



Forschungszentrum Karlsruhe
in der Helmholtz-Gemeinschaft

Wissenschaftliche Berichte
FZKA 7166

**Verfahrensentwicklungen
beim Mehrkomponenten-
Spritzgießen zur Herstellung
von keramischen und
metallischen Mikrobauteilen**

G. Finnah
Institut für Materialforschung

September 2005

Forschungszentrum Karlsruhe

in der Helmholtz-Gemeinschaft

Wissenschaftliche Berichte

FZKA 7166

Verfahrensentwicklungen beim Mehrkomponenten-
Spritzgießen zur Herstellung von keramischen und
metallischen Mikrobauteilen

Guido Finnah

Institut für Materialforschung

Von der Fakultät für Angewandte Wissenschaften der
Albert-Ludwigs-Universität Freiburg im Breisgau genehmigte Dissertation

Forschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe

2005

Impressum der Print-Ausgabe:

**Als Manuskript gedruckt
Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor**

**Forschungszentrum Karlsruhe GmbH
Postfach 3640, 76021 Karlsruhe**

**Mitglied der Hermann von Helmholtz-Gemeinschaft
Deutscher Forschungszentren (HGF)**

ISSN 0947-8620

urn:nbn:de:0005-071666

Kurzfassung

Für die Herstellung von innovativen Mikrobauteilen bedarf es neuer Verfahrensentwicklungen und neuer Materialien. Durch die gezielte Nutzung von Verfahrenskombinationen von Spritzgießtechnologien werden neue Prozessketten entstehen, die nicht nur auf eine höhere Produktqualität abzielen, sondern auch noch Einsparpotenziale bieten. Die zwei vorgestellten Fertigungsverfahren für keramische oder metallische Mikrobauteile erweitern die Auswahl an Technologien und besitzen verfahrensbedingte Vorteile.

Durch das Zweikomponenten-Spritzgießen können Mikrobauteile in großen Stückzahlen wirtschaftlich hergestellt werden – aufwendige Handhabungs- und Montageschritte entfallen. Der hohe Automatisierungsgrad des Spritzgießens erlaubt die Herstellung komplex gestalteter Produkte unter Verwendung hochentwickelter Werkzeugtechnik.

Durch die gleichzeitige Entwicklung zweier Verfahren zum Mehrkomponenten-Spritzgießen konnten Gemeinsamkeiten und thematische Überschneidungen genutzt werden. Synergien ergaben sich insbesondere bei der technischen Realisierung der Versuchsaufbauten, der Versuchsdurchführung, den Optimierungen und der Analyse der Bauteile. Parallelen bestehen ebenfalls bei der Auswahl der beiden zu verarbeitenden Komponenten und der geeigneten Prozesstechnik, um einen guten Werkstoffverbund zu erzielen.

Es konnte gezeigt werden, dass eine rissfreie Verbindung unterschiedlicher Werkstoffe in Mikrodimensionen möglich ist. Auftretende Spannungen erweisen sich im Vergleich zu makroskopischen Verbundflächen als weniger kritisch. Für großflächige Anwendungen sind hohe Bindehaftfestigkeiten durch hohe Kompatibilität der Materialkombination zu erzielen, so dass Eigenspannungen, beispielsweise hervorgerufen durch unterschiedliche Schwindungen, kompensiert werden. Anpassungen des Sinterschrumpfes durch Variation des Füllgrades der beiden zu verbindenden Feedstocks sind förderlich für einen spannungsfreien Verbund.

Die in den Versuchen erreichten Eigenschaften der fertigen Bauteile zeigen auf, welche Qualitäten die Abformungen erfüllen und welche Einsatzbereiche sich erschließen lassen.

Auf der einen Seite können Mikrobauerteile aus pulvergefüllten Formmassen mit unterschiedlichen physikalischen Eigenschaften durch Mehrkomponenten-Spritzgießen hergestellt werden. Nach den nachfolgenden Prozessschritten Entbindern und Sintern verbleibt ein dichtes keramisches Bauteil mit partiell unterschiedlichen elektrischen Leitfähigkeiten.

Auf der anderen Seite können erhabene Mikrostrukturen mit dem 2K-Spritzgießen abgeformt werden, so dass die Substratoberfläche neben den Mikrostrukturen mit thermoplastischen Formmassen von hoher elektrischer Leitfähigkeit und die Flanken mit nichtleitendem Material abgebildet werden. Die anschließende Galvanoformung und Vereinzelung erlauben die lunkerfreie Abscheidung auch einzeln stehender metallischer Mikrobauerteile.

Die Ziele der Miniaturisierung gegenüber dem bekannten Stand der 2K-Technik und der Funktionsintegration durch Einsatz mehrerer multifunktionaler Werkstoffe wurden erreicht. Es konnten u.a. Heiznadeln aus zwei unterschiedlichen keramischen Feedstocks und Mikrozahnräder aus galvanisch abgeschiedenem Nickel hergestellt werden.

Erste Erfahrungen wurden gesammelt, wie Mikrobauerteile mit den entwickelten Verfahren zu fertigen sind. Hilfsmittel, wie zum Beispiel die Fließsimulation des Spritzgießens oder Erkenntnisse aus der Prozessoptimierung über Einflussgrößen auf die Bauteilqualität, können zu Rate gezogen werden, um zukünftig die gewonnenen Prozesstechnologien erfolgreich einzusetzen.

Process developments for the production of metal and ceramic microparts by two-component injection moulding

For the manufacturing of innovative microparts readjusted process developments are necessary and new materials have to be applied. The use of specific process combinations can originate new process chains, which do not only aim at higher product quality but above all offer savings potentials. The two introduced production techniques for ceramic or metallic microparts extend the variety of technologies and possess advantages founded on the process.

Two-component injection moulding allows economic mass production – extensive assembly steps are not applied. The high automation grade of injection moulding allows the manufacturing of parts with a complex designed applying sophisticated mould techniques.

For the simultaneous development of two processes for multi-component injection moulding the common ground and thematic overlaps are useful. Synergies result in particular from the technical realisation of the experimental equipment, the experimental implementation, the optimisation and the analysis of the parts. Parallels also exist for the choice of the components, which have to be joined, and the suitable process techniques for the bonding of a solid composite.

A defect-free bonding in micro dimensions was shown to be possible. Occurring stresses prove to be less critical in comparison to macroscopic bond interfaces. For large-area applications high weld-seam strength can be achieved by high compatibility of the material combination so that internal stresses, for instance induced by a different shrinkage, can be compensated. Adaptations of the sintering shrinkage by variation of the filling grade of the Feedstocks conduce to a stress-free bond.

On the one hand, microstructures of powder-filled moulding compounds with different physical properties can be manufactured by two-component injection moulding. A dense ceramic part with partial different electrical conductivity remains after the process steps of debinding and sintering.

On the other hand, fine microstructures can be shaped by two-component injection moulding so that the front surfaces of the microstructures are built up with a thermoplastic resin of high electrical conductivity and the flanks with a non-conductive mate-

rial. The subsequent electro deposition and separation allow the manufacturing of metallic microparts.

The aims of miniaturization and function integration were achieved. It was possible to produce, among other things, heating elements of two different ceramic feedstocks and micro gearwheels of electrodeposited nickel.

First experiences of how microparts have to be manufactured by the process development have been gathered. Auxiliary means like, for example, flow simulation of injection moulding or insights of process optimisation by cause variables influencing the part quality can be considered to apply the new process technologies successfully.

1	EINLEITUNG UND ZIELSETZUNG	3
2	STAND DER TECHNIK.....	7
2.1	Abformverfahren zur Herstellung von dreidimensionalen Mikrobauteilen.....	7
2.2	Verbindungstechniken beim Spritzgießen	11
2.2.1	Verfahrenstechniken beim Mehrkomponenten-Spritzgießen.....	13
2.3	Voraussetzungen für mehrkomponentige Verbunde	16
2.4	Pulverspritzgießen (PIM)	19
2.4.1	Werkstoffe beim Pulverspritzgießen	20
2.4.2	Verfahrenstechnik	21
2.5	Maschinentechnik beim Mikrospritzgießen.....	23
2.6	Werkzeugtechnik beim Mehrkomponenten-Spritzgießen	25
2.6.1	Aufbau und Auslegung von Werkzeugen für das Mikrospritzgießen	25
2.6.2	Herstellung von Mikrokavitäten.....	25
2.6.3	Variotherme Werkzeugtemperierung	26
2.7	Simulation des Pulverspritzgießens in Mikrodimensionen.....	29
2.8	Stand der Technik zur galvanischen Replikation.....	30
2.9	Statistische Versuchsplanung.....	34
3	ENTWICKLUNG DES ZWEIKOMPONENTEN-PULVERSPRITZGIEßENS IN MIKRODIMENSIONEN.....	36
3.1	Formmassenentwicklung für das 2K-Mikro-Pulverspritzgießen.....	37
3.1.1	Werkstoffauswahl.....	37
3.1.2	Formmassenherstellung	41
3.1.3	Werkstoffanalyse.....	43
3.2	Simulation des Pulverspritzgießens	45
3.2.1	Messung und Modellierung der Materialeigenschaften.....	45
3.3	Probekörperdesign.....	53
3.4	Konstruktion des 2K-PIM-Werkzeuges.....	54
3.5	Installation einer Bypassschaltung	62
3.6	Prozessablauf.....	65
3.7	Ergebnisse und Analyse.....	71
3.7.1	Untersuchung des Schrumpfverhaltens.....	72
3.7.2	Gefügeuntersuchungen	74
3.7.3	Sinterschrumpf der ATN-Feedstocks	76
3.7.4	Materialprüfung.....	77
3.7.5	Untersuchung der elektrischen Leitfähigkeit	82
3.8	Zweikomponenten-Metallpulver-Spritzgießen (2K-MIM).....	83
3.9	Fazit und Ausblick	85

4	ENTWICKLUNG EINES VERFAHRENS ZUR GALVANISCHEN REPLIKATION VON MIKROBAUTEILEN	88
4.1	Verfahrensbeschreibung.....	89
4.2	Werkstoffauswahl	90
4.3	Vorversuche durch Einlegespritzgießen	94
4.3.1	Spritzgießen von Substratplatten mit Durchbrüchen (1. Komponente)	95
4.3.2	Spritzgießen der Mikrostrukturen (2. Komponente).....	96
4.3.3	Galvanoformung.....	98
4.3.4	Vereinzelung der Mikrostrukturen	99
4.3.5	Verfahrenstechnische Untersuchungen.....	100
4.3.6	Charakterisierung der Mikrobauteile.....	103
4.3.7	Zusammenfassung der Vorversuche zur galvanischen Replikation	104
4.4	Konzept und Entwurf des Zweikomponenten-Werkzeuges	106
4.4.1	Bauteildesign.....	107
4.4.2	Formeinsatzdesign.....	108
4.4.3	Positionierung der Formeinsätze	110
4.4.4	2K-Spritzgießwerkzeug.....	111
4.4.5	Prozessablauf des 2K-Spritzgießens für die galvanische Replikation	115
4.5	Spritzgießen von verlorenen 2K-Formen.....	116
4.6	Galvanoformung der Mikrostrukturen.....	118
4.7	Fazit und Ausblick	119
5	ABKÜRZUNGEN, FORMELZEICHEN, INDIZES	122
5.1	Abkürzungen	122
5.2	Indizes	123
5.3	Formelzeichen.....	124
6	LITERATUR	126

1 EINLEITUNG UND ZIELSETZUNG

Miniaturisierung, Mikrosystemtechnik und Nanotechnologie sind in aller Munde. Der Wettlauf zu Bauteilen und Baugruppen mit immer kleineren Abmessungen ist in vollem Gang. Interessante Anwendungen in der Automobil-, Elektro-, Medizin- und Verfahrenstechnik existieren bereits – weitere innovative Applikationen werden erwartet. Vorteile liegen vor allem in den kleinen Abmessungen, dem geringen Gewicht, der Energie- und Materialeinsparung, so dass weiteres Wachstum für die Mikrosystemtechnik zu erwarten ist.

Die Mikrosystemtechnik hat den Sprung von der Forschung in die industrielle Umsetzung vielfach geschafft. Häufig ist hierzu ein nicht unerheblicher Aufwand für die Material- und Prozessentwicklung erforderlich. Um das Potenzial der Mikrosystemtechnik auszuschöpfen, besteht dringender Bedarf an der Erforschung und Entwicklung neuer Werkstoffe und Fertigungsverfahren.

Das Spritzgießen mit seiner hohen Serientauglichkeit und den vielseitigen Anwendungsmöglichkeiten stellt ein Verfahren dar, das vor allem im Bereich der Thermoplastverarbeitung in der Industrie eine breite Akzeptanz besitzt. Innovationen können daher schnell in die industrielle Umsetzung überführt werden. Es erlaubt die Verarbeitung unterschiedlichster Werkstoffe. Neben Thermoplasten können keramische und metallische Werkstoffe durch das Pulverspritzgießen verarbeitet werden. Mit ihrer charakteristischen hohen chemischen und thermischen Resistenz eignen sich Keramiken vor allem für Anwendungen in der Verfahrenstechnik.

