



(10) **DE 10 2010 055 042 B4** 2013.06.06

(12)

## Patentschrift

(21) Aktenzeichen: **10 2010 055 042.6**  
(22) Anmeldetag: **17.12.2010**  
(43) Offenlegungstag: **21.06.2012**  
(45) Veröffentlichungstag  
der Patenterteilung: **06.06.2013**

(51) Int Cl.: **G01N 17/00** (2006.01)  
**G01B 11/06** (2006.01)  
**G01N 21/25** (2006.01)  
**G01N 21/59** (2006.01)  
**C23F 15/00** (2006.01)

Innerhalb von drei Monaten nach Veröffentlichung der Patenterteilung kann nach § 59 Patentgesetz gegen das Patent Einspruch erhoben werden. Der Einspruch ist schriftlich zu erklären und zu begründen. Innerhalb der Einspruchsfrist ist eine Einspruchsgebühr in Höhe von 200 Euro zu entrichten (§ 6 Patentkostengesetz in Verbindung mit der Anlage zu § 2 Abs. 1 Patentkostengesetz).

(73) Patentinhaber:  
**EADS Deutschland GmbH, 85521, Ottobrunn, DE**

(72) Erfinder:  
**Hack, Theo, Dipl.- Ing., 85635, Höhenkirchen-  
Siegertsbrunn, DE; Palani, Siva, 85521,  
Riemerling, DE**

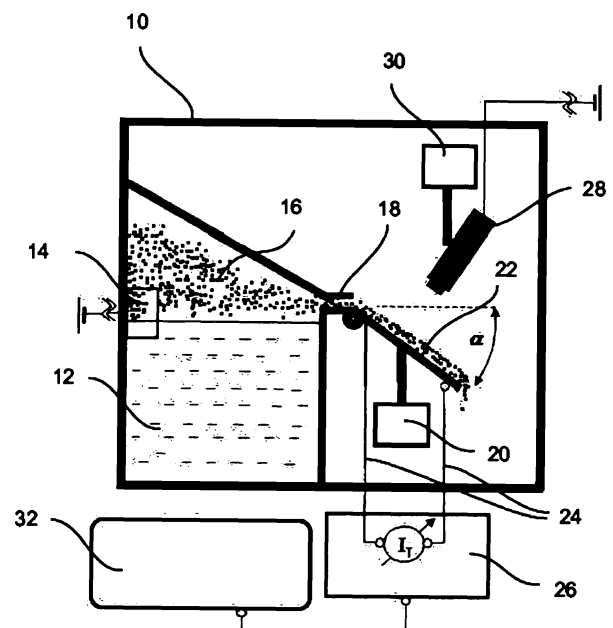
(74) Vertreter:  
**Rösler Rasch & Partner Patent- und  
Rechtsanwälte Partnerschaftsgesellschaft, 81241,  
München, DE**

(56) Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht  
gezogene Druckschriften:

DE	33 04 648	C2
EP	1 746 408	A1

(54) Bezeichnung: **Verfahren und Vorrichtung zur Bildung eines Elektrolytfilms auf einer Elektrodenoberfläche**

(57) Hauptanspruch: Verfahren zur Bildung eines Elektrolytfilms auf einer Elektrodenoberfläche, dadurch gekennzeichnet, dass  
(a) der flüssige Elektrolyt in einen Hohlraum zur Bildung eines Elektrolytnebels zerstäubt wird;  
(b) der Elektrolytnebel aus dem Hohlraum über eine Öffnung austritt und anschließend über die hinter der Öffnung nach schräg unten ausgerichtete Elektrodenoberfläche strömt,  
(c) wodurch sich auf der Elektrodenoberfläche ein Elektrolytfilm ausbildet,  
(d) wobei die Dicke des Elektrolytfilms über den Neigungswinkel der Elektrodenoberfläche eingestellt wird.



**Beschreibung**

**[0001]** Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Bildung eines Elektrolytfilms auf einer Elektrodenoberfläche. Ein solches Verfahren bzw. eine solche Vorrichtung dient dazu, die galvanische Korrosion zwischen unterschiedlichen metallischen Werkstoffen unter unterschiedlichen Bedingungen zu untersuchen.

