die Zugscherfestigkeit τ als Quotient der Maximalkraft und der Klebfläche berechnet.

Schälversuch - Probenherstellung und Versuchsdurchführung

Die Herstellung der Proben zur Durchführung der Schälversuche umfasst drei Prozessschritte. Zunächst wurde der kalthärtende Klebstoff auf Epoxidbasis (3M Scotch Weld DP 490) vollflächig auf ein 100x25 mm² großes Füge­teil aus DC01 appliziert, wobei der Bereich der Einspannung ausgespart wurde. Im nächsten Schritt wurde die zugeschnittene Verbundfolie auf den Klebstoff gelegt und mit einer Schaumstoffrolle angedrückt. Danach erfolgte die Aushärtung des Klebstoffs. Der Aushärtezyklus entsprach dabei dem, der auch zur Herstellung der Zugscherproben eingesetzt wurde. Im letzten Schritt der Probenherstellung werden 25 mm breite

Klebebandstreifen (Tesa 4970) der Fa. Tesa (Norderstedt, Deutschland) mit einer Länge von 220 mm Länge auf die Oberfläche der Verbundfolie geklebt und manuell angepresst. Das Klebeband überragt das Stahlfügeteil an der Seite, an der auch der Bereich ohne Klebstoff ist, sodass dort und am Klebeband die Probe für die Prüfung eingespannt und in einem 180° Schälversuchs geprüft werden kann.

Die Prüfung erfolgte in Anlehnung an die DIN EN 8510-2 nach vorheriger Rissinitiierung in der Grenzschicht mit einer ZwickiLine Z1.0 Universalprüfmaschine der Fa. ZwickRoell (Ulm, Deutschland) bei einer Prüfgeschwindigkeit von 10 mm/s. Der Versuch wird nach 100 mm Traversenweg beendet und die Schälkraft zwischen 10 mm und 90 mm Traversenweg betrachtet. Als resultierende Ausgangsgröße wird der Schälwiderstand Γ berechnet, der die Prüfkraft auf die Probenbreite normiert.

3 Ergebnisse

Die im Rahmen der Stirnabzugsversuche ermittelten Festigkeiten sind in der *Abb. 2* dargestellt. Die höchsten im Stirnabzugstest ermittelten Festigkeiten von 24,7 MPa weist die Folie Al-PET 10 μm auf, wohingegen die Folie Al-PET 8 μm eine wesentlich geringere Festigkeit (20,0 MPa) zeigt. Auffallend ist hierbei, dass die Standardabweichung bei der dünneren Folie wesentlich ausgeprägter ist. Die Festigkeit der kupferbeschichteten Folie ordnet sich zwischen diesen beiden Festigkeitswerten ein und zeigt eine Standardabweichung, die der der Versuche an der Folienvariante Al-PET 10 μm entspricht (siehe *Abb. 2*).

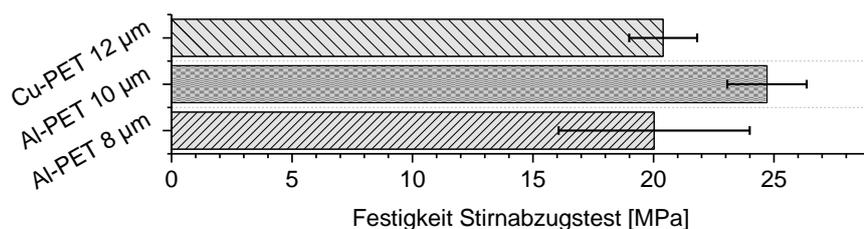


Abbildung 2: Festigkeiten der drei Folien im Stirnabzugstest

Die Bruchbilder der Stirnabzugsproben zeigen ein folien- und beschichtungsabhängiges Bruchbild. Dazu sind Bruchbilder und REM-Aufnahmen der Bruchflächen in der *Abb. 3* dargestellt.