Multifunktionalität wird durch die Kombination unterschiedlicher Werkstoffe in einem Bauteil durch das Mehrkomponenten-Spritzgießen erreicht. Neben der Geometrie können weitere Funktionen wie z.B. Abdichtung, bewegliche Elemente, Einfärbung, Leitung von elektrischem Strom, u.v.m. ausgeführt werden. Fertigungs- bzw. Montageschritte können eingespart und ein hoher Automatisierungsgrad erzielt werden. Des Weiteren erlaubt das Spritzgießen die endkonturnahe Formgebung von komplexen Geometrien bis hinab zu Mikrodimensionen [1]. Wird das Zweikomponenten-Spritzgießen in Mikrodimensionen betrieben, so können multifunktionale Mikrobauteile mit hoher Integrationsdichte hergestellt werden.

Bei den zwei erarbeiteten Verfahrensentwicklungen, sollen die Vorteile des Zweikomponenten-Spritzgießens in Mikrodimensionen gezielt genutzt werden:

1. Zweikomponenten-Pulverspritzgießen

Das 2K-PIM (two-component powder injection moulding) ermöglicht die Herstellung keramischer oder metallischer Klein- oder Mikrobauteile. Diese Arbeiten wurden im Rahmen eines BMBF-Institutverbundprojektes (Förderkennzeichen: 03 N 1080 A-B) in Zusammenarbeit mit dem IFAM (Fraunhofer Institut für Fertigungstechnik und angewandte Materialforschung, Bremen) durchgeführt. Dabei hat das IFAM den Bereich der Herstellung metallischer 2K-Mikrobauteile übernommen.

Die Sonderverfahren Zweikomponenten-, Mikro- und Pulverspritzgießen stellen jedes für sich Technologien mit besonderen Anforderungen dar. In dieser Arbeit sollen diese Verfahren miteinander kombiniert werden und als Demonstrator ein keramisches, korrosionsbeständiges, miniaturisiertes Heizelement mit partiell unterschiedlichen elektrischen Leitfähigkeiten hergestellt werden. Hierzu wurden keramische Feedstocks mit unterschiedlichen Werkstoffeigenschaften durch Variation der Mischungsanteile entwickelt. Der keramischen Matrix Aluminiumoxid wird als elektrisch leitfähige Komponente Titanitrid zugemischt. Die Formgebung erfolgt durch das Zweikomponenten-Spritzgießen. Nach dem Entbindern und Sintern entsteht ein kompaktes Bauteil.

2. Zweikomponenten-Thermoplast-Spritzgießen für die galvanische Replikation

Der Durchbruch in der Mikrosystemtechnik mit dreidimensionalen Bauteilen aus Keramiken, Metallen und Polymeren gelang am Forschungszentrum Karlsruhe mit der Entwicklung der LIGA-Technik, bei der Formeinsätze durch Röntgentiefenlithographie und Galvanoformung gefertigt werden. Es konnten in der Vergangenheit zahlreiche Mikrosysteme durch Kombination von Mikrofertigungsverfahren hergestellt werden, z.B. Beschleunigungssensoren, Mikropumpen, -spektrometer oder -ventile [2, 3]. Durch Spritzgießen können LIGA-Formeinsätze abgeformt und eine große Stückzahl an Mikrobauteilen gewonnen werden. Jedoch beschränken sich die derzeitigen Replikationsverfahren zumeist auf Polymere. Für Keramiken und Metalle etablieren sich zunehmend Verfahren wie das Pulverspritzgießen. Aufgrund der hohen Abrasion beim Abformen von hochwertigen Formeinsätzen mit pulvergefüllten Formmassen weisen die Formeinsätze gemessen am makroskopischen Industriestandard nur geringe Standzeiten auf. Aufgrund des Herstellungsaufwands für LIGA-

Formeinsätze wäre es wünschenswert, diese durch ein schonendes Replikationsverfahren preisgünstig zu vervielfältigen.

Des Weiteren soll der Mangel an großserientauglichen Herstellungsverfahren für hochwertige metallische Mikrobauteile verringert werden, die ansonsten nur durch konventionelle, mechanische Einzelteilerfertigung oder durch Lithographieverfahren und nachfolgende Galvanoformung erzeugt werden.

Eine perfekte galvanische Invertierung erfordert elektrisch leitfähige Oberflächen. Für Oberflächen mit niedrigem Aspektverhältnis eignen sich Beschichtungsverfahren wie z.B. Sputtern oder stromloses Beschichten. Auch die Herstellung der Primärstrukturen aus leitfähigen Polymeren hat sich bewährt.

Mit zunehmenden Aspektverhältnissen führt eine gleichförmige elektrisch leitfähige Oberfläche jedoch zu erheblichen Problemen. So tritt bei gleichmäßigem Aufwachsen von galvanisch abgeschiedenen Schichten in tiefen und schmalen Gräben ein Zuwachsen der Strukturen auf und Hohlräume verbleiben in den abgeschiedenen Strukturen. Auf Polymerstrukturen mit einem Leitfähigkeitsgradienten wachsen die galvanisch abgeschiedenen Schichten hingegen vornehmlich in Bereichen hoher Leitfähigkeit auf. Folglich sind höhere Leitfähigkeiten in tieferen Bereichen der polymeren Mikrostrukturen vorzusehen.

Der gewählte Lösungsansatz hierfür beruht auf dem Zweikomponenten-Spritzgießen, mit Hilfe dessen verlorene Formen für die anschließende Galvanoformung zur Verfügung gestellt werden. Somit wird das Urmodell in eine negative 2K-Kunststoffform und schließlich wieder in eine metallische Positivform umgewandelt. Für diesen wiederholten Kopiervorgang wurde der Begriff galvanische Replikation gewählt. Neben LIGA-Formeinsätzen können auch erodierte oder gefräste Strukturen reproduziert werden.

Durch die galvanische Replikation auf Vorformen, die durch das 2K-TIM (two-component thermoplastic injection moulding) erzeugt werden, sollen metallische Klein- oder Mikrobauteile hergestellt werden. Neben der Zeitersparnis bei der Formeinsatzfertigung ist ein weiterer Vorteil der galvanischen Replikation die hohe Abformtreue der Einzelschritte, die eine hohe Qualität der Replikate erwarten lässt. Die galvanische Replikation polymerer Mikrostrukturen ist ein Verfahren zur Herstellung hochpräziser metallischer Mikrokomponenten mit exzellenten Oberflächenqualitäten. Dies gilt insbesondere für nach dem LIGA-Verfahren hergestellte Polymerstrukturen. Als Probestruktur wurde ein UV-LIGA-

Formeinsatz mit einer Zahnradstruktur sowie ein gefräster Formeinsatz mit Versuchsstrukturen ausgewählt, aus denen durch galvanische Replikation z.B. vereinzelte metallische Zahnräder gewonnen werden.

Die vorgestellte Verfahrensentwicklung zur galvanischen Replikation mit dem Ziel der serienmäßigen Reproduktion von Mikrostrukturen beruht auf einer Patentanmeldung des Forschungszentrums Karlsruhe [4]. Prinzipiell sind auch keramische Mikroteile durch elektrophoretische Abscheidung in 2K-Kunststoffformen denkbar.

Ziel der Arbeit ist es, die Werkzeug- und formgebende Prozesstechnik zum Zweikomponenten-Spritzgießen für dreidimensionale keramische Mikrobauteile bzw. für mikrostrukturierte thermoplastische verlorene Formen zu entwickeln.

Angesichts der Besonderheiten der beiden vorgestellten Verfahren ist es erforderlich, die zu verarbeitenden Materialien und die Prozessabläufe intensiv zu erforschen. Geeignete Prozesskenngrößen sind zu identifizieren. Die Materialien, die maßgeblichen Einflussfaktoren des Spritzgießens und ausgewählte Qualitätsmerkmale der Bauteile sind ausgiebig zu untersuchen. Die Ergebnisse der Untersuchungen sind Grundlage für die Werkzeugauslegung und Prozessoptimierungen, um auch zukünftig einen erfolgreichen Einsatz der vorgestellten Techniken zu ermöglichen.

Die Verbundfestigkeit ist für die Qualität von 2K-Bauteilen von entscheidender Bedeutung. Daher ist diese eingehend an Probekörpern zu untersuchen. Die Auswahl einer geeigneten Materialkombination, die Berücksichtigung der Verbundflächengeometrie sowie die Prozessbedingungen während des Fügens spielen für einen guten Zusammenhalt der 2K-Bauteile eine entscheidende Rolle.

Um aussagekräftige Erkenntnisse der neuartigen Verfahren zu sammeln, mit dem Ziel, die Technologien zu etablieren und die gewonnenen Erfahrungen vorteilhaft anzuwenden, sind umfassende Untersuchungen aller Prozessschritte und deren Resultate durchzuführen.

2 STAND DER TECHNIK

2.1 Abformverfahren zur Herstellung von dreidimensionalen Mikrobauteilen

Häufig wird zwischen der Herstellung von vereinzelt Mikrobauteilen, Mikropräzisionsbauteilen und Mikrostrukturbauteilen unterschieden.

Mikrobauteile sind im Allgemeinen als Ganzes oder zumindest in einer äußeren Abmessung kleiner als ein Millimeter. Ihr Gewicht liegt im Milligrammbereich. Folglich besitzen sie ein großes Oberflächen-Volumen-Verhältnis. Typische Bauteile sind Mikrozahnräder oder -gehäuse.

Im Gegensatz dazu kommt es bei Mikropräzisionsbauteilen insbesondere auf die Einhaltung der engen, im Mikrometerbereich oder sogar darunter liegenden Toleranzen an. Solche Bauteile sind beispielsweise Verbindungsstecker.

Im Unterschied zu Mikrobauteilen und Mikropräzisionsbauteilen werden Mikrostrukturen als funktionale Elemente auf der Oberfläche großflächiger Bauteile angebracht. Meist werden die Mikrostrukturen des sacklochartigen oder mit hervorstehenden Strukturen versehenen Formeinsatzes in einen planaren Träger eingeprägt. Bekannte Produkte dieser Bauteilart sind CDs oder DVDs. Aber auch Mikro- bzw. Nanotiterplatten und mikrofluidische Reaktionsplattformen gehören zu den Mikrostrukturbauteilen [5, 6, 7, 8].

Insbesondere die Realisierung hoher Aspektverhältnisse gestaltet sich in der Mikrofertigung problematisch. Hierbei handelt es sich um das Verhältnis von Strukturhöhe zur lateralen Abmessung. Die Replikation solcher Strukturen durch Fertigungsverfahren wie z.B. Spritzgießen stellt besondere Ansprüche an die Eigenschaften der Formmassen. Eine gute Fließfähigkeit der Formmassen zur vollständigen Formfüllung und eine ausreichende mechanische Festigkeit für eine deformationsfreie Entformung der Mikrobauteile sind zu gewährleisten. Des Weiteren werden an die Verarbeitungsprozesse in Bezug auf Abformtreue und Reproduzierbarkeit hohe Ansprüche gestellt. Hier haben sich schon zahlreiche Techniken etabliert und befinden sich in der ständigen Weiterentwicklung.

In der Mikrotechnik sind folgende Abformverfahren, die sich teilweise im Einsatz oder teilweise in der Entwicklung befinden, von Bedeutung:

Auf Seiten der keramischen Werkstoffe handelt es sich um das Niederdruck-Spritzgießen oder die elektrophoretische Abscheidung. Für die metallischen Materialien werden Verfahren wie

die Galvanoformung oder das Mikrogießen angewendet. Herstellungsverfahren für die Verarbeitung von Polymeren sind das Reaktionsgießen, das Vakuumheißprägen oder das Spritzgießen. Daneben existieren für alle drei Werkstoffgruppen Rapidprototyping-Verfahren.

Im Folgenden werden diese Verfahren näher beschrieben:

Niederdruck-Spritzgießen

Beim Niederdruck-Spritzgießen werden durch Kombination von niedrigschmelzenden Paraffinen und Wachsen als Binder mit keramischen Pulvern eingesetzt. Charakteristisch sind die im Gegensatz zum klassischen Hochdruck-Spritzgießen mit thermoplastischen Bindern niedrigen Einspritzdrücke und die niedrige Arbeitstemperatur um ca. 100 °C. Um eine gute Formfüllung zu erzielen, wird die Formmasse auf Temperaturen geringfügig oberhalb der Schmelztemperatur des Paraffins aufgeheizt und evakuiert. Vorteilhaft ist das Verfahren insbesondere für die schnelle Fertigung von mikrostrukturierten keramischen Prototypen und Kleinserien [9].