**[0002]** Atmosphärische Korrosionsphänomene unter dünnen Elektrolytfilmen treten vor allem im Inneren von Luftfahrzeugen während bestimmter Flugphasen oder nach der Landung auf. Dabei kann die Außenhauttemperatur der Rumpfstruktur auf bis zu ca.  $-55^{\circ}\text{C}$  absinken, so dass sich die der Umgebung ausgesetzten Bauteile entsprechend abkühlen und sich auf deren Strukturinnenseite Kondensat und Eis bilden, mit der Folge, dass miteinander elektrisch leitend verbundene unterschiedliche metallische Werkstoffe während des Vorliegens einer wässrigen Phase galvanischer Korrosion unterliegen.

**[0003]** Bisher wird die galvanische Korrosion dadurch untersucht, dass z. B. das zu untersuchende Substrat auf eine Temperatur unterhalb des Taupunktes des Elektrolyten abgekühlt wird, so dass sich auf dem Substrat ein im Wesentlichen aus Wasser bestehender Elektrolytfilm ausbildet. Nachteilig dabei ist, dass die Filmbildung nicht im Hinblick auf die Elektrolytleitfähigkeit und -zusammensetzung gesteuert werden kann. Nachdem sich der Elektrolytfilm gebildet hat, ergibt sich eine unkontrollierbare und nicht zu verhindernde Verdunstung des Filmes, so dass die Einstellung der Filmdicke sehr empfindlich ist gegenüber Änderungen der Umgebungsbedingungen wie Temperatur und relative Luftfeuchte. Das Kondensationsverhalten und die Filmbildung sind eine Funktion der thermischen Leitfähigkeit des Substrates oder der Substratkombination sowie der Oberflächenbeschaffenheit und daher ist es schwierig, einen gleichförmigen Film auf einem aus verschiedenen Materialien bestehenden Substrat auszubilden.

**[0004]** In einer alternativen Methode wird der Elektrolytfilm auf dem Substrat dadurch gebildet, dass mittels einer Pipette eine für eine gewünschte Schichtdicke erforderliche definierte Elektrolytmenge aufgebracht wird, die sich mehr oder weniger gleichmäßig auf der Substratoberfläche verteilt. Dabei kann die Gleichförmigkeit der Schicht nur angenommen werden. Ferner wird es – wie bei obigem Verfahren – unkontrollierbare Verdunstungseffekte geben.

**[0005]** In der EP 17 46 408 A1 wird ein Verfahren beschrieben, bei dem die Oberfläche eines zu testenden Materials mit einem Nebel von Flüssigkeitströpfchen besprüht wird, wobei es Ziel ist, die Widerstandsfähigkeit der Materialoberfläche gegen die

se Substanzen bzw. die Substanzen, aus denen die Tröpfchen bestehen, zu testen.

**[0006]** In der DE 33 04 648 C1 wird ein Verfahren beschrieben, bei dem ein Film aus einer wässrigen Flüssigkeit auf eine Oberfläche aufgebracht wird, in dem ein Nebel aus feinen Tröpfchen erzeugt wird, der sich als Film bzw. Beschichtung auf der Oberfläche ausbildet.

**[0007]** Hiervor ausgehend liegt der Erfindung die Aufgabe zugrunde, ein gattungsgemäßes Verfahren und eine Vorrichtung bereitzustellen, die es ermöglicht, auf einem Substrat einen reproduzierbaren Elektrolytfilm mit einer vorgebbaren Filmdicke auszubilden und dies unabhängig vom verwendeten Substratmaterial und der Elektrolytzusammensetzung.

