

Nano-Beschichtungen mit FMP-Schlitzdüsen

Nanocoatings with FMP slot dies

Nassfilme unter 10 µm/Trockenfilme im nm-Bereich / Wet coat less than 10µm/dry coats in the nm-range

Um dünne Flüssigkeitsschichten auf Substrate aufzutragen werden in der heutigen Beschichtungstechnik hauptsächlich selbstdosierende Verfahren angewendet. Diese Verfahren sind dadurch charakterisiert, dass die erreichte Nassfilmschichtdicke durch den Beschichtungsvorgang selbst definiert wird und nicht durch die Vorgabe des Massenstroms. Dabei ist die erzielte Schichtdicke auf dem Substrat nur schwer zu kontrollieren und stark von den Fluideigenschaften, dem gewählten Beschichtungsverfahren und seinen frei wählbaren Parametern sowie der Beschichtungsgeschwindigkeit abhängig. So führen etwa Änderungen der Produktionsbedingungen oder der Fluideigenschaften schon zu Schichtdickenvariationen. Wichtigste Beispiele dieser Verfahren sind unter anderem die Rollen- und die Rakelbeschichtung.

Dort, wo gerade die Genauigkeit der aufzutragenden Schichtdicke von essentieller Bedeutung ist, wie z. B. bei aufgetragenen Funktionsschichten, können Verfahren mit unkontrollierbarer Schichtdickenvariation keine Verwendung finden. Für solche Schichten sind die so genannten vordosierten Beschichtungsverfahren (Düsentechnik) besser geeignet, bei denen die angestrebte Nassfilmschichtdicke durch den gemessenen Massenstrom und die bekannte Substratgeschwindigkeit bestimmt wird. Gerade bei höchsten Anforderungen an die Beschichtungsqualität, wie beispielsweise die Herstellung von funktionellen oder optischen Flüssigkeitsfilmen im Nanoschichtdickenbereich, hat das Schlitzdüsenverfahren wesentliche Vorteile hinsichtlich der Kontrollierbarkeit und Reproduzierbarkeit.

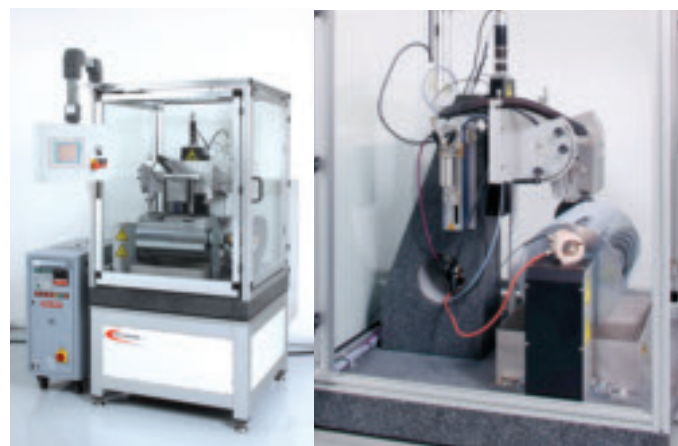


Abb. 1: Beschichtungsanlage für «Nano-Beschichtungen» flexibler Substrate (Folie, Papier, etc.)

Fig. 1: Coating system for «nano-coating» of flexible substrates (foil, paper, etc.)

To apply thin liquid coatings onto substrates, self-dosing methods are mainly used in today's coating industry. These processes are characterized by the fact that the wet layer thickness achieved is defined by the coating process itself and not through the specifications of the mass flow. The film thickness on the substrate thus achieved is difficult to control and much depends on the fluid properties, the selected coating process and its arbitrary parameters and the coating speed. For example, changes in production conditions or fluid properties already lead to thickness variations of the coated wetfilm. Major examples of these procedures include roller and knife-edge-coating.

Precisely where the accuracy of the thickness to be applied is of essential importance, e.g. in applied function coats, methods with uncontrollable thickness variation are of no use. For such coats, the so-called pre-dosed coating process (die technology), in which the required wet film coat thickness is determined by the recorded mass flow and the known substrate speed, are better suited. Especially when there are only the highest demands placed on coating quality, such as in the production of function or optical coats in the liquid nano layer thickness field, the slot die process presents significant advantages in terms of controllability and reproducibility. One solution to this is presented by the novel, patented FMP slot dies, which, in contrast to conventional dies, allow the handling of different coating fluids (with unequal viscosities) without any loss of quality when it comes to transverse distribution. In addition, changes to the mass flow (i.e. wet film thickness) no longer affect transverse distribution accuracy for the liquid coat to be applied.