Elektrophoretische Abscheidung

Ausgangsmaterial sind feinst- bzw. nanoskalige, keramische Pulver, die dispergiert und elektrostatisch oder elektrosterisch in einer Suspension stabilisiert werden. Suspensionsmedium können beispielsweise organische Lösungsmittel oder Wasser sein. Die elektrisch geladenen keramischen Partikel werden auf der strukturierten, entgegengesetzt geladenen Elektrode abgeschieden. Die so erhaltenen Grünlinge schrumpfen beim Sintern isotrop zu Bauteilen mit hoher Dichte. Aufgrund der hohen Maßhaltigkeit und niedrigen Oberflächenrauheiten eignet sich die elektrophoretische Abscheidung in besonderem Maße für die Replikation von Mikrostrukturen [10].

Galvanoformung

Ein seit längerem bekanntes und weiter verbreitetes Verfahren als die Elektrophorese stellt die Galvanoformung von Metallen dar. Ein elektrisch leitendes Substrat taucht hierbei auf der einen Seite in den Elektrolyten ein. Auf der anderen Seite befindet sich die metallisch entgegengesetzt geladene Elektrode. Die im Elektrolyten dissoziierten Metallionen werden auf dem Substrat abgeschieden und bilden im Gegensatz zur Elektrophorese ohne weitere Nachbehandlung ein kompaktes Bauteil. Die Galvanoformung ist fester Bestandteil der LIGA-

Technik zur Replikation von belichteten und chemisch behandelten Resiststrukturen [11]. Mikrostrukturen mit hoher Abformtreue werden durch die Galvanoformung hergestellt [12].

Mikrogießen von Metallschmelzen

Beim Mikrogießen werden analog zum Feingießen verlorene Mikrobauteile aus ungefüllten Thermoplasten zur Herstellung keramischer Formen eingesetzt [13, 14, 15]. Das thermoplastische Modell wird mit einem niedrigviskosen, keramischen Schlicker, der Einbettmasse, umgossen. Der Kunststoff wird beim Sintern der Hohlform pyrolysiert, und es bleibt eine Keramikform zurück. Das Eingießen der geschmolzenen Metalllegierungen erfolgt durch den Vakuum-Druckguss oder den Schleuderguss. Nachdem die so erzeugten Mikrobauteile erstarrt und abgekühlt sind, können diese durch Brechen aus der Keramikform herausgelöst werden.

Reaktionsgießen

Der Vorteil beim Reaktionsgießverfahren ist die geringe Viskosität des Reaktionsharzes, einer Mischung aus Polymeren und Monomeren. Die chemische Reaktion der Formmasse wird in einem evakuierten Werkzeug durch photochemische oder thermische Induzierung gestartet. Das lichtinduzierte Reaktionsgießen (UV-RIM) hat gegenüber dem Aushärten der Formmassen durch Erwärmung den entscheidenden Vorteil einer wesentlich geringeren Zykluszeit [16].

Vakuumheißprägen

Das Ausgangsmaterial beim Vakuumheißprägen ist eine vortemperierte thermoplastische Folie, die innerhalb eines evakuierten und temperierten Werkzeuges umgeformt wird [17]. In erhabenen Bereichen des Formeinsatzes bewirkt die Schließkraft eine Verpressung des geschmolzenen Thermoplasten und provoziert eine Verdrängung der Formmasse in die Mikrokavitäten. Durch Werkstoffreste auf den erhabenen Strukturen kann die Schließbewegung der beiden Werkzeughälften während des Prägevorganges nicht vollständig ausgeführt werden. Es resultiert die charakteristische Restschicht als Verbindung zwischen den Mikrostrukturen. Es werden nur geringe innere Spannungen aufgebaut, wodurch sich die Bauteile insbesondere für optische Anwendungen eignen. Nachteilig sind die heute noch vorhandene geringe Serientauglichkeit und die langen Zykluszeiten des Verfahrens [16].

Spritzgießen

Die bisher genannten Fertigungsverfahren eignen sich nur bedingt zur Herstellung von großen Stückzahlen. Das serientaugliche Spritzgießen findet hingegen Anwendung bei der Fertigung komplexer Geometrien mit einer Vielzahl von Werkstoffen. Das Spritzgießen zeichnet sich durch die geringe erforderliche Nacharbeit, seine hohe Reproduzierbarkeit und seinen vollautomatischen Ablauf aus. Insbesondere durch kurze Zykluszeiten wird eine hohe Wirtschaftlichkeit erreicht.

Das Thermoplastspritzgießen (TIM) hat sich im Bereich der Fertigung von Mikrobautteilen bereits industriell etabliert. Es werden bevorzugt niedrigviskose Thermoplaste in temperierten Spritzaggregaten mittels einer Schnecke dosiert. Je Abformzyklus erfolgt die Einspritzung der aufbereiteten Formmasse in ein Spritzgießwerkzeug. Die Schmelze dringt in die Kavität und füllt diese komplett aus. Die Formmasse beginnt im gekühlten Werkzeug zu erstarren. Nach der Kompressionsphase wird vom Plastifizieraggregat über den Anguss der Nachdruck auf die noch plastischen Bereiche in der Kavität aufgebracht, um die volumetrische Schwindung beim Erstarren auszugleichen. Nach dem Öffnen des Spritzgießwerkzeuges wird die maschinelle Entformung meist von einem werkzeugintegrierten Auswerferpaket vorgenommen [18].

Je kleiner die Details in der Kavität und je größer die abzuformenden Aspektverhältnisse, um so schwieriger gestaltet sich die Herstellung von Mikrobautteilen ohne Ausschuss. Bei der Formgebung kommt es zu Teilfüllungen der Mikrokavität oder es treten Beschädigungen in Folge der geringen Festigkeit der Mikrostege und der hohen Rückhaltekräfte bei der Entformung auf. Durch hohe Oberflächenqualitäten in der Kavität und einer geeigneten Prozessführung kann dem begegnet werden.

Für die Abformung von Mikrokavitäten mit hohen Aspektverhältnissen wurde die variotherme Werkzeugtemperierung entwickelt (vgl. Kap. 2.6.3). Zur Vermeidung von Lufteinschlüssen und Kompressionsdefekten ist das Werkzeug zu evakuieren, um eine thermische Schädigung der Schmelze beim schnellen Einspritzen der Formmasse infolge einer hohen Verdichtung der in der Kavität verbliebenen Luft (Diseleffekt) zu vermeiden.

Rapidprototyping-Verfahren

Für Kleinserien oder für die Prototypenfertigung haben sich Verfahren wie das 3D-Printing, das Lasersintern und die Stereolithographie etabliert. Gemein ist diesen Verfahren, dass sie auf der Umwandlung von 3D-Modellen über eine CAD-CAM-Schnittstelle und mit Hilfe von

planaren Positioniereinheiten in ein Bauteil beruhen. Es werden Werkstoffe wie z.B. Polymere oder Feedstocks im Fall des 3D-Printing, keramische oder metallische Pulver beim Lasersintern oder flüssige Monomere bei der Stereolithographie schichtweise aufgetragen. Die Verfestigung erfolgt entsprechend durch Erstarren, Sintern oder Polymerisation. Während das Bauteil schrittweise aufgebaut wird, dient das verbleibende Restmaterial als Stütze für überhängende und freitragende Bereiche. Komplexe Geometrien mit Hinterschnitten und Freiformflächen sowie Hohlkörper sind herstellbar. Der begrenzte Detaillierungsgrad steht im direkten Zusammenhang mit der Tropfengröße bzw. der Fokussierung des Wärmeeintrages bei der Bestrahlung. Außerdem sind für Bauteile, die ihren Ursprung in Rapidprototyping-Verfahren besitzen, ohne weitere Nachbearbeitung raue Oberflächen charakteristisch [16].

Weitere Details und Informationen über die zahlreichen Varianten aller Formgebungsverfahren in der Mikrotechnik finden sich in der Literatur [7, 11, 17]. Zum Vergleich der Verfahren sind hier die kritischen Grenzen der Formgebung kurz gegenübergestellt.

Tabelle 2.1: Vergleich der Mikroabformungsverfahren [7, 17]

	Minimale Strukturbreite / -details [μm]	Max. Aspektverhältnis Senkungen	Max. Aspektverhältnis freistehender Details
Heißprägen	4 / 0,2	50	50
Mikrogießen	25 / 25	50	90
UV-RIM	6 / 0,2	20	14
Spritzgießen	20 / 0,2	25	20

2.2 Verbindungstechniken beim Spritzgießen

Das Verbinden von spritzgegossenen Kunststoffteilen oder Sinterkeramiken bzw. -metallen im Grünlingszustand durch Schweißverfahren wie zum Beispiel dem Heizelement-, dem Heizstrahl-, dem Rotations-, dem Ultraschall- oder dem Vibrationsschweißen bedarf im Vergleich zum Spritzgießen einer aufwendigen Fügetechnik in einem weiteren Prozessschritt. Problematisch ist die exakte Positionierung der Bauteile zueinander. Schweißverfahren bieten im Gegensatz zum Spritzgießen eine begrenzte Designfreiheit in Bezug auf die

Verbundfläche. Häufig ist eine Nachbearbeitung der Naht erforderlich, um den Schweißwulst zu entfernen [18, 19].

Das Mehrkomponenten-Spritzgießen bietet die Möglichkeit unterschiedliche Komponenten in einem Prozessschritt zu fügen und ist zu einem Standardverfahren mit hohem Rationalisierungspotential für makroskopische Bauteile geworden [20]. In der Mikrosystemtechnik gestaltet sich die Montage einzelner Bauteile besonders schwierig, da eine hohe Positioniergenauigkeit der Handhabungsgeräte ohne die Aufbringung großer Kräfte gefordert wird. Es können keine Bewegungen mit hohen Geschwindigkeiten gefahren werden, da durch die Beschleunigungen Kräfte auf die Mikrobauteile ausgeübt werden und die Präzision abnimmt. Das Handling von Mikrobauteilen ist folglich kosten- und zeitintensiv. Dieser zusätzliche Prozessschritt entfällt durch die Verbindung von unterschiedlichen Komponenten durch das Spritzgießen. Es ergeben sich verfahrenstechnische Vorteile wie z.B. die Einsparung von Montageschritten oder Klebe- bzw. Schweißvorgängen.

Unterschiedliche Verbindungstechniken für makroskopische Bauteile werden zahlreich verwendet:

Eine Vorstufe zum Mehrkomponenten-Spritzgießen stellt das Einlegespritzgießen dar. Durch dieses auch als Inserttechnik bezeichnete Verfahren werden beispielsweise metallische Gewindebuchsen oder Stifte umspritzt. Bei der Outserttechnik werden Kunststoffelemente an einen metallischen Grundkörper, der im Gegensatz zur Inserttechnik den mechanischen Verbund gewährleistet, gespritzt. Die Kunststoffelemente sind z.B. Achsen, Gewindeführungen oder Schnapphaken. Für den Einlegevorgang bedarf es eines Handlingsystems und einer exakten Fixierung der Einlegeteile im Werkzeug [21, 22].

Bei der für die Herstellung von Elektronikbauteilen häufig verwendeten Leadframe-Technik wird ein durch Stanz- oder Biegeprozesse vorstrukturiertes Metallband in das Werkzeug eingezogen [21]. Der durchlaufende „Leadframe“ dient der Positionierung der Funktionselemente im Spritzgießwerkzeug. Das Metallband wird entweder anschließend wieder aufgerollt oder direkt nach dem Spritzgießvorgang der Montage zugeführt, wobei die Bauteile durch Ausstanzen vereinzelt werden.

Bei den unter dem Sammelbegriff Hinterspritztechnik zusammengefassten Verfahren steht die Dekoration bzw. die Änderung der Oberflächeneigenschaften von großen Flächen im Vordergrund. Es werden bedruckte Endlos-Folien, Gewebe, bedruckte Label (IML, Inmould-Labeling) oder bedruckte, thermogeformte Folien (IMD, Inmould-Decoration) hinterspritzt.

Des Weiteren können durch die Schmelzkerntechnik makroskopische Hohlkörper mit Hinterschnitten, die nicht durch Kernzüge im Werkzeug realisiert werden können, hergestellt werden. Der aus einer niedrigschmelzenden Metallegierung (z.B. Zinn-Wismut-Legierungen, BiSn) bestehende Kern wird mit einer Formmasse, deren Schmelztemperatur nur geringfügig höher als die Erweichungstemperatur des Kernmaterials ist, umspritzt. Der verlorene Kern ist nach dem Spritzgießen aufzuschmelzen, ohne dass die Umspritzung wieder erweicht. Hieraus resultiert ein enges Prozessfenster und die Werkstoffauswahl ist stark eingeschränkt [22].