**[0008]** Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe durch die in den unabhängigen Ansprüchen enthaltenden Merkmale gelöst. Vorteilhafte Weiterbildungen der Erfindung ergeben sich aus den Unteransprüchen. Die Erfindung ermöglicht genaue und reproduzierbare parametrische Untersuchungen von galvanischer Korrosion, insbesondere im Hinblick auf die Filmdicke in Abhängigkeit von zu untersuchenden Materialien und Elektrolyten. Dabei ist die Filmbildung im Gegensatz zum Stand der Technik beinahe unabhängig von der thermischen Leitfähigkeit des Substrates und der Zusammensetzung des Elektrolyten.

**[0009]** Die Erfindung ergibt sich aus den Merkmalen der unabhängigen Ansprüche. Vorteilhafte Weiterbildungen und Ausgestaltungen sind Gegenstand der abhängigen Ansprüche.

**[0010]** Das erfindungsgemäße Verfahren ist dadurch gekennzeichnet, dass

- (a) ein flüssiger Elektrolyt in einen Hohlraum zur Bildung eines Elektrolytnebels zerstäubt wird;
- (b) der Elektrolytnebel aus dem Hohlraum über eine Öffnung austritt und anschließend über eine hinter der Öffnung nach schräg unten ausgerichtete Elektrodenoberfläche strömt,
- (c) wodurch sich auf der Elektrodenoberfläche ein Elektrolytfilm ausbildet,
- (d) wobei die Dicke des Elektrolytfilms über den Neigungswinkel der Elektrodenoberfläche eingestellt wird.

**[0011]** Die erfindungsgemäße Vorrichtung ist dadurch gekennzeichnet, dass diese einen Elektrolytbehälter umfasst, der über eine Zerstäubungseinrichtung mit einer Nebelkammer zur Aufnahme von zerstäubtem Elektrolyten kommuniziert und die Nebelkammer einen Nebelauslass umfasst, ferner eine Halterung zur Fixierung der Elektrodenoberfläche in einem vorgebbaren Neigungswinkel vorgesehen ist, so dass durch den Nebelauslass austretbarer Elek-

trolytnebel über die Elektrodenoberfläche zur Bildung eines Elektrolytfilmes strömt.

**[0012]** Gemäß einer vorteilhaften Weiterbildung der Erfindung wird der Elektrolyt mit einem nichtionischen Tensid, vorzugsweise 0,05 bis 1 vol.% Tensid gemischt. Dadurch lässt sich die Oberflächenspannung zwischen Flüssigkeit und der Oberfläche reduzieren, wodurch die Benetzbarkeit des Substrates und damit die Bildung eines homogenen Films verbessert wird. Vorzugsweise wird als Tensid Triton X114 verwendet.

**[0013]** Gemäß einer vorteilhaften Weiterbildung der Erfindung ist die Zerstäubungseinrichtung als Piezozerstäuber ausgebildet. Piezokeramische Ultraschallzerstäuber zeichnen sich durch geringen Energiebedarf, niedrige Unterhaltskosten und lange Lebensdauer sowie insbesondere durch individuell einstellbare homogene Tröpfchenverteilung aus.

**[0014]** Gemäß einer vorteilhaften Weiterbildung der Erfindung ist die Halterung in einem Winkel zur Horizontalen neigungsverstellbar. Dadurch lässt sich die Strömungsgeschwindigkeit des Elektrolyten über das Substrat und damit die Filmdicke einstellen.

**[0015]** Gemäß einer vorteilhaften Weiterbildung der Erfindung weist der Nebelauslass einen verstellbaren Öffnungsquerschnitt auf. Damit lässt sich die Menge des ausströmenden Elektrolyten und damit in Verbindung mit der Neigung des Substrates die Filmdicke einstellen.

**[0016]** Gemäß einer vorteilhaften Weiterbildung der Erfindung ist diese in einer geschlossenen Kammer untergebracht. Dadurch lassen sich Einflüsse von Außentemperatur und/oder Luftfeuchtigkeit auf die Filmdicke bzw. das Korrosionsverhalten minimieren.

