



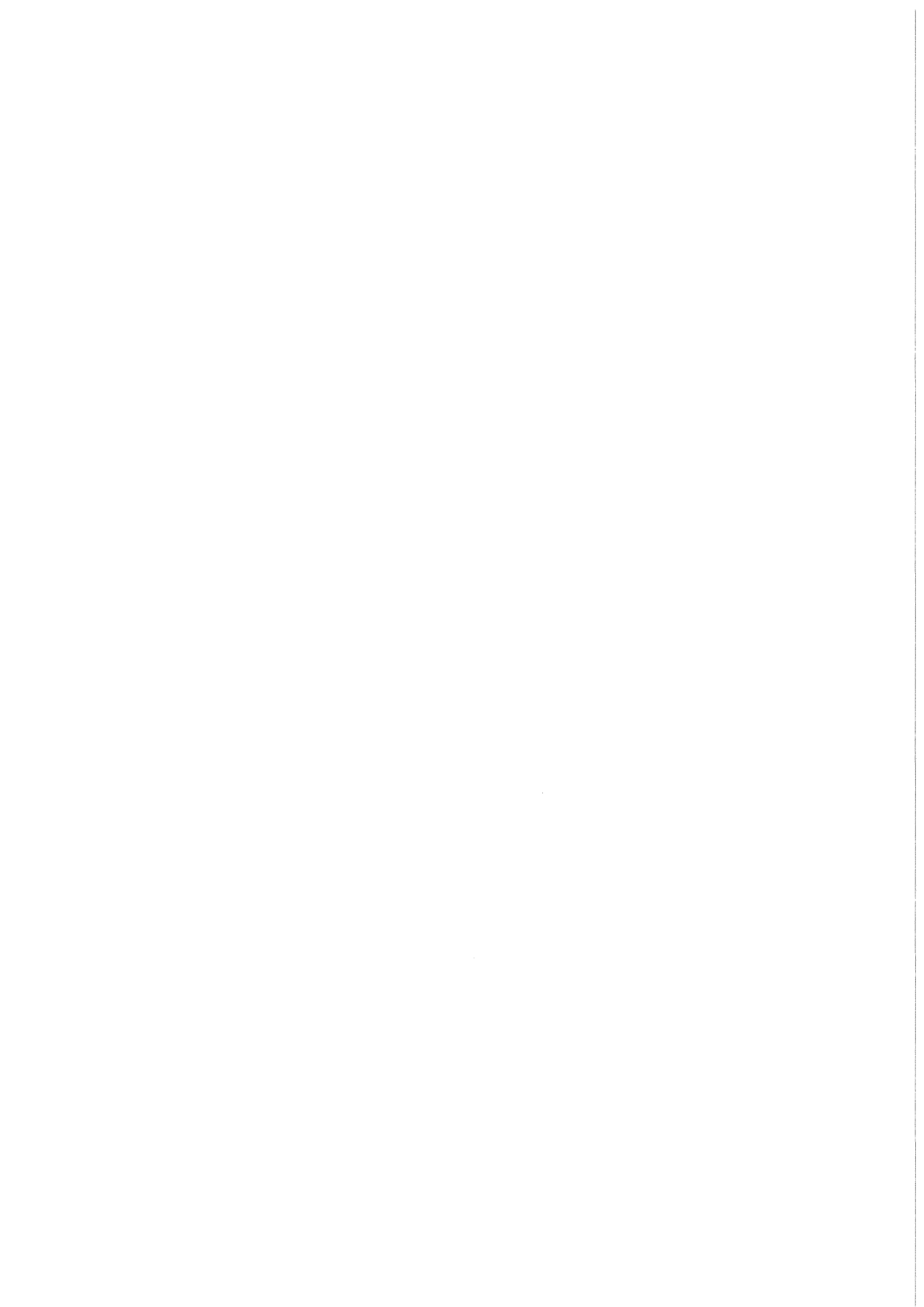
KfK 4267

Mai 1987

# **Untersuchungen zur Herstellung von galvanisierbaren Mikrostrukturen mit extremer Strukturhöhe durch Abformung mit Kunststoff im Vakuum- Reaktionsgießverfahren**

H. Vollmer, W. Ehrfeld, P. Hagmann  
Institut für Kernverfahrenstechnik

**Kernforschungszentrum Karlsruhe**



**KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE**

**Institut für Kernverfahrenstechnik**

**KfK 4267**

**Untersuchungen zur Herstellung von galvanisierbaren Mikrostrukturen  
mit extremer Strukturhöhe durch Abformung mit Kunststoff  
im Vakuum-Reaktionsgießverfahren**

**H. Vollmer \*), W. Ehrfeld, P. Hagmann**

**\*) von der Fakultät für Maschinenbau der Universität Karlsruhe (T.H.)  
genehmigte Dissertation**

**Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe**

Als Manuskript vervielfältigt  
Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH  
Postfach 3640, 7500 Karlsruhe 1

ISSN 0303-4003

## Untersuchungen zur Herstellung von galvanisierbaren Mikrostrukturen mit extremer Strukturhöhe durch Abformung mit Kunststoff im Vakuum-Reaktionsgießverfahren

### Zusammenfassung

Im Rahmen der Entwicklungsarbeiten zur Fertigung von Mikrostrukturen nach dem LIGA-Verfahren wurde ein Vakuum-Reaktionsgießprozeß ausgearbeitet, mit welchem Mikrostrukturen aus Kunststoff mit kleinsten Lateralabmessungen im Mikrometerbereich bei Strukturhöhen von mehreren hundert Mikrometern hergestellt werden können. Die nach dieser Methode auf einer elektrisch leitfähigen Angießplatte erzeugten Kunststoffstrukturen können unmittelbar als Formen für die Fertigung metallischer Mikrostrukturen durch galvanische Metallabscheidung eingesetzt werden. Die Formeinsätze für die beim Reaktionsgießprozeß verwendeten Abformwerkzeuge werden durch Lithographie mit Synchrotronstrahlung und Galvanoformung auf einer elektrisch leitfähigen Grundplatte hergestellt. Besonders stabile, aus einheitlichem Material bestehende Formeinsätze mit extrem planer Oberfläche erhält man durch galvanisches Abscheiden von Metall mehrere Millimeter über die lithographisch erzeugten Resiststrukturen hinaus. Der so hergestellte Formeinsatz wird von der Grundplatte abgetrennt und die Resiststrukturen werden anschließend entfernt.

Die Abformversuche wurden an einer speziell hierfür entwickelten Vakuum-Reaktionsgießanlage durchgeführt. Es wurden Gießharze auf Methacrylat-Basis verwendet, denen zur Verringerung der Haftung des Formstoffes auf dem Formeinsatz ein internes Trennmittel zugesetzt wurde. Am Beispiel der Herstellung von Trenndüsenstrukturen mit kleinsten Lateralabmessungen von ca. 3  $\mu\text{m}$  und einer Strukturhöhe von maximal 310  $\mu\text{m}$  wurde gezeigt, daß der Abformprozeß mit einer Ausbeute von 100 % durchgeführt und eine für die Massenfertigung ausreichende Standzeit der Formeinsätze erreicht werden kann. Hinsichtlich der Ausbeute und der mechanischen Stabilität erwies sich bei einem Härtergehalt von 1,25 % Benzoylperoxid ein Trennmittelgehalt von 3 % bis 4 % als optimal. Der Entformungsprozeß ist bei einer Temperatur, die mindestens 30 K unterhalb der Glasübergangstemperatur des Formstoffes liegt, mit einer Geschwindigkeit von weniger als 100  $\mu\text{m/s}$  durchzuführen. Eine hohe Ausbeute ist nur dann zu erreichen, wenn diese Sollwerte für die Prozeßparameter innerhalb enger Grenzen eingehalten werden. Für eine galvanische Abscheidung von Metall in den Kunststoffformen ist keine absolut metallisch blanke Grundfläche erforderlich. Es ist vielmehr ausreichend, wenn auf der Grundfläche elektrische Kontaktpunkte in einem Abstand vorhanden sind, der die kleinsten lateralen Abmessungen der Mikrostrukturen nicht wesentlich übersteigt.

## Fabrication of Microstructures with Extreme Structural Heights by Vacuum Reaction Injection Molding and Electroforming

### Abstract

Development work on the fabrication of microstructures according to the LIGA technique has resulted in a vacuum reaction injection molding (RIM) process which allows to fabricate plastic microstructures having minimum lateral dimensions in the micrometer range and structural heights of several hundred micrometers. The plastic structures generated by this method on an electrically conductive gate plate can be used directly as templates for the production of metallic microstructures through electroforming. The mold inserts for the molding tools used in the RIM process are fabricated by synchrotron radiation lithography and electroforming on an electrically conductive base plate. Particularly stable mold inserts made of one single material with extremely plane surfaces are obtained by electrodeposition of metal such that it stands by several millimeters over the resist structures generated by lithography. The mold insert produced in this way is separated from the base plate and the resist structures are subsequently removed.

The molding tests were performed at a purpose developed vacuum RIM apparatus. Methacrylate base casting resins were used with an internal mold release agent added in order to reduce the adhesion of the produced part on the mold insert. By the example of fabrication of separation nozzle structures with minimum lateral dimensions of about 3  $\mu\text{m}$  and a maximum structural height of 310  $\mu\text{m}$  it has been demonstrated that molding can be performed at 100 % yield and that service lives of the mold inserts can be achieved which are adequate for mass production. In terms of yield and mechanical stability 3 % to 4 % content of mold release agent proved to be optimum for a hardener content of 1.25 % benzoylperoxide. Unmolding must take place at a rate of less than 100  $\mu\text{m/s}$  and at a temperature which is at least 30 K below the glass transition temperature of the polymerized resin. A high yield can be achieved only if these nominal values of the process parameters are kept within narrow limits. Electrodeposition of metal between the plastic templates on the gate plate does not require a completely bare metallic surface. It is rather sufficient to have electric contact points on the gate plate arranged at such distances that the minimum lateral dimensions of the microstructures are not noticeably exceeded.

## Inhaltsverzeichnis

	Seite:
1. Einleitung und Überblick	1
2. Formeinsätze für die Mikroabformung mit Kunststoffen	6
2.1 Aufbau eines Trenndüsenchips	6
2.2 Herstellungskonzepte für Formeinsätze	9
2.2.1 Grundfläche im Formnest	10
2.2.2 Stirnfläche des Formeinsatzes	10
2.2.3 Konizität des Formnestquerschnittes	11
2.3 Herstellung und Beschaffenheit von Formeinsätzen	12
2.3.1 Durch direkten Aufbau auf der Grundplatte hergestellter Formeinsatz	12
2.3.2 Durch Übergalvanisieren von Resiststrukturen hergestellter Formeinsatz	12
2.4 Modellstrukturen	17
2.5 Weiterentwicklung der Methoden zur Formeinsatzherstellung	18
2.5.1 Mechanische Nachbearbeitung der Formeinsatzstirnfläche	18
2.5.2 Methode zur Erzielung einer ausreichenden Qualität der Formeinsatzstirnfläche ohne mechanische Nachbearbeitung	19
3. Versuchsanordnung und Versuchsdurchführung	21
3.1 Träger- und Angießsystem	21
3.2 Aufbau und Funktionsweise der Versuchsanlage	23
3.3 Formmassen	26
3.4 Prozeßablauf	28
3.4.1 Dosieren und Mischen der Komponenten und Entgasen der Formmasse	28
3.4.2 Befüllen des Formnestes	29
3.4.3 Polymerisation und Temperung	29
3.4.4 Entformung	30

3.5	Thermoanalytische Methoden zur Bestimmung von Formmasse- und Formstoffeigenschaften	30
3.5.1	Dynamische Differenz-Wärmestrom-Kalorimetrie	30
3.5.2	Dynamisch-mechanische Thermoanalyse	32
4.	Einflüsse von Prozeßparametern auf das Abformergebnis	33
4.1	Trennmittelgehalt	33
4.2	Härtergehalt	40
4.3	Entformungstemperatur	40
4.4	Räumliche Temperaturverteilung im Werkzeug	46
4.5	Gasdruck im Formnest vor dem Befüllen	47
4.6	Formmassedruck	48
4.7	Entformungsgeschwindigkeit	51
4.8	Beschaffenheit der Angießplattenoberfläche	51
5.	Diskussion	59
6.	Literatur	63

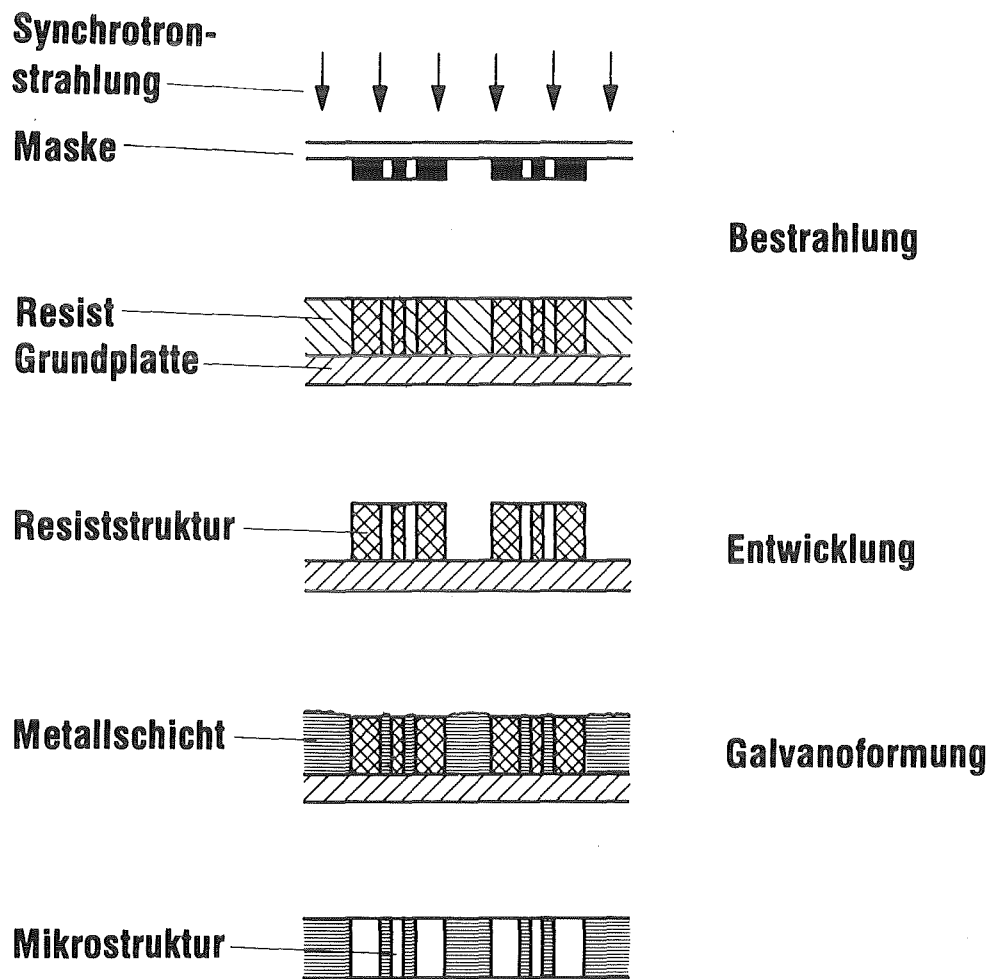


## 1. Einleitung und Überblick

Für die Herstellung von Mikrostrukturen mit extremer Strukturhöhe und großem Aspektverhältnis wird am Kernforschungszentrum Karlsruhe eine neue Basistechnologie der Mikrofertigung entwickelt /1/. Hierbei werden als wesentliche Strukturierungsmethoden die Lithographie mit Synchrotronstrahlung, die Galvanoformung und die Abformung mit Kunststoff genutzt (LIGA-Verfahren). Die mit dieser Technik realisierbaren minimalen Lateralabmessungen liegen im Mikrometerbereich, während die maximalen Strukturhöhen mehrere hundert Mikrometer betragen können.

Die anfangs unter Mitwirkung der Siemens AG, München, und des Fraunhofer-Instituts für Festkörpertechnologie, München, durchgeführten Entwicklungsarbeiten zum LIGA-Verfahren waren zunächst ausschließlich auf die Herstellung extrem kleiner Trenndüsenysteme für die Urananreicherung ausgerichtet /2/. Inzwischen zeichnen sich zahlreiche weitere Anwendungsmöglichkeiten für das LIGA-Verfahren ab, die sich u.a. auf die Bereiche Mikromechanik, Mikroelektronik, Sensorik, Mikrooptik, Fasertechnik, Verfahrenstechnik sowie Medizin- und Biotechnik erstrecken /1/. Seit April 1986 beteiligen sich die Steag AG, Essen, und die Degussa AG, Frankfurt, mit eigenen Mitteln an den Entwicklungsarbeiten zum LIGA-Verfahren.

Die Herstellung von Mikrostrukturen durch Lithographie mit Synchrotronstrahlung (Röntgentiefenlithographie) und Galvanoformung ist in Abb. 1.1 schematisch dargestellt. Ein auf einer elektrisch leitfähigen Grundplatte aufgebracht-er strahlungsempfindlicher Kunststoff (Resist) wird über eine Maske mit Synchrotronstrahlung bestrahlt. Bei dem üblicherweise verwendeten Positivresist wird in den bestrahlten Bereichen die Kettenlänge der Resistmoleküle verkürzt, so daß diese Bereiche selektiv mit einem Entwickler aufgelöst werden können. Nach dem Entwicklungsprozeß verbleiben auf der Grundplatte Resiststrukturen, deren Zwischenräume bei dem nachfolgenden Galvanikschritt unter Verwendung der Grundplatte als Elektrode mit Metall aufgefüllt werden. Abhängig vom Produkt wird anschließend entweder nur der Resist oder - bei räumlich zusammenhängenden Metallstrukturen - zusätzlich auch die Grundplatte entfernt.



**Abb. 1.1:** Herstellung von Mikrostrukturen aus Metall durch Lithographie mit Synchrotronstrahlung (Röntgentiefenlithographie) und Galvanoformung.

Im Gegensatz zu der röntgenlithographischen Strukturierung dünner Resist-schichten, die bei der Massenfertigung hochintegrierter Schaltkreise angewandt werden soll, erfordert die röntgenlithographische Herstellung präziser Resiststrukturen mit großer Strukturhöhe einen verhältnismäßig großen zeitlichen Aufwand. Dies ist dadurch bedingt, daß die extremen Fertigungstoleranzen, die bei der Herstellung von Strukturen mit Lateralabmessungen im Mikrometerbereich bei Strukturhöhen von mehreren hundert Mikrometern eingehalten werden müssen, grundsätzlich die Verwendung höchstauflösender Röntgenresists erfordern. Die gegenwärtig hierfür verfügbaren Resists benötigen typischerweise eine minimale Bestrahlungsdosis von etwa  $1000 \text{ J/cm}^3$  /3,4/. Wegen dieser hohen Minimaldosis einerseits und der schlechten Wärmeabfuhr aus dicken Resist-schichten sowie der begrenzten thermischen Belastbarkeit der Röntgenmaske andererseits sind einer Verkürzung der Bestrahlungszeit durch Erhöhen der Intensität der Synchrotronstrahlung enge Grenzen gesetzt /3, 4/.

Für eine kostengünstige Massenfertigung von Mikrostrukturprodukten mit großer Strukturhöhe, bei denen bei Anwendung der Röntgentiefenlithographie insgesamt relativ große Flächen bestrahlt werden müßten, wird deshalb ein Reproduktionsverfahren entwickelt, das auf der Abformung von durch Röntgentiefenlithographie und Galvanoformung erzeugten Mikrostrukturen beruht. Die praktische Durchführung dieses Reproduktionsverfahrens wird dabei wesentlich durch die räumliche Gestalt des Mikrostrukturproduktes bestimmt. Hängen beispielsweise die eigentlichen Mikrostrukturen mit Teilen zusammen, deren laterale Abmessungen mindestens 100 µm betragen, so kann der in Abb. 1.2 dargestellte Fertigungsprozeß angewandt werden.

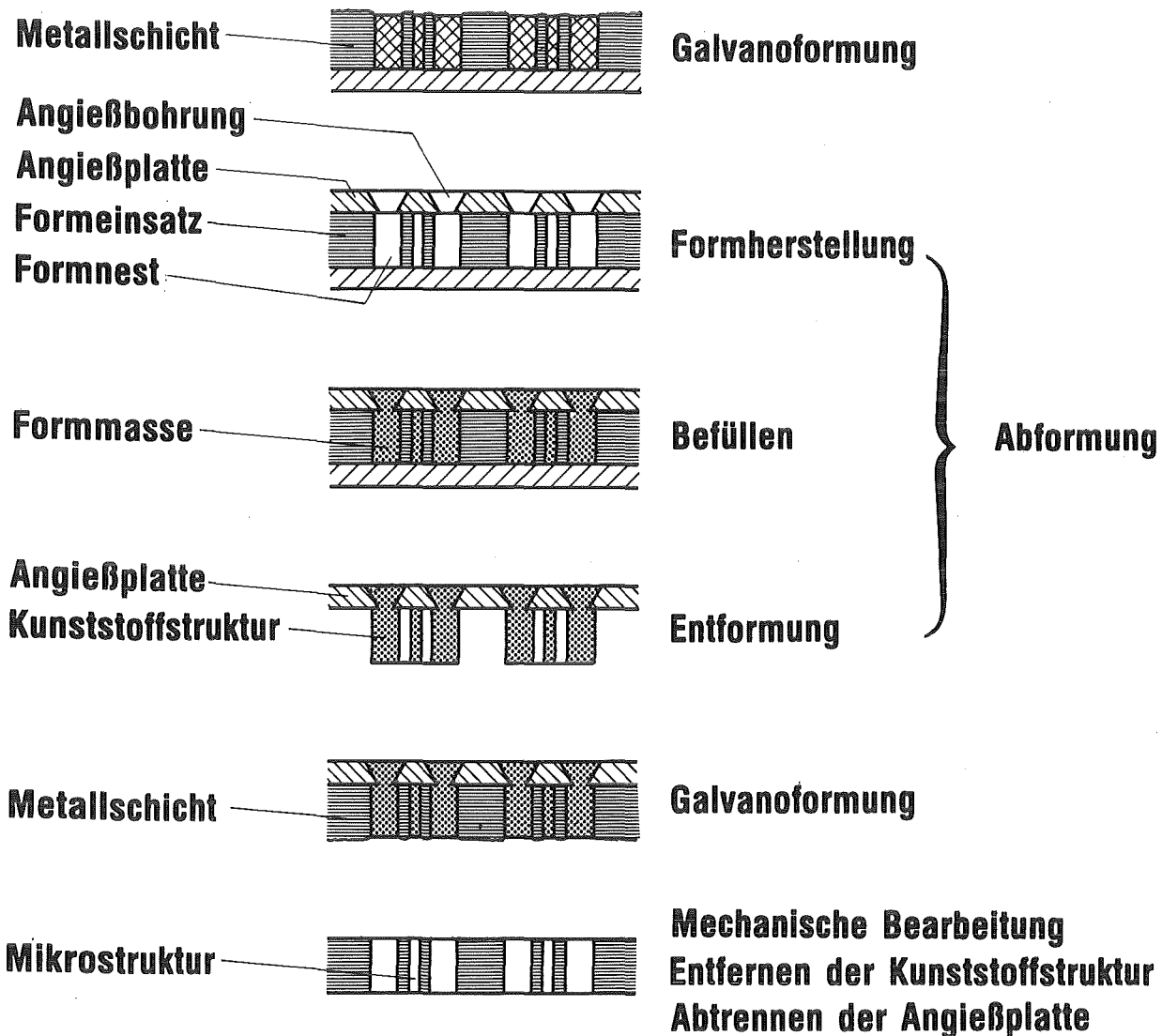


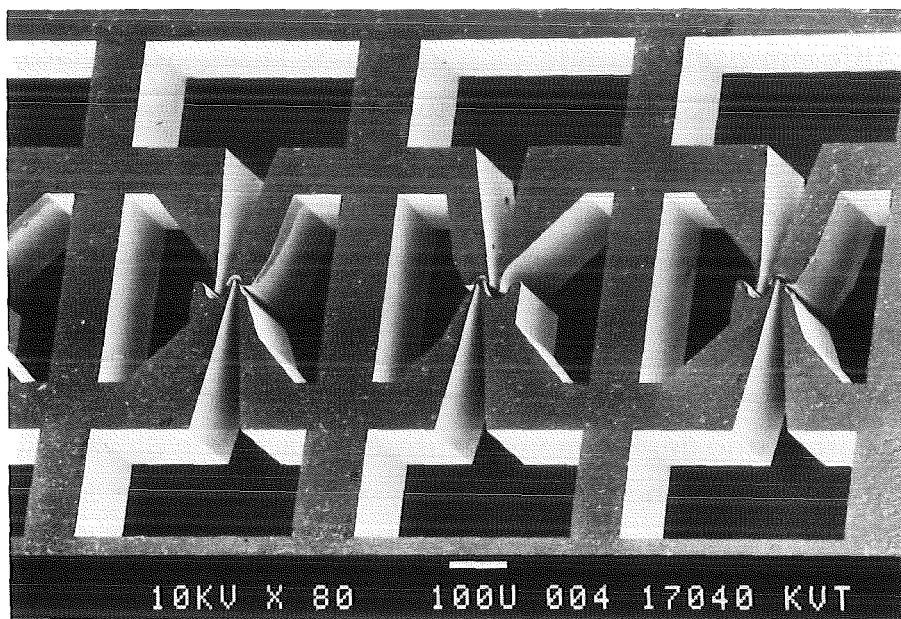
Abb. 1.2: Herstellung von Mikrostrukturen aus Metall durch Abformung mit Kunststoff und Galvanoformung.

Aus einer durch Röntgentiefenlithographie und Galvanoformung erzeugten strukturierten Metallschicht wird ein Formeinsatz hergestellt und in ein Abformwerkzeug eingesetzt. Der Formeinsatz wird mit einer Angießplatte so abgedeckt, daß in die Angießplatte eingebrachte Bohrungen auf die Teile des Formnestes treffen, die größere Lateralabmessungen haben. Das Formnest wird über diese Angießbohrungen mit der Formmasse befüllt. Nach dem Verfestigen der Formmasse wird das so erzeugte Formteil durch Auseinanderfahren von Formeinsatz und Angießplatte entformt, wobei es mit der Angießplatte verbunden bleibt. Die Zwischenräume der so erhaltenen Kunststoffstrukturen werden unter Verwendung der Angießplatte als Elektrode, wie bereits bei den Resiststrukturen beschrieben, durch galvanische Abscheidung von Metall aufgefüllt, und die Metallstrukturen werden zum Endprodukt weiterbearbeitet.

Die aus diesem Fertigungsablauf folgenden, grundsätzlichen Probleme lassen sich in die Herstellung des Formeinsatzes, das Befüllen und Abdichten der Form, die Verfestigung der Formmasse und den Entformungsvorgang aufgliedern. Bei der Formeinsatzherstellung, die im Regelfall eine mechanische Oberflächenbearbeitung der Stirnfläche der Metallstrukturen erforderlich macht, ist insbesondere darauf zu achten, daß an den Strukturkanten kein Grat entsteht, da hierdurch die Entformung beeinträchtigt wird. Die elektrisch leitfähige Angießplattenoberfläche darf nur soweit durch in die Trennebene eindringende Formmasse abgedeckt werden, daß die Metallabscheidung zwischen den Kunststoffstrukturen nicht beeinträchtigt wird. Die Verfestigung der Formmasse muß ohne nennenswerten Schwund erfolgen, so daß Lunker oder ein Aufschrumpfen des Kunststoffs auf die Metallstrukturen vermieden werden. Bei der Entformung ist zu beachten, daß die Bewegung parallel zu den Wänden des Formnestes erfolgt, da es sonst zu einer bleibenden Verformung oder sogar zu einem Abscheren der Mikrostrukturen kommen kann. Grundsätzlich können nur Kunststoffe verwendet werden, die eine sehr geringe Haftung auf den Formoberflächen aufweisen. Sie müssen außerdem bei den Entformungsbedingungen ausreichend hohe Werte hinsichtlich der Elastizitätsgrenze und der zulässigen Dehnung haben.

Ziel der vorliegenden Arbeit war es, die Abformtechnik als entscheidenden Schritt für eine künftige Massenfertigung von Mikrostrukturprodukten nach dem LIGA-Verfahren am Beispiel der Herstellung von Trenndüsen erstmalig im Labormaßstab zu realisieren. Im Rahmen dieser Zielsetzung sollten nicht nur die Einflüsse der einzelnen Parameter des Abformprozesses erfaßt, sondern auch konkrete Regeln für eine möglichst optimale Abstimmung des Abformprozesses mit den übrigen Prozeßschritten aufgezeigt werden.