2.2.1 Verfahrenstechniken beim Mehrkomponenten-Spritzgießen

Das Mehrfarben-Spritzgießen ist seit längerem nicht mehr nur ein Verfahren, um zwei unterschiedlich gefärbte Materialien miteinander zu verbinden. Unterschiedliche Materialeigenschaften werden insbesondere beim Verbundspritzgießen von Thermoplasten genutzt. Von Interesse sind hier insbesondere: Optik, Steifigkeit, Haptik, elektrische oder thermische Leitfähigkeit. Entscheidend für eine möglichst gute Haftung der beiden Komponenten zu einem unlösbaren Verbund ist die Kompatibilität der Werkstoffe.

Die Prozessschritte sind im Allgemeinen:

- Spritzgießen des Vorspritzlings
- Erweiterung der Kavität bzw. Umsetzungvorgang
- Spritzgießen der zweiten Komponente.

Bei einer höheren Anzahl an zu verarbeitenden Komponenten, können die beiden letztgenannten Prozessschritte beliebig häufig wiederholt werden.

Der Einsatz des Mehrkomponenten-Spritzgießens wird beispielsweise zur Herstellung von feinwerktechnischen 2K-Gehäusen und Kolbenstangen [23], für Zahnbürsten und Mobiltelefone [24] sowie für KFZ-Leuchten mit bis zu fünf verschiedenen Farben angewendet. Für dieses auch als Overmoulding bezeichnete Verfahren ist charakteristisch, dass vor dem Einspritzen der zweiten Komponente eine Erstarrung der ersten stattgefunden hat.

Das 2K-Sandwichspritzgießen ermöglicht es, kostengünstige Neuware, Recyclate oder aufschäumende Materialien im Kern von relativ dickwandigen Bauteilen zu verarbeiten. Die beiden Komponenten werden direkt hintereinander über den gleichen Anschnitt in die Kavität

eingespritzt, so dass die erste noch schmelzflüssige Komponente von der zweiten durchströmt und verdrängt wird. Um einen sauberen Anschnitt mit der umhüllenden Komponente zu erzielen, kann diese, kurz bevor die Kavität komplett gefüllt ist, abermals eingespritzt werden.

Zunehmend werden auch Hart-Weich-Verbunde durch den Einsatz von Flüssigsilikonkautschuken (LSR) oder thermoplastischen Elastomeren (TPE) hergestellt [25].

Beim Montagespritzgießen (In-Mould-Assembling) stehen vor allen Dingen der hohe Integrationsgrad und die Einsparung von Montageschritten im Vordergrund. Es werden inkompatible Werkstoffe so zu einem Bauteil zusammengefügt, dass ein beweglicher Verbund erhalten bleibt. Durch partielle intensive Kühlung des Werkzeuges können auch kompatible Materialien ohne Verschweißen eine unlösbare bewegliche Verbindung eingehen [22]. Eine präzise Werkzeugtechnik und eine sorgfältige Prozessführung sind Voraussetzungen für den Einsatz dieses vom Mehrkomponenten-Spritzgießen und von der Insert-Technik abgeleiteten Verfahrens [26]. Es werden beispielsweise Gelenke von Spielzeugfiguren, Getriebe, Scharniere oder Ventile mit diesem Verfahren im Labormaßstab auch bereits für Mikrobauteile gefertigt [27, 28].

Eine weitere Anwendung, bei der zwei Materialien mit unterschiedlichen Eigenschaften verbunden werden, stellt die MID-Technik (Moulded Interconnect Device) dar. Einen Überblick über die unterschiedlichen Verfahren gibt Bild 2.1.

Dieses für die Elektronik entwickelte Verfahren ermöglicht es, Leiterbahnen auf einer zwei- oder dreidimensionalen Oberfläche aufzubringen. Insbesondere die hohe Integrationsdichte und die kompakte Bauweise sind vorteilhaft gegenüber der herkömmlichen Leiterplattentechnik. Neben den Verfahren des Heißprägens, den Belichtungsverfahren, den Druckverfahren und des Folien- oder Metallstreifenhinterspritzens können die MID-Leiterplatten durch das 2K-Spritzgießen (2K-MID) strukturiert werden [29, 30, 31].

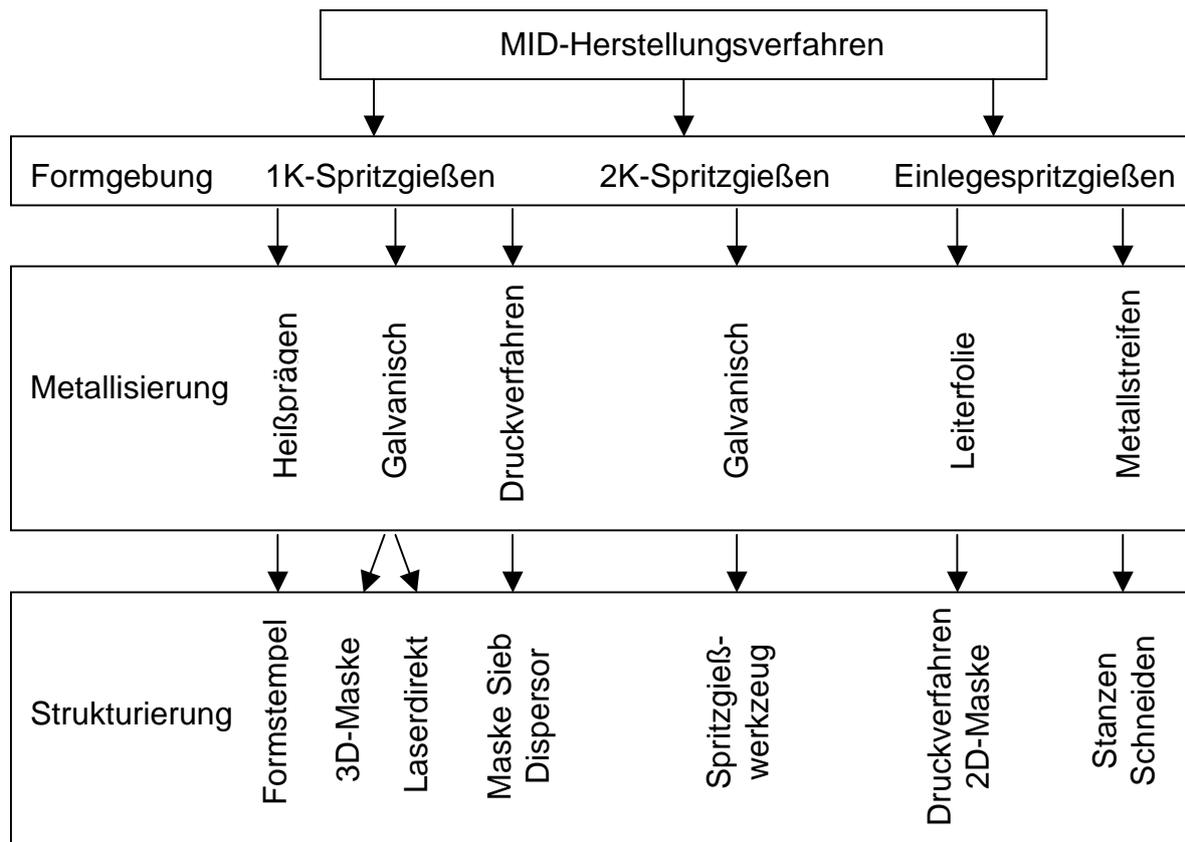


Bild 2.1: Verfahrensalternativen zur Herstellung von MID-Bauteilen [29, 32]

Beim 2K-Spritzgießen beinhaltet entweder die erste oder die zweite Komponente einen Metallisierungskatalysator (z.B. LCP mit eincompoundiertem Palladium) [33]. Es gibt unterschiedliche Verfahrensvarianten, um durch das 2K-Spritzgießen MID-Bauteile herzustellen. Es kann zunächst aus der metallisierbaren Komponente ein Kern mit Stegstrukturen geformt werden, der im zweiten Schritt umspritzt wird. Alternativ dazu kann ein Bauteil mit Grabenstrukturen beim Spritzgießen der nicht metallisierbaren Komponente entstehen. Mit der zweiten, metallisierbaren Komponente werden die Grabenstrukturen anschließend aufgefüllt. Nach einer chemischen Vorbehandlung, einem Ätzvorgang, werden Mikroaufrauungen erzeugt bzw. Aktivierungskeime freigelegt. Die dotierte Komponente tritt nur an den Stellen der Bauteiloberfläche hervor, an denen eine anschließende Bekeimung und außenstromlose Metallisierung erwünscht ist. Die restlichen Bereiche sind von einem nichtmetallisierbaren Kunststoff bedeckt. Es können die Leiterbahnen selektiv metallisiert werden. Die Beschichtung mit Metall erfolgt meist nasschemisch mit Schichtsystemen wie z.B. Cu-Ni-Au. Für die Zuverlässigkeit der MID-Bauteile ist insbesondere die Verbundfestigkeit der verwendeten Materialkombinationen entscheidend [34].

2.3 Voraussetzungen für mehrkomponentige Verbunde

Entscheidende Eigenschaft um zwei Materialien miteinander zu verbinden ist ihre chemische bzw. physikalische Kompatibilität. Je verträglicher die beiden Materialien sind, umso fester ist der Verbund. Es kann zwischen rein physikalischen und physikalisch-chemischen Voraussetzungen, welche die Verbundfestigkeit beeinflussen, unterschieden werden [20, 35].

Bei der Betrachtung der Kompatibilität aus physikalisch-chemischer Sicht ist die Mischbarkeit der zu verbindenden Werkstoffe zu beachten. Als Indikator für die Mischbarkeit, deren Ursache in der Thermodynamik des zu verbindenden Stoffes begründet ist, kann der Löslichkeitsparameter δ herangezogen werden. Die thermodynamische Affinität einer Formmasse, sich mit anderen Stoffen zu mischen, ist von der Kettenlänge seiner Moleküle oder der Interaktion der enthaltenen Substanzen, beispielsweise hervorgerufen durch Dipolkräfte oder Wasserstoffbrücken, abhängig. Liegen nahezu gleich große Löslichkeitsparameter vor, kann von einer guten Kompatibilität ausgegangen werden. Die Löslichkeit kann durch Kompatibilisatoren, die in der Regel Pfropf-Copolymere sind, angeglichen werden. Durch die Zugabe von nichtreaktiven Komponenten wird physikalisch die Verträglichkeit herabgesetzt. Die Additive wandern während des Fließens an die Strömungsoberfläche und verringern somit die Oberflächenspannung, wodurch die Adhäsion vermindert wird. Dieses ist beispielsweise bei pulvergefüllten Formmassen der Fall.

Auf Seiten der physikalischen Voraussetzungen für Werkstoffverbunde ist zwischen reversibler Adhäsion und irreversibler Kohäsion zu differenzieren. Adhäsion an Grenzflächen liegt vor, wenn durch intermolekulare Anziehung wie z.B. van-der-Waalschen-Kräfte, elektrostatische Kräfte oder chemische Bindungskräfte der Kontakt aufrechterhalten wird. Des Weiteren wird unter Adhäsion auch das temporäre Verhaken einzelner Molekülsegmente verstanden. Die Bildung solcher Verschlaufungen der Molekülketten, angeregt durch thermische Energie, wird auch als Interdiffusion bezeichnet. Folglich besteht eine starke Abhängigkeit der Diffusionsneigung der Polymerkettenenden von der Schmelztemperatur. Eine hohe Verbundfestigkeit kann durch eine hohe Masse- und Werkzeugtemperatur erzielt werden.