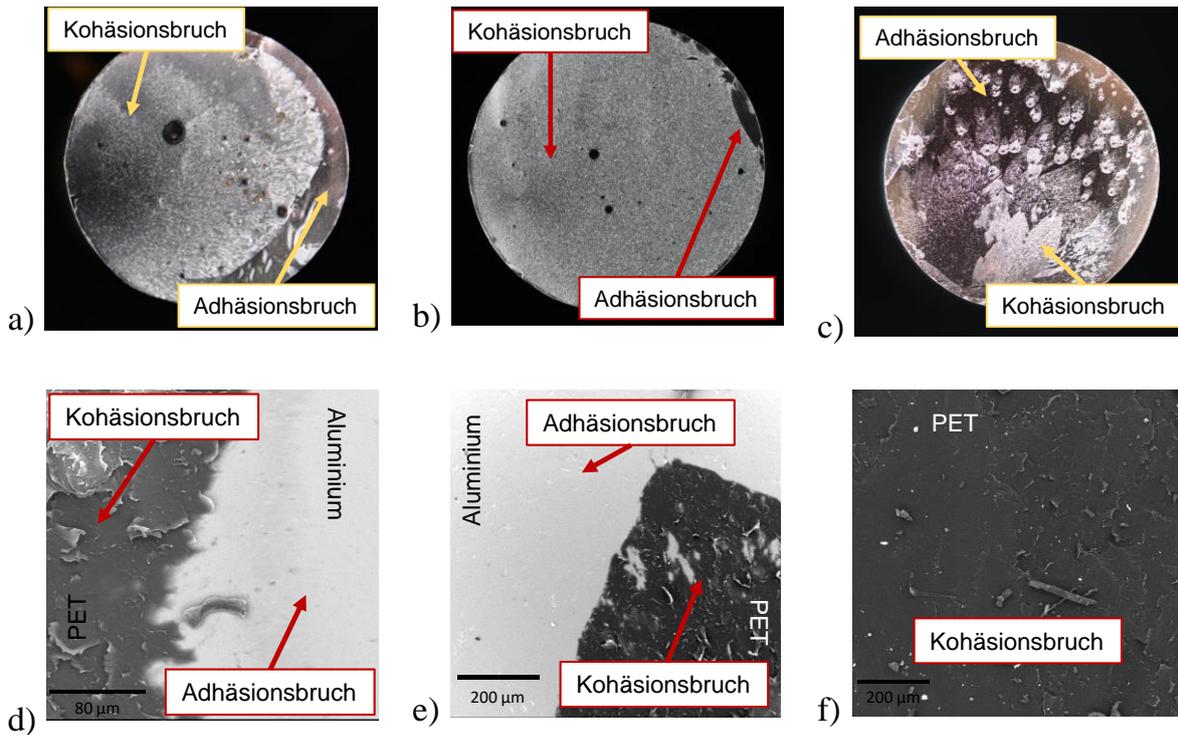


Abbildung 3: Bruchbilder der Oberflächen nach Stirnabzugstests: Lichtbild einer a) Al-PET 8 µm; b) Al-PET 10 µm und c) Cu-PET 12 µm Folie nach der Prüfung und REM-Aufnahmen der gleichen Proben (d) Al-PET 8 µm, e) Al-PET 10 µm, f) Cu-PET 12 µm)

So ergibt sich bei den Proben mit der Folie Al-PET 10 µm Folie in 50 % der Proben ein vollständiger Kohäsionsbruch und in den restlichen Fällen ein Mischbruch mit kohäsiven (Kohäsionsbruch im transparenten PET Substrat) und adhäsiven (Adhäsionsbruch in den Grenzflächen zwischen der Metallisierung und dem PET-Substrat) Anteilen, wobei der kohäsive Anteil überwiegt (siehe Abb. 3 b)). Dieses Versagensbild konnte bei den beiden anderen Folienvarianten nicht beobachtet werden, da hier ausschließlich Mischbrüche (siehe Abb. 3 a) und c)) resultieren. Dabei konnte keine Korrelation zwischen der Festigkeit und dem Anteil von kohäsivem Versagen festgestellt werden. Entsprechend ist ein Rückschluss auf die Haftfestigkeit nicht möglich. Bei den kupferbeschichteten Folien CU-PET 12 µm dominiert der Adhäsionsbruch mit einem Anteil von 60–80 % (siehe Abb. 3c) und das Bruchbild ist bei geringerer Standardabweichung in den Festigkeiten einheitlicher. Inwieweit beide in Relation stehen konnte nicht ermittelt werden.