**[0017]** Gemäß einer vorteilhaften Weiterbildung der Erfindung umfasst diese eine optische Erfassungseinrichtung, mittels der die Filmdicke des Elektrolytfilmes messbar ist. Auf diese Weise lässt sich in Verbindung mit einer Regeleinrichtung, vorzugsweise einem Computer, über die Öffnung des Nebelauslasses und/oder die Neigung des Substrates die Filmdicke automatisiert regeln bzw. nachregeln.

**[0018]** Gemäß einer vorteilhaften Weiterbildung der Erfindung ist die optische Erfassungseinrichtung hinsichtlich des Erfassungspunktes verstellbar, um die Filmdicke an verschiedenen Stellen der Elektrodenoberfläche zu erfassen. Dadurch lässt sich sicherstellen, dass auch über dem gesamten Substrat, insbesondere an den beiden Materialien annähernd die gleiche Filmdicke vorliegt bzw. die vorliegende Filmdickenverteilung bekannt ist.

**[0019]** Gemäß einer vorteilhaften Weiterbildung der Erfindung ist die optische Erfassungseinrichtung als Spektroskop oder Spektrometer ausgebildet, das die Filmdicke mittels optischer Spektroskopie misst.

**[0020]** Gemäß einer vorteilhaften Weiterbildung der Erfindung ist in der Nebelkammer ein regelbarer Ventilator angeordnet, der die Menge des über den Nebelauslass austretenden Elektrolytnebels steuert. Dadurch lässt sich die Menge des austretenden Nebels besser steuern.

**[0021]** Gemäß einer vorteilhaften Weiterbildung der Erfindung ist die vorbeschriebene Vorrichtung Bestandteil einer Einrichtung zur Untersuchung galvanischer Korrosion, wobei das Substrat zwei oder mehr koplanar angeordnete Flächen unterschiedlicher Materialien umfasst, die jeweils Elektroden bilden und die Elektroden mittels Verbindungsleitungen mit einer Strommessenrichtung verbindbar sind. So können die jeweiligen Ströme zwischen den Elektroden gemessen werden. Die Verbindungsleitungen können auch direkt miteinander verbunden werden, wenn die Strommessung nicht erforderlich ist, da eine galvanische Korrosion zwischen den Elektroden eine leitende Verbindung zwischen diesen erfordert.

**[0022]** Weitere Vorteile, Merkmale und Einzelheiten ergeben sich aus der nachfolgenden Beschreibung, in der – unter Bezug auf die Zeichnung – ein Ausführungsbeispiel im Einzelnen beschrieben ist. Beschriebene und/oder bildlich dargestellte Merkmale bilden für sich oder in beliebiger, sinnvoller Kombination den Gegenstand der Erfindung, gegebenenfalls auch unabhängig von den Ansprüchen. Gleiche, ähnliche und/oder funktionsgleiche Teile sind mit gleichen Bezugszeichen versehen.

**[0023]** Dabei zeigt

**[0024]** [Fig. 1](#): eine Vorrichtung gemäß der Erfindung

**[0025]** [Fig. 2](#): ein Substrat mit 2 Elektroden.

**[0026]** Die [Fig. 1](#) zeigt eine luftdicht verschließbare Kammer **10**, in dem ein Elektrolytbehälter **12** angeordnet ist, in dem sich ein Elektrolyt, beispielsweise 0,1 mol/l Natriumchlorid befindet. Ein Zerstäuber **14**, vorzugsweise als Piezozerstäuber ausgebildet, dient dazu, Elektrolyten aus dem Elektrolytbehälter **12** in Mikrotröpfchen in einer Größe von ca. 0,5–6 µm zu zerstäuben, die sich in der Nebelkammer **16** sammeln. Die Nebelkammer **16** weist einen Nebelauslass **18** auf, der vorzugsweise einen verstellbaren Querschnitt aufweist, um die Menge des austretenden Elektrolytnebels zu steuern.