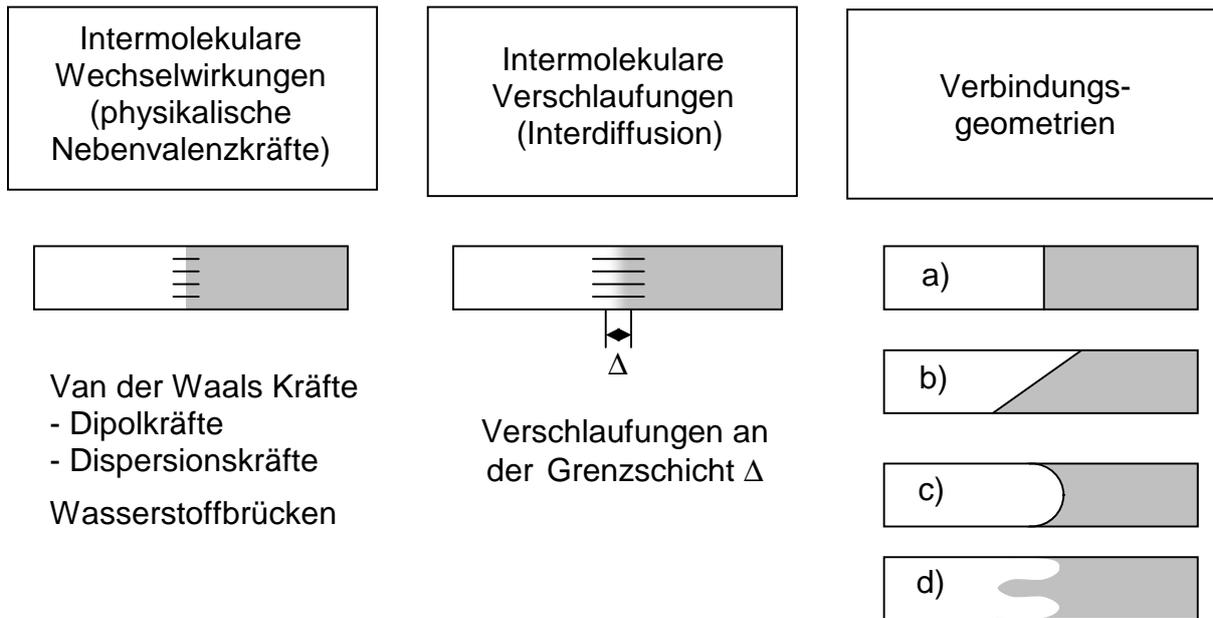


Bild 2.2: Adhäsionsmechanismen und mögliche Verbindungsformen [21] a) senkrechte Kavitätserweiterung, b) schräge Kavitätserweiterung, c) auf erkaltete Quellströmung gespritzt, d) Verdrängung der plastischen Seele

Weitere Verbesserungen der Beweglichkeit der Moleküle sind durch längere Verweilzeiten oberhalb der Schmelztemperatur und eine Senkung der Viskosität zu erwarten. Somit kann die variotherme Werkzeugtemperierung ein hilfreiches Mittel beim 2K-Spritzgießen sein, um die Festigkeit der Bindaht zu steigern. Oberflächendeformationen, die die Aktionsfläche vergrößern, wirken sich positiv auf die Verbundfestigkeit aus. Ebenso ist von der Steigerung des Anpressdruckes, der evtl. vorhandene Spalte schließt, bis zum Grade der vollständigen Benetzung der Verbundfläche eine Zunahme der Interdiffusion zu erwarten.

Bei besonders ausgeprägten intermolekularen Verschlaufungen kann es auch zu kohäsivem Versagen kommen. Es werden nicht nur die Adhäsionskräfte überwunden, sondern es entstehen Brüche innerhalb einer Komponente, so dass an der Bruchfläche Rückstände der anderen Komponente zu beobachten sind.

Untersuchungen über mögliche Materialkombinationen von Thermoplasten wurden zahlreich durchgeführt und in tabellarischen Übersichten zusammengefasst [20, 21].

Insbesondere die Fließverhältnisse beim Zusammentreffen der beiden Komponenten an der Bindaht sind entscheidend für eine hohe Verbundfestigkeit [36]. In Anlehnung an die oben erwähnten 2K-Spritzgießverfahren kann zwischen den Verbundtechniken des Overmoulding und des Sandwichmoulding unterschieden werden. Bei Letzterem werden die beiden

Komponenten in schmelzflüssigem Zustand ineinander gespritzt. Liegt ein Aufeinandertreffen der Formmassen bei Schmelztemperatur vor und die Schmelzen durchdringen sich nicht, so wird diese Prozessführung auch als Biinjektion bezeichnet. Aufgrund des schmelzflüssigen Zustandes beider Komponenten kann eine gute Verbindung angenommen werden. Dahingegen wird beim Overmoulding (Verbundspritzgießen) die bereits erstarrte, erste Komponente durch die auftreffende, schmelzflüssige, zweite Komponente in der Nähe der Grenzfläche wieder erwärmt. Findet eine Überströmung des Vorformlings statt, so handelt es sich um eine sogenannte schleppende Verbindung mit einer relativ heißen Bindaht. Im Gegensatz dazu ist bei einer reinen Stoßverbindung eine kalte Bindaht mit ca. 30 % niedrigerer Verbundfestigkeit zu erwarten [20, 22].

Eine Vergrößerung der Verbundfläche bewirkt eine Festigkeitssteigerung, da mehr Verschlaufungen gebildet werden können. Bei Belastung können jedoch in zulaufenden Bauteilbereichen (vgl. Bild 2.2 Beispiel b oder c) Spannungsspitzen auftreten, die ein frühzeitiges Versagen hervorrufen [20]. Treten Durchdringungen durch einen Verdrängungsvorgang der plastischen Seele auf, so ist von einem festen aber unscharfen Verbund auszugehen (vgl. Bild 2.2 Beispiel d).

2.4 Pulverspritzgießen (PIM)

Das Pulverspritzgießen erlaubt die Kombination von thermoplastischer Formgebung mit keramischen und metallischen Werkstoffen. Durch die besonderen Eigenschaften dieser Materialien wie Chemikalien-, Temperatur- und Verschleißbeständigkeit, sowie die hohe Festigkeit, Piezoelektrizität, Magnetismus und die elektrische Leitfähigkeit eröffnen sich im Vergleich zum Kunststoff-Spritzgießen neue Anwendungsgebiete. Da praktisch alle bekannten keramischen und metallischen Werkstoffe auch in Pulverform erhältlich sind, steht für das Pulverspritzgießen eine breit gefächerte Materialpalette zur Verfügung [37].

Die Entwicklung von Sonderverfahren beim Keramikpulver- (CIM) und beim Metallpulver-Spritzgießen (MIM) geht in ähnliche Richtungen, wie sie sich für Kunststoffe bereits etabliert haben. Zur Herstellung von metallischen Hohlkörpern werden Ausblasverfahren wie z.B. die Gasinnendruck- (GIT) bzw. die Wasserinnendrucktechnik (WIT) oder die Schmelzkern-technik entwickelt [38]. Wie bei Thermoplasten kann durch die Anwendung der Gas-Injektions-Technik beim Keramikpulver-Spritzgießen das Bauteilgewicht um bis zu 30 % gesenkt werden [39]. Mikrobauteile werden beispielsweise für die Elektro-, Getriebe- und Medizintechnik hergestellt [40]. Bei der Anwendung der 2K-MIM-Technik zur Herstellung von makroskopischen Sandwichbauteilen ist insbesondere auf einen identischen Sinterschrumpf der zu verbindenden Formmassen zu achten [41]. Ähnliche Entwicklungen zeigt die Verarbeitung von keramischen Pulvern. Ebenfalls wird das Mehrkomponenten-Spritzgießen von pulvergefüllten Formmassen bereits für Bauteile in Makrodimensionen eingesetzt. So werden beispielsweise zweifarbige Porzellantassen spritzgegossen [42].

Prinzipiell werden beim Pulverspritzgießen bei der Verarbeitung von Keramik- und Metallfeedstocks die gleichen Prozessschritte durchlaufen wie beim Thermoplast-Spritzgießen. Dies hat den Vorteil, dass Standardverfahren und -anlagen zur Verfügung stehen und somit die Umsetzung dieser Technologie erleichtern. Im Detail sind zahlreiche Unterschiede bezüglich der Materialaufbereitung, der Anforderungen an die Maschinen und der Prozessparameter zu beachten. Des Weiteren sind beim Pulverspritzgießen nach der Formgebung weitere Verarbeitungsschritte notwendig, um ein einsatzfähiges Bauteil zu erzielen (Bild 2.3).

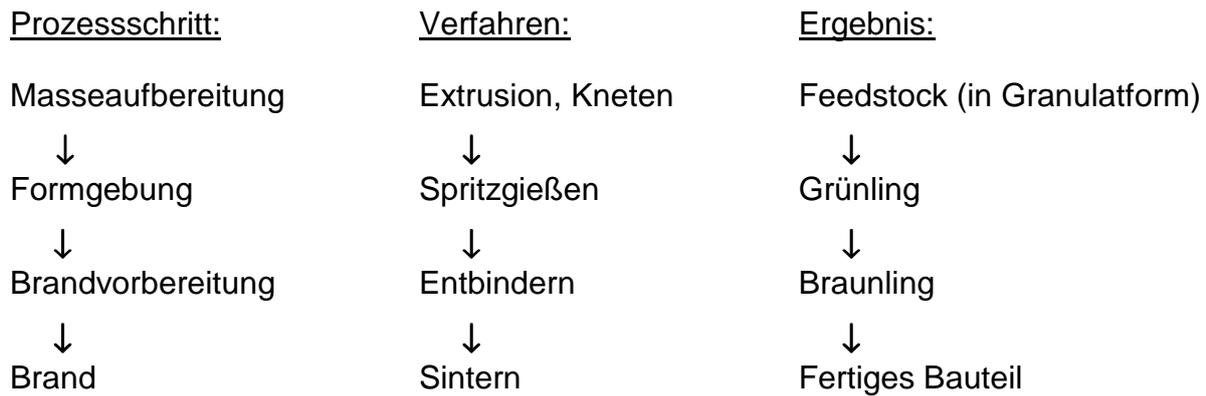


Bild 2.3: Prozesskette beim Pulverspritzgießen

2.4.1 Werkstoffe beim Pulverspritzgießen

Aus dem keramischen oder metallischen Pulver und einem organischen Binder, der zumeist aus Wachsen sowie langkettigen Molekülen (wie z.B. Polyolefinen und Additiven) besteht, wird der sogenannten Feedstock compounding [43, 44, 45]. Der Binder dient der Benetzung der Oberflächen der Pulverpartikel und ermöglicht ein für die Formgebung ausreichend niedrigviskoses Fließen des Feedstocks. Um eine Beschädigung des spritzgegossenen Bauteils, dem sogenannten Grünling, beim Entformen zu vermeiden, hat der Binder die weitere Aufgabe, dem zu entformenden Bauteil eine ausreichend hohe Festigkeit zu verleihen.

Die verarbeitbaren Pulver umfassen ein großes Spektrum an Werkstoffen [46]. Auf der Seite der Metalle steht eine große Auswahl an Materialien wie beispielsweise Edelmetalle, Kupfer, diverse Stahllegierungen bis hin zu Titan zur Verfügung. Als keramische Pulver werden bevorzugt Oxidkeramiken wie Aluminiumoxid (Al_2O_3) bzw. Zirkoniumoxid (ZrO_2) verarbeitet. Nicht-oxidische Keramiken wie z.B. Bornitrid (BN), Siliziumnitrid (Si_3N_4) oder Siliziumcarbid (SiC) werden ebenfalls verwendet [47]. Die Pulver werden durch Filtrieren, Granulieren, Mahlen, Mischen oder Sprühtrocknen aufbereitet [48]. Das Sieben, Strömungs- oder Windsichten erlaubt die Entnahme von Pulvern gleicher Partikelgröße.

Bi- bzw. multimodale Pulvergrößenverteilungen ermöglichen einen höheren Füllgrad als unimodale, da die Räume zwischen großen Pulverkörnern leichter besetzt werden können [49]. Für die Abformung von Mikrokavitäten sind insbesondere kleine Partikeldurchmesser von Vorteil, damit sich eine möglichst große Anzahl an Pulverkörnern über dem Bauteilquerschnitt anordnen und somit Stabilität und eine geringe Oberflächenrauheit gewährleistet wird [50]. Des Weiteren nimmt die Sinteraktivität mit kleinerer Teilchengröße

zu. Die Partikelgrößen der kommerziell bezieharen Pulverchargen liegen nach Herstellerangaben im Bereich von wenigen Mikrometern, differieren aber stark [42, 43, 44].

2.4.2 Verfahrenstechnik

Die Aufbereitung der Feedstocks erfolgt in einem Extruder oder bei kleineren Chargen in einem Knetter. Um ein gutes Einzugsverhalten des Feedstocks zu gewährleisten, wird dieser der Spritzgießmaschine in Granulatform zugeführt. Eine homogene Verteilung des Pulvers im Feedstock ist bei der Compoundierung sicherzustellen. Bei instabilen Suspensionen besteht die Gefahr, dass während der Formgebung Entmischungen von Füllstoff und Matrix auftreten, die durch an Umlenkstellen entstandene Turbulenzen oder auf den Schmelzestrom wirkende Zentrifugalkräfte hervorgerufen werden [51]. Der Pulveranteil beträgt üblicherweise zwischen 45 und 65 Volumenprozent [52, 53]. Je höher der Füllgrad ist, umso geringer fällt der Schrumpf während der weiteren Verarbeitungsschritte aus. Mit der Steigerung des Anteils an feinen Pulvern nimmt gleichzeitig die Viskosität des Feedstocks zu. Um dennoch spritzgießfähige Formmassen zu erzielen, ist ein Pulveranteil unterhalb der prozessbedingten Grenze zu wählen.