COATING PROCESSES FOR NANO-COATING

I. BEAD-COATING-MODE. Since nano-coatings are usually achieved at lower speeds, the slot dies are used in the so-called «bead-coating-mode», a coating process that is outlined in Figure 2.

During nano-coating, the fluid feed to the slot is not by pumps or high pressure vessels but by small lifting cylinders, which allow precise metering of the coating fluid to provide the constant mass flow that is required for the coating process. Here, mass flow depends on coating speed U_w and nano coat thickness h as well as density ρ of the applied fluid as follows:

$$\dot{m} = \frac{\dot{M}}{B} = \rho U_w h$$

Eine Lösung hierfür sind neuartige, patentierte FMP-Schlitzdüsen, mit denen im Gegensatz zu herkömmlichen Düsen unterschiedlichste Beschichtungsflüssigkeiten (mit ungleichen Viskositäten) verarbeitet werden können, ohne dass sich Qualitätseinbußen in der Querverteilungsgenauigkeit einstellen. Zudem haben Änderungen des Massenstroms (also der Nassfilmschichtdicke) keinen Einfluss mehr auf die Querverteilungsgenauigkeit der aufzutragenden Flüssigkeitsschicht.

BESCHICHTUNGSPROZESSE FÜR DIE NANO-BESCHICHTUNG

I. BEAD-COATING-MODE. Da die Nano-Beschichtungen meist bei kleineren Geschwindigkeiten realisiert werden, kommen die Schlitzdüsen im sogenannten «Bead-Coating-Mode» zur Anwendung, einem Beschichtungsverfahren, das in Abbildung 2 skizziert ist.

Die Flüssigkeitszuführung zur Schlitzdüse erfolgt bei Nano-Beschichtungen nicht durch Pumpen oder Hochdruckbehälter, sondern über kleine Hubzylinder, die eine präzise Dosierung des Beschichtungsfluids zulassen, um den für die Beschichtung notwendigen konstanten Massenstrom zu gewährleisten. Der Massenstrom hängt hierbei mit der Beschichtungsgeschwindigkeit U_w und der Nano-Schichtdicke h sowie der Dichte ρ des aufgetragenen Fluids wie folgt zusammen:

$$\dot{m} = \frac{\dot{M}}{B} = \rho U_w h$$

In dieser Formel ist \dot{M} die Gesamtmasse, die von den Hubzylindern bereitgestellt wird und B die Breite des Substrats, das auf der Rolle aufgespannt ist. Mit $\dot{m} = \text{const.}$ lässt sich, bei bekannter Dichte ρ und Beschichtungsgeschwindigkeit U_w , die Schichtdicke über den Massenstrom bestimmen. Änderungen der Schichtdicke sind so leicht und definiert möglich.

Die quer zur Beschichtungsrichtung aufgetragene, geforderte Gleichverteilung der Nassfilmdicke h wird üblicherweise durch das spezifische Verteilersystem einer Schlitzdüse gewährleistet. Untersuchungen der FMP TECHNOLOGY GMBH zeigten, dass die eingestellte Qualität der Querverteilung nur so lange gewährleistet ist, wie der Massenstrom der Düse die unten aufgeführte Beziehung erfüllt. Diese bringt zum Ausdruck, dass die vertikale Stellung des Ausströmungsschlitzes nur so lange mit Fluid gefüllt werden kann, wie es möglich ist, einen Massenstrom bereitzustellen, der die folgende Bedingung erfüllt:

$$\dot{m} = \rho U_w h > \frac{\rho^2 g b^3}{12\mu} \frac{H}{L}$$

In dieser Formel ist g die Erdbeschleunigung, b die Spaltbreite, H der Fluidpegel über der Lippenunterkante und L die Länge des Austrittsspalt. Die Anwendung der Schlitzdüsenteknik im «Bead-Coating-Mode» bringt für das Auftragen von dünnen Flüssigkeitsfilmen, infolge der Berührungslosigkeit zwischen Düse und Substratoberfläche, beachtliche Vorteile mit sich. Es zeigt sich jedoch, dass sehr dünne Filme nur mit kleinen Beschichtungsgeschwindigkeiten aufgetragen werden können. Aufgrund der vorliegenden Anforderungen, dünne Flüssigkeitsfilme bei niedrigen Geschwindigkeiten aufzutragen, kann die oben aufgeführte Anforderung an den Massenstrom, der die