Die in den Zugscherversuchen ermittelten Festigkeiten sind in Abb. 4 dargestellt. Dabei zeigt sich, dass die Probenserie mit aluminiumbeschichteten Folien nahezu identische Festigkeiten von ca. 13,5 MPa sowie vergleichbare Standardabweichungen aufweisen.

Demgegenüber fällt die Festigkeit der Probenserie mit den kupferbeschichteten Folien deutlich ab und liegt bei lediglich 8,4 MPa bei einer vergleichbaren Standardabweichung.

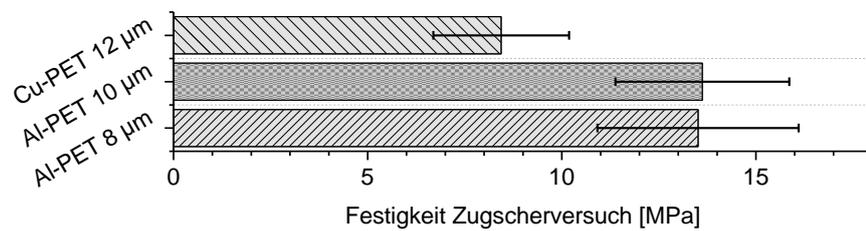


Abbildung 4: Festigkeiten der drei Folienvarianten im Zugscherversuch

Anhand der visuellen Betrachtungen der Bruchbilder kann keine Unterscheidung zwischen Kohäsions- und Adhäsionsbruch vorgenommen werden (siehe Abb. 5 a) – c)). REM-Aufnahmen belegen jedoch, dass auch hier in den Proben der aluminiumbeschichteten Folien ein Mischbruch vorlag, der sich durch Bruchmarken in den kohäsiv getrennten Bereichen im Bruchbild abzeichnet (siehe Abb. 5 d) und e)). Bei der Folie CU-PET 12 µm konnten keine Anteile von kohäsivem Versagen ermittelt werden und es lag wiederum ein vollständiger Adhäsionsbruch mit glatten Bruchflächen vor (siehe Abb. 5 f)).