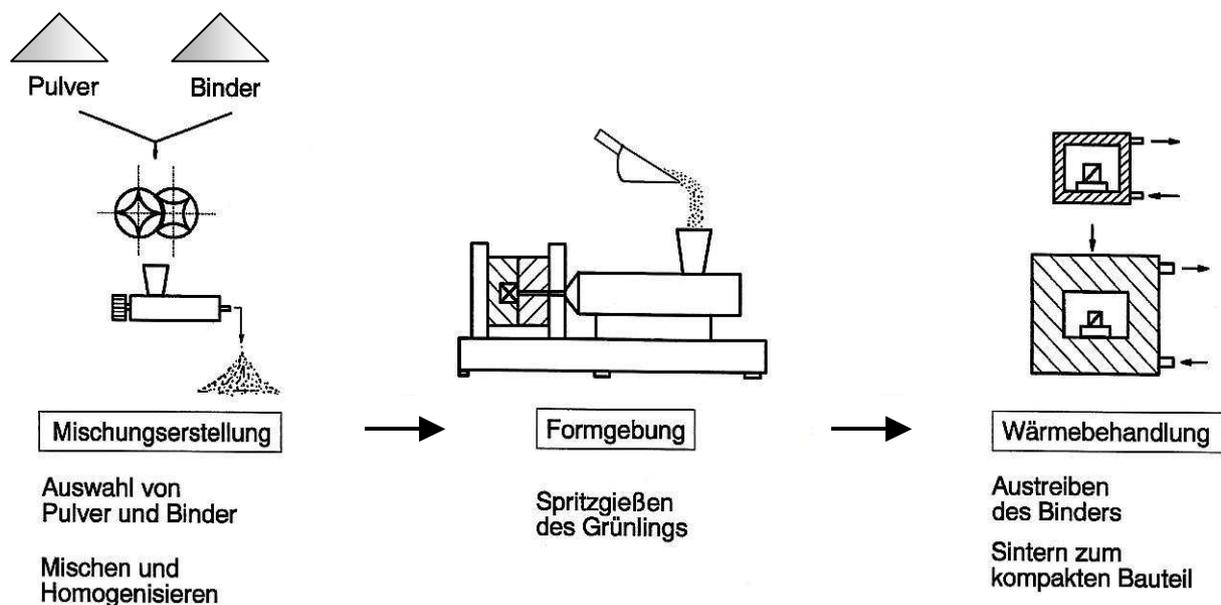


Bild 2.4: Verfahrensablauf beim Pulverspritzgießen [21]

Für die Formgebung durch das Spritzgießen wird der Feedstock in Plastifizieraggregaten aufgeschmolzen. Neben der Friktionserwärmung, die während des Dosiervorganges durch die Schneckenrotation eingebracht wird, wird über die geregelte, elektrische Beheizung des Zylinders ausreichend Wärme in die Formmasse eingebracht, so dass die Schmelztemperatur des Feedstocks überschritten wird. Da pulvergefüllte Formmassen im Vergleich zu Thermoplasten eine hohe thermische Leitfähigkeit besitzen und die Gefahr der Separation von Pulver und Matrix besteht, ist auf eine sorgsame Temperierung zu achten. Durch das Aufdosieren wird im Schneckenorraum eine homogene, viskose und unter Staudruck stehende Formmasse bereitgestellt, die im darauf folgenden Zyklus in das Spritzgießwerkzeug injiziert wird [18]. Solange eine plastische Seele zwischen Spritzaggregat und Kavität vorliegt, kann die Volumenschwindung durch den Nachdruck kompensiert werden. Die Volumenkontraktion fällt beim Spritzgießen von Feedstocks aufgrund des hohen Füllgrades an inkompressiblem Pulver gering aus. Eine fehlerstellenfreie und kompakte Formgebung ist aber insbesondere für die Festigkeit der spritzgegossenen Bauteile den sogenannten Grünlingen entscheidend. Der Grünling wird im Werkzeug bis unter Erstarrungstemperatur abgekühlt und anschließend entformt.

Das Entbindern der Grünlinge erfolgt durch Pyrolyse, durch Extraktion mit Wasser, durch Eluieren in einem organischen Lösungsmittel oder durch katalytische Depolymerisation [53]. Auch für Mikrobauteile haben sich mehrstufige Kombinationen dieser Entbinderungs-schritte als vorteilhaft erwiesen [50]. Es entsteht der sogenannte Braunling, in dem die Pulverpartikel lediglich durch geringe Haftung zusammengehalten werden. Der Binder und die Entbinderungsparameter müssen so entwickelt sein, dass ein Schwellen bzw. eine Deformation der Bauteile verhindert wird.

Schließlich werden die Braunlinge in der Regel in Batch-Öfen bei ca. 70 % ihrer Schmelztemperatur und, falls es der Pulverwerkstoff erfordert, unter Schutzgas- oder oxidierender bzw. reduzierender Atmosphäre gesintert. Es resultiert i.a. ein nahezu kompaktes Bauteil. Treibende Kraft des Sinterprozesses ist die Verringerung der Oberflächen- und Korngrenzenenergie, die so zu einer Erniedrigung der freien Enthalpie des Sinterguts führt. Durch den Sintervorgang kommt es zu einer Verfestigung und Verdichtung des Pulvers zu einem keramischen oder metallischen Verbund, wobei die Porosität stark abnimmt. Das Bauteil ist einer beträchtlichen Volumenabnahme, dem sogenannten Sinterschrumpf, unterworfen [39]. Sphärische Pulverpartikel sind förderlich für einen isotropen Schrumpf der Bauteile. Hingegen treten bei asphärischen Körnern Anisotropien auf. Mit sphärischen

Pulvern können höhere Füllgrade der Feedstocks erzielt werden, da sie enger gepackt werden können. Durch einen hohen Feststoffgehalt kann eine geringe Sinterschrumpfung und eine hohe Bauteildichte erzielt werden.

2.5 Maschinenteknik beim Mikrospritzgießen

Problematisch bei der Herstellung von Mikrobauteilen ist das Aufschmelzen von geringen Formmassenmengen. Als kritisch haben sich insbesondere lange Verweilzeiten oberhalb der Schmelztemperatur bei der Verarbeitung von Feedstocks erwiesen, da Dehomogenisierung der Feedstocks und thermische Schädigungen des Binders auftreten können.

Für das Zweikomponenten-Spritzgießen existieren zahlreiche Verfahrensvarianten die sich insbesondere in der Lage der beiden Spritzaggregate zueinander unterscheiden. Beispielhaft gibt das Bild 2.5 die Baugruppen einer Zweikomponenten-Spritzgießmaschine wieder.

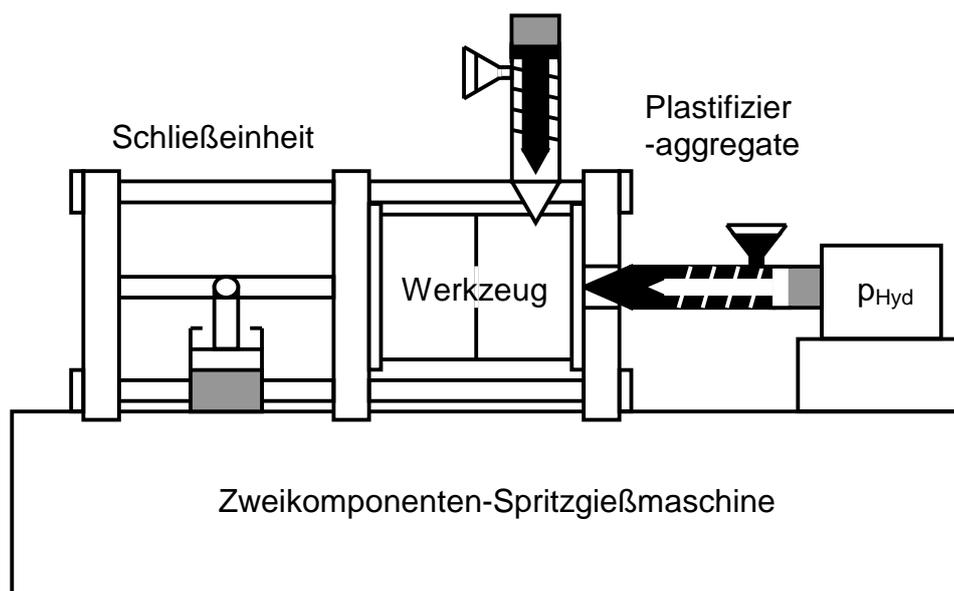


Bild 2.5: Schematischer Aufbau einer Zweikomponenten-Spritzgießmaschine

Derzeit werden vorwiegend Plastifizieraggregate mit Förderschnecken verwendet. Aufgrund der beim Plastifizieren auftretenden Momente und der Drehmomentbeanspruchung der Schnecke ergibt sich technologisch ein minimaler Schneckendurchmesser von 14 mm. Einen geringeren Zylinderdurchmesser haben Spritzaggregate mit Kolbeneinspritzung, die vermehrt beim Mikrospritzgießen Anwendung finden [6]. Andere Entwicklungen gehen in Richtung

elektrisch beheizter Plastifizieraggregate mit Kolben anstatt Schnecken oder der Plastifizierung durch Ultraschall [54].

Am Forschungszentrum Karlsruhe steht eine Zweikomponenten-Spritzgießmaschine des Typs K50 S2F der Firma Ferromatik Milacron, Malterdingen, Baujahr 1994 für die Formgebung zur Verfügung (Bild 2.6). Es handelt sich hierbei um eine vollhydraulische Spritzgießmaschine mit einer Schließkraft von 50 t. Um die für das Mikrospritzgießen üblichen kleinen Spritzvolumina aufzubereiten und damit die Verweilzeit der Formmassen zu verringern, ist die Maschine mit Plastifizierschnecken mit einem Durchmesser von 18 mm ausgestattet. Schnecken mit einem kleineren Durchmesser stehen für diesen Maschinentyp derzeit nicht zur Verfügung. Aufgrund der Abrasivität der Feedstocks sind die Plastifizieraggregate der Spritzgießmaschine in Hartmetall ausgeführt. Zur Implementierung der im Rahmen dieser Arbeit entwickelten Prozessabläufe wurden spezielle Folgesteuerungen von Seiten der Firma Ferromatik Milacron programmiert. Die Programme sind auf E-PROMS, die in eine in der Maschinensteuerung auswechselbaren CPU-Einschubkarte integriert sind, gespeichert.



Bild 2.6: Zweikomponenten-Spritzgießmaschine, bestückt mit 2K-PIM-Werkzeug

2.6 Werkzeugtechnik beim Mehrkomponenten-Spritzgießen

Gegenüber dem Standardspritzgießen stellt das Mehrkomponenten-Spritzgießen hohe Ansprüche an die werkzeugtechnische Umsetzung. Es wurden zahlreiche Werkzeugkonzepte entwickelt: Transfertechniken, bei denen externe Handlinggeräte die Vorformlinge ins Werkzeug ein- bzw. umsetzen, Schieberwerkzeuge mit Kernrückzug (Core-Back-Technik), Etagen-Wende-Werkzeuge, Drehteller-Werkzeuge sowie Indexplatten-Werkzeuge [21]. Entscheidender Unterschied dieser Werkzeugkonzepte ist die Komplexität und die damit verbundenen Kosten des Werkzeuges. Die Wahl des Werkzeugkonzeptes ist abhängig von der zu realisierenden Bauteilgeometrie. Mit der Anzahl der Funktionsflächen in unterschiedlichen Raumrichtungen steigt der zur Realisierung notwendige Aufwand.

Zusätzlich sind Heißkanäle erforderlich, um Hinterschnitte bei nicht senkrecht zur Trennebene erfolgreicher Zuführung der Formmassen in das Spritzgießwerkzeug zu vermeiden. Die Umlenkung der Schmelzeströme bei der Zuführung zu den Kavitäten wird durch Heißkanäle erheblich erleichtert. Eine Ausnahme hierzu stellt das in Kapitel 3 beschriebene Werkzeugkonzept dar, welches die geringe Festigkeit von spritzgegossenen Bauteilen aus pulvergefüllten Formmassen ausnutzt. Somit kann ein geringer Hinterschnitt toleriert werden. Spezielle Heißkanäle für das Mikrospritzgießen existieren derzeit noch nicht [55].

2.6.1 Aufbau und Auslegung von Werkzeugen für das Mikrospritzgießen

Da insbesondere für jedes Mikrospritzgießwerkzeug gesonderte Spezifikationen erforderlich sind, soll hier lediglich auf allgemein gültige Maßnahmen für eine präzise Abformung von Mikrobauteilen hingewiesen werden.

Um größtmögliche Flexibilität zu erlangen, ist ein modularer Werkzeugaufbau sinnvoll, so dass die Formeinsätze zügig ausgewechselt werden können. Sind die Formeinsätze sowohl auswerfer-, als auch düsenseitig strukturiert, ist für eine präzise Abformung der Mikrobauteile eine exakte Führung und Zentrierung der Werkzeughälften unerlässlich.

2.6.2 Herstellung von Mikrokavitäten

Um die in der Mikrotechnik üblichen Anforderungen, wie hohe Präzision, enge Toleranzen und gute Oberflächenqualität zu erfüllen, wurden besondere Fertigungsverfahren im Bereich des Formenbaus entwickelt.