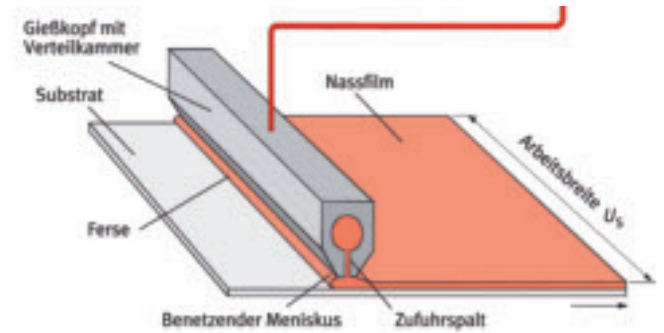


Abb. 2: Schematische Darstellung des Beschichtungsprozesses «Bead-Coating-Mode» mit Schlitzdüsen in 12-Uhr Stellung

Fig. 2: Schematic representation of the coating process called «Bead-Coating-Mode» with slot dies in 12-clock position.

This formula includes \dot{M} , the total mass, which is provided by the lifting cylinders and B , the width of the substrate that is spread across the roller. Layer thickness can be determined from mass flow with $\dot{m} = \text{const.}$ if density ρ and coating speed U_w are known. Changes in layer thickness are thus easily possible, in a defined manner.

The required uniform distribution of wet film thickness transverse to the direction of coating h is usually ensured by the specific distribution system of a slot die. Studies conducted by FMP TECHNOLOGY GMBH have shown that the quality of the transverse distribution is only guaranteed for as long as the mass flow of the die meets the correlation conditions listed below. This expresses the fact that the vertical position of the outlet flow slot can only be filled with fluid for as long as it is possible to provide a mass flow that meets the following requirements:

$$\dot{m} = \rho U_w h > \frac{\rho^2 g b^3}{12\mu} \frac{H}{L}$$

In this formula, g is gravitational acceleration, b is the slot width, h the fluid level above the lower lip edge and L is the length of the exit slot. The use of slot die technology in «bead-coating-mode» comes with considerable advantages for the application of thin liquid films, due to the no-contact aspect between die and substrate surface. It appears, however, that very thin films can only be applied at low coating speeds. Because of this need to apply thin liquid films at low speeds, the above-mentioned demand placed on the mass flow, which streams through the exit orifice of the die, can no longer be met. This means that the 12-clock-position of the slot, shown in Figure 2, needs to be abandoned and, instead, the position shown in Figure 3 needs to be chosen.

Now, in order to support the application of nano-coats onto the most varied substrates, FMP TECHNOLOGY GMBH offers to design and supply a coating station. In essence, the coating station comprises a support for the unwinding of a web-form substrate, a guide pulley and the actual coating roller. The station also includes the complete facilities to install a slot in 5-clock-position, as shown in illustration 3. Depending on requirements, the height of the coating roller can be adjusted to integrate the coating station easily into existing coating systems. Versions with different roll widths are possible and concentricity of up to ± 1 micron can be achieved with the units.

Ausgangsöffnung der Düse durchströmt, nicht mehr eingehalten werden. Dies macht es erforderlich, die 12-Uhr-Stellung der Schlitzdüse, die in Abbildung 2 aufgeführt ist, aufzugeben und eine Einstellung zu wählen, die in Abbildung 3 skizziert ist.