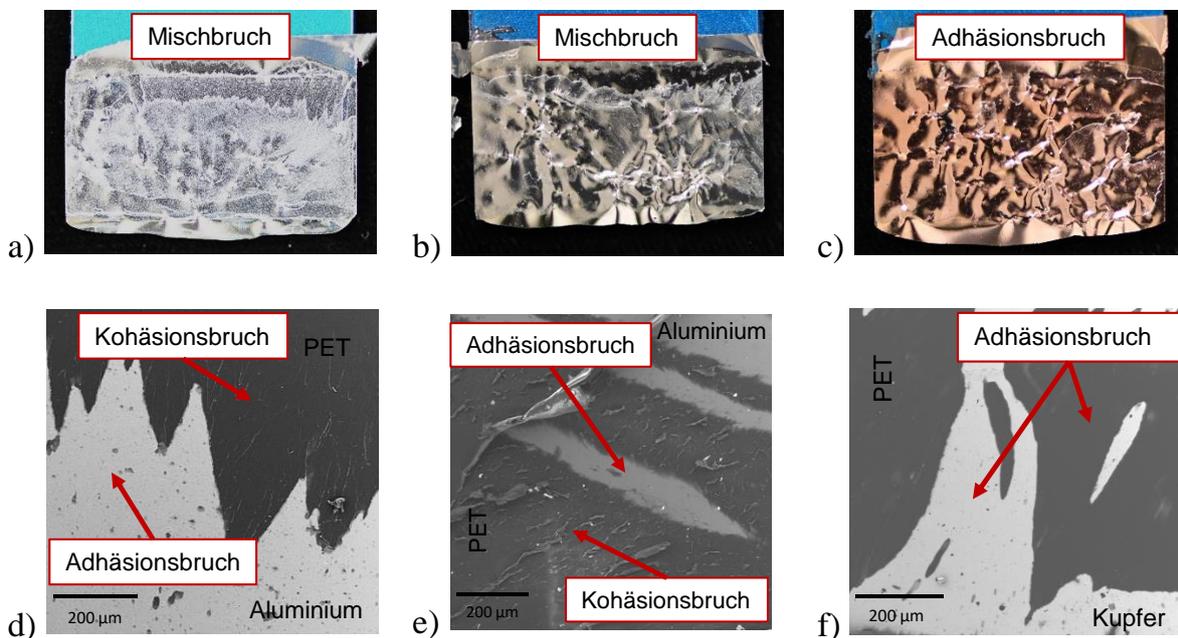


Abbildung 5: Bruchbilder Oberflächen nach Zugscherversuchen: Lichtbild einer a) Al-PET 8 µm; b) Al-PET 10 µm und c) Cu-PET 12 µm Folie nach der Prüfung und REM-Aufnahmen der gleichen Proben (d) Al-PET 8 µm, e) Al-PET 10 µm, f) Cu-PET 12 µm)

Die Bruchbilder der Schälprüfungen zeigen, dass das Versagensbild stark von der Beschichtung abhängig ist. Durch die Prüfungen der kupferbeschichteten Folien wird ein überwiegend adhäsives Versagen zwischen dem Klebeband und der Beschichtung mit geringen Anteilen von adhäsivem Versagen zwischen der Metallisierung und der PET-Folie erzeugt, weshalb hier keine Auswertung der Folien- und Haftungseigenschaften möglich ist (siehe *Abb. 6 c*). In diesem Fall konnte die Anforderung der hohen Adhäsion zwischen Metallisierung und Klebeband nicht erfüllt werden. Die aus den Schälversuchen resultierenden Bruchbilder der aluminiumbeschichteten Folien sind demgegenüber komplexer, da es in großen Bereichen zu einer Ablösung der mit Aluminium metallisierten Folien vom Klebstoff bzw. Klebeband kommt, sodass ein gemittelter Schälwiderstand, wie er standardmäßig für die Auswertung genutzt wird, nicht für die Auswertung geeignet ist. Allerdings ergeben sich als Resultat der Versuche auch Bereiche, in denen ausschließlich ein Adhäsionsbruch zwischen der Metallisierung und der Trägerfolie vorliegt und in denen eine lokale Auswertung des Schälwiderstandes möglich ist (siehe *Abb. 6 a* und *6 b*). Die REM-Aufnahmen dieser Proben bestätigen den Adhäsionsbruch (siehe *Abb. 6 d* und *6 e*).