Die Untersuchungen zur Abformung von Trenndüsen wurden an einer speziell hierfür entwickelten Vakuum-Reaktionsgießanlage durchgeführt. Für die Anfertigung von Formeinsätzen standen durch Röntgentiefenlithographie und Galvanoformung erzeugte Trenndüsenplatten mit jeweils 324 Doppelumlenktrenndüsen mit kleinsten Lateralabmessungen von ca. 3  $\mu\text{m}$  und einer Strukturhöhe von maximal 310  $\mu\text{m}$  zur Verfügung (Abb. 1.3). Als Formmassen wurden wegen ihres guten Formfüllvermögens und ihrer guten Formstabilität im ausgehärteten Zustand Gießharze auf Methacrylat-Basis verwendet.



**Abb. 1.3:** Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme von einem Abschnitt eines Formeinsatzes mit drei Doppelumlenktrenndüsen mit den zugehörigen Gasführungs Kanälen. Die kleinsten Lateralabmessungen liegen bei 3  $\mu\text{m}$ , die Strukturhöhe beträgt 310  $\mu\text{m}$ . Der gesamte Formeinsatz enthält 324 Doppelumlenktrenndüsen.

Aus den Untersuchungen geht hervor, daß fehlerfreie Mikrostrukturen im Formeinsatz mit Methacrylat-Gießharzen bei Zusatz eines internen Trennmittels prinzipiell mit einer Ausbeute von 100 % abgeformt werden können.

Der Aushärtungsvorgang muß zur Vermeidung von Lunkern und Schwundstellen unter einem Druck von mindestens 0,2 MPa erfolgen. Der Entformungsprozeß sollte bei einer Temperatur durchgeführt werden, die je nach Trennmittelgehalt um mindestens 30 K bis 60 K unterhalb der Glasübergangstemperatur des Formstoffes liegt; bei deutlich höheren Entformungstemperaturen werden die

Mikrostrukturen plastisch verformt, während sich bei deutlich tieferen Temperaturen das Aufschrumpfen der Kunststoffstrukturen auf die Metallstrukturen des Formeinsatzes und die zunehmende Sprödigkeit des Kunststoffs ungünstig auf die Ausbeute auswirken können.

Für ein fehlerfreies Auffüllen der Kunststoffformen mit Metall in dem der Abformung folgenden Galvanikschritt ist keine absolut metallisch blanke Oberfläche der Angießplatte erforderlich. Kleinere Bereiche auf der Oberfläche der Angießplatte, die bei der Abformung mit Formmasse bedeckt werden, können, ausgehend von nicht mit Formmasse bedeckten Bereichen, beim galvanischen Abscheiden von Metall überwachsen werden.

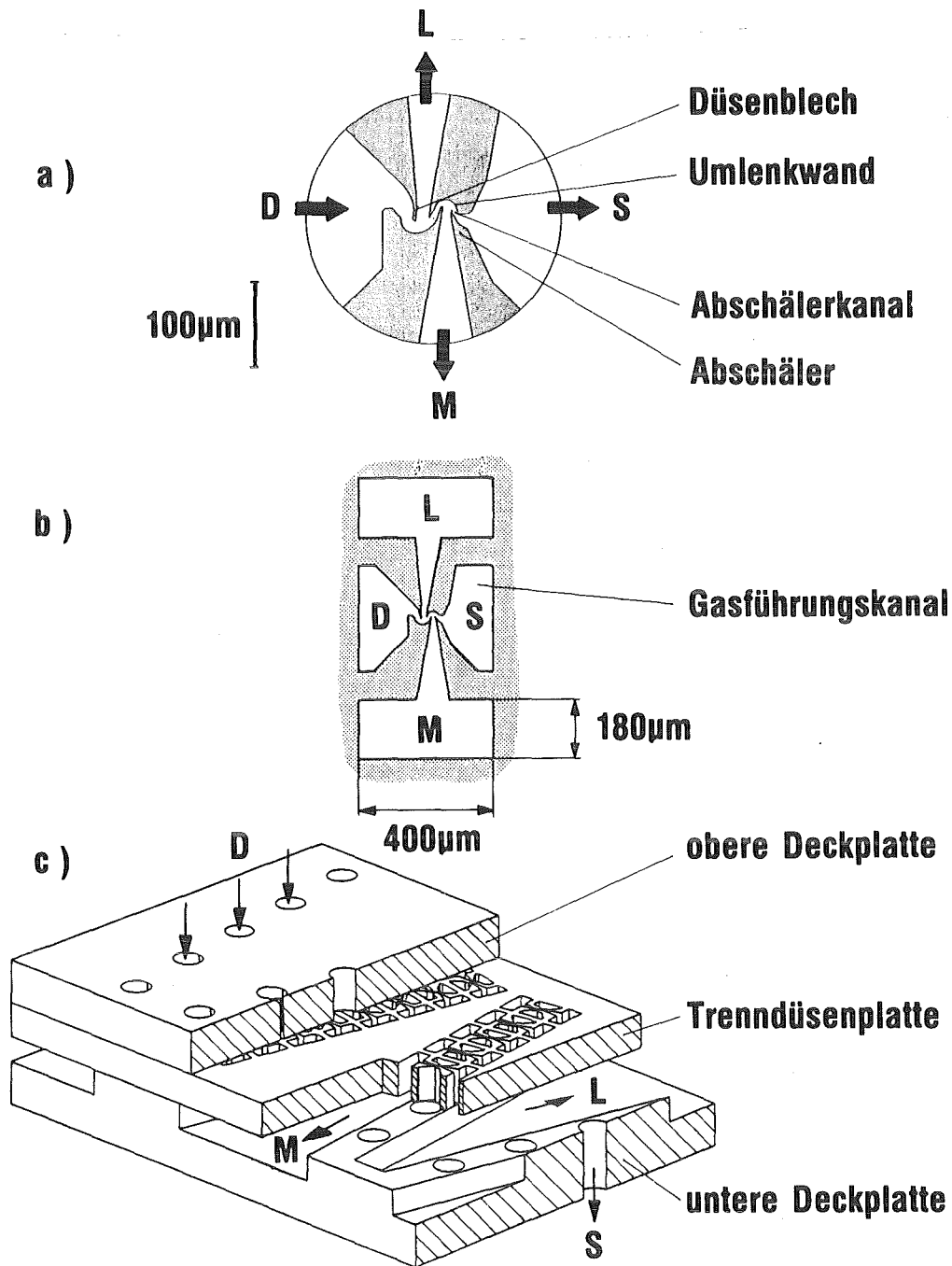
Für den Abformprozeß besonders gut geeignete Formeinsätze lassen sich dadurch herstellen, daß beim Galvanoformungsprozeß das Metall mehrere Millimeter über die Resiststrukturen hinaus abgeschieden und dadurch ein stabiler einheitlicher Metallkörper erzeugt wird. Mit einem solchen Formeinsatz aus Nickel wurden unter wechselnden Versuchsbedingungen bei Druckbelastungen von maximal 100 N/mm<sup>2</sup> bisher über 270 Abformversuche durchgeführt, ohne daß Anzeichen für eine hieraus resultierende Beschädigung des Formeinsatzes zu erkennen waren. Bei diesem Herstellungsverfahren für Formeinsätze ist es überdies möglich, die Bearbeitung der Formeinsatzstirnseite nach dem Galvanikschritt erheblich zu vereinfachen oder sogar einzusparen, wenn die bei der Röntgentiefenlithographie verwendete Grundplatte so vorbehandelt wird, daß eine hohe Haftfestigkeit der Resiststrukturen bei minimaler Rauhtiefe der Oberfläche der Grundplatte gewährleistet ist.

## **2. Formeinsätze für die Mikroabformung mit Kunststoffen**

### **2.1 Aufbau eines Trenndüsenchips**

Bei den im folgenden beschriebenen Untersuchungen zur Abformung von Mikrostrukturen mit Kunststoff wurde bei der Herstellung von Formeinsätzen von einer Trenndüsenplatte ausgegangen, die 324 Trenndüsenysteme mit doppelter Strahlumlenkung (Doppelumlenksysteme) enthält. Der entsprechende Formeinsatz besitzt Außenabmessungen von 10 mm x 50 mm. Die Trenndüsenysteme sind in 18 Reihen zickzackförmig angeordnet.

Das Funktionsprinzip eines Doppelumlenksystems mit den zugehörigen vier Gasführungs Kanälen geht aus Abb. 2.1a und Abb. 2.1b hervor /5/: Das zu trennende



**Abb. 2.1:**

Trenndüsenystem mit doppelter Strahlumlenkung (Doppelumlenksystem) und Aufbau eines Trenndüsenchips.

- a) Querschnitt eines Doppelumlenksystems. Die Trenndüse besitzt Umlenk­wände mit Radien zwischen  $10\ \mu\text{m}$  und  $28\ \mu\text{m}$ . Die kleinste Quer­abmessung der Düsenbleche beträgt ca.  $3\ \mu\text{m}$ . Die Gasführungskanäle dienen zur Einspeisung des Düsengases (D) bzw. zum Ableiten der leichten (L), mittleren (M) und schweren (S) Fraktion.
- b) Doppelumlenksystem mit Gasführungskanälen.
- c) Aufbau eines Trenndüsenchips. Die Trenndüsenplatte wird zur Führung der verschiedenen Gasströme mit zwei Deckplatten zu einem Trenndüsenchip komplettiert. Für eine deutliche Darstellung wurden nur 8 anstelle von 18 Trenndüsenystemen pro Reihe eingezeichnet.

Gasgemisch (D) wird in einer ersten Düse umgelenkt, wobei eine leichte Fraktion (L) abgetrennt wird. Der verbleibende Gasstrom wird dann unmittelbar in eine nachgeschaltete zweite Düse eingespeist, umgelenkt und weiter in eine mittlere Fraktion (M) und eine schwere Fraktion (S) aufgespalten. Die Zuführung des Gasgemisches (D) und die Abführung der verschiedenen Fraktionen (L, M und S) erfolgen bei einem Doppelumlenksystem über vier Gasführungs Kanäle (Abb. 2.1b), die um das Trenndüsen system angeordnet sind.

Bei dem hier verwendeten Formeinsatz haben die Umlenk wände der Düsen der Doppelumlenksysteme einen Krümmungsradius von 28  $\mu\text{m}$  bzw. 10  $\mu\text{m}$ . Die engste Weite des sogenannten Abschälerkanals (s. Abb. 2.1a) beträgt ca. 4  $\mu\text{m}$  und die kleinste Querabmessung des Düsenblechs liegt bei ca. 3  $\mu\text{m}$ . Die Gasführungs Kanäle für die leichte Fraktion (L) und die mittlere Fraktion (M) haben einen rechteckigen Querschnitt mit Abmessungen von 180  $\mu\text{m}$  x 400  $\mu\text{m}$ . Die dreieckförmigen Gasführungs Kanäle für das zu trennende Gasgemisch (D) und die schwere Fraktion (S) haben eine maximale Kantenlänge von 320  $\mu\text{m}$ .

Bei der Komplettierung zu einem Trenndüsen chip werden beidseitig auf die Trenndüsenplatte mit Bohrungen versehene Deckplatten aufgebracht, über die das zu trennende Gasgemisch (D) zugeführt bzw. die schwere Fraktion (S) abgeführt wird. Die leichte Fraktion (L) und die mittlere Fraktion (M) werden über V-förmige Sammelräume in der unteren Deckplatte in entgegengesetzten Richtungen abgeführt. Dieses Konzept war ursprünglich für die Herstellung von Trenndüsen chips durch Lithographie mit Synchrotronstrahlung und Galvanoformung, jedoch ohne Abformung mit Kunststoff vorgesehen. Um den Bestrahlungsaufwand bei der Lithographie möglichst klein zu halten, wurde eine hohe Packungsdichte der Trenndüsen systeme angestrebt. Die zickzackförmige Anordnung ergab sich aus der gleichzeitig zu erfüllenden Forderung nach möglichst geringen Druckverlusten in den Gassammelräumen der unteren Deckplatte. Beim Abformprozeß gilt die Randbedingung nach maximaler Packungsdichte nur in eingeschränktem Maß, und man wird grundsätzlich eine besser an den Abformprozeß angepaßte Form der Gasführungs Kanäle und Anordnung der Trenndüsen systeme wählen. Da im vorliegenden Fall eine solche, an den Abformprozeß angepaßte Anordnung noch nicht zur Verfügung stand, wurden die im folgenden beschriebenen Laborversuche mit der hier gezeigten Düsenanordnung durchgeführt.



## 2.2 Herstellungskonzepte für Formeinsätze

Für die Herstellung von Formeinsätzen wurden zwei Methoden untersucht, die in Abb. 2.2 schematisch dargestellt sind. In beiden Fällen werden als Urformen von einer metallischen Grundplatte getragene, durch Röntgentiefenlithographie hergestellte Resiststrukturen verwendet.

Beim ersten Verfahren (Abb. 2.2a) wird bis zur Höhe der Resiststrukturen galvanisch Metall abgeschieden. Nach einer Oberflächenbearbeitung der Metallschicht wird das Resistmaterial entfernt. Der Formeinsatz bleibt fest mit der Grundplatte verbunden, die im Abformwerkzeug als Formplatte eingesetzt wird. Beim zweiten Herstellungsverfahren (Abb. 2.2b) wird das Metall mehrere Millimeter über die Stirnflächen der Resiststrukturen hinaus abgeschieden. Der so erhaltene stabile Formeinsatz wird von der Grundplatte getrennt. Nach einer eventuell erforderlichen Oberflächenbearbeitung wird das Resistmaterial, wie im ersten Fall, entfernt. Im folgenden wird auf die prinzipiellen Unterschiede der beiden Formeinsatztypen eingegangen.

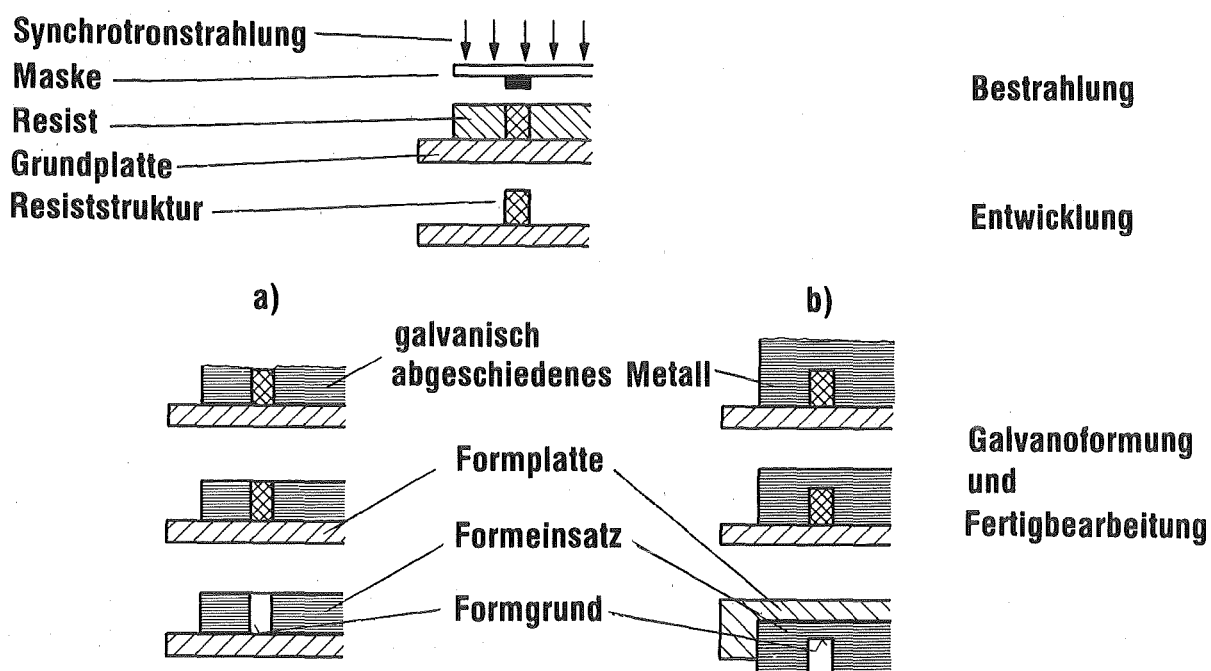


Abb. 2.2: Methoden zur Herstellung von Formeinsätzen.

- a) Herstellung eines Formeinsatzes durch direkten Aufbau auf einer Grundplatte.
- b) Herstellung eines Formeinsatzes durch Übergalvanisieren der Resiststrukturen.

### 2.2.1 Grundfläche im Formnest

Die Grundfläche im Formnest wird bei einem nach der ersten Methode hergestellten Formeinsatz durch die Oberfläche der Grundplatte gebildet. Auf dieser Oberfläche müssen das Resistmaterial, das direkt auf die Grundplatte aufgegossen und dort ausgehärtet, partiell bestrahlt und entwickelt wird, sowie das später galvanisch darauf abgeschiedene Metall in ausreichendem Maße haften. Die Haftung des Resistmaterials kann z. B. durch eine Aufrauhung der Oberfläche der Grundplatte durch Sandstrahlen gewährleistet werden. Hierbei ist jedoch zu beachten, daß diese Oberflächenrauigkeit bei der Abformung zu einer unerwünschten Haftung der Kunststoffstrukturen durch eine Verankerung auf der Grundfläche des Formnestes führen kann. Die Haftung des Resists kann also nur bedingt durch die Einstellung einer erhöhten Oberflächenrauigkeit verbessert werden. Für die Haftung der galvanisch abgeschiedenen Metallstrukturen ist die Oberflächenrauigkeit von geringerer Bedeutung, da durch eine chemische Aktivierung der nicht vom Resist bedeckten Bereiche der Grundplatte prinzipiell eine feste Verbindung erzielt werden kann.

Wie in Abb. 2.2b dargestellt ist, wird die Grundfläche des Formnestes bei der zweiten Herstellungsmethode durch laterales Überwachsen der elektrisch isolierenden Resiststrukturen bei der galvanischen Abscheidung von Metall gebildet. Durch eine hohe Qualität der Resistoberfläche und eine exakte Abbildung durch die Galvanik kann bei dieser Methode prinzipiell eine entsprechend hohe Qualität an der Grundfläche des Formnestes erzielt werden.

### 2.2.2 Stirnfläche des Formeinsatzes

Bei dem zur Abformung von Trenndüsenstrukturen vorgesehenen Herstellungsprozeß (s. Abb. 1.2) wird die Angießplatte als Elektrode für die galvanische Abscheidung von Metall eingesetzt. Um ein gleichmäßiges Wachstum der Metallschicht sicherzustellen, darf die elektrische Leitfähigkeit der Angießplattenoberfläche nicht in zu starkem Maße durch in die Trennebene zwischen Angießplatte und Formeinsatzstirnfläche eindringende, elektrisch isolierende Formmasse beeinträchtigt werden. Da die verwendete Formmasse in Spalte mit Breiten im Submikrometer-Bereich eindringt, werden entsprechend hohe Anforderungen an die Ebenheit und Oberflächenrauigkeit der Formeinsatzstirnfläche gestellt.

Beim ersten Verfahren (Abb. 2.2a) wird die Stirnfläche des Formeinsatzes durch die bei der galvanischen Abscheidung frei aufwachsende Metalloberfläche gebildet. Da die Abscheiderate in unterschiedlich breiten Spalten verschieden groß ist, wird soweit Metall abgeschieden, bis die Höhe der Resiststrukturen an allen Stellen erreicht ist. Das teilweise über die Strukturhöhe hinaus abgeschiedene Metall muß anschließend abgearbeitet werden (siehe Kap. 2.3 und 2.5).

Beim zweiten Verfahren (Abb. 2.2b) wird die Formeinsatzstirnfläche nach dem Trennen des Formeinsatzes von der Grundplatte freigelegt. Die Qualität der Formeinsatzstirnfläche kann hier prinzipiell die Oberflächenqualität der Grundplatte erreichen, deren Rauigkeit gerade so hoch sein muß, daß noch eine ausreichende Haftung des Resists gewährleistet ist. Nach dem Trennen von Formeinsatz und Grundplatte ist deshalb nicht notwendigerweise eine Nachbearbeitung der Stirnfläche des Formeinsatzes erforderlich. Die Trennung von Formeinsatz und Grundplatte kann entweder durch selektives chemisches Auflösen der Grundplatte oder durch mechanisches Ablösen erfolgen. Im zweiten Fall muß durch Passivieren der Grundplatte vor der Metallabscheidung eine ausreichend geringe Haftung des Formeinsatzes sichergestellt werden, so daß eine Beschädigung der Mikrostrukturen ausgeschlossen ist.

### 2.2.3 Konizität des Formnestquerschnittes

Aus Messungen der Stegbreiten von 330 µm hohen, röntgenlithographisch hergestellten Teststrukturen aus PMMA geht hervor, daß sich die Resiststrukturen von der Grundplatte aus nach oben hin um ca. 0,1 µm verjüngen /1/. Da bei der Galvanoformung Strukturdetails bis in den Submikrometer-Bereich durch das Metall abgeformt werden, kann man davon ausgehen, daß sich die beiden Formeinsatztypen hinsichtlich der Konizität ihrer Querschnitte entsprechend der Form der Resiststrukturen unterscheiden. Dies bedeutet, daß beim ersten Herstellungsprinzip (Abb. 2.2a) der Formhohlraum am Grund um ca. 0,1 µm breiter ist als an der Stirnfläche. Beim zweiten Herstellungsprinzip (Abb. 2.2b) sind die Verhältnisse umgekehrt, was die Entformung grundsätzlich erleichtert.

## 2.3 Herstellung und Beschaffenheit von Formeinsätzen

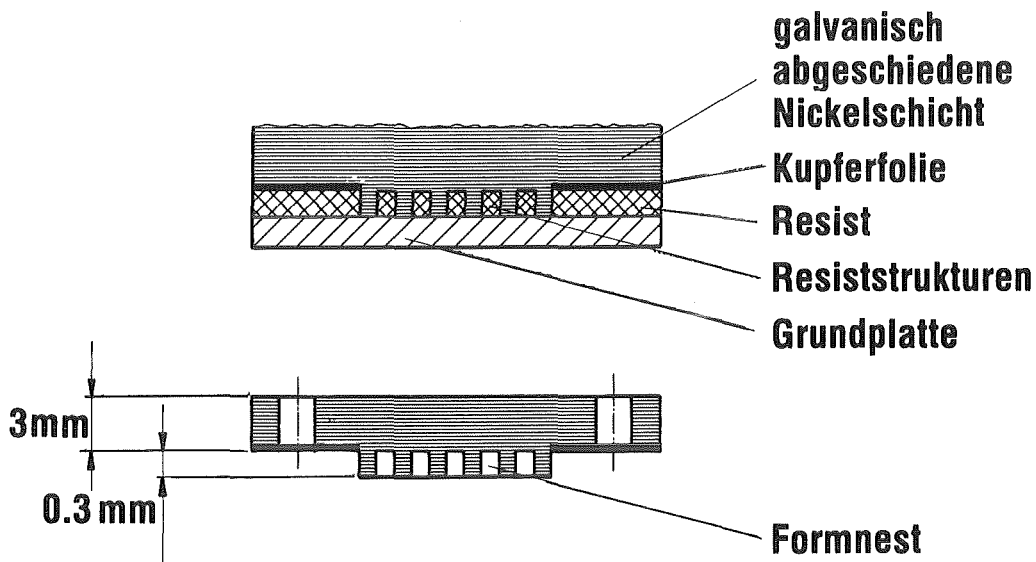
### 2.3.1 Durch direkten Aufbau auf der Grundplatte hergestellter Formeinsatz

Nach dem in Abb. 2.2a dargestellten Verfahren wurde ein Formeinsatz durch Abscheiden von Nickel auf einer polierten und geätzten Grundplatte aus Stahl 1.4112 aufgebaut. Für den Galvanoformungsprozeß wurde ein mittelkonzentrierter, zusatzfreier Nickelsulfamatelektrolyt verwendet, dessen Zusammensetzung und Betriebsparameter in /6/ beschrieben sind. Die Oberfläche der Grundplatte wurde vor dem Galvanikprozeß in einem alkalischen Entfettungselektrolyten katodisch eine Minute bei Raumtemperatur entfettet. Mit dem so hergestellten Formeinsatz konnten nur zehn Abformversuche durchgeführt werden, da Probleme mit der Haftung des Formeinsatzes auf der Grundplatte auftraten. Die weiteren Versuche wurden deshalb mit einem Formeinsatz durchgeführt, der nach der zweiten Methode (Abb. 2.2b) hergestellt wurde.

### 2.3.2 Durch Übergalvanisieren der Resiststrukturen hergestellter Formeinsatz

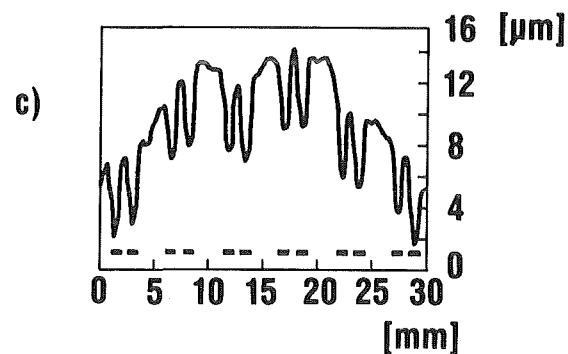
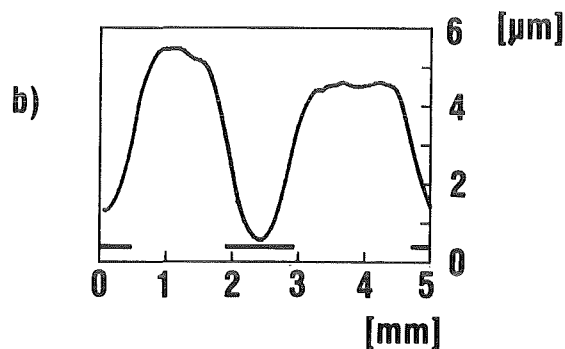
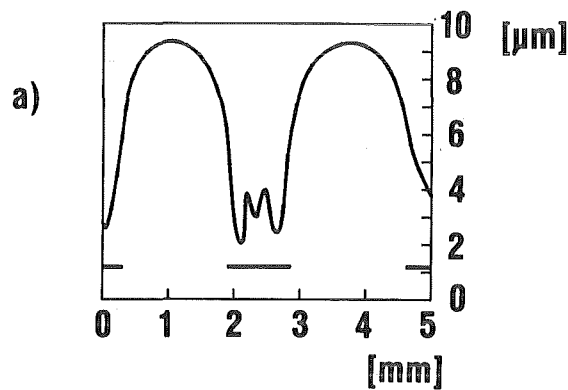
Die als Urform verwendeten Resiststrukturen wurden auf einer Grundplatte erzeugt, die in einem größeren Bereich mit Resistmaterial bedeckt war. Der zentrale Bereich der Resistfläche von 10 mm x 50 mm wurde durch Röntgenlithographie mit Synchrotronstrahlung strukturiert, während die Randzonen mit elektrisch isolierendem Resistmaterial bedeckt blieben. Um gleichzeitig mit dem Aufbau des Formeinsatzes im strukturierten Bereich auf der nicht strukturierten Resistschicht die Formplatte durch galvanisches Abscheiden von Nickel aufbauen zu können, wurde zur Erzeugung einer Kontaktfläche auf die nicht strukturierte Resistfläche eine Kupferfolie geklebt. Formplatte und Formeinsatz bestehen bei diesem Aufbau aus einem zusammenhängenden Teil, wie aus Abb. 2.3 ersichtlich ist. Die frei aufgewachsene Oberfläche wurde durch Drahterodieren eingeebnet und durch Flachsleifen parallel zur Grundplattenoberfläche abgearbeitet. Das fest mit der Kupferfolie verbundene Teil wurde mit Hilfe einer Abziehvorrichtung nach dieser Bearbeitung von der Grundplatte getrennt. Die Resiststrukturen lösten sich dabei ebenfalls von der Grundplatte und blieben im Formeinsatz haften. Die Oberflächenstruktur der von der Grundplatte abgetrennten Formeinsatzstirnseite entsprach der Struktur der feinsandgestrahlten Grundplattenoberfläche und mußte deshalb nachbearbeitet werden. Durch ein Verziehen der Formplatte, das auf freiwerdende Materialspannungen beim Erodieren oder Schleifen zurückzuführen ist, war die Formeinsatzstirnseite um einen Betrag von mehreren 10 µm konvex gekrümmt.