**[0027]** Ferner ist eine Substrathalterung **20** vorgesehen, auf der das Substrat **22** befestigt wird, wobei der Neigungswinkel  $\alpha$  des Substrates zur Horizontala-

len veränderbar ist. Das Substrat **22** ist in [Fig. 2](#) näher beschrieben und umfasst mindestens zwei koplanare Flächen unterschiedlicher Materialien, die beide als Elektroden fungieren. Alle Elektroden sind mittels Verbindungsleitungen **24** mit einer Strommess-einrichtung **26**, vorzugsweise einem Amperemeter, verbunden. Die Strommesseinrichtung **26** kann auch Schalteinrichtungen umfassen, um eine direkte Verbindung zwischen Elektroden zu bewirken.

**[0028]** Ferner enthält die Kammer **10** eine optische Erfassungseinrichtung **28**, vorzugsweise ein Spektroskop oder Spektrometer, die über eine Verstelleinrichtung **30** verstellbar ist, um unterschiedliche Stellen auf dem Substrat **22** zu erfassen.

**[0029]** Die Strommesseinrichtung **26** ist mit einer Regeleinrichtung **32** gekoppelt, um die Anordnung zu steuern bzw. die gemessenen Ströme zu erfassen und auszuwerten. Die optische Erfassungseinrichtung **28**, sowie deren Verstelleinrichtung **30**, der Zerstäuber **14**, die Substrathalterung **20** und die Querschnittsverstellung des Nebelauslasses **18** sind über nicht dargestellte Leitungen ebenfalls mit der Regeleinrichtung **32** gekoppelt.

**[0030]** In [Fig. 2](#) ist eine Ansicht des Substrates **22** dargestellt, das aus zwei koplanaren unterschiedlichen nebeneinander angeordneten Elektroden **40**, **42** besteht, beispielsweise kohlefaserverstärkter Kunststoff und Aluminium. Das Substrat **22** kann auch aus mehr als zwei Elektroden bestehen, insbesondere drei oder vier, die dann jeweils über Verbindungsleitungen **24** mit der Strommesseinrichtung **26** verbunden sind.

**[0031]** Im Betrieb wird ein zu untersuchender Elektrolyt vorbereitet und in den Elektrolytbehälter **12** eingefüllt. Dem Elektrolyten wird vorzugsweise ein nichtionisches Tensid zugemengt, um die Oberflächenspannung zwischen der Flüssigkeit und der zu benetzenden Oberfläche zu verringern und damit die Benetzbarkeit des Substrates zu vereinfachen und die Bildung einer möglichst homogenen Elektrolytschicht zu ermöglichen. Mittels des Zerstäubers **14** wird der Elektrolyt in die Nebelkammer **16** zerstäubt. Der Elektrolytnebel strömt aus der Nebelkammer **16** durch den Nebelauslass **18** und anschließend über das geneigte Substrat **22**, wobei die Strömungsmenge durch Anpassung des Öffnungsquerschnitts des Nebelauslasses **18** eingestellt wird. Der kontinuierliche Nebelstrom über das geneigte Substrat **22** erzeugt einen nach einiger Zeit konstanten Elektrolytfilm auf dem Substrat von durch die Neigung des Substrates **22** vorgegebener Filmdicke. Dann befindet sich der Elektrolyt im Gleichgewichtszustand mit dem kontinuierlich fließenden Nebelstrom, der damit entgegen dem Stand der Technik nicht der Umgebungsatmosphäre ausgesetzt ist. Damit kann eine Verdunstung des Elektrolytfilmes verhindert werden. Durch Verän-

derung des Substrat-Neigungswinkels kann die Filmdicke in weiten Bereichen zwischen 0 und 90  $\mu\text{m}$  eingestellt werden. Dabei wird die Filmdicke mittels des Spektrometers **28** bestimmt, das mittels der Einstell-einrichtung **30** verstellbar ist, um die Filmdicke an verschiedenen Stellen des Substrates **22** zu bestimmen. Falls diese abweicht von den Sollwerten kann mittels der Regeleinrichtung **32** der Querschnitt des Nebelauslasses **18** oder der Neigungswinkel des Substrates **22** verändert werden. Der Neigungswinkel  $\alpha$  wird vorzugsweise in einem Bereich von 0° bis 90° liegen.