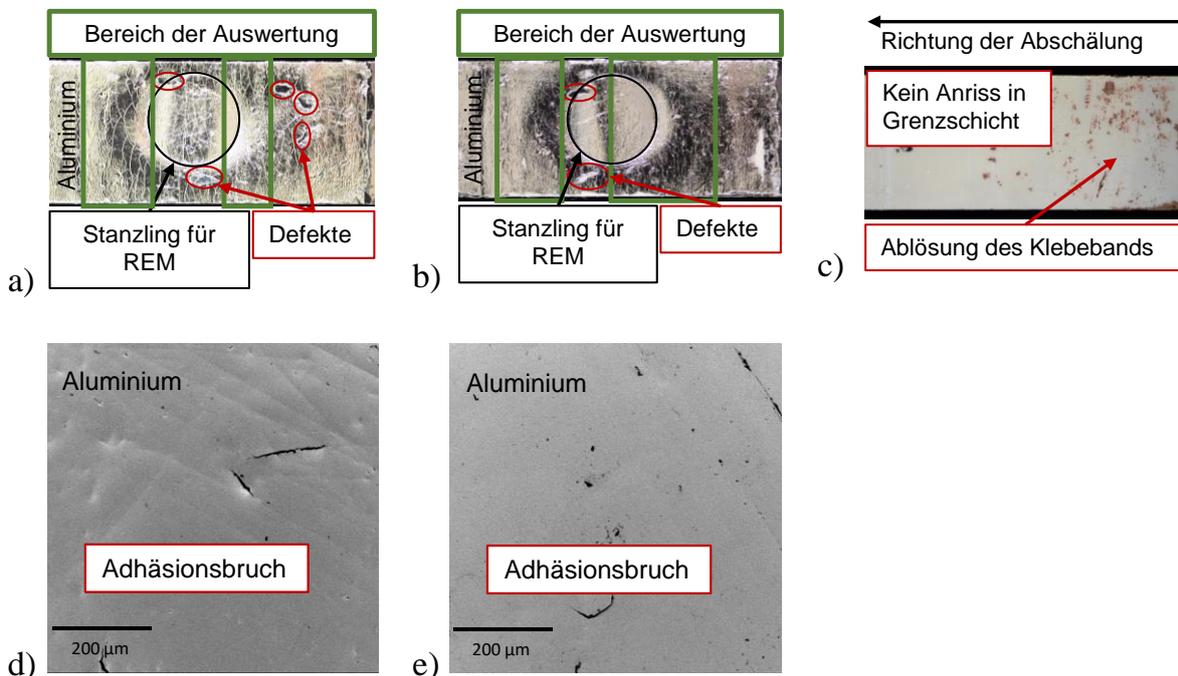


Abbildung 6: Bruchbilder der Oberfläche von der Seite des Klebebands nach der Durchführung der Schälversuche: Lichtbild einer a) Al-PET 8 µm; b) Al-PET 10 µm und c) Cu-PET 12 µm Folie nach der Prüfung und REM-Aufnahmen der gleichen Proben (d) Al-PET 8 µm, e) Al-PET 10 µm)

Die Schälversuche konnten keine signifikanten Unterschiede in der Haftfestigkeit der Folien Al-PET 8 μm und Al-PET 10 μm nachweisen. Dabei wurde lediglich der minimale Schälwiderstand betrachtet, da durch die hohe Anzahl an lokalen Ablösungen vom Klebeband und Klebstoff der Schälwiderstand nicht konstant, sondern in diesen Bereichen erhöht war (siehe *Abb. 7*).

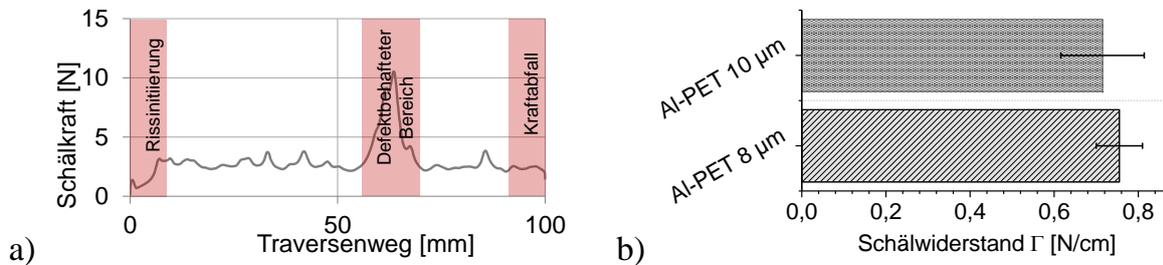


Abbildung 7: a) Repräsentativer Kraftverlauf während der Durchführung eines Schälversuchs mit den typischen Kraftpeaks beim Auftreten von Defekten und b) Auswertung der Schälversuche durch den minimalen Schälwiderstand für die beiden aluminiumbeschichteten Folien

4 Diskussion

Generell ist festzuhalten, dass die Möglichkeiten der betrachteten Prüfverfahren zur Bewertung der Haftfestigkeit stark eingeschränkt sind, da nicht ausschließlich die Adhäsion zwischen den Substratfolien und den metallischen Beschichtungen geprüft wird. In Abhängigkeit der Beschichtung und des Versuchsaufbaus werden die Messergebnisse zur Haftfestigkeit von der Kohäsionsfestigkeit der PET-Folie überlagert. Dies ist vor allem in den Zugscher- und den Stirnabzugsversuchen der Fall. Darüber hinaus war die Bestimmung der Haftfestigkeit aufgrund des adhäsiven Versagens zwischen dem Klebstoff und der Beschichtung im Schälversuch nicht in allen Fällen möglich.