Um eine möglichst ebene Fläche an der Formeinsatzstirnseite und gleichzeitig gratfreie Strukturkanten zu erzielen, wurden folgende Arbeitsgänge durchgeführt: Die Fläche wurde zuerst durch Flachsleifen eingeebnet, wobei sich ein Grat an den Strukturkanten bildete. Dieser Grat konnte durch Nachbearbeiten auf einer Poliermaschine mit Schleifpapier vermindert werden. Zur vollständigen Entfernung des Grates wurde mit Poliertuch und Diamantpaste nachpoliert, wobei sich die anfänglich erreichte Ebenheit wieder verschlechterte, da die dünnen Metallstege der Trenndüsenstrukturen tiefer abgetragen wurden als großflächigere Bereiche.



**Abb. 2.3:** Formeinsatz mit integrierter Formplatte. Die Formplatte wurde hier gleichzeitig mit dem Formeinsatz galvanisch aufgebaut, so daß ein zusammenhängendes Teil entstand. Die frei aufgewachsene Oberfläche wurde durch Drahterodieren eingeebnet und durch Flachsleifen parallel zur Grundplattenoberfläche abgearbeitet.

In Abb. 2.4a ist ein typisches Oberflächenprofil eines Formeinsatzes gezeigt, der nach dem beschriebenen Verfahren bearbeitet wurde. Die Messungen wurden mit einem Tastschnittgerät (Dektak IIA: Sloan Technology Corp.) durchgeführt. Die metallische Mikrostruktur (Bildmitte) liegt etwa  $5,5 \mu\text{m}$  tiefer als die großflächigen Bereiche. Das noch zwischen den feinen Metallstegen der Mikrostruktur eingebettete Resistmaterial ist um etwa  $2 \mu\text{m}$  weiter abgearbeitet als die Mikrostrukturen.



-- -- Lage der Trenndüsenstrukturen

Abb. 2.4: Oberflächenprofile von Formeinsätzen.

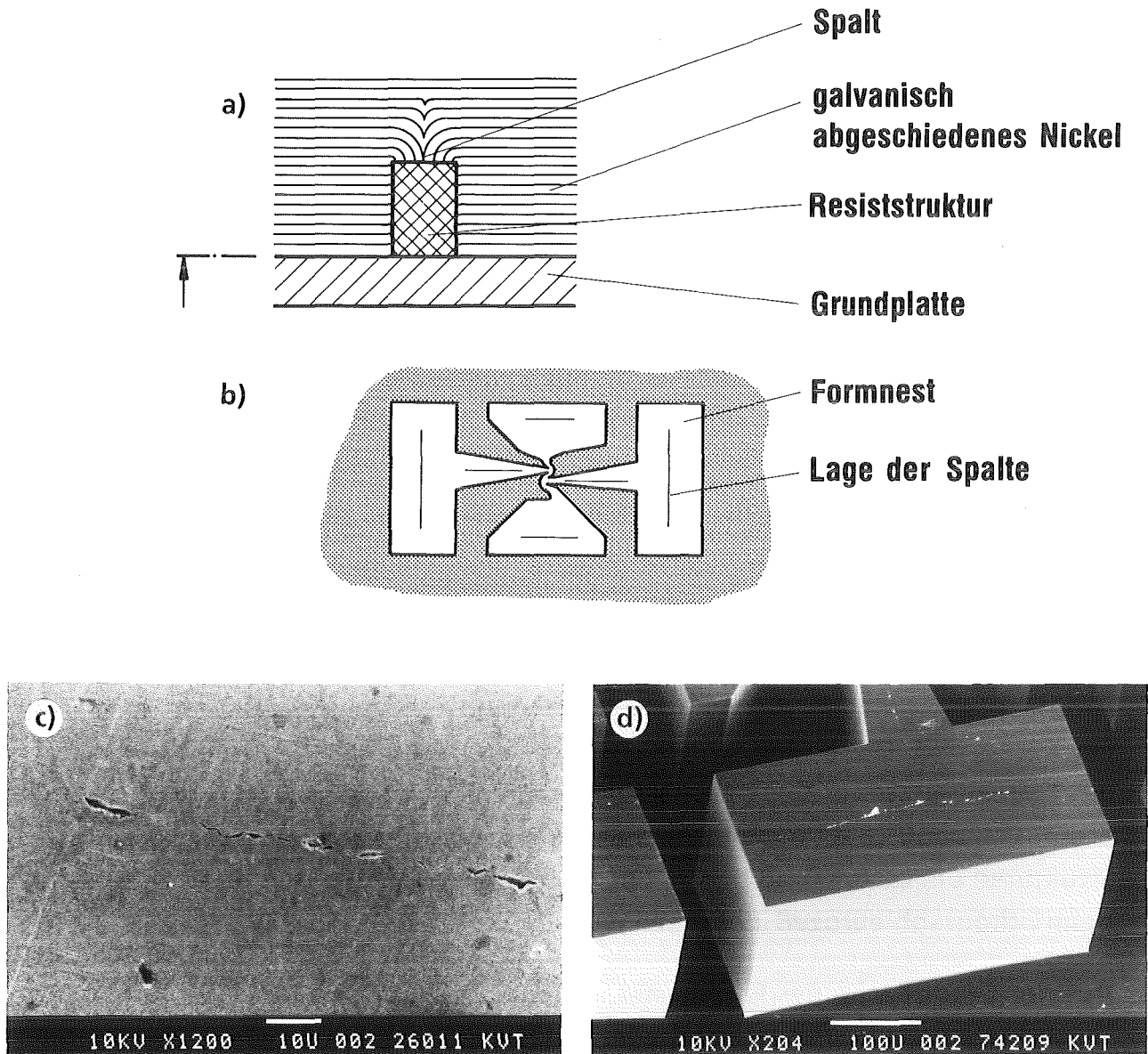
- Typisches Oberflächenprofil eines Formeinsatzes nach einer Oberflächenbearbeitung durch Schleifen und Polieren, gemessen über eine Trenndüsenstruktur mit Gasführungskanälen. Im Formnest sind die Resiststrukturen noch enthalten.
- Oberflächenprofil des für die Abformversuche eingesetzten Formeinsatzes, gemessen über eine Trenndüsenstruktur mit Gasführungskanälen.
- Oberflächenprofil des für die Abformversuche eingesetzten Formeinsatzes, gemessen über mehrere Trenndüsenreihen.

Bei den in b) und c) gezeigten Messungen waren die Resiststrukturen bereits aus dem Formnest entfernt. Zur Überbrückung der einzelnen Formhohlräume wurde die Stirnfläche des Formeinsatzes mit einer dünnen Folie abgeklebt.

Das Oberflächenprofil des für die Abformversuche verwendeten Formeinsatzes wurde erst nach dem Entfernen der Resiststrukturen gemessen. Um beim Abtasten der Oberfläche das Einfahren der Tastspitze in das Formnest zu vermeiden, wurden die Hohlräume des Formnestes durch Aufkleben einer dünnen Folie auf die Stirnfläche des Formeinsatzes überbrückt. Wie aus Abb. 2.4b zu entnehmen ist, liegt bei diesem Formeinsatz die Mikrostruktur (Bildmitte) ebenfalls um ca. 5  $\mu\text{m}$  tiefer als die umliegenden großflächigen Bereiche. Das Ergebnis einer Messung über 30 mm in Längsrichtung des Formeinsatzes zeigt Abb. 2.4c. Die zwölf Trenndüsenreihen sind deutlich als etwa 1 mm breite und 5  $\mu\text{m}$  tiefe Einsenkungen zu erkennen. Die Abweichung von der idealen Ebene beträgt etwa 8  $\mu\text{m}$ . Eine Abdichtung in der Trennebene ist mit diesem Formeinsatz bei der Verwendung plastisch leicht verformbarer Angießplatten, beispielsweise aus weichgeglühtem Aluminium, noch möglich (s. Abschnitt 4.8).

Die Tiefe der einzelnen Hohlräume des Formnestes wurde mit einem Lichtmikroskop mit einer am Objektisch angebrachten Längenmeßeinrichtung (Glasmaßstab) bestimmt. Sie liegt zwischen 230  $\mu\text{m}$  und 310  $\mu\text{m}$ , wobei, in Längsrichtung gesehen, die außen liegenden Hohlräume tiefer als die in der Mitte liegenden sind. Diese unterschiedliche Tiefe ist größtenteils auf die Krümmung des Formeinsatzes vor der Oberflächenbearbeitung zurückzuführen. Rechnerisch ergibt sich dadurch eine mögliche maximale Schrägstellung der außenliegenden Strukturen um ca. 0,4 Grad bzw. 2  $\mu\text{m}$ , wenn man annimmt, daß die Trägerplatte beim Lithographieprozeß ideal eben war.

Auf der Grundfläche des Formnestes in den Gasführungskanälen der einzelnen Trenndüsenysteme sind an den Stellen, an denen das beim galvanischen Herstellungsprozeß quer über die Kunststoffform wachsende Metall zusammentrifft, Spalte mit einer Breite im Submikrometer-Bereich zu erkennen (Abbn. 2.5 a,b,c). Diese Spalte werden ebenfalls abgeformt, wie in Abb. 2.5d auf der Stirnfläche eines Formteils zu erkennen ist. Wie aus den Abbn. 2.5c,d zu entnehmen ist, sind ihre Abmessungen jedoch so klein, daß für die Abformung keine negativen Auswirkungen entstehen dürften.



**Abb. 2.5:** Spalte in der Grundfläche des Formnestes, die bei der Herstellung des Formeinsatzes durch Übergalvanisieren von Resiststrukturen entstehen.

- a) Beim galvanischen Abscheiden von Metall entstehen beim Überwachsen einer elektrisch isolierenden Struktur an den Stellen Spalte, an denen die frei aufwachsenden Metalloberflächen der verschiedenen Metallbereiche zusammentreffen.
- b) Lage der Spalte in der Grundfläche des Formnestes einer Trenndüsenstruktur mit Gasführungskanälen.
- c) Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme eines Spaltes in der Grundfläche eines Formnestes. Die Breite liegt im Submikrometer-Bereich.
- d) Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme eines Formteils. An der Oberseite des Kunststoffquaders ist der durch Abformung des Spaltes entstandene schmale Kamm zu erkennen. Die Höhe dieses Kammes liegt im Mikrometer-Bereich.



Bei der Untersuchung dieses Formeinsatzes mit dem Rasterelektronenmikroskop zeigte sich, daß einige wenige Mikrostrukturen von Anfang an beschädigt waren und demnach eine fehlerfreie Abformung aller 324 Trenndüsenstrukturen nicht erwartet werden konnte. Die Zahl der fehlerhaften Strukturen änderte sich bei den über 270 Abformversuchen, die im Rahmen dieser Arbeit mit dem Formeinsatz durchgeführt wurden, innerhalb der Fehlergrenze nicht, wie aus den Ergebnissen der Abformversuche sowie aus weiteren Untersuchungen mit dem Rasterelektronenmikroskop hervorgeht.

## 2.4 Modellstrukturen

Für orientierende Versuche zur Abformung von Mikrostrukturen mit hohem Aspektverhältnis wurden aus fünf zylinderförmigen, abgesetzten Formstiften Modellstrukturen aufgebaut (Abb. 2.6). Die Stifte wurden so in die Formplatte eingesetzt, daß zwischen den Stiften Spalte mit einer kleinsten Weite von  $15\ \mu\text{m}$  bis  $45\ \mu\text{m}$  gebildet wurden. Die Spalthöhe betrug  $1000\ \mu\text{m}$ . Durch Polierschleifen der Formstiftmantelflächen konnten Oberflächen mit einer Rauhtiefe  $R_{\text{max}} = 0,1\ \mu\text{m}$  erreicht werden. Zur Bildung eines Formnestes wurden die Stifte mit einer Formplatte abgedeckt, in die eine kreisförmige Vertiefung eingearbeitet war.

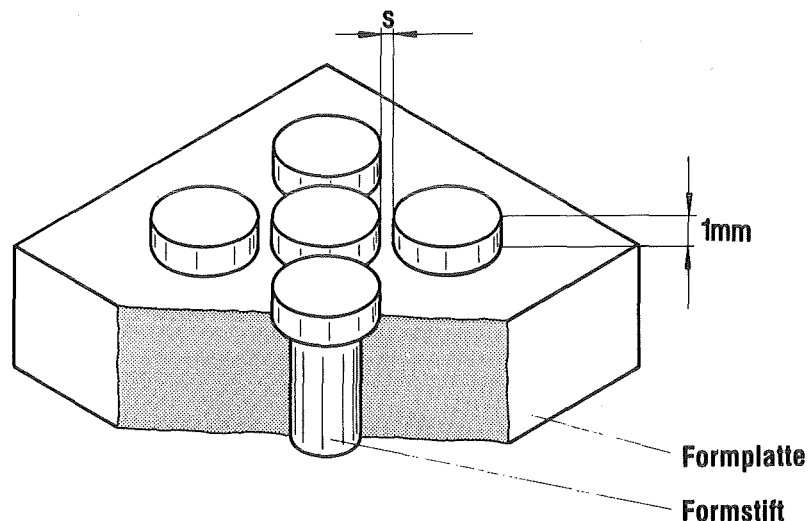


Abb. 2.6: Modellstruktur für Abformversuche. Die Spaltweite  $s$  wurde zwischen  $15\ \mu\text{m}$  und  $45\ \mu\text{m}$  variiert.

## 2.5 Weiterentwicklung der Methoden zur Formeinsatzherstellung

Die Höhe der Werkzeugschließkraft zur Erzielung einer ausreichenden Abdichtung in der Trennebene des Abformwerkzeuges hängt entscheidend von der Ebenheit und Oberflächenrauigkeit der Formeinsatzstirnfläche ab. Die Standzeit eines Formeinsatzes wird u. a. von der mechanischen Belastung beim Schließen des Werkzeuges und damit von der Oberflächenbeschaffenheit des Formeinsatzes bestimmt. Parallel zu den Abformversuchen mit dem in Abschnitt 2.3.2 beschriebenen Formeinsatz wurden deshalb Untersuchungen zur Herstellung von Formeinsätzen mit verbesserter Oberflächenebenheit bei gleichzeitig gratfreien Strukturkanten durchgeführt, wobei zwei Wege verfolgt wurden:

Zum einen wurde an einer Optimierung der Oberflächenbearbeitungsmethoden gearbeitet, zum anderen wurde versucht, bei dem Herstellungsverfahren für Formeinsätze durch Übergalvanisieren der Resiststrukturen (Abb. 2.2b) die Oberfläche der Grundplatte vor dem Aufbringen des Resists so zu behandeln, daß nach dem Trennen des Formeinsatzes von der Grundplatte auf eine Nachbearbeitung der Stirnfläche des Formeinsatzes gänzlich verzichtet werden kann.

### 2.5.1 Mechanische Nachbearbeitung der Formeinsatzstirnfläche

Das in Abschnitt 2.3.2 beschriebene Schleif- und Polierverfahren zur Bearbeitung der Formeinsatzstirnfläche wurde durch eine Kombination von Schleif-, Läpp- und Polierschritten ersetzt, die zusammen mit den erzielten Ergebnissen nachfolgend aufgeführt sind.

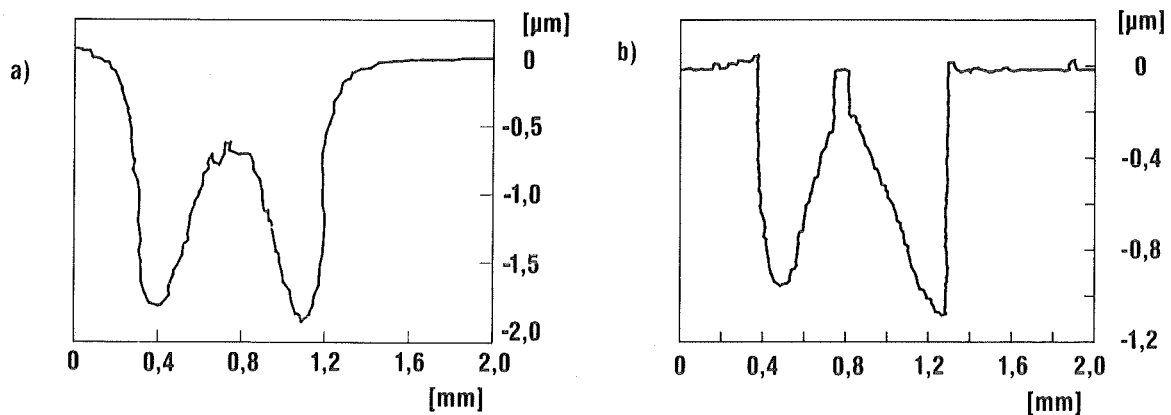
Bei relativ großen Unebenheiten der Formeinsatzstirnfläche wurde die Metalloberfläche zunächst durch zweimaliges Läppen auf einer Graugußscheibe mit Läppmittel abnehmender Korngröße (Edelkorund EK 600 und EK 1000, mittlere Korngröße  $9.3 \mu\text{m}$  und  $4.5 \mu\text{m}$ ) bearbeitet. Der sich hierbei bildende Grat, der typischerweise eine Breite und Dicke im Mikrometer-Bereich aufweist, wurde dann durch Polieren mit Polierruch aus PVC-Textilfaser, Polieröl und Diamantpaste mit einer mittleren Korngröße zuerst von  $6 \mu\text{m}$  und dann mit  $3 \mu\text{m}$  beseitigt, wobei eine maximale Abweichung von der idealen Ebene um  $0,5 \mu\text{m}$  (Meßstrecke: 20 mm) entstand. Der nächste Bearbeitungsschritt wurde mit einer weichen Läppscheibe durchgeführt. Die Läppkörner dringen hierbei in das weiche Scheibenmaterial ein, und der Läppvorgang wird partiell zu einem Poliervorgang mit sehr niedriger resultierender Belastung der einzelnen Läppkörner [7,8]. Im Gegensatz zum konventionellen Polierprozeß mit einem Polierruch kommt es hierbei jedoch nicht zu einer quasielastischen Verformung der Scheibenoberfläche und einer

verstärkten Abtragung der Mikrostrukturen, sondern der Abrasionsprozeß findet im wesentlichen in einer definierten Ebene statt. Die günstigsten Ergebnisse bei diesem Bearbeitungsschritt wurden mit einer Zinnscheibe unter Verwendung von Diamantpaste (Korngröße  $1 \mu\text{m}$ ) und Diamant-Schmierflüssigkeit erreicht. Die maximale Ebenheitsabweichung wurde auf  $0,2 \mu\text{m}$  (Meßstrecke  $20 \text{ mm}$ ) reduziert, wobei die Gratbildung nur noch im Submikrometer-Bereich lag.

Der noch verbliebene Grat wurde durch nachfolgendes Vibrationspolieren mit Poliertonerde (Korngröße:  $0,05 \mu\text{m}$ ) entfernt. Abbildung 2.7a zeigt das Oberflächenprofil eines so bearbeiteten Formeinsatzes, wobei über eine Einzelstruktur gemessen wurde. Das Resistmaterial befindet sich hier noch im Formnest. Die Stirnflächen der schmalen Metallstege mit einer Breite von wenigen Mikrometern liegen, im Vergleich zu den in Abb. 2.4 gezeigten Oberflächenprofilen, nur noch um ca.  $0,6 \mu\text{m}$  tiefer als die Stirnflächen der großflächigen Metallbereiche. Die in Abb. 2.7a erkennbaren größeren Vertiefungen von etwa  $1,7 \mu\text{m}$  liegen in den Bereichen des noch vorhandenen Resistmaterials und sind für die Ebenheit der Metallfläche nicht von Bedeutung. Eine meßbare Verschlechterung der Ebenheit über  $20 \text{ mm}$  Länge konnte nach dem letzten Bearbeitungsschritt (Vibrationspolieren) nicht festgestellt werden.

#### 2.5.2 Methode zur Erzielung einer ausreichenden Qualität der Formeinsatzstirnfläche ohne mechanische Nachbearbeitung

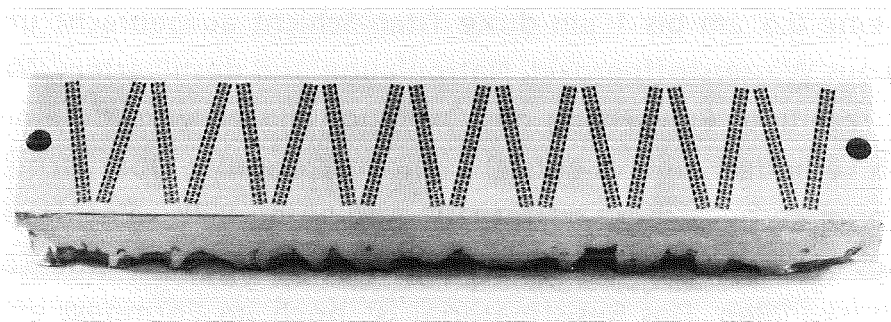
Auf eine mechanische Nachbearbeitung der Formeinsatzstirnfläche kann verzichtet werden, wenn eine ausreichende Haftung des Resistmaterials auf einer Grundplatte mit geringer Oberflächenrauigkeit erreicht werden kann (vgl. Abb. 2.2b). Ein zufriedenstellender Kompromiß hinsichtlich Oberflächenrauigkeit einerseits und Haftung andererseits konnte mit folgender Bearbeitungsmethode erreicht werden: Auf eine poliergefräste Grundplatte aus Kupfer wurde durch Sputtern eine  $0,5 \mu\text{m}$  bis  $1 \mu\text{m}$  dicke Titan-Schicht aufgebracht und mit einer Mischung aus Wasserstoffperoxid, Natronlauge und destilliertem Wasser oxidiert /9/. Bei kurzzeitiger Einwirkung des Oxidationsmittels wird die Rauhtiefe nicht wesentlich verändert, und es entsteht eine mikroporöse Oberfläche, auf der das Resistmaterial ausgezeichnet haftet /10/. Abbildung 2.7b zeigt das Oberflächenprofil eines so hergestellten Formeinsatzes, gemessen über eine Trenndüse mit Gasführungs Kanälen. Das Resistmaterial ist noch im Formnest enthalten. Die Stirnfläche des in der Mikrostruktur liegenden Metallsteiges liegt auf gleicher Höhe mit den umgebenden großflächigen Metallbereichen. Die Resiststrukturen liegen etwa  $1 \mu\text{m}$  tiefer als die aus schmalen Metallstegen bestehenden Mikrostrukturen. Die Oberflächenrauigkeit  $R_{\text{max}}$  der Metallfläche liegt unter  $0,1 \mu\text{m}$ .



**Abb. 2.7:** Oberflächenprofile von Formeinsätzen, die nach verschiedenen Methoden hergestellt wurden.

- a) Oberflächenprofil eines durch Schleifen, Läppen und Polieren bearbeiteten Formeinsatzes.
- b) Oberflächenprofil eines Formeinsatzes, der durch galvanisches Überwachsen der Resiststrukturen auf einer oxidierten Titanschicht aufgebaut wurde. Die Stirnfläche dieses Formeinsatzes wurde nicht bearbeitet.

Um den Aufwand bei der mechanischen Nachbearbeitung der Rückseite und der Seitenflächen des Formeinsatzes zu verringern und damit die Gefahr einer Freisetzung von Materialspannungen zu vermeiden und um eine höhere Stabilität des Formeinsatzes zur Verhinderung von Durchbiegungen zu erreichen, wurde der Formeinsatz durch galvanische Abscheidung in einer Schablone mit Abmessungen von 10 mm x 50 mm und einer Dicke von etwa 6 mm aufgebaut (Abb. 2.8). Nach der Fertigbearbeitung des Formeinsatzes ergab sich auf einer Meßlänge von 30 mm eine maximale Ebenheitsabweichung der Formeinsatzstirnfläche von 1 µm.



**Abb. 2.8:** Durch galvanisches Überwachsen von Resiststrukturen hergestellter Formeinsatz (Abmessungen: 50 mm x 10 mm x 6 mm).

### 3. Versuchsanordnung und Versuchsdurchführung

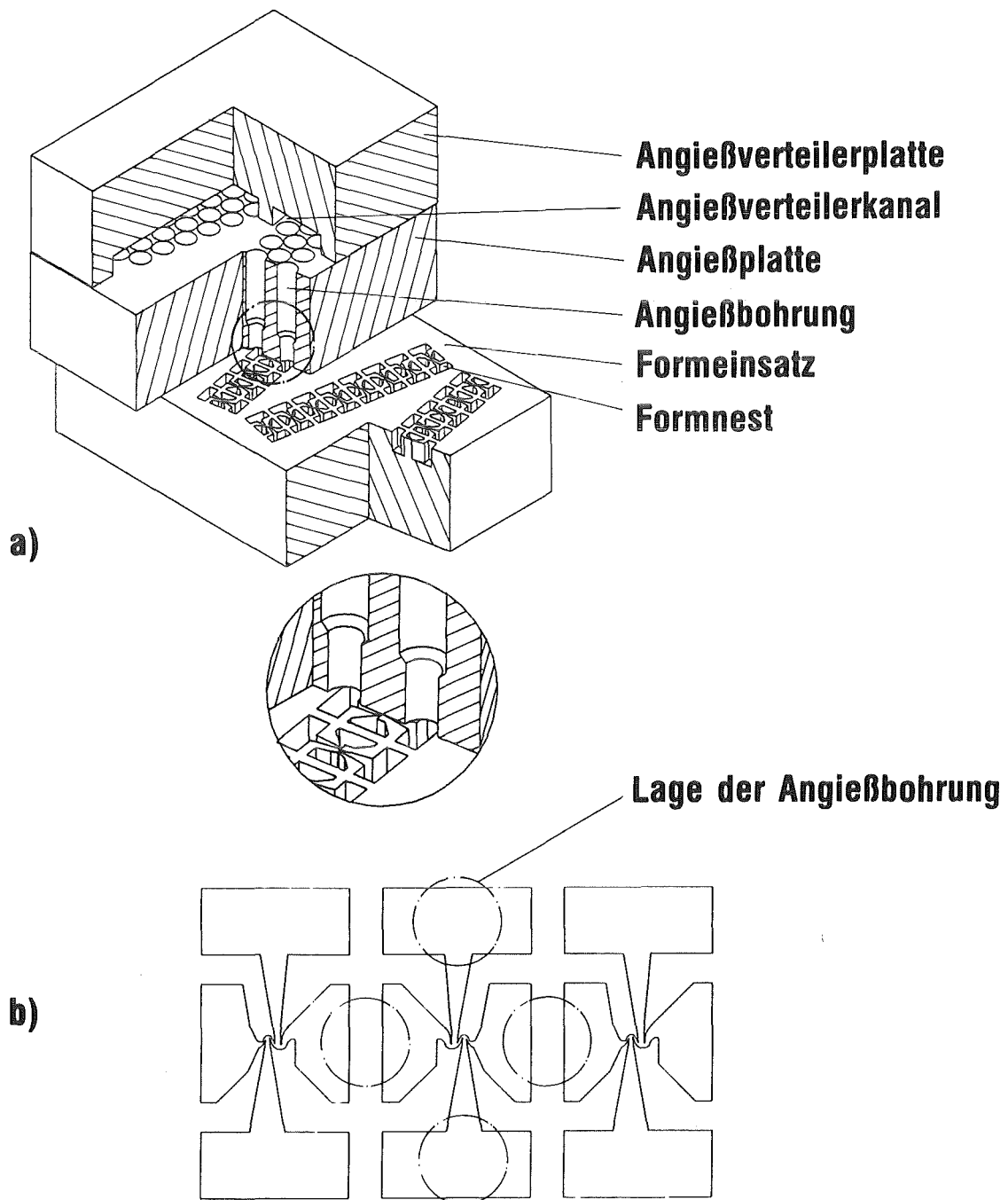
#### 3.1 Träger- und Angießsystem

Bei der Herstellung von galvanisierbaren Mikrostrukturen nach dem in Abb. 1.2 dargestellten Konzept hat die Angießplatte mehrere Aufgaben gleichzeitig zu erfüllen. Neben der Zuführung der Formmasse an die vorgesehenen Stellen im Formnest soll die Angießplatte die ausgehärteten, einzeln stehenden Formteile so gut halten, daß eine Entformung möglich ist. Für die Weiterbearbeitung ist es notwendig, daß die einzelnen Strukturen zueinander fixiert bleiben, und daß am Grund zwischen den Strukturen aus Kunststoff die für eine Galvanoformung notwendigen Kontaktstellen vorhanden sind.