In der Mikrotechnik lassen sich Formeinsätze mittels Mikrozerspanung [56], Lasermikrobearbeitung [56], Erodieren [57, 58] oder der UV- bzw. der LIGA-Technik [10, 59] fertigen. Letztere Verfahren beruhen auf der optischen Lithographie oder der Röntgentiefenlithographie nebst der Galvanoformung. Die LIGA-Technik erlaubt Strukturen von 0,2 μm Breite bei Aspektverhältnissen (Strukturhöhen- zu -breitenverhältnisse) von einigen hundert und Rauheiten von $R_a < 50 \text{ nm}$ [60]. Durch die bei der LIGA-Technik erzielbare hervorragende Oberflächengüte sind Entformungsschrägen nicht erforderlich. Tabelle 2.2 vergleicht die unterschiedlichen Verfahren und verdeutlicht die hohe Qualität der LIGA-Technik in der Mikrofertigung.

Tabelle 2.2: Vergleich der Mikrofertigungsverfahren

	Minimale Strukturdetails [μm]	Maximales Aspektverhältnis	Aspektverhältnis freistehender Details
Fräsen	50	5	2
Senkerodieren	30	10	2
Lasermikrobearbeitung	20	50	10
UV-Lithographie	5	20	~ 3
Röntgentiefenlithographie	0,4	100	~ 15 – 20

Häufig verwendete Werkstoffe für mikrostrukturierte Formeinsätze sind Messing aufgrund der guten mechanischen Bearbeitbarkeit, Nickel im Fall von LIGA-Formeinsätzen und in der Werkzeugtechnik vorzugsweise Stahl aufgrund der hohen Festigkeit und Verschleißbeständigkeit.

2.6.3 Variotherme Werkzeugtemperierung

Die Temperierung von Spritzgießwerkzeugen erfolgt in der Regel durch Flüssigkeitstemperierung. Durch spezielle Temperieraggregate wird die Flüssigkeit auf die gewählte Temperatur geregelt. Mit Hilfe einer Pumpe erfolgt die Zirkulation durch das Spritzgießwerkzeug. Als Temperiermedium wird entweder Wasser oder Öl verwendet. Die Temperatur in Druckwasseraggregaten ist in der Regel auf 140 °C begrenzt, da ansonsten bei einem Betriebsdruck von 6 bar Blasensieden auftritt und es zu Beschädigung der Pumpe durch

Kavitation kommen kann. Öl hat einen höheren Siedepunkt (hier verwendetes Öl: BP, Olex WT 0801, Sieden ab 390 °C) und damit den Vorteil, dass auch höhere Temperaturen bis zu 300 °C genutzt werden können [61, 62]. Aufgrund der höheren Wärmekapazität des Wassers gegenüber Öl ist bei einer Temperierung mit Wasser eine bessere Wärmeabfuhr zu erwarten. Eine spezielle thermische Auslegung der Spritzgießwerkzeuge ist sinnvoll, damit eine gleichmäßige und effiziente Temperierung der Kavität sichergestellt ist.

Ziel der variothermen Werkzeugtemperierung ist es, die Formnester im Spritzgießwerkzeug vor dem Einspritzvorgang auf annähernd Schmelztemperatur der Formmasse zu erwärmen. Dadurch wird die Erstarrung der Schmelze an den Kavitätswänden verzögert, und die Querschnittverengung durch Randschichtstarrungen wird herabgesetzt, so dass der Einspritz- bzw. Nachdruck länger auf das Bauteil wirkt. Des Weiteren wird die Abkühlung der Schmelze im Vergleich zum Einspritzen in ein „kaltes“ Werkzeug gehemmt und eine ausreichende Fließfähigkeit aufrechterhalten, um auch Strukturdetails abzubilden. Diese „dynamische Werkzeugtemperierung“ kann mittels Öl-, elektrischer oder induktiver Temperierung erfolgen [63, 64].

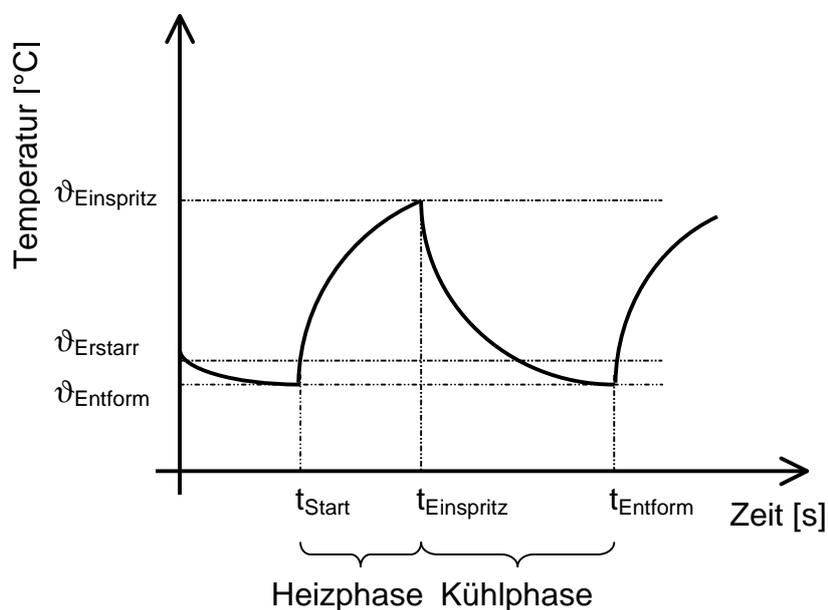


Bild 2.7: Zeitlicher Temperaturverlauf in der Kavität bei der variothermen Werkzeugtemperierung

Elektrische Widerstandsheizer werden aufgrund der hohen Heizraten und kompakten Bauweise bevorzugt eingesetzt. Sie sind gleichmäßig und kavitätsternah zu positionieren und können die

Formnester zügig aufheizen. Um die Kavität des Werkzeuges wird ein Temperaturgradient aufgebaut, der zu den Randbereichen auf die Basistemperatur des Werkzeuges abfällt. Beim Spritzgießen durchläuft die Werkzeugtemperatur die in Bild 2.7 dargestellten Temperaturzyklen. Die Heizphase beginnt direkt nach dem Entformen des Bauteils und endet mit Erreichen der eingestellten Einspritztemperatur. Während der Kühlphase wird die Wärme der gespritzten Formteile und des Formeinsatzes über die umliegenden Kühlkanäle an das Temperiermedium abgeführt. Die Entformungstemperatur liegt dabei deutlich unter der Erstarrungstemperatur der Formmasse. Diese Art der Prozessführung bewirkt, dass die Basistemperatur des Werkzeuges nahezu konstant ist, und im Kavitätsbereich definierte, zyklische Temperaturschwankungen erzeugt werden.

Alternativ können Strahlungs- oder Induktionsheizungen zur dynamischen Werkzeugtemperierung eingesetzt werden [65]. Die schnellsten Aufheizraten von unter einer halben Minute sind mit einem induktiven Heizsystem zu erreichen. Hierbei wird das elektrisch leitfähige Werkstück elektromagnetischen Wechselfeldern ausgesetzt, wodurch im Oberflächenbereich Wirbelströme generiert werden. Aufgrund des spezifischen elektrischen Widerstandes tritt Joulesche Erwärmung auf. Es werden sowohl externe als auch in das Werkzeug integrierte Induktoren eingesetzt [8].

Bei hohen Aspektverhältnissen kann die Formfüllung neben der variothermen Werkzeugtemperierung auch durch hohe Einspritzgeschwindigkeiten oder höhere Schmelztemperaturen verbessert werden. Im Vergleich zur Einspritzgeschwindigkeit hat die Werkzeugtemperatur den größeren Einfluss auf eine gute Abformung der Mikrostrukturen [66]. Die Einspritzgeschwindigkeit ist durch den verfügbaren Einspritzdruck begrenzt. Bei der Erhöhung der Schmelztemperatur besteht die Gefahr der Degradation der Polymerketten.

2.7 Simulation des Pulverspritzgießens in Mikrodimensionen

Prozesssimulationen sind ein beliebtes Hilfsmittel, um im Vorhinein die Machbarkeit zu gewährleisten und technische Randbedingungen festzulegen. Daher ist die Nutzung rechnergestützter Methoden der Prozessanalyse zur Optimierung und Werkzeugauslegung bereitzustellen. Die Akzeptanz und Sicherheit bei der Anwendung neuer Technologien kann somit noch gesteigert werden.

Für die Simulation des Fließverhaltens von Kunststoffschmelzen beim Spritzgießen haben sich spezielle Softwareprogramme wie CADMOULD, MOLDEX3D, SIGMASOFT® oder das hier verwendete MOLDFLOW auf dem Markt etabliert. Diese Programme bieten den Vorteil gegenüber anderen FEM-Programmen, auf den Spritzgießprozess und auf die Eigenschaften der zu verarbeiteten Materialien angepasst zu sein. Die gefundenen Prognosen helfen bei der Werkzeugauslegung Fehler zu vermeiden [67, 68].

Unter Angabe der Anguss- und Bauteilgeometrie, der Maschinendaten, der Materialparameter und der thermischen Vorgaben werden die für die Formfüllung erforderlichen Prozessparameter ermittelt. Insbesondere können Aussagen über die Fließfrontausbildung von Thermoplasten getroffen werden. Somit kann die Lage von Bindenähte und Lufteinschlüssen vorhergesagt werden. Orientierungen der Polymerketten bzw. der Fasern bei fasergefüllten Materialien werden aus den Geschwindigkeitsprofilen ermittelt. Wobei die größten Orientierungen im Bereich des Schergeschwindigkeitsmaximums ausgebildet werden [21].

Für das Verhalten in Mikrokanälen eignen sich die bisher verfügbaren Simulationsprogramme nur bedingt. Grund hierfür ist das unzureichend berücksichtigte hohe Oberflächen-Volumen-Verhältnis [69]. Probleme bei der Strömungsvorhersage entstehen, wenn die getroffenen Annahmen nicht erfüllt sind. Dieses kann zum Beispiel die von dem Simulationsprogramm vorausgesetzte Wandhaftung oder die laminare Strömungsausbreitung betreffen.

Ansätze zur Simulation des Pulverspritzgießens von makroskopischen Bauteilen mit oben genannten Simulationsprogrammen wurden bereits unternommen. Da die Materialeigenschaften der pulvergefüllten Formmassen nicht in Datenbanken vorhanden sind, müssen die Feedstocks zuvor vermessen werden und die Ergebnisse in das Simulationsprogramm eingegeben werden [70, 71].

Aspekte wie der Füllgrad des Feedstocks und die Oberflächenqualität in der Kavität bleiben unberücksichtigt. Somit können keine Aussagen über Wechselwirkungen zwischen den

Partikeln oder über Entmischungsvorgänge getroffen werden [72]. Ansätze die Partikelbewegungen bestimmen zu können, werden derzeit durch Fließsimulationen auf Basis von dissipativen Partikeldynamik-Modellen (DPD) unternommen [73].

2.8 Stand der Technik zur galvanischen Replikation

Die Galvanoformung bietet sich für die metallische Nachbildung der Strukturen an, da der Elektrolyt in kleinste Spaltbreiten vordringt und Metallionen auf der entgegengesetzt geladenen Elektrode abgeschieden werden. Voraussetzung für die Galvanoformung ist, dass elektrisch leitfähige Negativformen der Originalstruktur hergestellt werden können.

Es wurden bereits zahlreiche Ansätze unternommen, um Negativformen von LIGA-Formeinsätzen aus Nickel oder mikromechanisch gefertigten Formeinsätzen aus Messing oder Stahl zur Verfügung zu stellen.

Ein erprobtes Verfahren ist, mikrostrukturierte Formeinsätze mit nichtleitenden Thermoplasten durch Spritzgießen abzuformen und anschließend durch Sputtern oder stromloses Beschichten im Nachhinein elektrisch leitfähig zu machen. Es wird eine leitfähige Startschicht auf der Substratplatte abgeschieden, auf der anschließend das Aufwachsen der Mikrostrukturen durch Galvanoformung fortgeführt wird. Um als Grundlage für einen Galvanikstart dienen zu können, sind spezifische Oberflächenwiderstände kleiner $1 \text{ k}\Omega$ zu erzielen [16, 60].

Ein alternatives Verfahren beruht darauf, dass Substratplatten auf direktem Wege durch mit Leitruß bzw. Kohlefasern gefüllte Formmassen oder durch die Verwendung von intrinsisch leitfähigen Polymeren gewonnen werden [61]. Letztere sind durch das Vorhandensein konjugierter Doppelbindungen im Polymeraufbau gekennzeichnet (z.B. Polyacetylen, Polyaniline oder Polypyrrol) [74]. Um aufwendige Prozessschritte zu sparen und auf kostengünstige Werkstoffe zurückzugreifen, wurde kommerziell erhältliches, mit Leitruß gefülltes Polyamid verwendet. Weitere Vorteile von PA12-C sind die geringe Abrasion und der ausreichend niedrige Oberflächenwiderstand von unter $100 \text{ }\Omega\text{cm}$ [75].