Um die Herstellung von Nanoschichten auf die unterschiedlichsten Substrate zu unterstützen, bietet die FMP TECHNOLOGY GMBH an, eine Beschichtungsstation auszulegen und zu liefern. Die Beschichtungsstation besteht im Wesentlichen aus einer Halterung für die Abwicklung eines bahnförmigen Substrats, einer Umlenkrolle und der eigentlichen Beschichtungswalze. Die Station beinhaltet zudem die gesamten Einrichtungen, um eine Schlitzdüse in der 5-Uhr-Position zu installieren, wie in Abbildung 3 angedeutet ist. Die Höhe der Beschichtungswalze kann je nach den Anforderungen angepasst werden, um die Beschichtungsstation leicht in bestehende Beschichtungsanlagen integrieren zu können. Ausführungen mit unterschiedlichen Rollenbreiten sind realisierbar, wobei Rundlaufgenauigkeiten von bis zu $\pm 1\mu\text{m}$ mit den Anlagen erreichbar sind.

Die FMP TECHNOLOGY GMBH unterstützt auch die Einführung des gesamten Beschichtungsverfahrens, um innerhalb von kurzer Zeit Nassfilmschichtdicken im Bereich von wenigen μm auf bahnförmigen Materialien in der geforderten Qualität aufzutragen. Das hierfür erfolgreich etablierte Vorgehen sieht wie folgt aus:

Zunächst wird das für die Beschichtung vorgesehene Fluid hinsichtlich seiner Viskosität und Oberflächenspannung zusammen mit dem zu beschichtenden Substrat (Kontaktwinkel) untersucht. Die gewonnenen Daten sowie die kundenseitig angestrebten Prozessparameter dienen zur Berechnung von sogenannten Beschichtungsfenstern. Diese geben einen Rückschluss darüber, inwiefern sich ein Medium bei einer bestimmten Substratgeschwindigkeit in der gewünschten Nano-Schichtdicke mit Hilfe des Schlitzdüsenverfahrens beschichten lässt. Sofern die Berechnungen ein positives Ergebnis liefern, bietet die FMP TECHNOLOGY GMBH Verifikationsexperimente im eigenen Technikum und vor Ort auf Kunden-Anlagen an. Diese umfassen auch Materialverträglichkeits- und Dauerdurchsatzuntersuchungen, bei denen das Beschichtungsmedium im Dauerbetrieb hinsichtlich etwaiger Agglomeratbildungen untersucht wird. Ferner stehen der FMP TECHNOLOGY GMBH diverse Beschichtungsanlagen zur Verfügung, um Testbeschichtungen im «Batch»- oder Endlos-Betrieb durchzuführen.

Bei der Durchführung von Untersuchungen mit Schlitzdüsen auf einer Beschichtungsanlage hat sich herausgestellt, dass Schlitzdüsen, wenn sie in der 12-Uhr-Stellung Einsatz finden, einen Mindestmassenstrom erfordern, wie er zuvor angegeben wurde.

Damit ergibt sich für die Schlitzbreite b , die für eine Beschichtung mit einem wässrigen Fluid einer Schlitzdüse in der 12-Uhr-Stellung erfüllt sein muss, ein typischer Wert von:

$$b < \sqrt[3]{\frac{12\mu U_w h L}{\rho g H}} \approx 51 \mu\text{m}$$

Diese Anforderung an die Schlitzbreite ist fertigungsbedingt ohne weiteres realisierbar, wobei allerdings die Ebenheitstoleranzen, die es einzuhalten gilt, um eine hohe Gleichverteilungs-

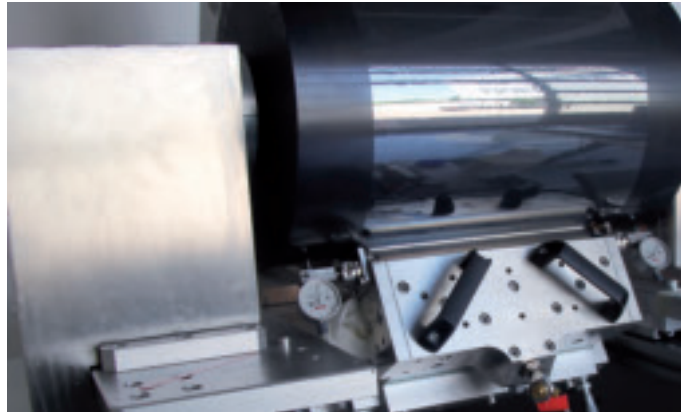


Abb. 3: Beschichtungsanlage im Technikum der FMP TECHNOLOGY GMBH für Beschichtungen in 5-Uhr-Stellung