Mit dem in Abschnitt 2.3.2 beschriebenen Formeinsatz, der Oberflächenunebenheiten von ca. 5 µm aufweist, wurden Vorversuche mit verschiedenen Typen von Angießplatten durchgeführt. Eine befriedigende Abdichtung wurde dabei mit einer weichgeglühten Aluminiumplatte mit einer Dicke von 3 mm erreicht. Mit hochporösen Sinterplatten und mit dünnen, durch einen Rahmen gehaltene, Aluminiumfolien sowie mit verzinneten Stahlplatten wurden nur unbefriedigende Ergebnisse erzielt.

In Abb. 3.1a sind der Formeinsatz, die Angießplatte und die Angießverteilerplatte, über die die Formmasse zu den einzelnen Angießbohrungen der Angießplatte geführt wird, in ihrer gegenseitigen Positionierung dargestellt. Die Gasführungskanäle eines Trenndüsen-systems werden über vier abgesetzte Bohrungen in der Angießplatte mit einem Durchmesser von 0,35 mm bzw. 0,25 mm befüllt, wobei die Gasführungskanäle für das zu trennende Gasgemisch bzw. für die schwere Fraktion zweier benachbarter Trenndüsen-systeme jeweils über eine gemeinsame Bohrung angeschlossen sind (Abb. 3.1b). Um eine sichere Abdichtung auch im Bereich der Mikrostrukturen zu gewährleisten, wird die Formmasse nur über einen schmalen zickzackförmigen Kanal in der Angießverteilerplatte zu den Angießbohrungen geführt, so daß die Werkzeugschließkraft auch in unmittelbarer Nähe der Mikrostrukturen eingeleitet wird.

Zur Befestigung und Positionierung an der oberen Werkzeughälfte wurden die Angießplatten (Außenabmessungen 24 mm x 68 mm) mit Gewinden und Paßstiftlöchern versehen. Die Angießbohrungen wurden mit einer numerisch gesteuerten Leiterplattenbohrmaschine in die Angießplatten eingebracht. Die Oberflächen der Angießplatten wurden geläppt bzw. poliert.



**Abb. 3.1:** Aufbau des Angießsystems.

- a) Über einen zickzackförmigen Angießverteilerkanal in der Angießverteilerplatte wird die Formmasse zu den einzelnen Angießbohrungen der Angießplatte geführt. Für eine deutliche Darstellung wurden nur 8 anstelle von 18 Trenndüsen-systemen pro Reihe eingezeichnet.
- b) Die Gasführungs Kanäle eines Trenndüsen-systems werden über vier Angießbohrungen befüllt, wobei die in der Reihenmitte liegenden Gasführungs Kanäle zweier benachbarter Trenndüsen-systeme jeweils über eine gemeinsame Bohrung angeschlossen sind.

### 3.2 Aufbau und Funktionsweise der Versuchsanlage

Für die in der vorliegenden Arbeit beschriebenen Versuche wurde eine Vakuum-Reaktionsgießanlage gebaut, deren Aufbau schematisch in Abb. 3.2 dargestellt ist. Die Anlage besteht im wesentlichen aus einer Vakuumkammer [11], in die ein Werkzeug [9a, 9b] eingebaut ist, einem Arbeitsbehälter [2] zur Aufnahme der Formmasse, einem Nachdruckzylinder [4] und einer Schließeinheit [17-23], mit der Vakuumkammer und Werkzeug geschlossen und geöffnet werden.

Bei den Abformversuchen wird die zuvor vermischte Formmasse über einen Einfüllstutzen [1] in den Arbeitsbehälter gefüllt, der über ein Ventil [3] mit dem Angießkanal [8] verbunden ist. Die Formmasse kann durch Evakuieren des Arbeitsbehälters entgast werden. Zum Befüllen des Formnestes mit Formmasse bei geschlossenem Werkzeug wird in den Arbeitsbehälter oberhalb der Formmasse Stickstoff eingelassen und das Ventil zum Angießkanal geöffnet. Formmassedrucke bis zu 1 MPa können auf diese Art durch Druckbeaufschlagung mit Stickstoff erzeugt werden. Höhere Formmassedrucke bis 30 MPa können durch Eindringen eines Zylinderstiftes [5] in den Angießkanal erzeugt werden. Hierzu wird der Nachdruckzylinder verwendet, der anstelle des Arbeitsbehälters über den Angießkanal geschwenkt wird. Die Gasdrücke im Arbeitsbehälter und in der Vakuumkammer werden bis zu 0,1 MPa durch Druckaufnehmer mit Dünnschicht-DMS-Sensoren <sup>1)</sup> gemessen. Zum Messen höherer Drücke werden Rohrfederdruckaufnehmer <sup>2)</sup> verwendet. Der Formmassedruck wird durch einen piezoelektrischen Druckaufnehmer <sup>3)</sup> erfaßt.

In Abb. 3.2 ist die Vakuumkammer in geöffnetem Zustand dargestellt. Sie wird durch die untere [15] und obere Aufspannplatte [6] sowie durch das mit der unteren Aufspannplatte verbundene zylindrische Rohr [12] gebildet. Die untere Aufspannplatte ist mit einer Tischplatte [20] verbunden, die über eine Gewindespindel [17] in vertikaler Richtung bewegt werden kann, wobei sie durch drei vorgespannte Kugelbuchsen [21] an drei Führungssäulen [22] der Schließeinheit geführt wird. Gleitet beim Hochfahren der Tischplatte das obere Ende des Rohres über den in der oberen Aufspannplatte eingesetzten Dichtring [7], wird die Vakuumkammer abgedichtet. In dieser Position ist das Werkzeug noch nicht geschlossen, so daß das Formnest und der Angießkanal evakuiert werden können. Vor dem Befüllen des Formnestes wird das Werkzeug durch weiteres Hochfahren der Tischplatte geschlossen und mit der Gewindespindel bzw. einem dort eingebauten hydraulisch angetriebenen Bolzen [18] die Werkzeugschließkraft aufgebracht. Zur Messung der Werkzeugschließkraft ist

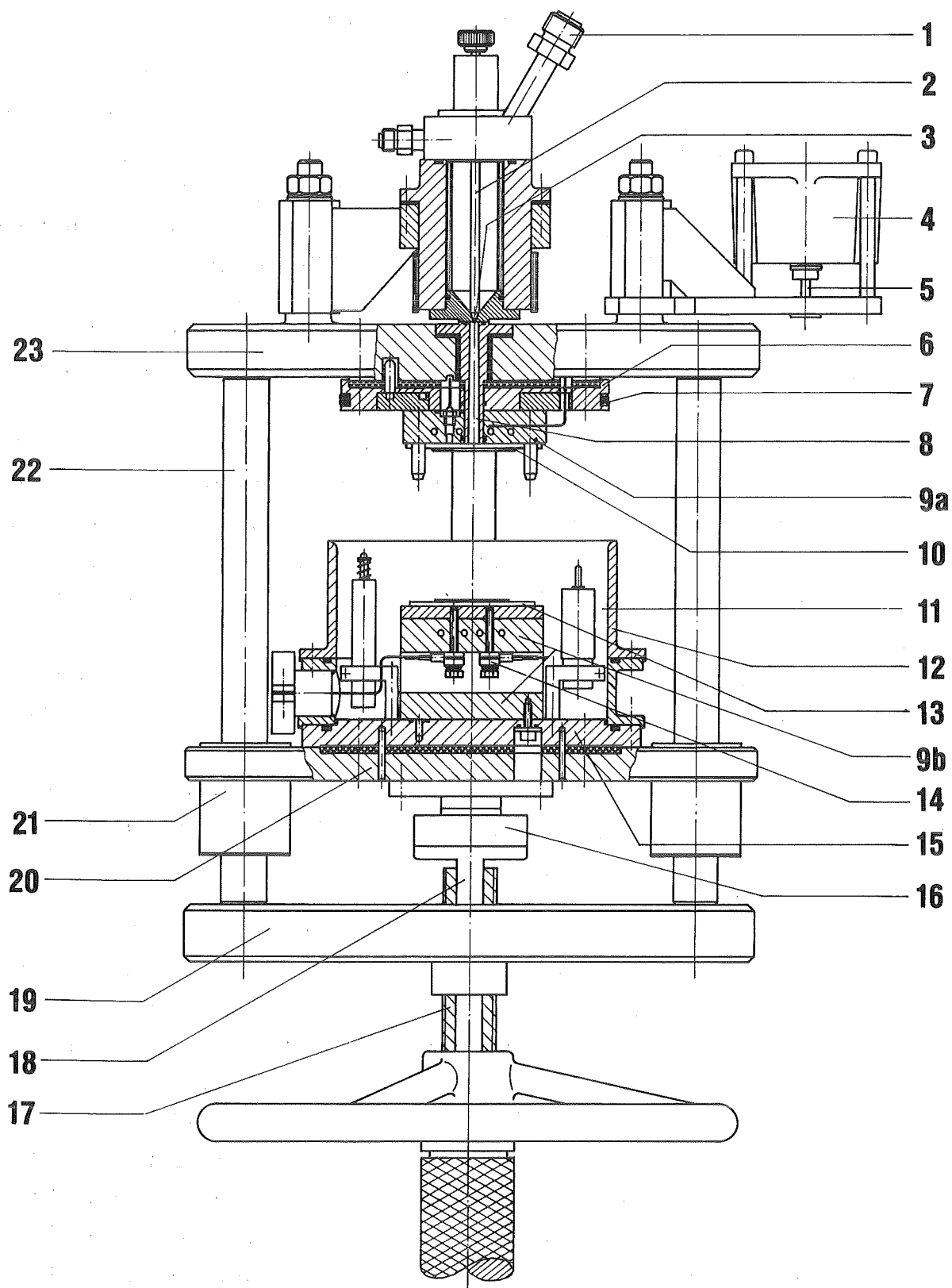


Abb. 3.2: Aufbau der bei den Versuchen verwendeten Vakuum-Reaktionsgießanlage.



zwischen Gewindespindel und Tischplatte ein mit Folien-DMS bestückter Ringkraftaufnehmer [16] 4) eingesetzt.

Der Werkzeugkörper [9a, 9b] ist zum größten Teil aus Werkzeugnormalien 5) aufgebaut. Zur Thermostatisierung sind beide Werkzeughälften mit einem Kanalsystem durchzogen, durch das über einen Thermostaten 6) ein Temperiermedium gepumpt wird. Durch eine unterschiedliche Strömungsführung des Temperiermediums können innerhalb des Werkzeugkörpers verschiedene Temperaturgradienten eingestellt werden. Zur Temperaturmessung sind in den Werkzeughälften, in der Angießplatte [10] und in der Formplatte [13] Thermofühler 4) eingebaut.

Zum Entformen wird der untere Teil der Vakuumkammer mit der unteren Werkzeughälfte [9b] durch Drehen der Gewindespindel oder Zurückfahren des hydraulisch angetriebenen Bolzens nach unten bewegt. Durch einen Weg- 7) und einen Geschwindigkeitsaufnehmer 7) wird die Bewegung der unteren Aufspannplatte erfaßt. In die Schraubverbindung zwischen Formplatte und unterer Werkzeughälfte sind piezoelektrische Quarzkristallmeßunterlagscheiben [14] 3) so eingesetzt, daß Belastungsänderungen dieser Schraubverbindung registriert werden können und der zeitliche Kraftverlauf bei der Entformung bestimmt werden kann. Die Führung der unteren Werkzeughälfte bei der Entformungsbewegung erfolgt über die Kugelbuchsen in der Tischplatte bzw. über die Führungsbolzen und -buchsen im Werkzeugkörper.

Alle Meßwerte werden von einem 8-Kanalschreiber 8) zeitsynchron aufgezeichnet.

1) Transamerica Instruments GmbH, Friedberg

2) Wiegand GmbH & Co., Klingenberg/Main

3) Kistler Instrumente AG, Winterthur, Schweiz

4) Burster Präzisionsmeßtechnik, Gernsbach

5) Hasco, Lüdenscheid

6) Meßgeräte-Werk Lauda, Dr. R. Wobser KG, Lauda-Königshofen

7) Althen, Kelkheim/Taunus

8) Kontron Registriertechnik, Eching bei München

### 3.3 Formmassen

Bei umfangreichen Voruntersuchungen mit verschiedenen Gießharzen (Silikonkautschuk, Epoxyharze und Acrylharze) an einfachen Modellstrukturen (s. Abschn. 2.4) zeigte sich, daß Gießharzsysteme auf Methacrylat-Basis besonders günstige Voraussetzungen für die Abformung von Mikrostrukturen bieten /1,11/. Sie besitzen sowohl ein gutes Formfüllvermögen als auch eine gute Formstabilität im ausgehärteten Zustand. Auch aus Untersuchungen zur Röntgentiefenlithographie, bei der Polymethylmethacrylat (PMMA) als Röntgenresist verwendet wurde und die dabei hergestellten Resiststrukturen galvanisch abgeformt wurden, ist außerdem bekannt, daß PMMA-Strukturen in den für die Galvanoformung eingesetzten Nickelsulfamat-Bädern beständig sind und keine größeren Mengen an störenden Verunreinigungen an den Elektrolyten abgeben /1-3, 6/.

Wegen der kleinen Strukturabmessungen und dem großen Aspektverhältnis der Mikrostrukturen können externe Trennmittelfilme nicht in konventioneller Weise, z. B. durch Aufsprühen in Verbindung mit einem leicht verdampfenden Lösungsmittel, auf die Formnestoberfläche aufgebracht werden, da hierbei ungleichmäßige Schichtdicken Ungenauigkeiten der Strukturen beim Abformprozeß verursachen können oder es sogar zum vollständigen Verschließen der engen Kanäle durch Trennmittel kommen kann. Auch bei Versuchen zum Aufbringen von externen Trennmittelfilmen durch Verdampfen von Trennmittelflüssigkeiten im Vakuum konnte bisher keine ausreichende Verminderung der Haftung der Formmasse im Formnest erzielt werden. Es war deshalb notwendig, ein internes Trennmittel einzusetzen. Solche internen Trennmittel werden bisher vor allem für die Verarbeitung von Polyurethanen zur Erhöhung der Produktivität eingesetzt /12/. Verwendet werden u. a. Silikonverbindungen, Metallseifen, Wachse oder Mehrstoffsysteme, deren Zusammensetzung jedoch üblicherweise nicht bekanntgegeben wird /13/. Neben einer guten Trennwirkung wird dabei vor allem eine möglichst geringe Beeinflussung der Reaktivität des Harzsystems und der physikalischen Eigenschaften des Formstoffes durch den Zusatz des Trennmittels angestrebt.

Bei den in der vorliegenden Arbeit beschriebenen Abformversuchen wurden vernetzende Gießharze (Plexit 74) und nichtvernetzende Gießharze (Plexit M60) auf Methacrylat-Basis (Fa. Röhm, Darmstadt) eingesetzt /14/, denen ein internes Trennmittel (PAT 665, Fa. Würtz, Bingen) beigemischt wurde. Die Zusammensetzung des Trennmittels wird vom Hersteller ebenfalls nicht bekanntgegeben.



eine Topfzeit von ca. 10 Stunden, was bei der Verarbeitung gegenüber Plexit 74 erhebliche Vorteile bietet.

Plexit 74 und Plexit M60 unterscheiden sich in den Stoffwerten im flüssigen und im ausgehärteten Zustand praktisch nicht. Die für die Abformung wichtigen Eigenschaften der Formmassen bzw. der ausgehärteten Materialien sind in Tab. 3.1 bzw. Tab. 3.2 zusammengestellt /14/.

Dichte:	1,02-1,03 g/ml (DIN 51757/5)
Viskosität bei 20 °C:	2000-2700 cp (Brookfield, Spindel III/12 UpM)
Dampfdruck bei 20 °C:	ca. 40 hPa (DIN 51754)
Siedegrenze des Monomeren:	99,5 °C -102 °C (DIN 51751)

Tabelle 3.1: Stoffwerte von nicht gehärtetem Plexit 74 und Plexit M60.

Dichte:	1,18 g/cm <sup>3</sup> *)	(DIN 53479)
Zugfestigkeit:	73 N/mm <sup>2</sup> *)	(DIN 53455)
Elastizitätsmodul:	3100 N/mm <sup>2</sup> *)	(DIN 53457)
Längenausdehnungskoeffizient**):	70 x 10 <sup>-6</sup> 1/K	(VDE 0304)

Tabelle 3.2: Mechanische und thermische Eigenschaften von Plexit 74 und Plexit M60 im ausgehärteten Zustand ohne internes Trennmittel (\* ) bei 23 °C und 50 % rel. Luftfeuchtigkeit; \*\*) für 0 °C - 50 °C).

### 3.4 Prozeßablauf

#### 3.4.1 Dosieren und Mischen der Komponenten und Entgasen der Formmasse

Bei den Versuchen wurde üblicherweise mit Chargen von 20 bis 50 Gramm gearbeitet. Um eine Reaktion zwischen Trennmittel und Härter zu vermeiden, wurde zuerst das Trennmittel, dann die Harzbasis und zuletzt der Härter in ein Becherglas eingewogen. Die Vermischung erfolgte üblicherweise unter Vakuum mit einem Glasrührer.

Die vermischte Formmasse wurde über ein Einlaßventil in den vorher evakuierten Arbeitsbehälter eingesaugt. Im Arbeitsbehälter wurde die Formmasse ein zweites Mal entgast, wobei ein Druck von 500 hPa über 3 Minuten und von 100 hPa über 1 Minute gehalten wurde.

#### 3.4.2 Befüllen des Formnestes

Für Versuche mit evakuiertem Formnest wurde das in die Vakuumkammer eingebaute Werkzeug (Abb. 3.2) in geöffnetem Zustand auf einen Druck von ca. 50 hPa evakuiert und vor dem Befüllen im Vakuum mit der Gewindespindel geschlossen, wobei zur Feineinstellung der Werkzeugschließkraft der in die Spindel eingebaute Hydraulikkolben verwendet wurde.

Zum Befüllen des Formnestes wurde der Arbeitsbehälterdruck unmittelbar nach dem Entgasen der Formmasse durch Einfüllen von Stickstoff von 100 hPa auf 200 hPa erhöht und das Ventil im Angießkanal geöffnet. Bei diesem geringen Einfülldruck kann ein Beschädigen der Mikrostrukturen durch einseitige Druckbelastungen der schmalen Stege der Trenndüsenstrukturen bei ungleichmäßigem Einfließen der Formmasse ausgeschlossen werden. Nach etwa einer Minute wurde der Formmassedruck von 200 hPa auf 0,5 MPa bis 1 MPa erhöht. Der Formmassedruck wird von einem Druckaufnehmer am Ende des Angießverteilerkanals erfaßt.

#### 3.4.3 Polymerisation und Temperung

Die Härtung erfolgte bei Plexit 74 bei Raumtemperatur. Bei der warmhärtenden Formmasse Plexit M60 wurde nach dem Befüllen die untere Werkzeughälfte aufgeheizt, wobei der Formeinsatz mit einer Heizrate von 1,5 K/min auf eine Temperatur von 105 °C gebracht wurde. Um den auftretenden Reaktionsschwund soweit wie möglich auszugleichen und eine Blasenbildung durch Verdampfen einzelner Komponenten zu vermeiden, wurde die Formmasse während der Härtung mit einem Druck von etwa 10 MPa beaufschlagt. Zum Abbau von möglichen inneren Spannungen und für eine vollständige Aushärtung wurde das Material nachträglich bei 105 °C getempert. Die Temperzeit betrug bei Plexit M60 vierzig Minuten und bei Plexit 74 zwei Stunden.

#### 3.4.4 Entformung

Zur Entformung wurde das Werkzeug auf die jeweils gewünschte Entformungstemperatur mit einer Rate von etwa 2,5 K/min abgekühlt. Um eine möglichst gleichmäßige Bewegung bei der Entformung sicherzustellen, wurden die Werkzeughälften durch Zurückfahren des hydraulisch angetriebenen Bolzens getrennt. Gleichzeitig wurden der Entformungsweg und die Formöffnungskraft, die beim Öffnen des Werkzeuges zwischen dem Formteil und dem Formeinsatz wirksam ist, aufgezeichnet (s. Abschn. 3.2). Die maximale Formöffnungskraft kann zwar nicht zur Berechnung des Haftreibungskoeffizienten  $\mu$  aus der grundsätzlichen Beziehung für die Entformungskraft /17/

$$F = \mu \cdot p_F \cdot A$$

herangezogen werden, da die Flächenpressung  $p_F$  und die zwischen dem Formteil und dem Formnest wirksame Kontaktfläche  $A$  - wenn beispielsweise einzelne Strukturteile beim Entformen abreißen - bei den Versuchen nicht bekannt waren. Die maximale Formöffnungskraft stellt jedoch ein qualitatives Maß für die Entformungskraft dar und kann deshalb zur Beurteilung der Einflüsse verschiedener Prozeßparameter auf die Entformungskraft herangezogen werden.

### 3.5 **Thermoanalytische Methoden zur Bestimmung von Formmasse- bzw. Formstoffeigenschaften**

Für die Optimierung des Abformprozesses ist es notwendig, den Reaktionsverlauf der Formmasse zu erfassen und die Abhängigkeit der mechanischen Eigenschaften des Formstoffes von der Zusammensetzung der Formmasse und der Temperatur zu bestimmen. Der Reaktionsverlauf wurde durch Messung der Reaktionsenthalpie verfolgt. Zur Untersuchung der Temperaturabhängigkeit der mechanischen Eigenschaften wurde der Speichermodul  $E'$  und der mechanische Verlustfaktor  $\tan \delta$  der Formstoffe gemessen.

#### 3.5.1 Dynamische Differenz-Wärmestrom-Kalorimetrie

Der Einfluß des Trennmittel- und Härtergehaltes auf den Reaktionsverlauf bei der Polymerisation wurde mit Hilfe der dynamischen Differenz-Wärmestrom-Kalorimetrie (DSC = Differential Scanning Calorimetry) untersucht /18/.

Das angewandte Meßprinzip ist in Abb. 3.3 schematisch dargestellt. Die Probe wird in Zwillinganordnung mit einer Vergleichsmeßstelle in einem Ofenkörper (Metallblock) aufgeheizt. Aus dem Temperaturunterschied zwischen Probe und Referenz kann die Reaktionsenthalpie ermittelt werden /19/. Unter den vereinfachenden Annahmen, daß sich Probe und Referenzsubstanz in einem Block mit unendlich hoher Wärmeleitfähigkeit befinden und daß beide dieselben thermischen Eigenschaften besitzen, ergeben sich die Temperaturen  $T_1$  und  $T_2$  von Referenzsubstanz bzw. Probe aus der Lösung der beiden Differentialgleichungen

$$\rho c (\partial T_1 / \partial t) - \lambda \operatorname{div} \operatorname{grad} T_1 = 0$$

$$\rho c (\partial T_2 / \partial t) - \lambda \operatorname{div} \operatorname{grad} T_2 = \partial q / \partial t$$

wobei  $\partial q / \partial t$  z. B. die pro Zeiteinheit in der Probe freiwerdende Reaktionsenthalpie darstellt. Durch Subtraktion der Gleichungen und anschließende zeitliche Integration erhält man die Reaktionsenthalpie  $q$  aus der Temperaturdifferenz  $\theta$  zwischen Referenzsubstanz und Probe.

$$q = \rho c (\theta_2 - \theta_1) - \lambda \int_{t_1}^{t_2} \operatorname{div} \operatorname{grad} \theta \, dt.$$

$T_1$  = Temperatur der Referenzsubstanz

$c$  = spezifische Wärmekapazität

$T_2$  = Temperatur der Probe

$t$  = Zeit

$\rho$  = Dichte

$\lambda$  = Wärmeleitfähigkeit

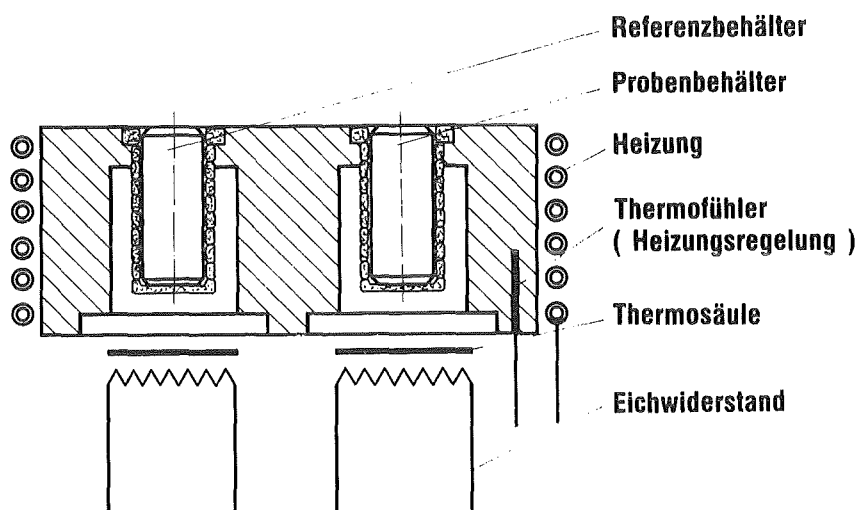


Abb. 3.3: Aufbau des Meßkopfes bei der dynamischen Differenz-Wärmestrom-Kalorimetrie (DSC).

Bei der Aufzeichnung des zeitlichen Verlaufs der Temperaturdifferenz  $\theta$  erhält man ohne Enthalpieänderung der Probe eine Basislinie, deren Steigung vom Unterschied der Wärmekapazitäten zwischen Probe und Referenz abhängt. Eine Enthalpieänderung der Probe durch eine exotherme oder endotherme Reaktion führt zur Abweichung der Kurve von der Basislinie und ist proportional zur Fläche zwischen der DSC-Kurve und der Basislinie. Die Zeit, während der die DSC-Kurve von der Basislinie abweicht, entspricht der Reaktionszeit der Formmasse.

### 3.5.2 Dynamisch-mechanische Thermoanalyse

Mit Hilfe der dynamisch-mechanischen Thermoanalyse (DMTA) können der Speichermodul  $E'$  und der Verlustmodul  $E''$  bzw. deren Verhältnis, der mechanische Verlustfaktor  $\tan\delta$  bestimmt werden /20/. Bei der verwendeten Meßanordnung wurde die Probe mit typischen Abmessungen von 10mm x 1mm x 40mm beidseitig eingespannt und über eine, in der Probenmitte liegende, dritte Einspannung sinusförmigen Wechselbelastungen mit einer Frequenz von 1 Hz unterworfen, während die Temperatur nach einem vorgegebenen Programm mit konstanter Heizrate von 0 °C auf 150 °C erhöht wurde. Die gedämpfte, erzwungene Schwingung des Meßsystems kann mit folgender Differentialgleichung beschrieben werden /21/:

$$F_p \sin(\omega t) = M\ddot{x} + (\eta + S_D/\omega + kE''/\omega)\dot{x} + (S + kE')x$$

- $F_p$  = Amplitude der Vibrationskraft
- $M$  = Masse des schwingenden Systems
- $(E' + iE'')$  = Komplexer Elastizitätsmodul der Probe
- $(S + iS_D)$  = Komplexe Federkonstante der Aufhängung
- $\eta$  = Dämpfungsfaktor des mechanischen Schwingsystems
- $k$  = Probengeometriefaktor
- $x$  = Auslenkung

Durch Messung der Erregerkraft  $F_p$  und der im Regelfall hierzu phasenverschobenen Auslenkung  $x$  wird unter Berücksichtigung eines Probengeometriefaktors der Verlustfaktor

$$\tan \delta = E'' / E'$$

und der Logarithmus des Speichermoduls  $\log E'$  berechnet. Aus der Temperaturabhängigkeit des Speichermoduls  $E'$  und des mechanischen Verlustfaktors  $\tan\delta$  wurden der Erweichungsbereich des Kunststoffes, der durch einen starken Abfall des Speichermoduls  $E'$  gekennzeichnet ist, sowie die Glasübergangstemperatur  $T_G$ , die durch das Maximum des Verlustfaktors  $\tan\delta$  festgelegt ist, ermittelt.