**[0032]** Mittels der Kammer **10** werden in deren Inneren geeignete, konstante Verhältnisse (Temperatur, Konvektion) sichergestellt, um die Genauigkeit und Reproduzierbarkeit des Versuchsablaufes zu gewährleisten.

### Patentansprüche

1. Verfahren zur Bildung eines Elektrolytfilmes auf einer Elektrodenoberfläche, **dadurch gekennzeichnet**, dass
  - (a) der flüssige Elektrolyt in einen Hohlraum zur Bildung eines Elektrolytnebels zerstäubt wird;
  - (b) der Elektrolytnebel aus dem Hohlraum über eine Öffnung austritt und anschließend über die hinter der Öffnung nach schräg unten ausgerichtete Elektrodenoberfläche strömt,
  - (c) wodurch sich auf der Elektrodenoberfläche ein Elektrolytfilm ausbildet,
  - (d) wobei die Dicke des Elektrolytfilms über den Neigungswinkel der Elektrodenoberfläche eingestellt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Elektrolyt mit einem nichtionischen Tensid, vorzugsweise 0,1 bis 1 Vol.% Tensid gemischt wird.
3. Vorrichtung zur Bildung eines Elektrolytfilmes auf einer Elektrodenoberfläche, dadurch gekennzeichnet, dass diese einen Elektrolytbehälter (**12**) umfasst, der über eine Zerstäubungseinrichtung (**14**) mit einer Nebelkammer (**16**) zur Aufnahme von zerstäubten Elektrolyten kommuniziert und die Nebelkammer (**16**) einen Nebelauslass (**18**) umfasst, ferner eine Halterung (**20**) zur Fixierung der Elektrodenoberfläche (**22**) in einem vorgebbaren Neigungswinkel vorgesehen ist, so dass durch den Nebelauslass (**18**) austretbarer Elektrolytnebel über die Elektrodenoberfläche (**22**) zur Bildung eines Elektrolytfilmes strömt.
4. Vorrichtung nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Zerstäubungseinrichtung (**14**) als Piezozerstäuber ausgebildet ist.
5. Vorrichtung nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Halterung (**20**) in einem Winkel zur

Horizontalen zwischen 0° und 90° neigungsverstellbar ist.

6. Vorrichtung nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass der Nebelauslass (18) einen veränderbaren Öffnungsquerschnitt aufweist.

7. Vorrichtung nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass diese in einer geschlossenen Kammer (10) untergebracht ist.

8. Vorrichtung nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass diese eine optische Erfassungseinrichtung (28) umfasst, mittels der die Filmdicke des Elektrolytfilmes messbar ist.

9. Vorrichtung nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass die optische Erfassungseinrichtung (28) verstellbar ist, um die Filmdicke an verschiedenen Stellen der Elektrodenoberfläche (22) zu erfassen.

10. Vorrichtung nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass die optische Erfassungseinrichtung (28) als Spektroskop oder Spektrometer ausgebildet ist, das die Filmdicke mittels optischer Spektroskopie misst.

11. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 3 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass in der Nebelkammer (16) ein regelbarer Ventilator angeordnet ist, der die Menge des über den Nebelauslass (18) austretenden Elektrolytnebel steuert.

12. Einrichtung zur Untersuchung galvanischer Korrosion, umfassend die Vorrichtung nach einem der Ansprüche 3 bis 11, wobei ein Substrat, auf dem ein Elektrolytfilm gebildet werden soll, zwei oder mehr koplanar angeordnete Flächen (40, 42) unterschiedlicher Materialien umfasst, die jeweils Elektroden bilden, wobei die Elektroden mittels Verbindungsleitungen (24) mit einer Strommesseinrichtung (26) verbindbar sind.