Fig. 3: Coating system in the test centre of FMP TECHNOLOGY GMBH for coatings in 5-clock position

FMP TECHNOLOGY GMBH also supports the introduction of the entire coating process in order to apply wet film thicknesses of the required quality, in the range of a few microns, to web-form materials within a short time. The successfully established approach for this is as follows:

First, the fluid proposed for coating is investigated in terms of its viscosity and surface tension together with the substrate to be coated (contact angle). The data thus obtained and the process parameters required by the customer are used for the calculation of so-called coating windows. These will allow for drawing a conclusion about how to coat a medium at a given substrate speed at the required nano-coat thickness by means of the slot die process. If the calculations provide a positive result, FMP TECHNOLOGY GMBH offers verification experiments in their own test centre and on site at customer facilities. These include material compatibility tests and permanent flow rate investigations, during which the coating medium is investigated during continuous operation in terms of possible agglomerate formation. Furthermore, FMP TECHNOLOGY GMBH has various coating systems available to carry out test coatings in «batch» or continuous operation mode.

When carrying out investigations with slot dies on a coating system, it has been found that slot dies, when they are used in 12-clock position, require a minimum mass flow, as has been indicated before.

This means that for slot width b , which must be present for coating with waterlike fluid with a slot in the 12-clock-position, the following typical value results:

$$b < \sqrt[3]{\frac{12\mu U_w h L}{\rho g H}} \approx 51 \mu\text{m}$$

From the production side, the slot width requirement can be met without problem; however, the evenness tolerances, which must be adhered to in order to achieve a high level of uniform distribution accuracy, are only difficult to achieve from a production engineering point of view. For this reason, it is advisable to install slot dies in the so-called 5-clock position. Thin nano coats can therefore be applied very well at low speeds by using slot dies in the «bead-coating-mode».

genauigkeit zu erzielen, fertigungstechnisch nur schwer erreichbar sind. Aus diesem Grund ist es empfehlenswert, Schlitzdüsen in der sogenannten 5-Uhr-Stellung anzubringen.

Dünne Nano-Schichten können demnach mit Schlitzdüsen im «Bead-Coating-Mode» bei geringen Geschwindigkeiten sehr gut aufgetragen werden.

II. CURTAIN-COATING-MODE. Ein alternativer Beschichtungsprozess, der in der Industrie mit Hilfe von Schlitzdüsen realisiert wird, stellt das «Curtain-Coating» dar. Die schematische Darstellung dieses Prozesses zeigt die nachfolgende Abbildung Nr. 4. Um fehlerfreie Beschichtungen mit diesem Beschichtungsverfahren zu realisieren, muss das nachfolgende Kriterium eingehalten werden:

$$\dot{m} = \rho U_w h > \sqrt{2\sigma\rho b}$$

Für die Herstellung von dünnen Schichten im Bereich von $h \leq 10 \mu\text{m}$ und gleichzeitig niedrigen Beschichtungsgeschwindigkeiten von $U < 30 \text{ m/min.}$ ergibt sich damit für die erforderliche Schlitzbreite b einer Beschichtungsdüse:

$$b < \frac{\rho U_w^2 h^2}{2\sigma} \approx 0,4 \mu\text{m}$$

Dies bedeutet, dass für die Beschichtung von Nassfilmen mit wenigen μm Schichtdicken und kleinen Geschwindigkeiten, lediglich der «Bead-Coating-Mode» zum Einsatz gebracht werden kann, da die für den «Curtain-Coating-Mode» erforderliche Schlitzbreitenanforderung ($0,4 \mu\text{m}$) fertigungsbedingt nicht realisierbar ist.

ZUSAMMENFASSUNG. Die FMP TECHNOLOGY GMBH trägt Sub-Mikro-Schichten aus flüssigen Lösungen als Flüssigfilme auf Beschichtungen von bahnförmigen Folien, Metallen, Textilien, Papieren, etc. Stückgüter wie Gläser, Wafer, Hölzer, Kunststoffplatten, etc. können so realisiert werden. Dabei ist das Besondere des hier betrachteten Schichtauftrags, dass die Nassfilmdicken nur wenige μm an Schichtdicke aufzeigen, was bislang als unmöglich mit Schlitzdüsen zu realisieren galt. Die Beschichtungstechnik für diese dünnen Schichten erfordert allerdings besondere Kenntnisse im Umgang mit den eingesetzten Schlitzdüsen, um eine hohe Querverteilungsgenauigkeit zu gewährleisten.