#### **4. Einflüsse von Prozeßparametern auf das Abformergebnis**

Bei der Herstellung von galvanisierbaren Mikrostrukturen durch Abformung mit Kunststoff im Vakuum-Reaktionsgießverfahren müssen die Prozeßführung und die Prozeßparameter so vorgegeben werden, daß zum einen die geforderte Abformgenauigkeit erreicht und zum anderen eine möglichst hohe Ausbeute erzielt wird. Außerdem interessiert, welche Anforderungen an die Galvanikstartfläche für eine zuverlässige Metallabscheidung zwischen den Kunststoffstrukturen gestellt werden müssen. Im folgenden wird über Experimente mit dem in Abschnitt 2.3.2 beschriebenen Trenndüsen-Formeinsatz berichtet, wobei die Einflüsse des Trennmittelgehalts, des Härtergehalts, der Entformungstemperatur, der Temperaturverteilung im Werkzeug, des Gasdruckes im Formnest, des Formmassedruckes und der Entformungsgeschwindigkeit auf das Abformergebnis untersucht wurden. Als wichtige Größen wurden hierbei die Ausbeute und die Formöffnungskraft in Abhängigkeit von den Prozeßparametern bestimmt. Zusätzlich wurden in begleitenden Versuchen die Temperaturabhängigkeit der mechanischen Eigenschaften sowie der Härtingsverlauf und der Härtingsgrad der Formmassen ermittelt.

Zur Bestimmung der Ausbeute wurden im Regelfall die Formteile mit einem Lichtmikroskop untersucht, wobei die Lage der einzelnen, fehlerhaft abgeformten Trenndüsenstrukturen festgestellt wurde. Zusätzlich wurden Untersuchungen mit einem Rasterelektronenmikroskop durchgeführt, um auch Strukturfehler, wie Einfallstellen an den Mantelflächen oder plastische Verformungen, zu erfassen.

Bei den Versuchen wurden im Regelfall Angießplatten eingesetzt, bei denen jedes Trenndüsenystem über vier Angießbohrungen (s. Abschnitt 3.1) angegossen wurde. Die Prozeßführung erfolgte nach dem in Abschnitt 3.4 beschriebenen Ablauf.

##### **4.1 Trennmittelgehalt**

Setzt man der Formmasse zur Verringerung der Haftung des Formstoffes an der Formnestoberfläche ein internes Trennmittel zu, so ist damit zu rechnen, daß sich der Härtingsverlauf der Formmasse /12/ und die mechanischen Eigenschaften des Formstoffes verändern. Angestrebt wird ein Trennmittelgehalt, bei dem zum einen die Haftkräfte in ausreichendem Maße reduziert, zum anderen aber der Härtingsgrad und die mechanischen Eigenschaften des Formstoffes nicht in zu starkem Maße verschlechtert werden. Für die Formmasse Plexit M60 wurde bei einem Härtergehalt von 1,25 % durch Abformversuche mit begleitenden thermo-

analytischen Messungen der optimale Trennmittelgehalt im Bereich von 1 % bis 8 % bestimmt. \*)

Die obere Grenze für den Trennmittelgehalt ergab sich aus der Tatsache, daß bei einem Zusatz von mehr als 8 % nach dem in Abschnitt 3.4 beschriebenen Prozeßablauf bei einer maximalen Härtungstemperatur von 105 °C keine ausreichende Härtung der Formmasse mehr erreicht werden konnte.

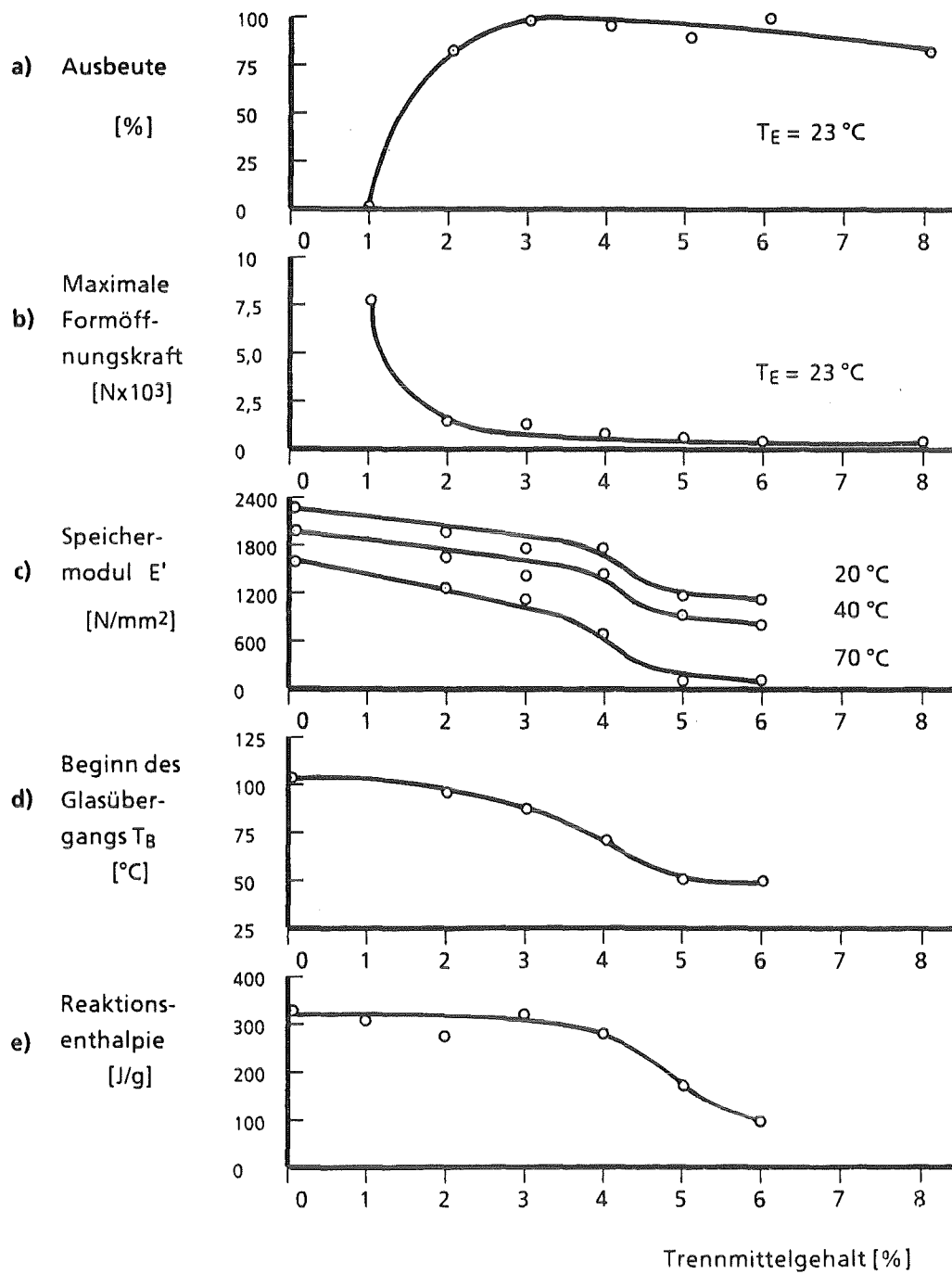
In Abb. 4.1a ist die Ausbeute, d. h. der Prozentsatz der fehlerfrei durch Abformung hergestellten Strukturen, in Abhängigkeit vom Trennmittelgehalt der Formmasse dargestellt. Die Entformungstemperatur  $T_E$  betrug bei allen Versuchen 23 °C. Die höchsten Prozentsätze fehlerfreier Strukturen werden bei Trennmittelzusätzen zwischen 3 % und 6 % erzielt. Unterhalb von 3% nimmt die Ausbeute fehlerfrei entformter Strukturen stark ab. Bei einem Trennmittelgehalt von 1 % reißen alle Trenndüsenstrukturen mit den zugehörigen Gasführungskanälen in der Trennebene ab.

Die bei diesen Versuchen gemessene maximale Formöffnungskraft (s. Abschnitte 3.2 und 3.4.4) ist in Abb. 4.1b als Funktion des Trennmittelgehaltes aufgetragen. Bei einer Erhöhung des Trennmittelzusatzes von 1 % auf 2 % nimmt die maximale Formöffnungskraft zunächst stark ab und verringert sich bis zu einem Trennmittelgehalt von 8 % nur noch wenig.

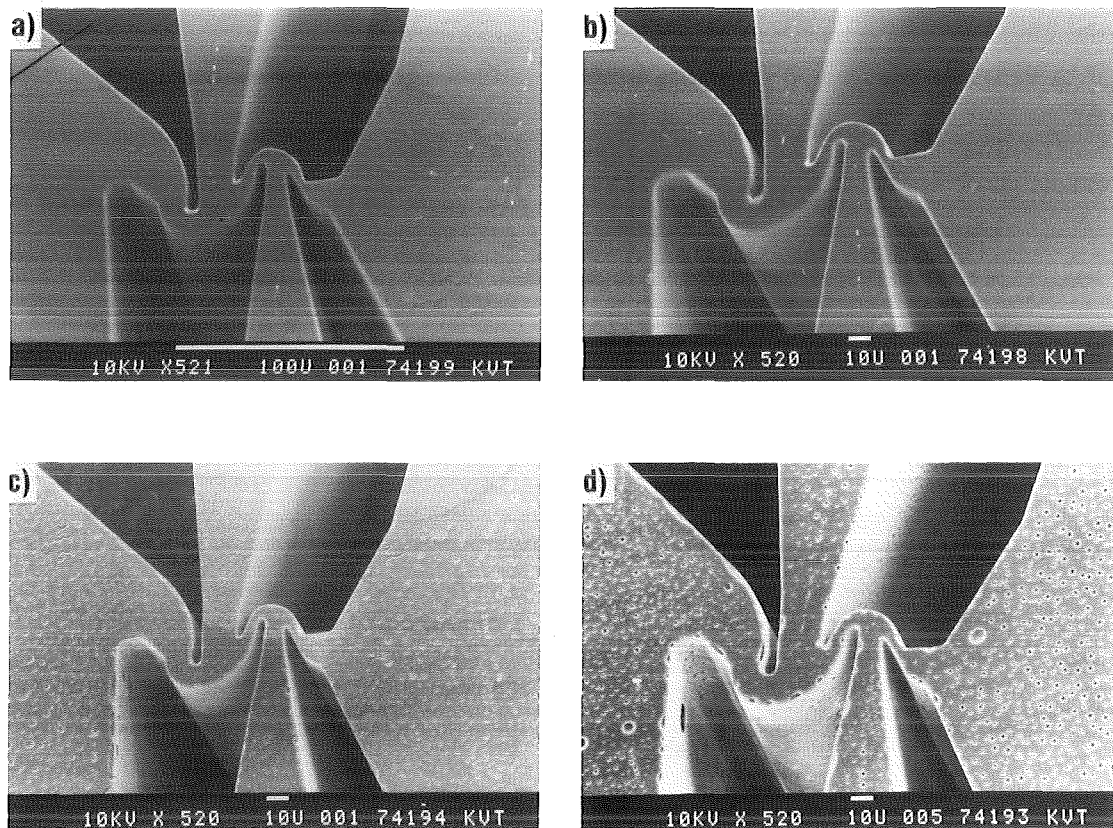
Bei einem Trennmittelgehalt von mehr als 4 % treten zunächst vereinzelt kleine Poren im Formstoff auf, die mit zunehmendem Trennmittelgehalt häufiger und größer werden. Abbildung 4.2 zeigt Formteile mit unterschiedlichen Trennmittelzusätzen. In Abb. 4.2a (Trennmittelgehalt: 4 %) sind keine Poren vorhanden. Die bei einem Trennmittelgehalt von 5 % auftretenden Poren haben Abmessungen von weniger als 1 µm und sind deshalb in Abb. 4.2b bei der hier gewählten Vergrößerung noch nicht erkennbar. In Abb. 4.2c (Trennmittelgehalt: 6 %) und Abb. 4.2d (Trennmittelgehalt: 8 %) sind die Poren dagegen deutlich sichtbar. Die Durchmesser der Poren liegen bei etwa 1 µm bzw. bei 3 µm. An Bruchflächen der Formteile ist zu erkennen, daß die Poren nicht nur an der Oberfläche auftreten, sondern über das gesamte Volumen des Formstoffes verteilt sind (Abb. 4.3). An den Formteilerflächen sind außer den gezeigten Poren noch Einfallstellen vorhanden, die bei einem Trennmittelgehalt von 8 % Abmessungen bis zu etwa 80 µm erreichen (Abb. 4.3a).

---

\*) Alle Prozentangaben beziehen sich auf die Gewichtsanteile.

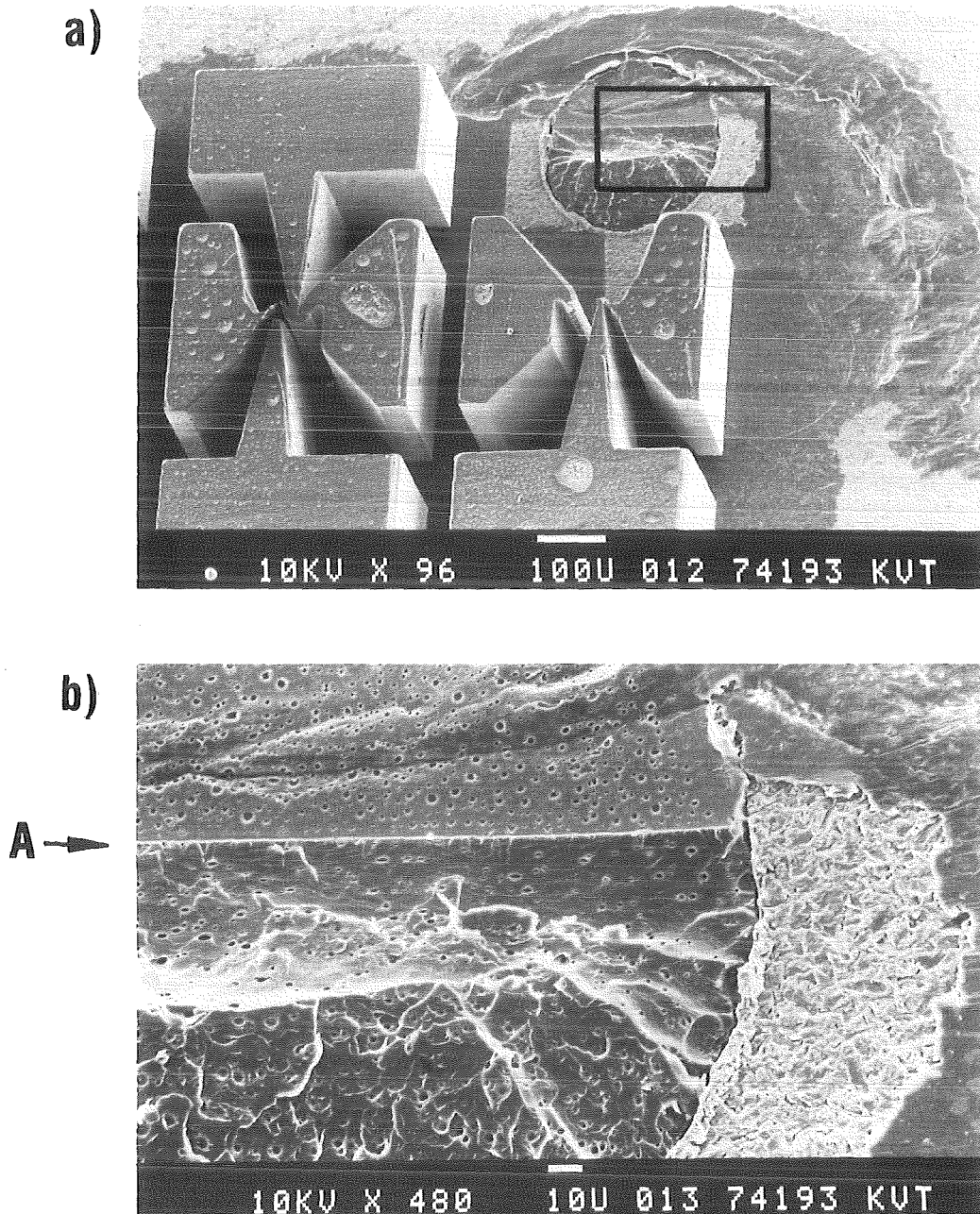


**Abb. 4.1:** Einfluß des Trennmittelgehalts der Formmassen auf die Ausbeute (a) die maximale Formöffnungskraft (b), den Speichermodul  $E'$  (c), den Beginn des Glasübergangs  $T_B$  (d) und die Reaktionsenthalpie (e). Die Ausbeute und die maximale Formöffnungskraft wurden bei einer Entformungstemperatur  $T_E$  von  $23^\circ\text{C}$  bestimmt. Der Härtergehalt betrug jeweils 1,25 %.



**Abb. 4.2:** Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen von Trenndüsenstrukturen bei Formstoffen mit unterschiedlichem Trennmittelgehalt. Bei einem Trennmittelgehalt von 4 % (a) sind keine Poren vorhanden. Bei einem Trennmittelgehalt von 5 % (b) liegen die Abmessungen der Poren unter  $1\ \mu\text{m}$  und sind noch nicht erkennbar, während bei 6 % (c) und 8 % (d) eine deutliche Porenbildung sichtbar ist.

Ergänzend zu den Abformversuchen wurden mit Hilfe der dynamisch-mechanischen Thermoanalyse (DMTA, s. Kap. 3.5.2) bei ausgehärteten Proben der Speichermodul  $E'$  und der mechanische Verlustfaktor  $\tan\delta$  in Abhängigkeit vom Trennmittelgehalt des Formstoffes gemessen. In Abb. 4.4 ist der Verlauf des Speichermoduls  $E'$  und des mechanischen Verlustfaktors  $\tan\delta$  als Funktion der Temperatur für einen Formstoff aus Plexit M60 mit einem Härtergehalt von 1,25 % und einem Trennmittelgehalt von 4 % aufgetragen. Definitionsgemäß wird die Glasübergangstemperatur  $T_G$  als das Maximum des Verlustfaktors  $\tan\delta$  festgelegt. Der Beginn des Glasübergangs  $T_B$ , bei dem der Formstoff vom hartelastischen Zustand in den weichelastischen Zustand übergeht, ist durch den steilen Abfall des Speichermoduls  $E'$  und den Anstieg des mechanischen Verlustfaktors  $\tan\delta$  gekennzeichnet. In Abb. 4.1c ist der Speichermodul  $E'$  als Funktion des Trennmittelgehalts bei Temperaturen von  $20\ ^\circ\text{C}$ ,  $40\ ^\circ\text{C}$  und  $70\ ^\circ\text{C}$  aufgetragen. Aus der



**Abb. 4.3:** Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen von Trenndüsenstrukturen mit einem Trennmittelgehalt von 8 %.

- a) An der Oberfläche des Formteils sind deutlich Poren mit Durchmessern von mehreren Mikrometern und Einfallstellen mit Abmessungen bis zu 80  $\mu\text{m}$  zu erkennen.
- b) Eine Vergrößerung im Bereich der Angießbohrung zeigt, daß die Poren sowohl an der Oberfläche (oberhalb der Abbruchkante A) als auch im Formstoff, beispielsweise an einer Bruchfläche (unterhalb der Abbruchkante A), auftreten.

Abbildung ist zu entnehmen, daß der Speichermodul  $E'$  für alle Temperaturen bei einem Trennmittelgehalt von mehr als 4 % stark abfällt.

Um die Formstabilität der Kunststoffstrukturen im Galvanikbad sicherzustellen, sollte der Beginn des Glasübergangs  $T_B$  möglichst über der Badtemperatur liegen, die bei dem z. Z. verwendeten Nickelsulfamat-Bad 55 °C beträgt. Aus Abb. 4.1d geht hervor, daß bei Formstoffen mit Trennmittelzusätzen bis zu etwa 3 % der Beginn des Glasübergangs  $T_B$  (s. Abb. 4.4) über einer Temperatur von 90 °C liegt. Bei höheren Trennmittelzusätzen bis 5 % fällt  $T_B$  bereits auf 45 °C ab und unterschreitet damit die Temperatur des Galvanikbades.

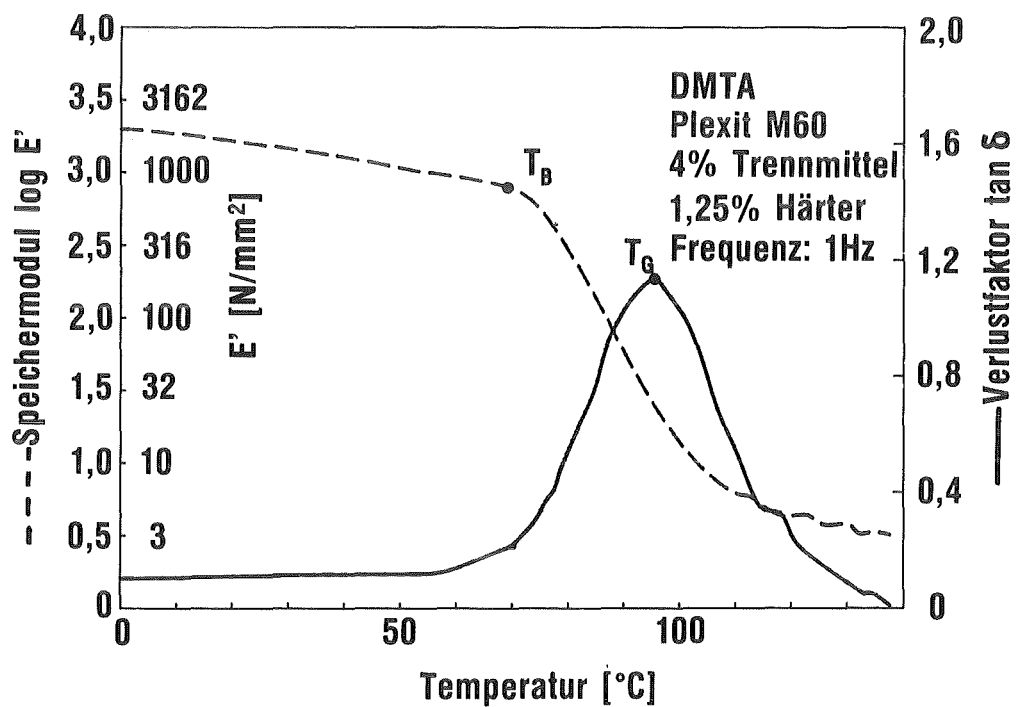
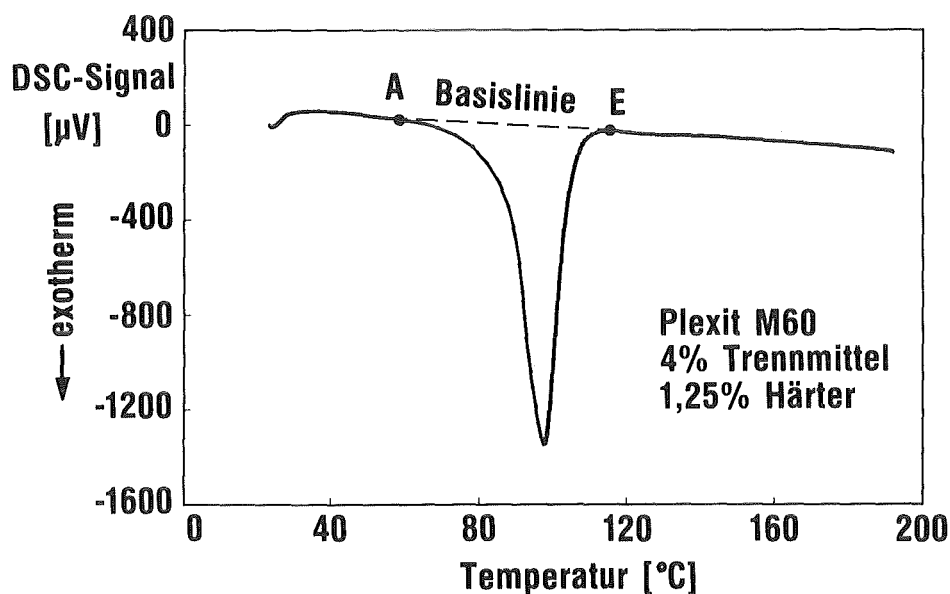


Abb. 4.4: Temperaturabhängigkeit des Speichermoduls  $E'$  und des Verlustfaktors  $\tan \delta$  eines Formstoffes mit einem Trennmittelgehalt von 4 % und einem Härtergehalt von 1,25 %. Eingezeichnet sind der Beginn des Glasübergangs  $T_B$  und die Glasübergangstemperatur  $T_G$ .

Mit Hilfe der dynamischen Differenz-Wärmestrom-Kalorimetrie (s. Kap. 3.5.1) wurde die bei der exothermen Härtingsreaktion freiwerdende Reaktionsenthalpie für Formmassen unterschiedlicher Zusammensetzung bestimmt. Die Formmassen wurden in einen dicht verschließbaren Probenbehälter eingewogen und in der Meßzelle mit einer Heizrate von 2 K/min von Raumtemperatur auf 200 °C aufgeheizt. In Abb. 4.5 ist eine DSC-Meßkurve für Plexit M60 mit einem Trennmittelgehalt von 4 % und einem Härtergehalt von 1,25 % aufgetragen. Der Beginn

der Härtingsreaktion ist durch die Abweichung der Meßkurve in Punkt A von der Basislinie gekennzeichnet. Das Ende der Härtingsreaktion liegt bei Punkt E, bei dem die DSC-Meßkurve wieder auf die Basislinie trifft. Die Fläche zwischen der Basislinie und der DSC-Meßkurve ist proportional zur Reaktionsenthalpie. Die notwendigen Umrechnungsfaktoren wurden mit Hilfe von elektrischen Eichmessungen bestimmt. In Abb. 4.1e ist die so bestimmte Reaktionsenthalpie als Funktion des Trennmittelgehalts aufgetragen. Bei einem Trennmittelgehalt zwischen 0 % und 3 % beträgt die Reaktionsenthalpie etwa 300 J/g. Bei Trennmittelzusätzen von mehr als 3 % fällt die Reaktionsenthalpie ab und beträgt bei einem Trennmittelgehalt von 6 % etwa 90 J/g. Da die Formmasse bereits einen gewissen in MMA gelösten Polymeranteil enthält, sind die Werte der Reaktionsenthalpie erwartungsgemäß geringer als bei reinem MMA. Die gemessene Reaktionsenthalpie von 521 J/g bei der Härtung von reinem MMA mit einem Härterzusatz von 1,25 % stimmt annähernd mit dem aus der Literatur bekannten Wert von 544 J/g für reines MMA überein /22/.

Die Endtemperaturen, bei denen die Reaktionen abgeschlossen sind, oder die Reaktionszeiten sind trotz unterschiedlich großer Reaktionsenthalpien bei den verschiedenen Trennmittelzusätzen etwa gleich groß.



**Abb. 4.5:** Typischer Verlauf einer DSC-Kurve (Differential Scanning Calorimetry) zur Ermittlung des Reaktionsverlaufes von Plexit M60. Die Probe wurde in einem abgeschlossenen Behälter mit einer Rate von 2K/min von Raumtemperatur auf 200 °C aufgeheizt. Der Beginn der Härtingsreaktion ist durch den Punkt A und das Ende ist durch den Punkt E gekennzeichnet. Die Fläche zwischen der DSC-Kurve und der Basislinie ist proportional zur Reaktionsenthalpie.

## 4.2 Härtergehalt

Setzt man der Formmasse ein Trennmittel zu, so muß der minimal notwendige Härtergehalt erhöht werden. Bei orientierenden Versuchen mit einem Härtergehalt von 0,75 % und einem Trennmittelgehalt von 4 % zeigte sich beispielsweise, daß bei dem in Abschnitt 3.4 beschriebenen Prozeßablauf bei einer maximalen Härtetemperatur von 105 °C noch keine ausreichende Härtung der Formmasse erreicht werden konnte.

Der Einfluß des Härtergehaltes auf die Ausbeute, den Speichermodul  $E'$ , den Beginn des Glasübergangs  $T_B$  sowie auf die Reaktionsenthalpie wurde in einem Bereich zwischen 1,25 % und 4 % untersucht (Abb. 4.6).

Aus Abb. 4.6a geht hervor, daß bei einem Härtergehalt von 1,25 % die höchste Ausbeute mit etwa 90 % erreicht wird. Sie sinkt auf etwa 70 % bei einem Härtergehalt von 2 % ab und bleibt dann etwa konstant bis zu einem Härtergehalt von 4 %. Die in Abb. 4.6b aufgetragene maximale Formöffnungskraft ist ebenfalls bei einem Härtergehalt von 1,25 % am geringsten. Sie steigt mit zunehmendem Härtergehalt an.