So zeigt sich, dass es sowohl im Stirnabzugstest als auch im Zugscherversuch bei den untersuchten Materialien in den aluminiumbeschichteten Folien nicht die Haftfestigkeit, sondern die Verbundfestigkeit der Folie getestet wird. Hierbei ergibt sich dementsprechend ein Mischbruch, sodass eine quantitative Aussage über die Haftung der Metallschicht auf der Folie in beiden Versuchen nicht möglich ist. Allerdings können die Ergebnisse so interpretiert werden, dass die Haftfestigkeit unter beiden Belastungsrichtungen oberhalb der Kohäsionsfestigkeit der Trägerfolie liegt. Zudem zeigte sich, dass es mit dem Zugscherversuch möglich ist, Informationen zur

Haftfestigkeit der dünnen Kupferschichten zu generieren. Diese liegt unter Schubbelastung unterhalb der Festigkeit der Trägerfolien, da hier der adhäsive Versagensanteil dominiert. Somit könnten beide Versuche zur Bestimmung der Adhäsion geeignet sein, solange diese signifikant geringer als die Kohäsion der Substratfolie ist.

Die Ergebnisse der Schälversuche stehen dem gegenüber. Hier konnten aufgrund der geringen Adhäsionsausbildung zwischen Klebeband und Kupferbeschichtung nur die aluminiumbeschichteten Folien untersucht werden. Dabei waren in allen Proben Defekte vorhanden und es konnte ein wechselndes Bruchbild beobachtet werden, sodass die Auswertung nur eingeschränkt möglich war. Ein signifikanter Unterschied zwischen den Folien Al-PET 8 μm und Al-PET 10 μm , für die ein Schälwiderstand ermittelt werden konnte, ergab sich dabei nicht. In den Schälversuchen lag bei beiden Folien ein Adhäsionsbruch vor. Er ist daher für die Bestimmung der Adhäsion prinzipiell geeignet. Eine veränderte Probenherstellung ist jedoch essentiell um Defekte zu verhindern. Dabei ist ein Ansatz den Klebstoff und das Klebeband zu ersetzen wie auch durch einen anderen Aufbau zur Probenherstellung Luftblasen zu vermeiden.

5 Fazit und Ausblick

Zur Bestimmung der Haftfestigkeit eignete sich unter den drei Versuchen nur die Schälprüfung. Die Bruchflächen der Proben nach dem Stirnabzugstest und Zugscherversuch wiesen in großen Bereichen Kohäsionsbrüche auf, weshalb in diesen Versuchen nur die Verbundfestigkeit ermittelt werden konnte. Eine Quantifizierung der Haftfestigkeit war nicht möglich. Einzig der Schälversuch erreichten zumindest lokal vollständig adhäsiv abgelöste Bereiche. Die Reproduzierbarkeit und Auswertbarkeit der Ergebnisse sind jedoch nicht zufriedenstellend und bedürfen einer Anpassung bei der Herstellung der Proben um Defekte zwischen Klebstoff sowie Klebeband und Verbundfolie zu verhindern. Der Schälversuch war zudem nicht geeignet die Haftung von allen Metallisierungen zu testen. Es zeigte sich dort eine Einschränkung in der Prüfbarkeit verschiedener Materialien als Metallisierung. Dementsprechend muss die Klebstoffauswahl weiter an die Prüfaufgabe angepasst werden.

Danksagung

Die Ergebnisse dieses Manuskripts sind im Rahmen des vom Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF) geförderten Projektes *PolySafe* (Förderkennzeichen 03XP0408E) entstanden. Die Autoren sind für dessen Inhalt verantwortlich. Ebenso

bedanke ich mich bei den Projektpartnern, insbesondere dem Fraunhofer FEP, für den intensiven Austausch und die Bereitstellung der Materialien.