Innerhalb der FMP TECHNOLOGY GMBH wurde ein gesonderter Bereich der Beschichtungstechnik eingerichtet, um die eingesetzte Technik zur Herstellung von dünnen Nassfilmen auf Substraten weiterzuentwickeln. Die damit notwendig gewordenen Laboreinrichtungen konnten geschaffen bzw. so umgebaut werden, dass die Eigenheiten dünner Schichten in den durchgeführten experimentellen Untersuchungen Berücksichtigung finden. Diese Arbeiten wurden vor einiger Zeit erfolgreich zum Abschluss gebracht, so dass es nun möglich ist, die gewonnenen Erkenntnisse gezielt in der Praxis einzusetzen. Der vorliegende Kurzbericht soll dieser Information dienen.

FMP TECHNOLOGY GMBH,
D-91058 Erlangen,
www.fmp-technology.com

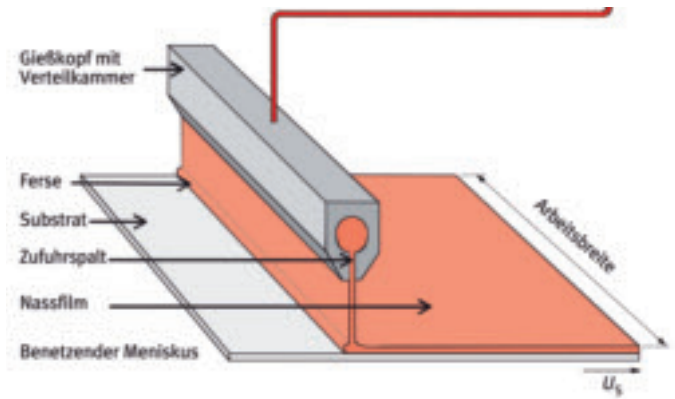


Abb. 4: Schlitzdüse, betrieben im «Curtain-Coating-Mode»
Fig.4: Slot die, operated in «curtain-coating-mode»

II. CURTAIN-COATING-MODE. An alternative coating process that is used in the industry and involves slot dies is that of «Curtain-Coating». A schematic representation of this process is shown in the following illustration, Fig. 4. In order to execute error-free coating with this coating process, the following criterion must be met:

$$\dot{m} = \rho U_w h > \sqrt{2\sigma\rho b}$$

For the production of thin layers in the range of $h \leq 10 \mu\text{m}$ and at the same low coating speeds of $U < 30 \text{ m/min.}$, hence, a required coating die slot width value results of:

$$b < \frac{\rho U_w^2 h^2}{2\sigma} \approx 0,4 \mu\text{m}$$

This means that, for coating with wet coats of minor μm layer thickness and at low speeds, only the «bead-coating-mode» can be used, since the required slot width for the «curtain-coating-mode» ($0,4 \mu\text{m}$) is not feasible from the production side.

SUMMARY. FMP TECHNOLOGY GMBH applies submicro-layers from liquid solutions as liquid coats. Coating of web-form films, metals, textiles, papers, etc. products like glass, semiconductor wafer, wood, plastic sheets, etc. will all be possible that way. The special feature of the coat application investigated here is that wet film thicknesses only present with a few microns in thickness, something that was previously thought of as impossible to realise with slot dies. The coating technology for these thin layers, however, requires special skills and the slot dies used must take into consideration specific features that, with large application quantities (i.e. high layer thickness) do not need to be considered in dealing with the slot dies used, in order to ensure a high level of transverse distribution accuracy. FMP TECHNOLOGY GMBH has set up a special in-house coating engineering section in order to advance development of the technology used to produce thin wet coats on substrates. The laboratory facilities that thus have become necessary were able to be created or modified so that the special properties presented by thin layers will be taken into account in the experiments that are being carried out. The works were successfully completed a few days ago, so that it will now be possible to practically implement the knowledge obtained in a target-oriented manner. This brief report is intended to serve as information about this development.