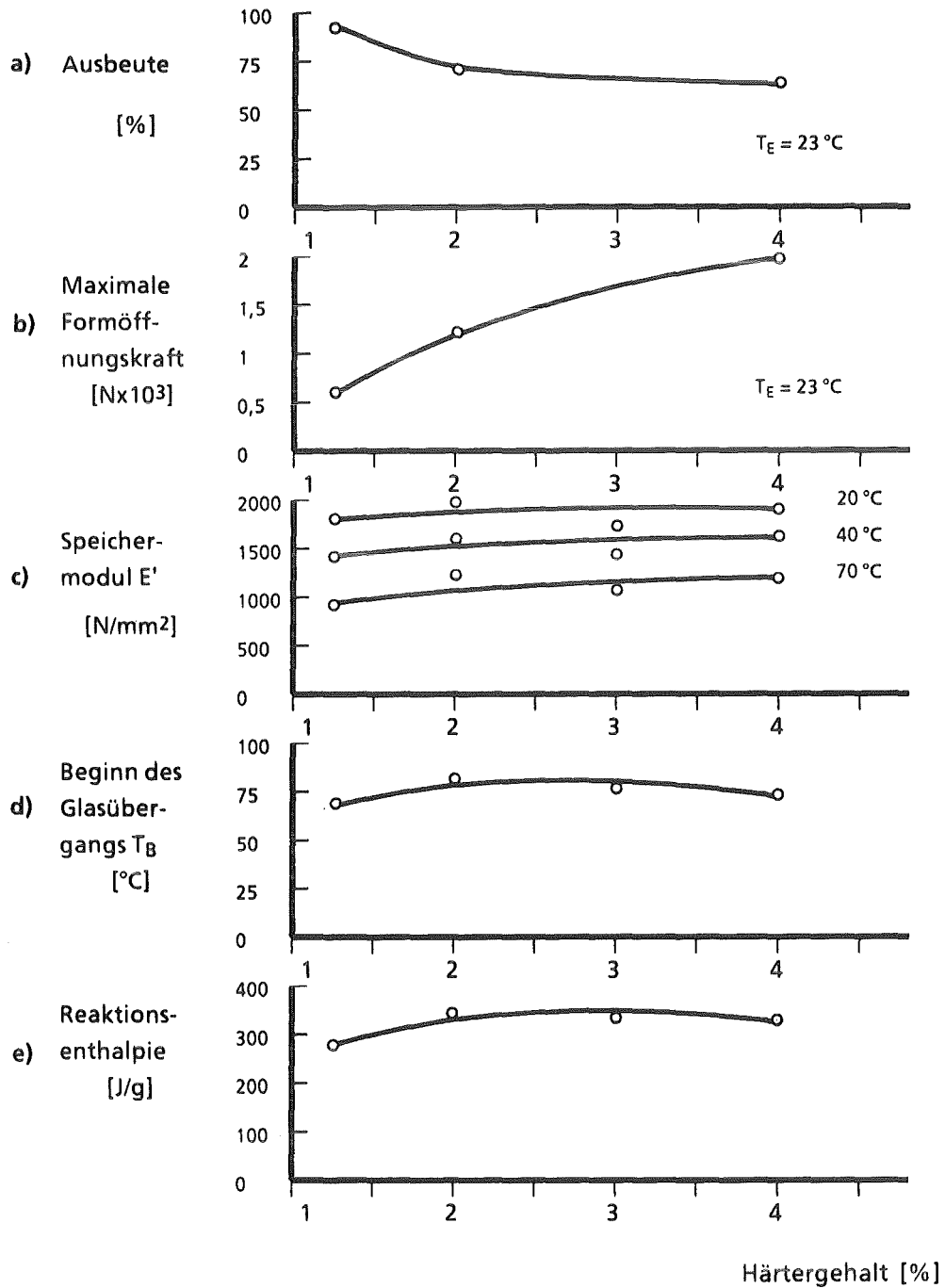
Bei einer Variation des Härtergehaltes zwischen 1,25 % und 4 % beobachtet man keine signifikanten Einflüsse auf den Speichermodul  $E'$ , den Beginn des Glasübergangs  $T_B$  und auf die Reaktionsenthalpie (Abb. 4.6c bis Abb. 4.6e).

## 4.3 Entformungstemperatur

Bei Kunststoffen nimmt die Zugfestigkeit mit steigender Temperatur ab (vgl. z. B. /23/), so daß im Hinblick auf eine möglichst hohe Festigkeit die Entformung bei tiefen Temperaturen durchgeführt werden sollte. Andererseits kann es aber bei tieferen Temperaturen, beispielsweise durch ein Aufschrumpfen des Formteiles auf Strukturteile des Formnestes, zu einem Ansteigen der Entformungskraft kommen. Darüber hinaus werden Kunststoffe i. a. mit abnehmender Temperatur zunehmend spröder, d. h. die Bruchdehnung nimmt ab /23/.

Zur Bestimmung einer hinsichtlich der Ausbeute und der Strukturgenauigkeit optimalen Entformungstemperatur wurde diese zwischen 5 °C und 100 °C variiert. Als Formmasse wurde Plexit M60 eingesetzt. Bei einem Trennmittelgehalt von 4 % wurde mit Härterzusätzen von 1,25 % und 2 % gearbeitet; bei einem Trennmittelgehalt von 6 % wurde 1,25 % Härter zugemischt. Die Entformungsgeschwindigkeit betrug etwa 40  $\mu\text{m/s}$ .



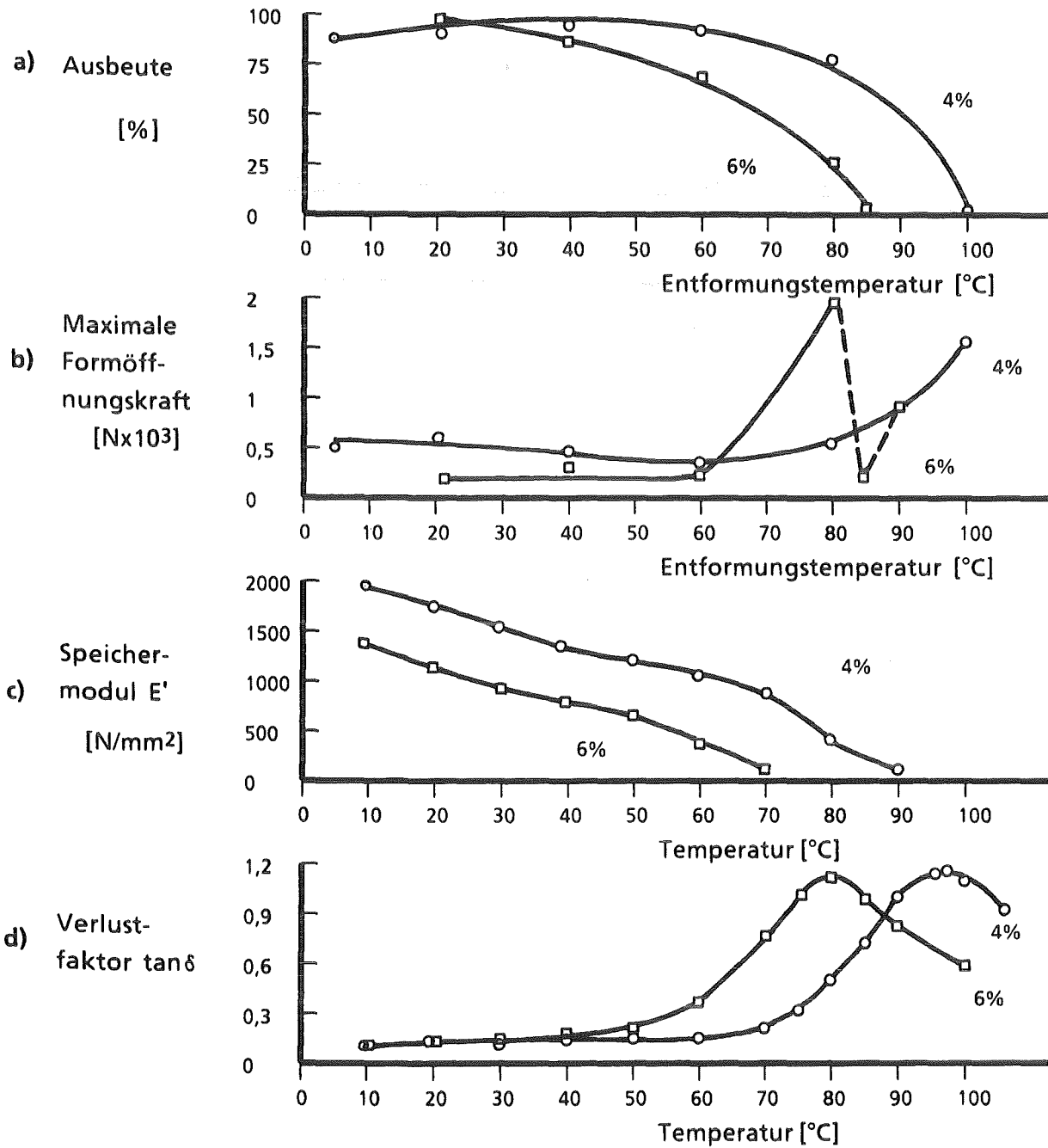


**Abb. 4.6:** Einfluß des Härtergehalts der Formmasse auf die Ausbeute (a), die maximale Formöffnungskraft (b), den Speichermodul  $E'$  (c), den Beginn des Glasübergangs  $T_B$  (d) und die Reaktionsenthalpie (e). Die Ausbeute und die maximale Formöffnungskraft wurden bei einer Entformungstemperatur  $T_E$  von  $23\text{ °C}$  bestimmt. Der Trennmittelgehalt betrug jeweils 4 %.

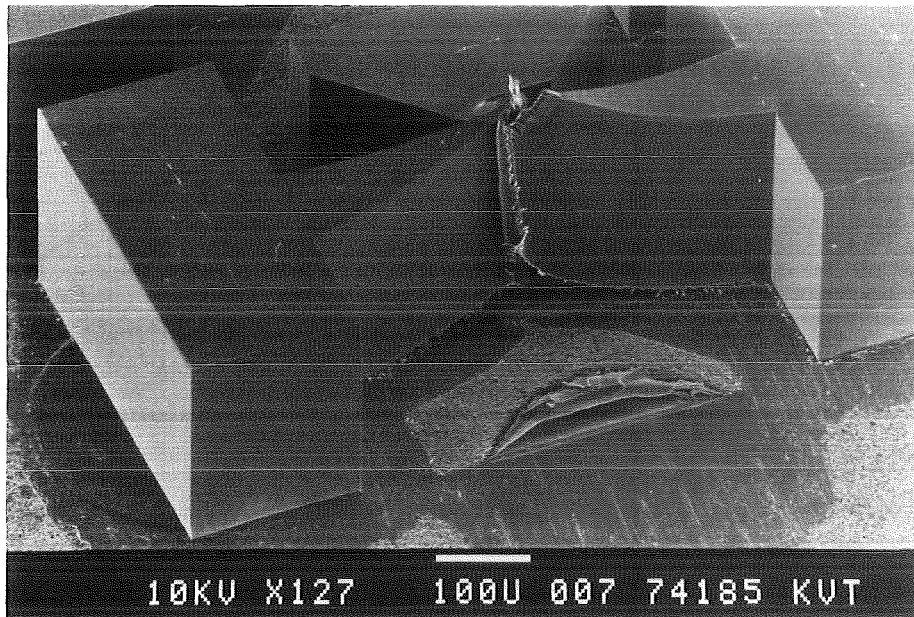
In Abb. 4.7a ist der Prozentsatz fehlerfrei erzeugter Strukturen für einen Trennmittelgehalt von 4 % und 6 % bei einem Härtergehalt von 1,25 % in Abhängigkeit von der Entformungstemperatur aufgetragen. Bei einem Trennmittelgehalt von 4% liegt die Ausbeute im Temperaturbereich zwischen 5 °C und 60 °C bei ca. 90 %. Bei 80 °C beträgt die Ausbeute etwa 70 %; bei 100 °C ist eine fehlerfreie Entformung der Mikrostrukturen nicht mehr möglich. Bei einem Trennmittelgehalt von 6 % werden bei niedrigen Entformungstemperaturen ( $T_E \leq 30 \text{ °C}$ ) ebenfalls Ausbeuten von über 90 % erzielt. Mit zunehmender Temperatur sinkt die Ausbeute jedoch deutlich schneller ab als bei einem Trennmittelgehalt von 4 % und bei 85 °C ist eine fehlerfreie Entformung bereits nicht mehr möglich. Bei hohen Temperaturen (85 °C bzw. 100 °C) werden praktisch alle Mikrostrukturen von der Angießplatte abgehoben und durch eine plastische Verformung zerstört (Abb. 4.8).

Eine Erhöhung des Trennmittelgehalts von 4 % auf 6 % führt im Temperaturbereich von 20 °C bis 60 °C zu einer merklichen Verringerung der maximalen Formöffnungskraft (Abb. 4.7b). Beim Beginn des Glasübergangs  $T_B$ , der durch den Anstieg des Verlustfaktors  $\tan\delta$  gekennzeichnet ist (Abb. 4.7d), steigt die maximale Formöffnungskraft mit zunehmender Temperatur deutlich an. Dieser Anstieg ist bei einem Trennmittelgehalt von 6 % besonders stark ausgeprägt. Bei Entformungstemperaturen oberhalb der Glasübergangstemperatur  $T_G$ , bei denen praktisch alle Strukturen zerstört werden, beobachtet man bei einem Trennmittelgehalt von 6 % wieder eine Abnahme der maximalen Formöffnungskraft. Die dabei gemessene Kraft kann hier allerdings nicht mehr mit den Haftkräften der Formteile an den Formwänden in Verbindung gebracht werden, sondern sie wird im wesentlichen durch die Zugfestigkeit des Formstoffes vorgegeben.

Eine Erhöhung des Trennmittelgehalts von 4 % auf 6 % führt zu einer deutlichen Abnahme des Speichermoduls  $E'$  (Abb. 4.7c). Eine unmittelbare Korrelation zwischen dem Speichermodul  $E'$  und der Ausbeute ist nicht erkennbar.

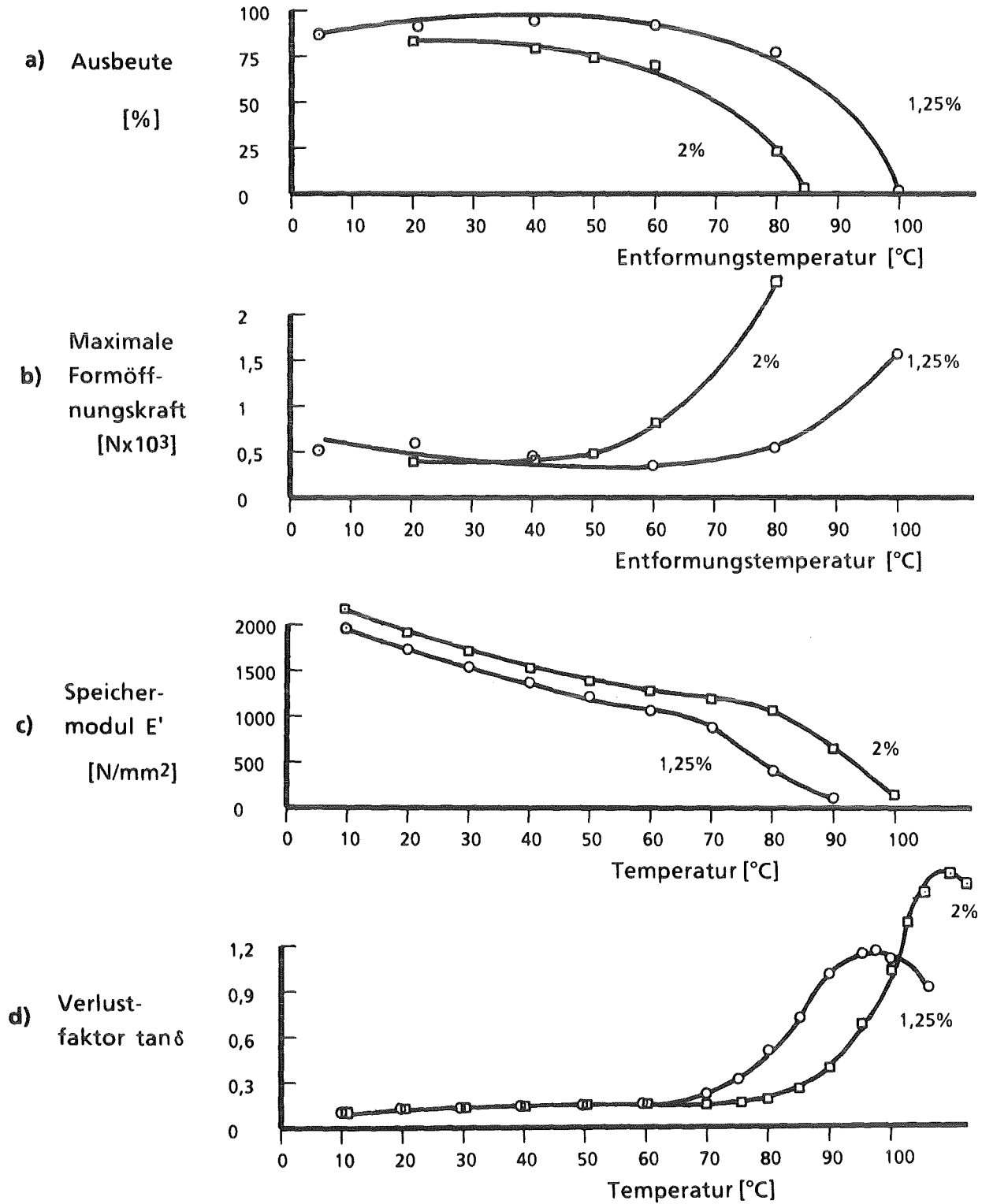


**Abb. 4.7:** Einfluß der Entformungstemperatur auf die Ausbeute (a) und die maximale Formöffnungskraft (b) und Abhängigkeit des Speichermoduls  $E'$  (c) und des Verlustfaktors  $\tan \delta$  (d) von der Temperatur für einen Trennmittelgehalt von 4 % bzw. 6 %. Der Härtergehalt der Formmassen betrug jeweils 1,25 %.



**Abb. 4.8:** Typische Beschädigung einer Mikrostruktur, die bei einer Temperatur von 100 °C entformt wurde. Die Mikrostruktur wird beim Entformen von der Angießplatte abgehoben. Die Formmasse besteht aus Plexit M60 mit einem Zusatz von 4 % Trennmittel und 1,25 % Härter.

Zusätzlich zur Untersuchung des Einflusses der Entformungstemperatur bei einer Veränderung des Trennmittelgehalts wurde bei konstantem Trennmittelgehalt der Härterzusatz variiert (Abb. 4.9). Im Gegensatz zu den in Abb. 4.7 gezeigten Messungen ist keine Korrelation zwischen dem Verlauf der maximalen Formöffnungskraft und dem Verlustfaktor  $\tan\delta$  erkennbar. Eine Erhöhung des Härtergehalts wirkt sich dahingehend aus, daß die maximale Formöffnungskraft bei tieferen Temperaturen ansteigt, während sich der Beginn des Glasübergangs  $T_B$  zu höheren Temperaturen verschiebt. Der Speichermodul  $E'$  steigt bei einer Erhöhung des Härtergehalts an.



**Abb. 4.9:** Einfluß der Entformungstemperatur auf die Ausbeute (a) und die maximale Formöffnungskraft (b) und Abhängigkeit des Speichermoduls E' (c) und des Verlustfaktors tanδ (d) von der Temperatur für einen Härtergehalt von 1,25 % bzw. 2 %. Der Trennmittelgehalt der Formmassen betrug jeweils 4 %.

#### 4.4 Räumliche Temperaturverteilung im Werkzeug

Um den Reaktionsschwund bei der Polymerisation der Formmasse durch ein Nachdrücken von noch fließfähiger Formmasse möglichst weitgehend ausgleichen zu können, ist es grundsätzlich vorteilhaft, einen Nachdruck im Bereich des Formnestes bis zur Aushärtung des Formteiles aufrecht halten zu können (vgl. z. B. /24/). Dies bedeutet, daß die Härtung vom Formteil aus in Richtung zum Angießkanal hin fortschreiten sollte. Bei warmhärtenden Formmassen ist es daher naheliegend, dem Werkzeug ein Temperaturprofil mit abfallender Temperatur zum Angießkanal hin aufzuprägen, so daß die Härtung im Formnestgrund beginnt. Bei den Versuchen wurde deshalb üblicherweise das Temperiermedium nur durch die untere Werkzeughälfte geleitet, so daß sich beim Aufheizen im Werkzeugkörper ein zum Angießkanal hin abfallendes Temperaturprofil einstellt (Abb. 4.10).

Beim Durchleiten des Temperiermediums nur durch die obere Werkzeughälfte kann ein annähernd spiegelbildliches Temperaturprofil im Bereich des Formeinsatzes erzeugt werden. Bei vergleichenden Versuchen waren jedoch keine signifikanten Unterschiede in bezug auf Qualität, Ausbeute und Formöffnungskraft zu erkennen. Es zeigte sich lediglich, daß der am Ende des Angießverteilerkanales gemessene Formmassedruck beim alleinigen Beheizen der unteren Werkzeughälfte länger aufrecht erhalten werden kann als beim Beheizen der oberen Werkzeughälfte.

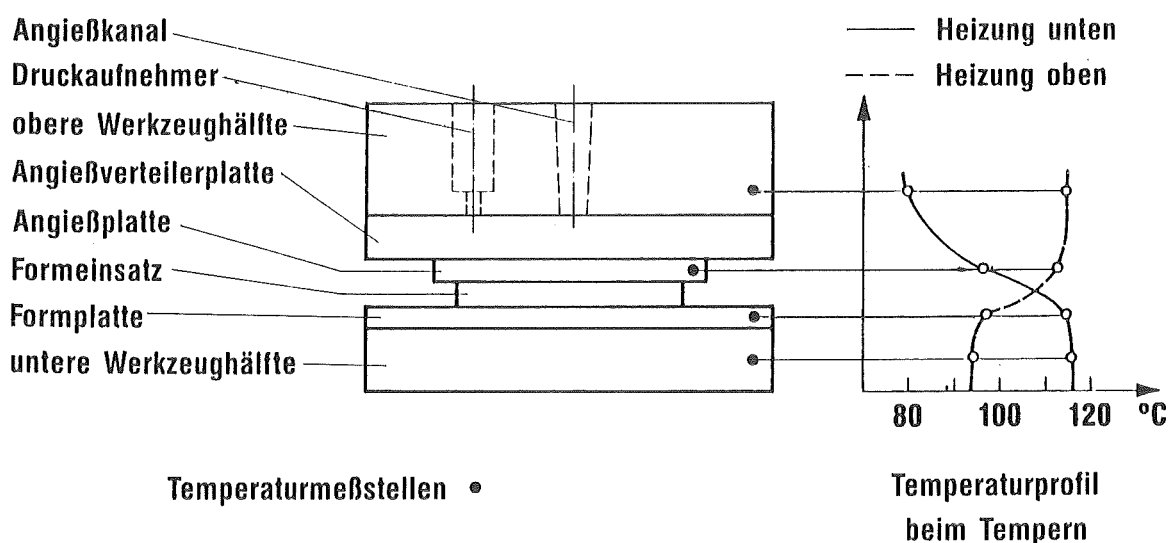
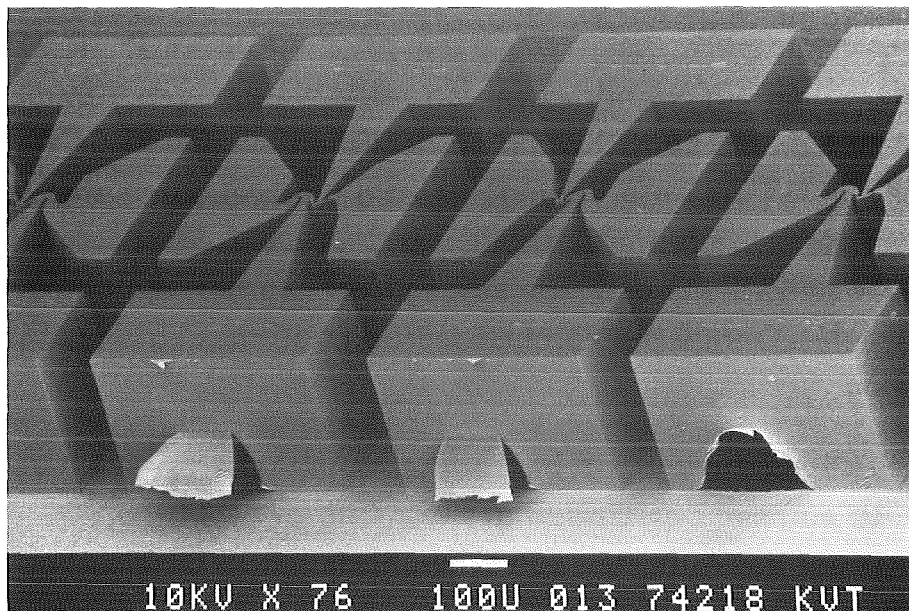


Abb. 4.10: Temperaturprofil im Werkzeug. Beim direkten Beheizen nur der unteren Werkzeughälfte stellt sich ein zum Angießkanal hin abfallendes Temperaturprofil ein. Durch direktes Beheizen der oberen Werkzeughälfte kann im Bereich des Formeinsatzes ein annähernd spiegelbildliches Temperaturprofil erzeugt werden.

#### 4.5 Gasdruck im Formnest vor dem Befüllen

Da die dünnflüssige Formmasse in Spalte mit Breiten im Submikrometer-Bereich eindringt, ist beim Reaktionsgießen mit solchen Formmassen das Einbauen von Entlüftungskanälen in das Werkzeug problematisch. Ein Evakuieren des Formnestes oder ein Entgasen der Formmasse vor dem Befüllen des Formnestes erfordern komplizierte Produktionsanlagen und einen zusätzlichen Aufwand bei der Abformung. Da geläppte Angießplatten bei geschlossenem Werkzeug möglicherweise nicht vollständig gasdicht abschließen und ein Teil der im Formnest befindlichen Luft in der Formmasse gelöst werden kann, wurde untersucht, inwieweit auf ein Entgasen der Formmasse und ein Evakuieren des Formnestes verzichtet werden kann.

Bei Versuchen, bei denen die Formmasse ohne vorheriges Entgasen in das nicht evakuierte Formnest gedrückt und nach dem üblichen Prozeß gehärtet wird, entstehen im Formteil relativ große Hohlräume. Diese reichen zum Teil bis in den Bereich der Mikrostrukturen und sind statistisch über die einzelnen Strukturen verteilt. Sie können auch bei höheren Formmassedrücker (10 MPa) nicht vermieden werden. Abbildung 4.11 zeigt Kunststoffstrukturen, die an den Stellen der Angießbohrungen Hohlräume enthalten.



**Abb. 4.11:** Hohlrumbildung durch Luft einschüsse im Formteil. Die Hohlräume entstehen, wenn die Formmasse beim Mischen und vor dem Befüllen nicht entgast wird und wenn im Formnest beim Befüllen Atmosphärendruck herrscht. Die Formmasse wurde bei einem Nachdruck von 1 MPa gehärtet.

Wird die Formmasse vor dem Befüllen des nicht evakuierten Formnestes in der üblichen Weise bei einem Druck von 100 hPa entgast, treten solche Hohlräume in deutlich geringerer Anzahl auf als bei nicht entgaster Formmasse. Die Häufigkeit hängt vom Formmassedruck während der Härtung ab. Bei einem Formmassedruck von 0,2 MPa ist die Zahl der Hohlräume relativ groß, während bei 5 MPa nur noch vereinzelt Hohlräume auftreten. Dabei tritt eine deutliche Häufung von Hohlräumen an den äußeren Enden der zickzackförmigen Anordnung der Strukturen auf.

Wird umgekehrt die Formmasse bei Atmosphärendruck vermischt und nicht entgast, aber bis zum Entweichen der beim Rühren und Einfüllen in den Arbeitsbehälter entstandenen Gaseinschlüsse gewartet und das Formnest vor dem Befüllen auf einen Druck von 50 hPa evakuiert, entstehen ebenfalls nur vereinzelt Hohlräume im Formteil oder in den Angießbohrungen.