Es folgt ein Blatt Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

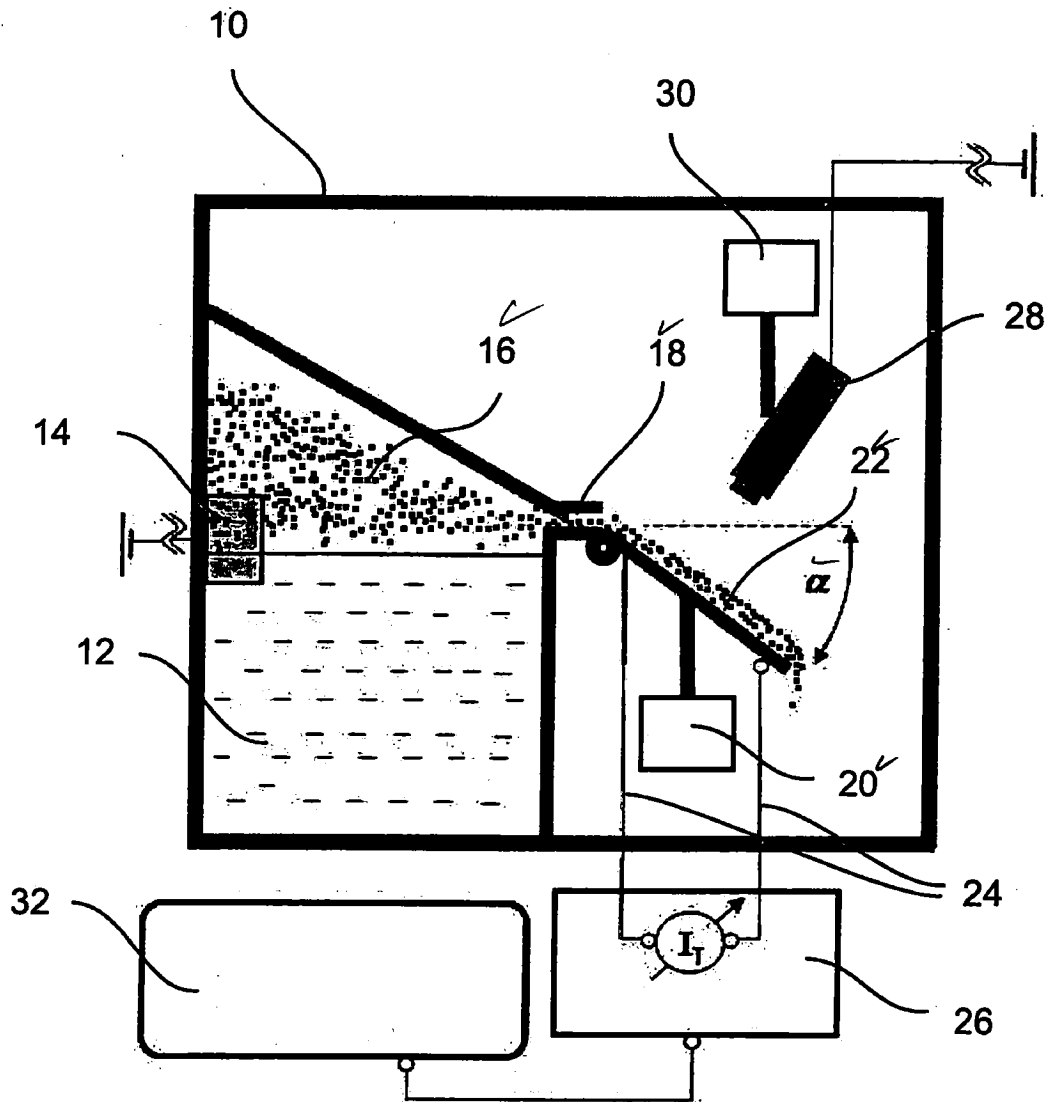


Fig. 1

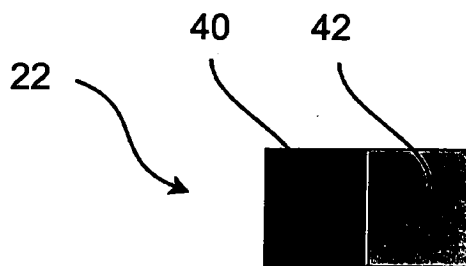


Fig. 2