Literatur

- [1] Choudhury, R., Wild, J. u. Yang, Y.: Engineering current collectors for batteries with high specific energy. *Joule* 5 (2021) 6, S. 1301–1305
- [2] Lubber, C., Scheffel, B., Saager, S., Straach, S. u. Schiller, N.: Lithium-Ionen-Batterien. Potenzial von Vakuumdünnschichtprozessen in der Herstellung. *Vakuum in Forschung und Praxis* 30 (2018) 4, S. 39–45
- [3] Pham, M. T., Darst, J. J., Walker, W. Q., Heenan, T. M., Patel, D., Iacoviello, F., Rack, A., Olbinado, M. P., Hinds, G., Brett, D. J., Darcy, E., Finegan, D. P. u. Shearing, P. R.: Prevention of lithium-ion battery thermal runaway using polymer-substrate current collectors. *Cell Reports Physical Science* 2 (2021) 3, S. 100360
- [4] Ye, Y., Chou, L.-Y., Liu, Y., Wang, H., Lee, H. K., Huang, W., Wan, J., Liu, K., Zhou, G., Yang, Y., Yang, A., Xiao, X., Gao, X., Boyle, D. T., Chen, H., Zhang, W., Kim, S. C. u. Cui, Y.: Ultralight and fire-extinguishing current collectors for high-energy and high-safety lithium-ion batteries. *Nature Energy* 5 (2020) 10, S. 786–793
- [5] Lin, C. K. u. Berndt, C. C.: Measurement and analysis of adhesion strength for thermally sprayed coatings. *Journal of Thermal Spray Technology* 3 (1994) 1, S. 75–104
- [6] Mittal, K. L.: ADHESION MEASUREMENT OF THIN FILMS. *Electrocomponent Science and Technology* 1976 Vol. 3, S. 21–42
- [7] Beegan, D., Chowdhury, S. u. Laugier, M. T.: Comparison between nanoindentation and scratch test hardness (scratch hardness) values of copper thin films on oxidised silicon substrates. *Surface and Coatings Technology* 201 (2007) 12, S. 5804–5808
- [8] Chen, Z., Zhou, K., Lu, X. u. Lam, Y. C.: A review on the mechanical methods for evaluating coating adhesion. *Acta Mechanica* 225 (2014) 2, S. 431–452
- [9] DIN 50 160:1990. *Ermittlung der Haft-Zugfestigkeit im Stirnzugversuch. Prüfung thermisch gespritzter Schichten*
- [10] DIN EN 15870:2009. *Klebstoffe - Bestimmung der Zugfestigkeit von Stumpfklebungen*

- [11] Papadakis, L., Vassiloui, V., Schiel, M. u. Dilger, K.: Adhesive Bonding on Painted Car Bodies in Automotive Production Lines: Alternatives and Cost Analysis. In: Proceedings of the World Congress on Engineering
- [12] Dipl.-Ing. Peter Crimmann: Grenzflächenmodifizierung und -analyse im Polypropylen-Kupfer-Verbund, Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg Dissertation. Halle (Saale) 2003
- [13] DIN 53282:1979. *Winkelschälversuch. Prüfung von Metallklebstoffen und Metallklebungen*
- [14] Jesdinszki, M., Struller, C., Rodler, N., Blondin, D., Cassio, V., Kucukpinar, E. u. Langowski, H.-C.: Evaluation of Adhesion Strength Between Thin Aluminum Layer and Poly(ethylene terephthalate) Substrate by Peel Tests — A Practical Approach for the Packaging Industry. *Journal of Adhesion Science and Technology* 26 (2012) 20-21, S. 2357–2380
- [15] Wei, Y. u. Hutchinson, J.: Interface strength, work of adhesion and plasticity in the peel test. *International Journal of Fracture* (1998) 93, S. 315–333

Autorenanschriften

Hakon Gruhn

Technische Universität Braunschweig
Institut für Füge- und Schweißtechnik
Langer Kamp 8
38106 Braunschweig

Telefon: 0531 391 95597

E-Mail: h.gruhn@tu-braunschweig.de