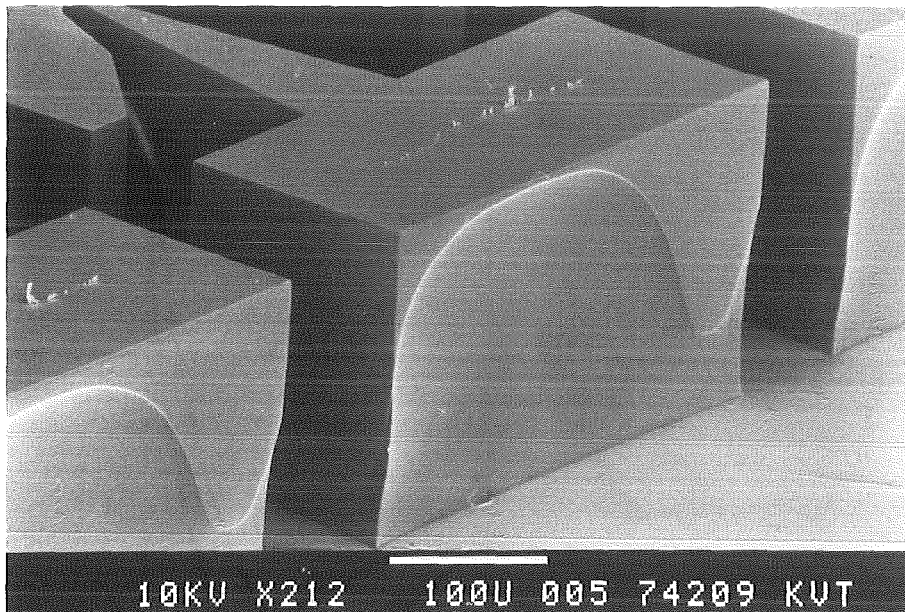
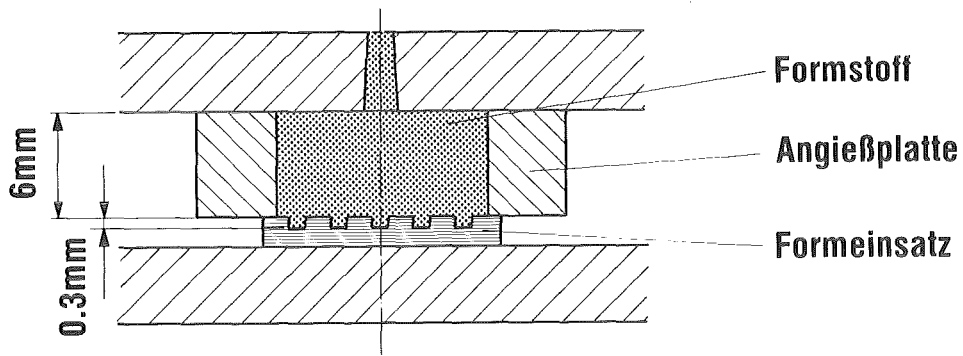
#### 4.6 Formmassedruck

Der Siedepunkt des in den Gießharzen auf Methacrylat-Basis enthaltenen Monomeren beträgt ca. 100 °C. Um bei der Warmhärtung der Formmasse eine Blasenbildung durch Verdampfen des Monomeren zu vermeiden, muß ein Druck von mindestens 0,1 MPa bis 0,2 MPa aufrecht erhalten werden. Für eine präzise Abformung von Mikrostrukturen sind jedoch voraussichtlich wesentlich höhere Drücke erforderlich, damit, wie in den Abschnitten 3.4.3. und 4.4. bereits erwähnt wurde, durch ein Nachdrücken von noch fließfähiger Formmasse während der Härtung ein Reaktionsschwund ausgeglichen werden kann. Da bei hohen Formmassedrücker die Anforderungen an das Werkzeug und die Gießanlage steigen, ist man daran interessiert, den kleinsten Formmassedruck zu bestimmen, bei dem der Reaktionsschwund gerade ausgeglichen werden kann. Außerdem ist es erforderlich, den Einfluß des Formmassedruckes auf das Enformungsverhalten zu bestimmen.

Ein Reaktionsschwund tritt bei Formteilen mit relativ großem Volumen besonders deutlich auf. Um den Einfluß des während der Härtung wirkenden Formmassedruckes auf das Auftreten von Schwundstellen zu untersuchen, wurden deshalb Abformversuche mit Angießplatten durchgeführt, deren Angießkanal die gesamte strukturierte Fläche im Formeinsatz abdeckt und eine Höhe von 6 mm besitzt (Abb. 4.12). Bei diesem Angießplattentyp werden die Mikrostrukturen vollständig mit Formmasse übergossen, so daß am Grund zwischen den so hergestellten Kunststoffstrukturen keine elektrisch leitende Galvanikstartfläche vor-



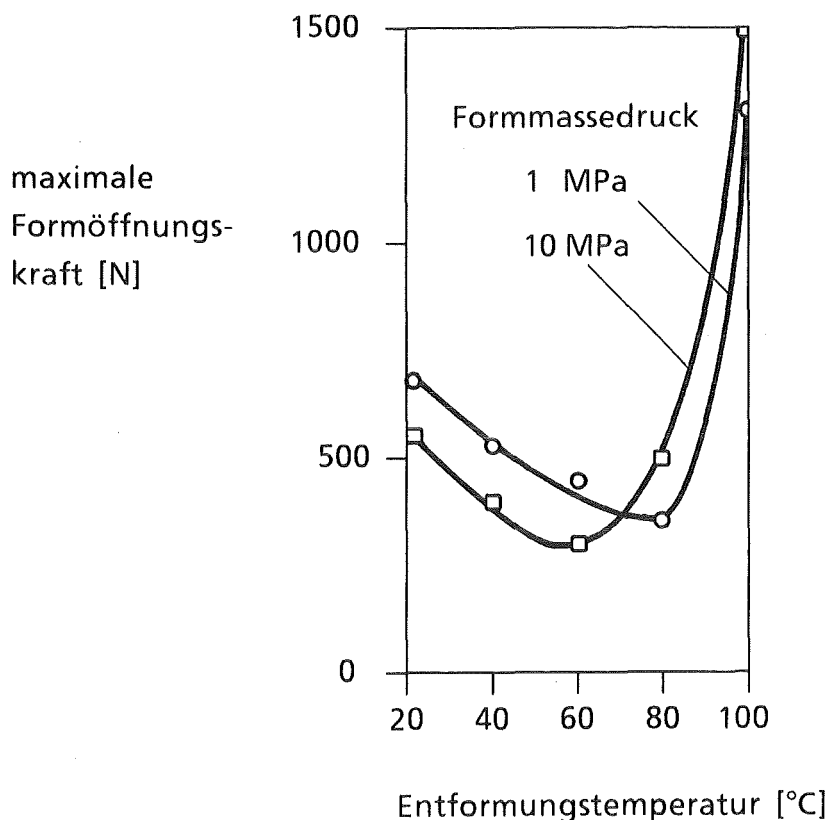
handen ist. Bei einer Härtung mit Formmassedrücken zwischen 0,2 MPa und 1 MPa treten bei diesen Abformversuchen an zahlreichen abgeformten Gasführungskanälen Einfallstellen auf (Abb. 4.12). Vereinzelt sind auch Hohlräume in den Formteilen vorhanden. Einfallstellen, wie in Abb. 4.12 gezeigt, können mit Formmassedrücken über 5 MPa vermieden werden.



**Abb. 4.12:** Durch Reaktionsschwund verursachte Einfallstellen, die bei relativ großem Angießvolumen auftreten. Die Skizze zeigt einen Schnitt durch das Werkzeug mit vergrößertem Angießvolumen. Der Formeinsatz wird vollständig mit Formmasse übergossen. Die elektrisch leitende Galvanikstartfläche am Grund zwischen den Kunststoffstrukturen fehlt hier. Die einzelnen Strukturen zeigen deutliche Schwundstellen.

Bei Angießplatten mit Angießbohrungen, wie sie in Abschnitt 3.1 beschrieben sind, ist das Volumen der Formteile deutlich kleiner als bei dem oben beschriebenen Typ. Bei Abformversuchen mit diesen Angießplatten traten selbst bei Formmassedrücken von nur 0,2 MPa keine Schwundstellen mehr auf. Ebenso konnte innerhalb der Streubreite der Ergebnisse kein merklicher Einfluß des Formmassedruckes auf die Ausbeute festgestellt werden. Bei der Verwendung von Plexit 74 ergab sich bei solchen Versuchen ein qualitativ ähnliches Ergebnis.

Die Höhe des Formmassedruckes während der Härtung wirkt sich jedoch deutlich auf die maximale Formöffnungskraft aus, wie aus Abb. 4.13 hervorgeht. Man erkennt, daß in dem für die Entformung günstigen Temperaturbereich zwischen 20 °C und 60 °C die maximale Formöffnungskraft bei einer Aushärtung mit einem Formmassedruck von 10 MPa merklich niedriger ist, als bei einem Formmassedruck von 1 MPa. Lediglich in dem hinsichtlich der Ausbeute ungünstigeren Temperaturbereich bei der Entformung oberhalb von 70 °C ergeben sich bei 1 MPa geringere Formöffnungskräfte als bei 10 MPa.



**Abb. 4.13:** Einfluß des Formmassedruckes während der Härtung auf die Temperaturabhängigkeit der maximalen Formöffnungskraft.

#### 4.7 Entformungsgeschwindigkeit

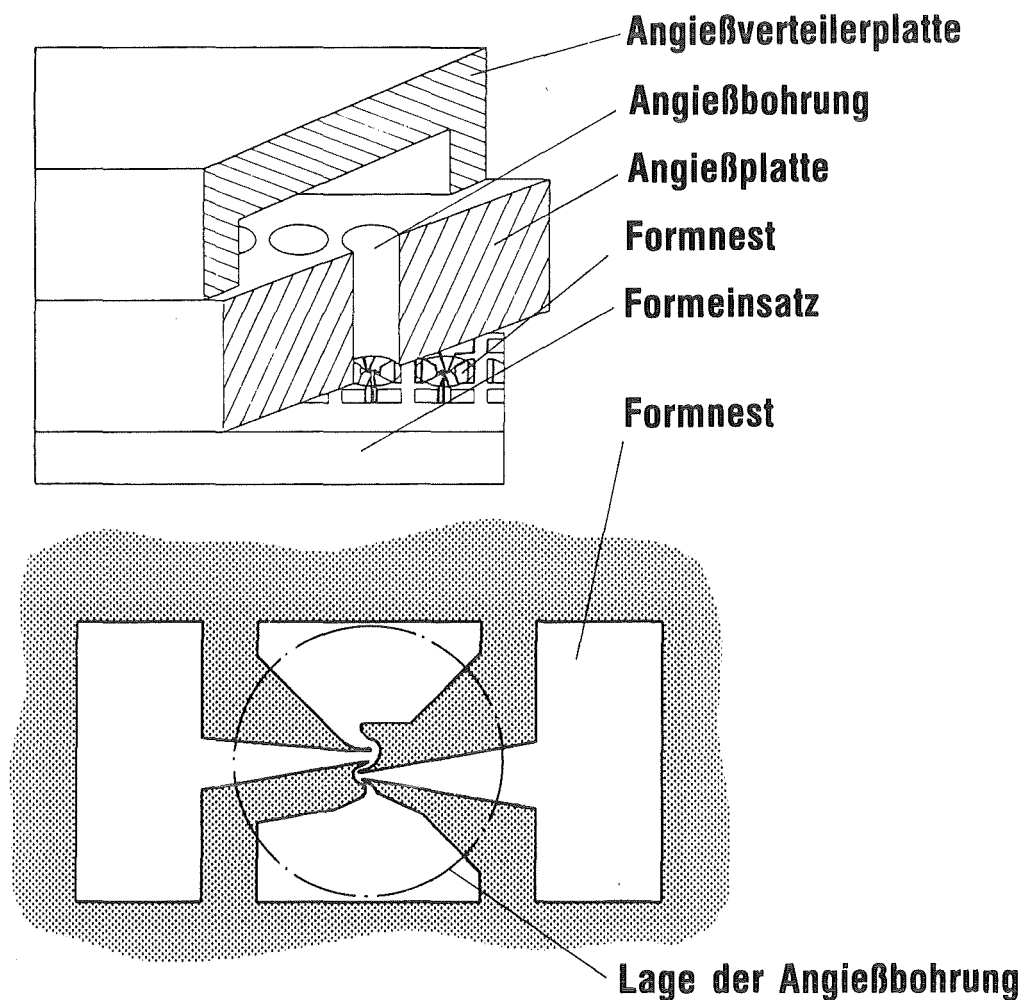
Es ist bekannt, daß bei den meisten Kunststoffen die Zugfestigkeit mit wachsender Dehngeschwindigkeit zunächst zunimmt und bei hohen Dehngeschwindigkeiten wieder abfällt /25,26/. Es sind jedoch keine Versuchsergebnisse bekannt, die unmittelbar auf die Verhältnisse bei der Entformung von Mikrostrukturen übertragen werden können. Deshalb wurden bereits vor den Abformversuchen mit Trenndüsenstrukturen Entformungsversuche mit verschiedenen Entformungsgeschwindigkeiten an einfachen Modellstrukturen (s. Abschnitt 2.4) mit Formmasse aus Plexit 74 durchgeführt. Die bei den Modellstrukturen eingesetzten Formstifte wurden durch Polierschleifen bearbeitet und besaßen im Gegensatz zu den Formeinsätzen, die durch Röntgentiefenlithographie und Galvanoformung erzeugt wurden, eine größere Oberflächenrauigkeit ( $R_{\max} = 0,1 \mu\text{m}$ ) und Riefen, die quer zur Entformungsrichtung verlaufen. Bei diesen Abformversuchen zeigte sich, daß bei einer ruckartigen Entformung mit einer Geschwindigkeit von größenordnungsmäßig 10 mm/s in den meisten Fällen nahezu alle Kunststoffstrukturen abrissen, während bei Entformungsgeschwindigkeiten von weniger als 0,1 mm/s eine deutlich höhere Ausbeute zu erzielen war.

Ergänzend zu den Vorversuchen mit Modellstrukturen und erhöhter Entformungsgeschwindigkeit unter Verwendung von Plexit 74 wurden entsprechende Experimente mit dem in Abschnitt 2.3.2 beschriebenen Formeinsatz unter Verwendung von Plexit M60 durchgeführt. Die Oberfläche des Formnestes besaß eine Rauhtiefe von  $R_{\max} = 0,02 \mu\text{m}$ , in Entformungsrichtung gemessen. Bei einer Erhöhung der Entformungsgeschwindigkeit von 40  $\mu\text{m/s}$  bis 7000  $\mu\text{m/s}$  bei gleichbleibender Entformungstemperatur von 40 °C verringerte sich die Ausbeute um ca. 25 %. Die maximale Formöffnungskraft veränderte sich bei großen Entformungsgeschwindigkeiten nur unwesentlich.

#### 4.8 Beschaffenheit der Angießplattenoberfläche

Die Angießplatte wird zur galvanischen Abscheidung von Metall zwischen den Kunststoffstrukturen als Elektrode eingesetzt. Um an der Oberfläche eine ausreichende elektrische Leitfähigkeit aufrecht zu erhalten, darf bei der Abformung in die Trennebene nicht in zu starkem Maße elektrisch isolierende Formmasse eindringen. Dabei ist einerseits zu beachten, daß die dünnflüssige Formmasse in Spalte mit Breiten im Submikrometer-Bereich einfließt, andererseits aber die von der Herstellung von Formeinsätzen (s. Abschnitt 2.3.2) bekannte Tatsache, daß auch mit Kunststoff bedeckte Bereiche durch ein laterales Wachstum beim galvanischen Abscheiden mit Metall vollständig überdeckt werden können.

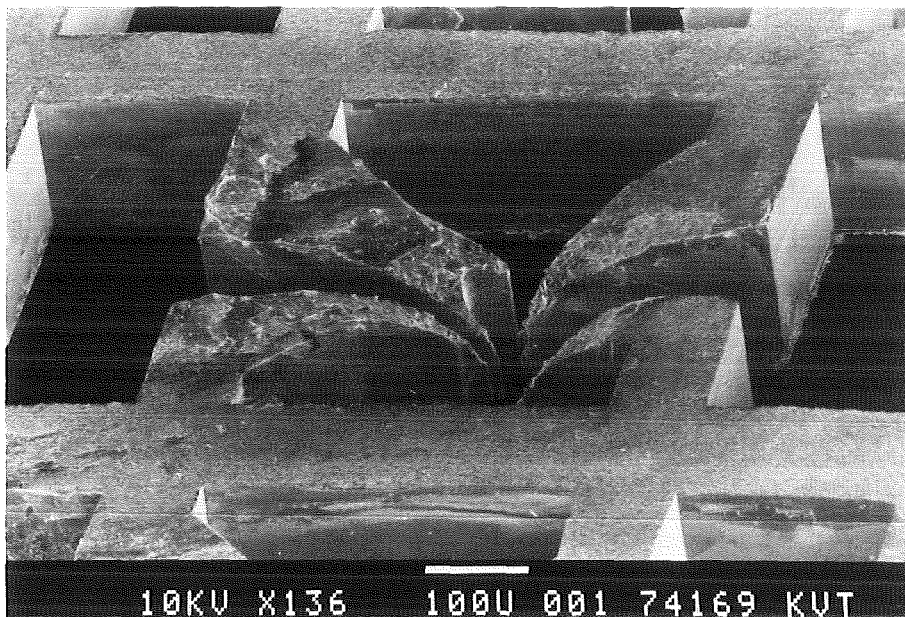
Bei der Verwendung des in Abschnitt 2.3.2 beschriebenen Formeinsatzes ist eine metallische Abdichtung in der Trennebene besonders in den Bereichen der Mikrostrukturen problematisch, da diese etwa 5  $\mu\text{m}$  tiefer liegen als die umgebende Formeinsatzstirnfläche. Ein Ausgleich dieser Unebenheiten kann nur durch eine Verformung der Oberfläche der Angießplatte bei genügend großen Werkzeugschließkräften erfolgen. Hierbei besteht jedoch die Gefahr, daß insbesondere die Mikrostrukturen des Formeinsatzes beschädigt werden. Um dieses Problem zu umgehen, wurden orientierende Abformversuche mit Angießplatten durchgeführt, die nur im Bereich der Mikrostruktur eine Angießbohrung mit einem Durchmesser von 400  $\mu\text{m}$  besitzen (Abb. 4.14). Die galvanische Abscheidung von Metall sollte in diesen Bereichen unter Ausnutzung des bereits erwähnten Querwachstums erfolgen.



**Abb. 4.14:** Anordnung der Angießbohrungen über den Mikrostrukturen. Die Formmasse wird in der Angießverteilerplatte auf die Reihen der Angießbohrungen verteilt.

Da die Mikrostruktur bei Verwendung einer solchen Angießplatte an ihrer gesamten Grundfläche mit dem Anguß verbunden ist (Abb. 4.14) und ein entsprechend großer Querschnitt zur Übertragung der Entformungskräfte im Bereich der Mikrostrukturen zur Verfügung steht, lassen sich erwartungsgemäß befriedigende Abformergebnisse erreichen.

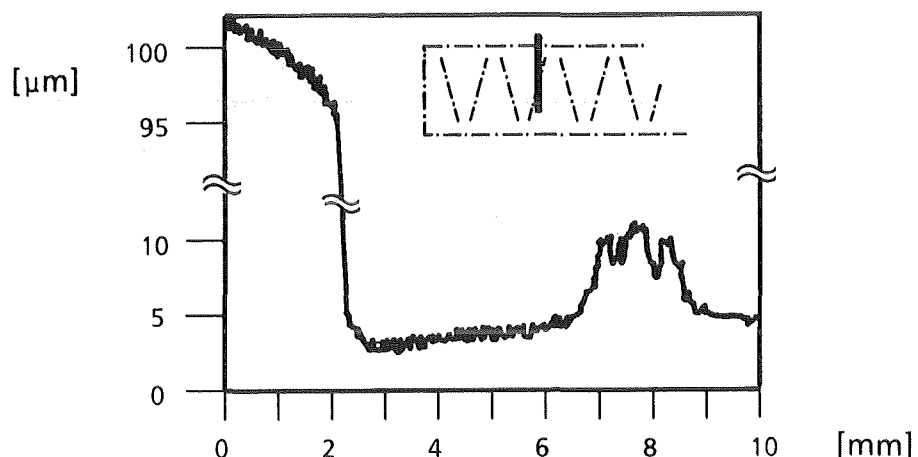
Es zeigt sich jedoch, daß das Querwachstum bei der galvanischen Abscheidung von Metall nicht für eine vollständige Ausbildung der Metallstruktur ausreicht. Dies wird durch Abbildung 4.15 verdeutlicht, in der eine auf einer solchen Angießplatte hergestellte Metallstruktur nach dem Entfernen der Kunststoffform und der Angießplatte zu erkennen ist. In Bereichen mit einer Galvanikstartfläche (s. Abb. 4.14) wird das Metall fehlerfrei abgeschieden. In den Bereichen der Mikrostrukturen, in denen keine Galvanikstartfläche vorhanden ist, wird das Metall nur unvollständig abgeschieden, wobei die Schichtdicke mit zunehmendem Abstand von der Galvanikstartfläche abnimmt.



**Abb. 4.15:** Unvollständige Metallabscheidung bei fehlender Galvanikstartfläche im Bereich der Mikrostruktur. Die Metallstruktur wurde auf einer Angießplatte aufgebaut, bei der die Angießbohrung im Bereich der Mikrostruktur lag. Die Kunststoffform ist bereits entfernt. Wegen des unzureichenden Querwachstums wird die Mikrostruktur (Bildmitte) nur unvollständig ausgebildet. Die Höhe der äußeren Bereiche beträgt 200  $\mu\text{m}$ .

Um einen ausreichenden elektrischen Kontakt auch im Bereich der Mikrostrukturen zu gewährleisten, wurden die weiteren Versuche mit den in Abschnitt 3.1 beschriebenen Angießplatten durchgeführt, die im Bereich der vier Gasführungskanäle Angießbohrungen enthalten und im Bereich der Mikrostrukturen nicht durchbohrt sind. Trotz der bereits erwähnten Ebenheitsabweichungen der Formeinsatzstirnfläche von etwa  $5\ \mu\text{m}$  wurde angestrebt, eine ausreichende Abdichtung auch im Bereich der Mikrostrukturen zu erhalten, um dort ebenfalls Startflächen für die galvanische Abscheidung von Metall zu erzielen. Die Angießplatten aus weichgeglühtem  $3\ \text{mm}$  dickem Aluminium besaßen eine Härte von  $\text{HB } 2,5/2,5 = 205\ \text{N/mm}^2$ . Die Werkzeugschließkraft wurde so gewählt, daß nach dem Zusammenpressen auch im Bereich der Mikrostrukturen ein bleibender Eindruck in der Angießplatte zu erkennen war. Die hierfür erforderliche Werkzeugschließkraft von  $25\ \text{kN}$  entspricht einer mittleren Flächenpressung zwischen Formeinsatz und Angießplatte von  $50\ \text{N/mm}^2$ .

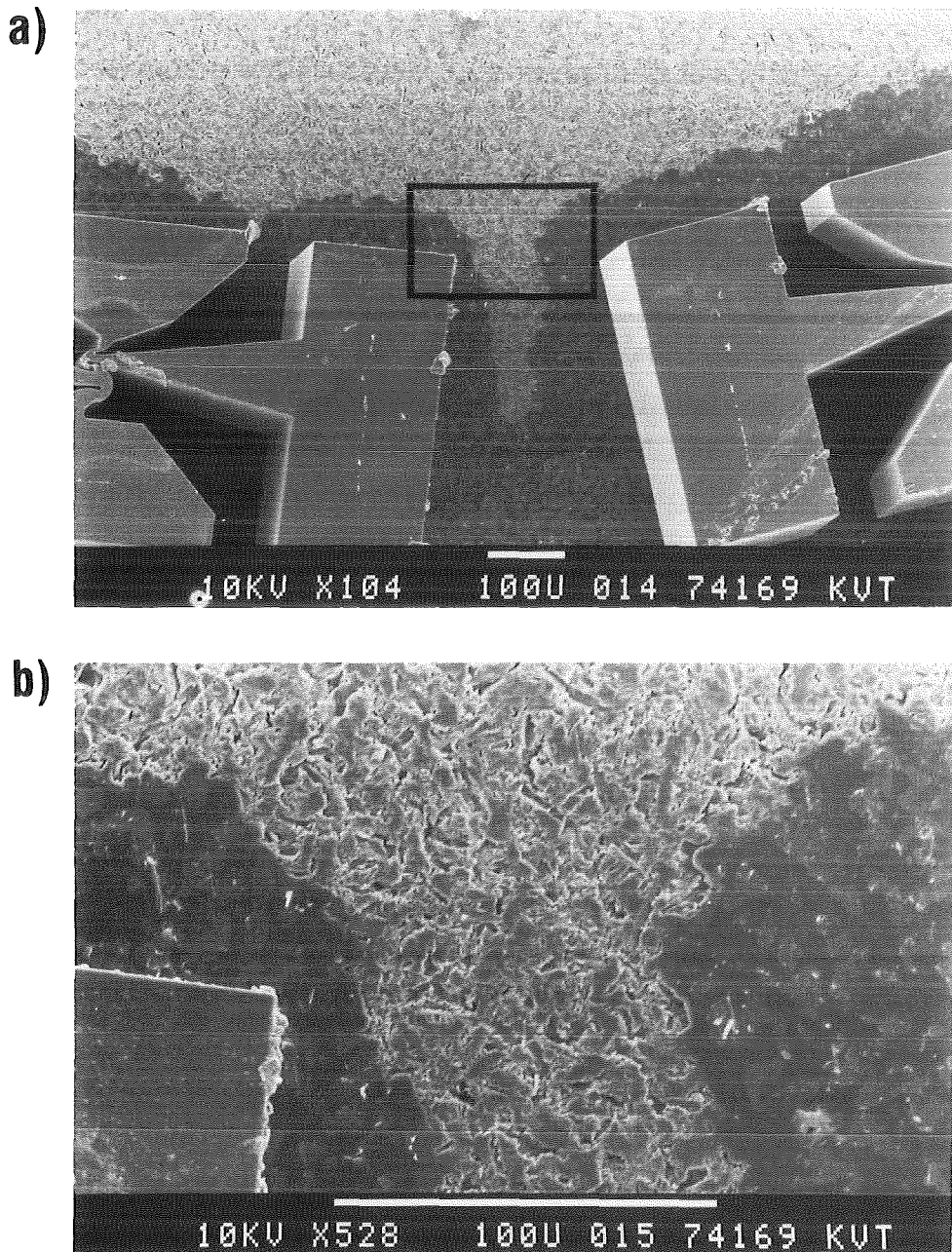
Abbildung 4.16 zeigt das durch plastische Verformung entstandene Oberflächenprofil einer solchen Angießplatte nach dem Eindrücken des Formeinsatzes. Man erkennt, daß durch das Eindrücken der Formeinsatzstirnfläche in der Angießplatte ein etwa  $100\ \mu\text{m}$  tiefer bleibender Eindruck erzeugt wurde, der im Bereich der Mikrostruktur etwa  $6\ \mu\text{m}$  geringer ist. Berücksichtigt man die Ebenheitsabweichung der Formeinsatzstirnfläche von etwa  $5\ \mu\text{m}$  in den Bereichen der Mikrostrukturen (Abschnitt 2.3.2), so beträgt die Eindringtiefe des Aluminiums in das Formnest maximal  $1\ \mu\text{m}$  bis  $2\ \mu\text{m}$ .



**Abb. 4.16:** Bleibende Verformung der Oberfläche einer Angießplatte aus weichem Aluminium nach dem Zusammenpressen mit dem Formeinsatz. Im Bereich der auftreffenden Formeinsatzstirnfläche wird ein ca.  $100\ \mu\text{m}$  tiefer Eindruck erzeugt. Das Material der Angießplatte fließt dabei nur wenige Mikrometer in das Formnest ein.

Bei beiden beschriebenen Angießplattentypen aus Aluminium mit einer Oberflächenrauigkeit  $R_{\max}$  von etwa  $2 \mu\text{m}$  konnte in der Trennebene keine vollständige Abdichtung erzielt werden. In der in Abb. 4.17a gezeigten rasterelektronenmikroskopischen Aufnahme ist auf der Angießplattenoberfläche im Bereich der Kunststoffstrukturen ein Kunststofffilm zu erkennen, der sich als dunklere Zone deutlich von der helleren Metalloberfläche abhebt. Dieser Kunststofffilm hat jedoch keine geschlossene Oberfläche, sondern ist durch einzelne Metallpunkte unterbrochen, die in Abb. 4.17b als helle Bereiche zu erkennen sind. Demnach dringt die Formmasse hier in die Täler zwischen die beim Aufeinanderpressen der Flächen verformten Spitzen des Oberflächenprofils ein, so daß nur die Profilspitzen frei von einem Überzug aus Kunststoff bleiben und als elektrisch leitende Kontaktstellen beim galvanischen Abscheiden von Metall dienen können. Wie aus den Meßprotokollen der Oberflächenprofile und aus den rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen zu entnehmen ist, beträgt der mittlere Abstand der Profilspitzen bei geläpften Aluminiumplatten etwa  $20 \mu\text{m}$ . Die Rauhtiefe der geläpften Angießplattenoberfläche verringert sich durch das Aufpressen des Formeinsatzes von  $R_{\max} = 2,2 \mu\text{m}$  auf etwa  $R_{\max} = 1,5 \mu\text{m}$ . Das galvanische Abscheiden von Nickel auf der Angießplattenoberfläche erfolgt in den mit Kunststoff partiell abgedeckten Bereichen und in den Bereichen, die frei von Kunststoff sind, ohne nennenswerte Unterschiede in der Schichtdicke (Abb.4.18).

Abbildung 4.19a zeigt auf der Angießplatte galvanisch aufgebaute Metallstrukturen, deren frei aufgewachsene Stirnseite durch Läppen und Polieren eingeebnet wurde. Die Angießbohrungen in der Angießplatte treffen hier, wie in Abschnitt 3.1 beschrieben, auf die Gasführungs Kanäle der Trenndüsen-systeme. Die Kunststoffformen sind hier bereits entfernt. Die glatten Strukturwände weisen keinerlei Fehlstellen auf. Abbildung 4.19b zeigt die Vergrößerung einer solchen Metallwand an der Verbindungsstelle zur Angießplattenoberfläche (links) bzw. über einer Angießbohrung (rechts). Während die Oberfläche der Angießplatte eine relativ große Rauigkeit aufweist, besitzt im Vergleich dazu die untere Seite des galvanisch abgeschiedenen Metalls eine scharfe Kante. Wie bei der Herstellung des Formeinsatzes (Abschn. 2.3.2) werden hier elektrisch isolierende Kunststoffflächen durch laterales Wachstum bei der galvanischen Abscheidung des Metalls überdeckt. Da in den mit Kunststoff gefüllten Tälern des Oberflächenprofils der Angießplatte keine Metallabscheidung stattfindet,



**Abb. 4.17:** Eindringen der Formmasse in die Trennebene in unmittelbarer Umgebung der Kunststoffstrukturen.

- a) Der durch Eindringen von Formmasse in die Trennebene gebildete Kunststofffilm hebt sich dunkel ab von der Metalloberfläche, die frei von Kunststoff ist.
- b) Beim Aufeinanderpressen von Formeinsatz und Angießplatte werden die Profilspitzen der Angießplattenoberfläche verformt. An diesen Stellen ist der Kunststofffilm, der sich durch das Einfließen von Formmasse in die Trennebene gebildet hat, unterbrochen.



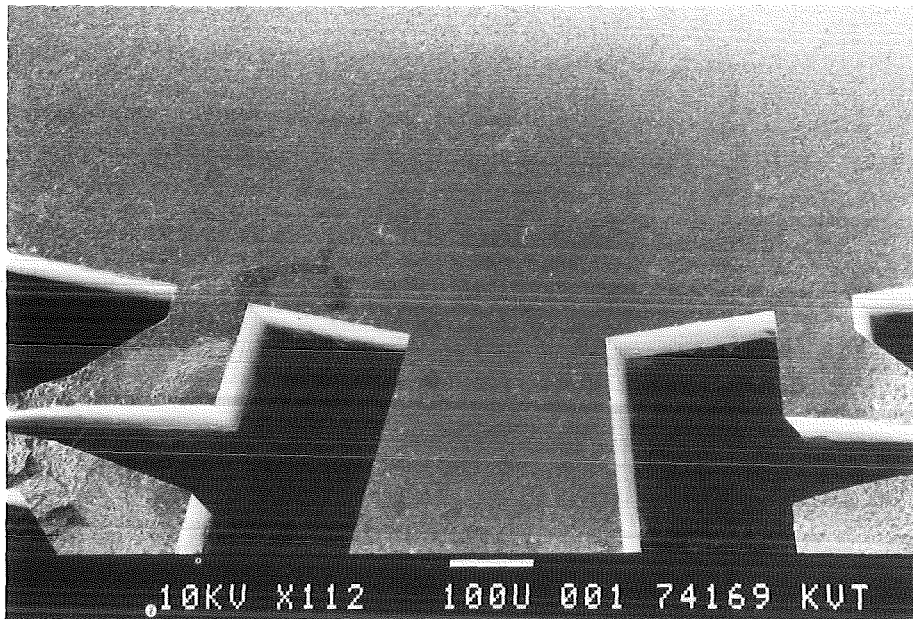
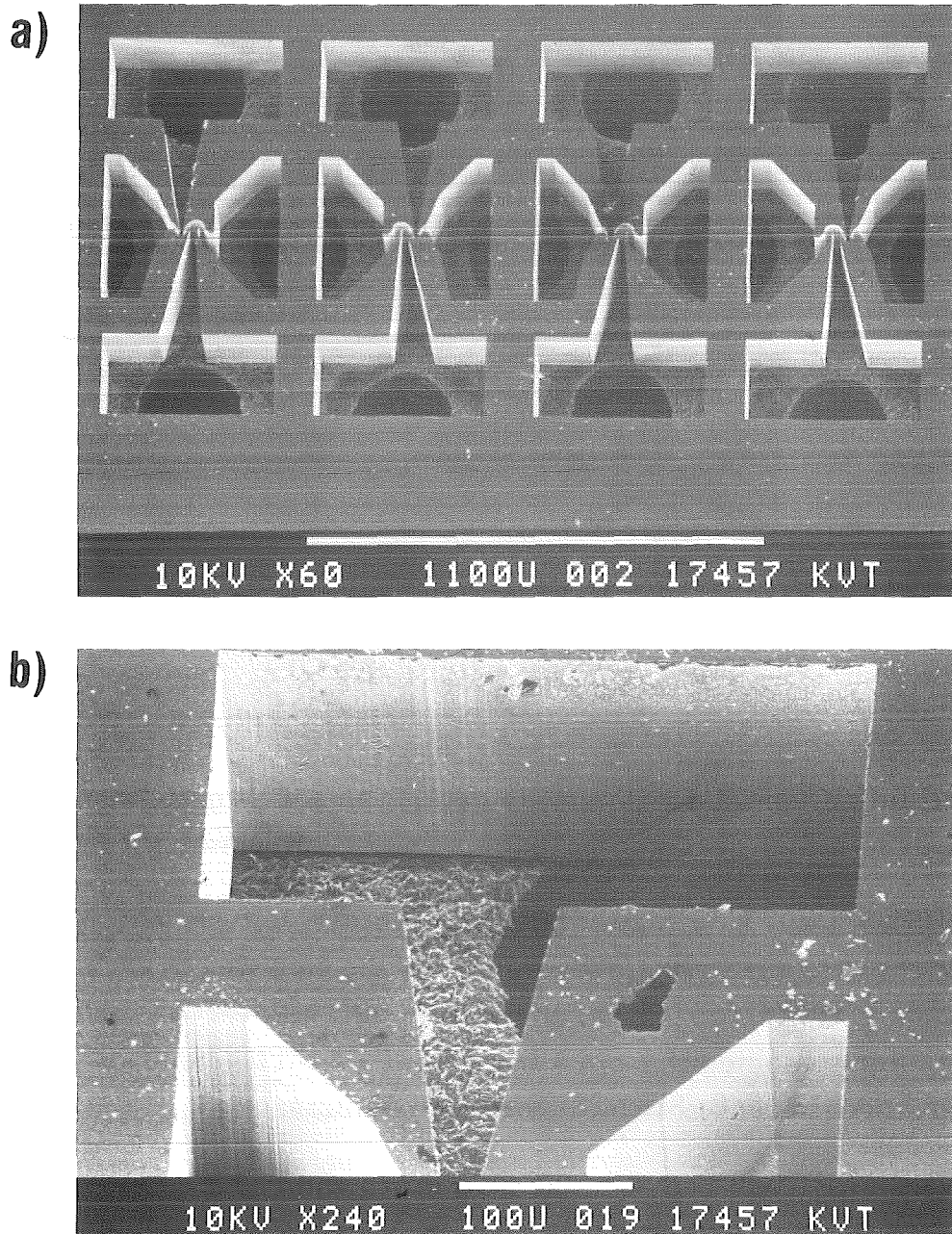


Abb. 4.18: Gleichmäßig hohe Metallabscheidung auf einer zum Teil mit Kunststoff bedeckten Metalloberfläche und einer Metalloberfläche die frei von Kunststoff ist (vgl. Abb. 4.17a).

gleich die Qualität der Unterseite der galvanisch hergestellten Metallschicht in diesen Bereichen der Oberflächenqualität der Formeinsatzstirnseite.

Im Hinblick auf eine Massenfertigung wurden Vorversuche mit einer harten Angießplatte aus Stahl durchgeführt, auf die eine weiche Dichtschicht aus Zinn mit einer Dicke von 25  $\mu\text{m}$  galvanisch aufgebracht war. Eine solche harte Angießplatte sollte sich beim Abformprozess nicht bleibend verformen und nach dem Erneuern der Dichtschicht wiederverwendbar sein.

Erwartungsgemäß ließ sich mit dem in Abschnitt 2.3.2 beschriebenen Formeinsatz, dessen Mikrostrukturen um ca. 5  $\mu\text{m}$  tiefer liegen als die umgebende Formeinsatzstirnfläche, bei einer Werkzeugschließkraft von 25 kN auf der Oberfläche solcher Platten kein bleibender Abdruck der Mikrostrukturen erzielen. Bei gleicher Schließkraft konnte jedoch mit einem Formeinsatz, dessen Mikrostrukturen nicht tiefer liegen als die umgebende Formeinsatzstirnfläche (Abschnitt 2.5.2), ein deutlicher Abdruck auch der gesamten Mikrostruktur auf der Oberfläche der Zinnschicht erreicht werden. Zur Erzielung einer befriedigenden Ausbeute stand jedoch noch kein fehlerfreier Formeinsatz zur Verfügung.



**Abb. 4.19:** Durch galvanische Abscheidung hergestellte Metallstruktur. Die durch Abformung hergestellte Kunststoffform ist bereits entfernt.

- a) Am Grund der Strukturen ist die Oberfläche der Angießplatte mit den Angießbohrungen zu erkennen. Die glatten Strukturwände weisen auch an den Stellen über den Angießbohrungen keinerlei Fehlstellen auf.
- b) Während die Oberfläche der Angießplatte eine relativ große Rauigkeit aufweist, besitzt im Vergleich dazu die untere Seite des galvanisch abgeschiedenen Metalls eine scharfe Kante.

## 5. Diskussion

Im Rahmen der Entwicklung des LIGA-Verfahrens wurde in der vorliegenden Arbeit eine fertigungstechnische Untersuchung zur Reproduktion metallischer Mikrostrukturen mit großer Strukturhöhe durch Abformung mit Reaktionsgießharzen und Galvanoformung durchgeführt. Die technische Machbarkeit dieses Fertigungsprozesses wurde am Beispiel der Herstellung von Trenndüsenstrukturen demonstriert, die kleinste Lateralabmessungen von etwa 3 µm und Strukturhöhen von etwa 300 µm aufweisen. Aus den hierbei gewonnenen Ergebnissen können - sowohl im Hinblick auf die Herstellung anderer Mikrostrukturprodukte als auch im Hinblick auf die Anwendung der Reproduktionstechnik für die Massenfertigung - wichtige allgemeine Schlußfolgerungen gezogen werden, die im folgenden diskutiert werden.

Grundsätzlich kann man zunächst feststellen, daß fehlerfreie Mikrostrukturen im Formeinsatz auch fehlerfrei abgeformt werden können und demnach bei einem fehlerlosen Formeinsatz eine Ausbeute von 100 % erreicht werden kann. Da sich die Ausbeute bei den 270 Abformversuchen bei jeweils vergleichbaren Bedingungen im Lauf der Zeit nicht verschlechterte, kann man weiter folgern, daß auch eine für die Massenfertigung ausreichende Standzeit von einigen tausend oder sogar einigen zehntausend Abformungen erreicht werden kann. Dies gilt umso mehr, als der bei den Versuchen verwendete Formeinsatz wegen der unzureichenden Ebenheit der Stirnfläche mit sehr hohen Schließkräften beaufschlagt werden mußte, während bei einer optimierten Massenfertigung von einer wesentlich geringeren mechanischen Beanspruchung ausgegangen werden kann.

Bei der Herstellung von Formeinsätzen weist die Methode des Übergalvanisierens der Resiststrukturen in einer dicken Schicht mit anschließendem Abtrennen von der Grundplatte gegenüber der alternativen Möglichkeit, die Metallstrukturen festhaftend aufzubauen und anschließend nachzubearbeiten, eine Reihe grundlegender Vorteile auf. Insbesondere kann die schwierige Nachbearbeitung der Stirnfläche entfallen, und es ist eine geringe Rauigkeit der Formnestgrundfläche gewährleistet. Außerdem besteht der Formeinsatz aus einheitlichem Material und weist eine hohe mechanische Stabilität auf. Die Ausbildung von Mikrospalten beim Zusammenwachsen der Metallschichten beim Übergalvanisieren kann durch Metallisieren der Stirnseiten der Resiststrukturen oder möglicherweise auch durch Zugabe eines Glanzbildners zum Galvanikbad verhindert werden, sofern dies für bestimmte Anwendungen

gefordert ist. Schwerwiegender ist hingegen das Problem der Gratbildung an der unbearbeiteten Formeinsatzstirnfläche, da nicht grundsätzlich ausgeschlossen werden kann, daß es beim Galvanoformungsprozeß zu einem gewissen Unterplattieren der Resiststrukturen auf der Grundplatte kommen kann. Als Lösung bietet sich hier an, zunächst eine dünne Schicht aus einem anderen Metall zwischen den Resiststrukturen galvanisch abzuscheiden, die dann nach dem eigentlichen Galvanoformungsprozeß weggeätzt werden kann. Da bei der galvanischen Abscheidung das Metall unmittelbar an der isolierenden Wand schneller hochwächst als in den weiter von der Wand weg liegenden Bereichen, sind die Kanten der Galvanikstartfläche, die durch die Abscheidung der ersten dünnen Schicht für den eigentlichen Galvanoformungsprozeß ausgebildet werden, abgerundet. Beim Wegätzen der dünnen, zuerst abgeschiedenen Metallschicht vom Formeinsatz ergeben sich dann entsprechend abgerundete Kanten an der Stirnfläche.

Im Hinblick auf eine kostengünstige Massenfertigung erscheint der Einsatz der nur einmal verwendbaren Angießplatten aus weichgeglühtem Aluminium problematisch, sofern es nicht gelingt, den Fertigungsaufwand wesentlich zu vermindern. Eine mögliche Problemlösung könnte beispielsweise in der gleichzeitigen Herstellung aller Angießbohrungen durch erosives Senken bestehen. Der Einsatz vielfach verwendbarer Angießplatten aus hartem Material mit einer weichen Dichtschicht ist ebenfalls nur dann als aussichtsreich zu betrachten, wenn eine zuverlässige und kostengünstige Methode zur Regenerierung der Dichtschicht bereitgestellt werden kann. Für eine breite Anwendung des Reproduktionsprozesses zur Herstellung metallischer Mikrostrukturen sollte deshalb der Entwicklung alternativer Verfahren zur Erzeugung von Galvanikstartschichten eine große Bedeutung beigemessen werden. Interessante Ansätze hierfür bestehen z. B. in der Übertragung einer zusammenhängenden Leitschicht von der Formeinsatzstirnfläche auf die Grundflächen der Kunststoffstrukturen, in einem schichtweisen Aufbau der Kunststoffstrukturen aus isolierenden und elektrisch leitenden Formmassen oder auch in einer nachträglichen selektiven Beschichtung der Grundflächen mit einer Leitschicht /1/. Wegen des guten Querwachstums der Metallschichten beim Galvanikprozeß werden an die Galvanikstartschicht nur geringe Anforderungen gestellt, und es reicht aus, wenn die Startschicht durch eine ausreichend hohe Zahl einzelner Kontaktpunkte vorgegeben wird.

Gießharze auf der Basis von Methylmethacrylat in Verbindung mit einem internen Trennmittel sind nach den vorliegenden Untersuchungen für den Abform-

prozeß grundsätzlich sehr gut geeignet. Eine hohe Ausbeute ist jedoch nur dann gewährleistet, wenn die Sollwerte für die verschiedenen Prozeßparameter, wie der Trennmittelgehalt, der Härtergehalt, die Aushärtungsbedingungen, die Entformungsgeschwindigkeit und die Entformungstemperatur, innerhalb enger Grenzen eingehalten werden. Dabei ist zu berücksichtigen, daß sich bei einer Änderung eines Parameters die hinsichtlich der Ausbeute optimalen Werte eines anderen Prozeßparameters beträchtlich ändern können.

Aus den Versuchen zur Optimierung des Trennmittelgehalts geht hervor, daß bei Trennmittelzusätzen zwischen 3 % und 6 % besonders günstige Werte für die Ausbeute erreicht werden. Für die praktische Durchführung des Abformprozesses reicht jedoch die Ausbeute als Bewertungsmaßstab nicht aus, sondern man muß außerdem die Einflüsse des Trennmittelgehalts auf die mechanische Stabilität der Formteile oder auf die Zykluszeit des Entformungsprozesses betrachten. Da bei hohen Trennmittelzusätzen die Glasübergangstemperatur absinkt und es überdies zu einer Porenbildung im Formteil kommt, ist aus Gründen der mechanischen Stabilität ein möglichst geringer Trennmittelgehalt von 3 % bis 4 % vorteilhaft. Da außerdem die optimale Entformungstemperatur mit abnehmendem Trennmittelgehalt ansteigt, ist auch die Zykluszeit des Abformprozesses entsprechend dem geringeren Unterschied zwischen Härte-temperatur und Entformungstemperatur bei geringen Trennmittelzusätzen kleiner. Der Härtergehalt sollte möglichst klein gehalten werden, da die Wirksamkeit des Trennmittels durch den Härter beeinträchtigt wird, wie man aus der Zunahme der Entformungskräfte und der Abnahme der Ausbeute folgern kann.

Für eine kostengünstige Massenfertigung ist anzustreben, die Zykluszeit durch den Übergang zu schneller aushärtenden Gießharzen zu verkürzen. Außerdem erscheint es zweckmäßig, den Anteil an gelöstem Polymethylmethacrylat (PMMA) im Gießharz möglichst hoch zu machen, um dadurch den Polymerisations-schrumpf und den Nachdruck beim Aushärten möglichst klein halten zu können. Genaue Werte für den maximal zulässigen Polymeranteil bzw. die maximal zulässige Viskosität des Reaktionsharzes müssen dabei individuell für die jeweilige Mikrostruktur ermittelt werden.

Der technische Aufwand für eine Massenfertigung von Mikrostrukturen im Reaktionsgießverfahren dürfte nach den im Rahmen dieser Arbeit gewonnenen Erfahrungen im wesentlichen durch die Herstellung des Abformwerkzeuges und die Bereitstellung geeigneter Formmassen bestimmt werden. Im sonstigen

apparativen Bereich ist voraussichtlich nur ein überschaubarer Entwicklungsaufwand erforderlich. Die wesentlichen Komponenten einer Fertigungsanlage für den Mikroreaktionsgießprozeß sind mehr oder weniger konventionelle Vorrichtungen zur Evakuierung des Harzvorrats und des Werkzeugs, zur Förderung und Vermischung der Bestandteile des Gießharzes, zum Einspritzen und zur Erzeugung von Nachdruck sowie zur Entformung und Entnahme der ausgehärteten Formteile. Erforderlich ist weiter ein System zur Überwachung und Steuerung der Drücke und Temperaturen beim Abformzyklus. Sieht man davon ab, daß eine Serienfertigung von Mikrostrukturprodukten unter Reinraumbedingungen erfolgen muß, so kann man bei der Festlegung des Anlagenkonzepts in breitem Umfang auf den Erfahrungen mit bereits bewährten Reaktionsgießanlagen /27,28,29/ aufbauen, was eine Realisierung des Mikroreaktionsgießprozesses in der Praxis wesentlich erleichtern dürfte.

## 6 Literaturverzeichnis

- /1/ E.W. Becker, W. Ehrfeld, P. Hagmann, A. Maner, D. Münchmeyer:  
Herstellung von Mikrostrukturen mit großem Aspektverhältnis und großer  
Strukturhöhe durch Röntgentiefenlithographie mit Synchrotronstrahlung,  
Galvanoformung und Kunststoffabformung (LIGA-Verfahren).  
Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH, Bericht KfK 3995 (1985).  
  
E.W. Becker, W. Ehrfeld, P. Hagmann, A. Maner, D. Münchmeyer:  
Fabrication of Microstructures with High Aspect Ratios and Great Structural  
Heights by Synchrotron Radiation Lithography, Galvanoforming, and  
Plastic Moulding (LIGA Process).  
Microelectronic Engineering **4** (1986) 35-56.
- /2/ E.W. Becker, H. Betz, W. Ehrfeld, W. Glashauser, A. Heuberger, H.J. Michel,  
D. Münchmeyer, S. Pongratz, R.v. Siemens:  
Production of Separation Nozzle Systems for Uranium Enrichment by a  
Combination of X-Ray Lithography and Galvanoplastics.  
Naturwissenschaften **69** (1982) 520-523.
- /3/ E.W. Becker, W. Ehrfeld, D. Münchmeyer:  
Untersuchung zur Abbildungsgenauigkeit der Röntgentiefenlithografie  
mit Synchrotronstrahlung bei der Herstellung technischer Trenndüsenele-  
mente. Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH, Bericht KfK 3732 (1984).  
D. Münchmeyer, Dissertation, Universität Karlsruhe (1984).
- /4/ A. Stutz:  
Untersuchungen zum Entwicklungsverhalten eines Röntgenresists aus  
vernetztem Polymethylmethacrylat.  
Diplomarbeit, Institut für Kernverfahrenstechnik, Kernforschungszentrum  
Karlsruhe GmbH und Universität Karlsruhe (1986).
- /5/ E.W. Becker, W. Bier, P. Bley, U. Ehrfeld, W. Ehrfeld, G. Eisenbeiß,  
F.-J. Rosenbaum, E. Schmid:  
Die physikalischen Grundlagen der Uran<sup>235</sup>-Anreicherung nach dem  
Trenndüsenverfahren.  
Z. Naturforsch. **32a** (1977) 401-410 .

- /6/ W. Becht, W. Ehrfeld, A. Maner, D. Schmidt:  
Galvanoformung metallischer Mikrostrukturen mit großer Strukturhöhe;  
8. Ulmer Gespräch, 24. - 25. April 1986, Neu-Ulm (Donau), Tagungsberichts-  
band S. 56-65, Eugen G. Leuze Verlag, 7968 Saulgau.  
Galvanotechnik 77, 11 (1986) 2695-2702.
- /7/ C. E. Davis:  
Untersuchung der Einflußgrößen beim Flachlappen mit Diamant-Mikrokör-  
nungen.  
Schriftenreihe Diamant-Information M 27, De Beers Industrie-Diamanten,  
Düsseldorf.
- /8/ A. W. Stähli:  
Die Läpp-Technik.  
Broschüre, Stähli AG, Pieterlen/Biel, Schweiz.
- /9/ A. Mahoon:  
Improved Surface Pretreatments for Adhesive Bonding of Titanium Alloys.  
Proceedings of the 27th National Symposium, Society for the Advancement  
of Materials and Process Engineering, San Diego, May 4-6 (1982) 150 - 162.
- /10/ J. Mohr:  
Optimierung der Prozeßführung bei der Herstellung von Mikrostrukturen  
durch Röntgentiefenlithographie.  
Institut für Kernverfahrenstechnik, Kernforschungszentrum Karlsruhe  
GmbH, Seminarvortrag WS 1985/86.
- /11/ P. Hagmann:  
Abformung von Mikrostrukturen mit Kunststoffen.  
Institut für Kernverfahrenstechnik, Kernforschungszentrum Karlsruhe  
GmbH, Seminarvortrag WS 1983/84.
- /12/ J. E. Plevyak, L. A. Sobieski:  
Improved RIM Processing with Silicone Internal Mold Release Technology.  
in: Reaction Injection Molding, J.E. Kresta (ed.), ACS Symposium Series 270,  
American Chemical Society (1985) 213-224.



- /13/ J. Štěpek, H. Daoust:  
Additives for Plastics.  
Springer-Verlag, New York, Heidelberg, Berlin (1983) 34-49.
- /14/ PLEXIT. Kalt- und warmhärtbare Acrylharze.  
Produktinformation der Röhm GmbH, Darmstadt.
- /15/ M. Munzer:  
Chemische und kinetische Aspekte der Initiierung der radikalischen Polymerisation von Methacrylaten.  
Röhm Spektrum 32, S. 12-15, Darmstadt.
- /16/ P. Quis:  
Reaktionskleber auf (Meth)Acrylat-Basis.  
Röhm Spektrum 28, S. 24-25, Darmstadt.
- /17/ G. Menges, H. Bangert:  
Messung von Haftreibungskoeffizienten zur Ermittlung von Öffnungs- und Entformungskräften bei Spritzgießwerkzeugen.  
Kunststoffe 71, 9 (1981) 552-557.
- /18/ E. Kaisersberger, H. Pfaffenberger:  
Applications of a Heat Flux Differential Scanning Calorimeter.  
International Laboratory 12, 1 (1982) 86, 88, 90-91.
- /19/ S. L. Boersma:  
A Theory of Differential Thermal Analysis and New Methods of Measurement and Interpretation.  
Journal of The American Ceramic Society 38, 8 (1955) 281-284.
- /20/ R. E. Wetton:  
Dynamic Mechanical Method in the Characterisation of Solid Polymers.  
Polymer Testing 4 (1984) 117-129.
- /21/ Dynamic Mechanical Thermal Analyser, Instruction Manual.  
Polymer Laboratories Ltd., Shropshire, England.
- /22/ K. Kircher:  
Chemische Reaktionen bei der Kunststoffverarbeitung.  
Hanser-Verlag, München, Wien (1982) 56.

- /23/ K. Biederbick:  
Kunststoffe.  
Vogel-Verlag, Würzburg (1977) 211.
- /24/ How would you like your epoxy, today?  
Modern Plastics International (Sept. 1971) 20-21.
- /25/ K. Oberbach:  
Das Verhalten von Kunststoffen unter verschiedenen Prüfgeschwindigkeiten bei Zugbeanspruchung.  
Dissertation, RWTH Aachen (1965) S. 50 und 96.
- /26/ Spannungs-Dehnungsdiagramme für verschiedene Temperaturen.  
Werkstoffblätter Maschinenbau, BASF AG, Ludwigshafen (Okt. 1981) 3.
- /27/ K. Moser:  
RIM- und RRIM-Technologie. Maschinen und Verarbeitungstechnik.  
Kunststoffe **73**, 10 (1983) 583-587.
- /28/ H. Rühmann:  
Anlagenkonzepte und verfahrenstechnische Möglichkeiten des RIM-Verfahrens.  
Kunststoffe **74**, 1 (1984) 35-38.
- /29/ P. Wagner:  
Verarbeitung von Caprolactam zu Polyamid-Formteilen nach dem RIM-Verfahren.  
Kunststoffe **73**, 10 (1983) 588-590.

Die vorliegende Arbeit entstand im Rahmen eines vom Kernforschungszentrum Karlsruhe gewährten Doktorandenstipendiums und wurde am Institut für Kernverfahrenstechnik der Universität und des Kernforschungszentrums Karlsruhe durchgeführt.

Herrn Prof. Dr. E. W. Becker danken wir für wertvolle Diskussionen und die stete Förderung dieser Arbeit.

Herrn H. Biedermann sind wir für die ausgedehnte Unterstützung bei der Durchführung der Versuche sehr zu Dank verpflichtet. Unser Dank gilt auch den Herren W. Bösen, L. Bohn, Dr. A. Maner, Dipl.-Phys. J. Mohr, Dr. D. Münchmeyer, G. Schüler, B. Weinbrecht und R. Wittemann für ihre Hilfe bei dieser Arbeit. Frau B. Schindler danken wir herzlich für die Abschrift des Manuskriptes.