Wird die Mikrostruktur durch ein leitfähiges Material abgeformt, sind bei der anschließenden galvanischen Abscheidung auf isotrop leitfähigem Substrat nur fehlerfreie Strukturen bei Aspektverhältnissen bis ca. 1,5 herstellbar [76]. Gleiches gilt für oberflächlich metallisierte Polymerstrukturen. Bei größeren Aspektverhältnissen verschleißt das ungerichtete galvanische

Wachstum, das in der örtlichen Aufwachsrate der Stromdichteverteilung folgt, die Mikrokapazitäten, bevor sie komplett gefüllt werden können (Bild 2.8, oben).

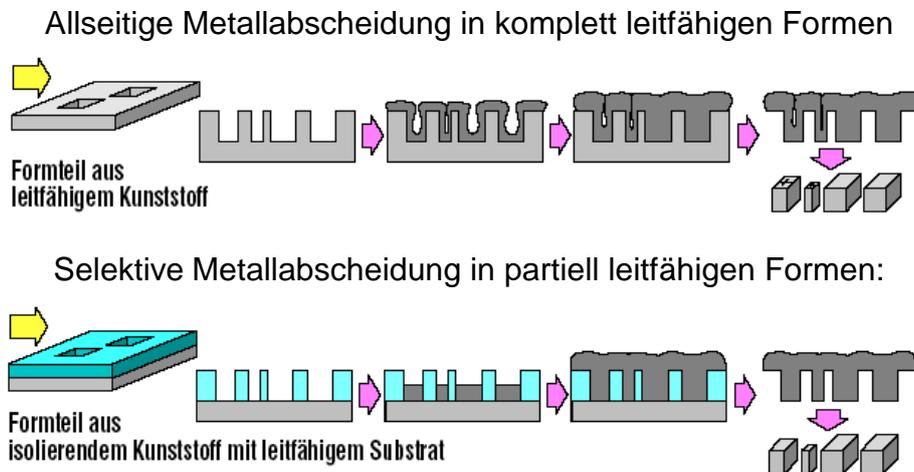


Bild 2.8: Prinzipien der Galvanoformung in Mikrostrukturen [16, 77]

Dieser Effekt lässt sich aufgrund der höheren elektrischen Felddichte an hervorstehenden Strukturen und Kanten und der schlechten Konvektion des Elektrolyten zwischen den Mikrostrukturen erklären. Letztlich kann von einem überwiegend oder rein diffusionsgesteuerten Wachstum in den Mikrogräben mit hohem Aspektverhältnis ausgegangen werden. Die hervorgerufenen Fehlstellen haben im Querschliff das Erscheinungsbild von „gotischen Kirchenfenstern“ (Bild 2.9). Insbesondere im Falle großer mechanischer Beanspruchung der Bauteile bei der technischen Anwendung können solche Defekte nicht toleriert werden.

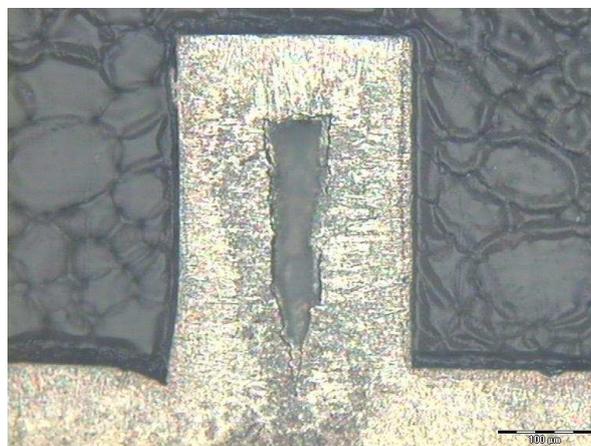


Bild 2.9: Querschliff einer in einer isotrop leitenden Kunststoffform galvanogeformten Mikrostruktur aus Nickel mit einem Aspektverhältnis von 1,5

Diese Fehlstellen können vermieden werden, wenn ein Leitfähigkeitsgradient vom Strukturgrund zu den Strukturwänden vorliegt. Wünschenswert ist ein möglichst unendlicher Leitfähigkeitsgradient, wobei nur der Kavitätsgrund leitfähig ist. Die Strukturwände hingegen sind aus isolierendem Material abzubilden. Die Metallionen im Elektrolyt gelangen durch Diffusion bis zum Strukturgrund und scheiden sich dort gleichmäßig ab, so dass fehlerfreie Mikrostrukturen durch senkrecht zur Substratoberfläche gerichtetes galvanisches Aufwachsen entstehen (Bild 2.8, unten).

Durch selektives Aufdampfen von Metallen auf eine strukturierte Substratplatte, z.B. durch Clusterbeschichtung, werden gezielt nur die Flächen beschichtet, die senkrecht zur Bestrahlungsrichtung liegen. Vergrößert werden kann dieser Effekt noch durch senkrechte Strukturwände, wie sie die LIGA-Technik liefert [75, 78].

Die Reihenfolge der Verfahrensschritte Mikrostrukturierung und Beschichtung kann auch umgedreht werden. Soll zunächst eine Beschichtung vorgenommen werden und erst in einem zweiten Schritt das beschichtete Substrat umgeformt werden, so ist eine gute Haftung der Schichten z.B. durch Oberflächenaufrauungen mittels Mikrosandstrahlen sicherzustellen. Die Substratplatte durchläuft nach der Behandlung die Prozessschritte Sputtern und Warmumformen. Die Kontaktierung erfolgt ausschließlich an der abgesenkten Beschichtung. Nach der Galvanoformung ist die Kunststoffform abzulösen [60].

Beim Zweikomponenten-Spritzgießen wird ein im ersten Schritt hergestelltes, elektrisch leitfähiges Substrat im zweiten Schritt mit einem isolierenden Material durchspritzt und somit die Mikrostruktur abgebildet. Die hierdurch entstandenen 2K-Formen besitzen einen kontaktierbaren Grund und erhabene isolierende Strukturwände, entlang derer die galvanische Abscheidung aufwachsen kann.

Das Zweikomponenten-Spritzgießen bietet die verfahrensbedingten Vorteile: Einstufiger Herstellungsprozess, hohe Abformungstreue und Serientauglichkeit. Der Nachteil eines relativ hohen technischen Aufwandes ist durch die Verfahrensvorzüge zu kompensieren (siehe Kap. 4.4).

Problematisch sind Mikrostrukturen, die nicht zusammenhängen. Eine Kontaktierung der separaten Strukturen ist ausgeschlossen, und in den abgeschlossenen Bereichen findet keine Metallabscheidung statt. Um dieses Problem auszuräumen, ist jede abgeschlossene Struktur über die Substratplatte zu kontaktieren. Dieses kann, wie bei dem entwickelten Verfahren geschehen, über eine elektrisch leitfähige, durchgehende Substratplatte gelöst werden.

Alternativ zum Zweikomponenten-Spritzgießen können beispielsweise metallische Lochplatten in ein Werkzeug eingelegt und umspritzt werden, ähnlich wie es bei der Outserttechnik der Fall ist [79]. Nachteilig bei dieser Technik ist, dass Beschädigungen auf dem mikrostrukturierten Formeinsatz durch den hohen Einspritzdruck entstehen können und die Position und Größe der Löcher nicht oder nur mit hohem Aufwand an die Mikrostrukturen angepasst sind. Somit lassen sich keine beliebigen Strukturen abformen.

Eine weitere Möglichkeit der Replikation von mikrostrukturierten Formeinsätzen bietet das Heißprägen. In einem ersten Schritt wird hierbei die Mikrostruktur in einen Polymer mit unterschiedlichen elektrischen Leitfähigkeiten über der Bauteildicke soweit eingeprägt, bis die Stirnflächen der Strukturen Bereiche mit einem niedrigen Widerstand erreicht haben [80]. Probleme treten bei der Verdrängung des isolierenden Materials auf. Überschüssiges Material aus freistehenden Mikrostrukturen ist über sie umgebende Strukturen zu verdrängen. Hierbei bleibt ein Restfilm an isolierendem Material im Grund der Mikrostrukturen zurück, auf dem die Abscheidung nur erschwert startet.

2.9 Statistische Versuchsplanung

Statistische Versuchspläne finden heute in weiten Bereichen der Wissenschaft und Technik Anwendung. Sie dienen der Beseitigung von Störungen oder der Optimierung von Prozessen. Insbesondere zur Analyse von Prozessen wie z.B. dem Beschichten, der Montage und dem Spritzgießen oder zur Optimierung von Rezepturen ist die statistische Versuchsplanung geeignet [81].

In Abwägung zwischen Aufwand und Nutzen werden besonders zweistufige Versuchspläne mit bis zu vier Einflussgrößen angewendet. Bei der Einfaktormethode wird eine Einflussgröße variiert, während die anderen konstant gehalten werden. Mit steigender Anzahl an Einflussgrößen nimmt die Anzahl an Fehlversuchen zu. Außerdem werden keine Wechselwirkungen, z.B. durch das Zusammenwirken zweier Einflussgrößen, erkannt. Durch faktorielle Versuchspläne können mehrere Einflussgrößen und deren Wechselwirkungen gleichzeitig untersucht werden. Bei einer höheren Anzahl an relevanten Einflussgrößen bieten teilfaktorielle Versuchspläne die Möglichkeit, den Versuchsaufwand zu beschränken, haben aber den Nachteil, dass mehrfache Wechselwirkungen unberücksichtigt bleiben. Diese können aber in der Regel vernachlässigt werden.

Werden die Einflussgrößen lediglich auf zwei Niveaus variiert, können nur lineare Zusammenhänge erfasst werden. Sollen quadratische Systeme analysiert werden, sind mindestens drei (besser: fünf) Niveaus erforderlich. Über den Zentralpunkt können Anpassungsfehler ermittelt werden.

Bevor die Versuche durchgeführt werden, ist der Versuchsplan aufzustellen und die für den Prozess entscheidenden Einflussgrößen sind innerhalb eines zu bestimmenden Prozessfensters auszuwählen. Im Versuchsplan werden die Einflussgrößen in normierter Form eingetragen. Durch die Normierung ergibt sich ein orthogonaler Versuchsraum. Für zwei Niveaus lautet die Normierungsvorschrift:

$$\tilde{x}_j = \frac{x_j - \bar{x}_j}{x_{j\max} - \bar{x}_j} \quad (\text{Gl. 2.1})$$

\bar{x}_j entspricht dem Wert im Zentralpunkt und $x_{j\max}$ dem Wert der Einflussgröße auf dem oberen Niveau. Für k Einflussgrößen auf n Niveaus ergeben sich bei einem vollfaktoriellen Versuchsplan n^k durchzuführende Versuche. Die Reduzierung des Versuchplanes durch die Vermengung einer Einflussgröße führt zu einem teilfaktoriellen Versuchsplan des Umfanges

n^{k-1} . Hierbei werden alle zweifach Wechselwirkungen erfasst. Für zwei Niveaus und vier Einflussgrößen sind folglich acht Versuchspunkte zuzüglich des Zentralpunktes zu untersuchen.

Über die Auswertung mittels der linearen Regressionsanalyse können die Effekte der Einflussgrößen auf die Zielgrößen ermittelt werden. Die Regressionsfunktionen werden gelöst und die Regressionskonstanten und -koeffizienten ermittelt. Beschreibt die lineare Regression den gesuchten funktionellen Zusammenhang nicht genau genug, kann auf polynomiale Regression zurückgegriffen werden. Zur Ermittlung der Effekte mehrerer Einflussgrößen auf mehrere Zielgrößen wird vorzugsweise die multiple Regression verwendet. Hierzu werden in der Regel Statistikprogramme benutzt, die nicht nur zeitaufwendige klassische Lösungsverfahren sondern auch vereinfachte Verfahren wie z.B. die RSM-Analyse (Response Surface Methodology) beherrschen.

Durch die Varianzanalyse (ANOVA) wird die statistische Signifikanz der Ergebnisse der Regression anhand der auftretenden Streuungen analysiert. Zur Beurteilung der Signifikanz können Kennwerte wie der P-Wert und das F-Verhältnis herangezogen werden. Wobei das F-Verhältnis der Quotient aus der Varianz der Regression und der Varianz des Restfehlers ist. Somit gilt ein Effekt als signifikant, wenn ihn ein hohes F-Verhältnis kennzeichnet. Als weiteres Kriterium für die statistische Signifikanz dient der p-Wert. Dieser gibt die Zuverlässigkeit eines Ergebnisses wieder. Je geringer der p-Wert ist, umso geringer ist die Wahrscheinlichkeit für das Auftreten eines falschen Zusammenhanges. Tritt kein Effekt auf, so wird der p-Wert gleich eins [81, 82].

3 ENTWICKLUNG DES ZWEIKOMPONENTEN-PULVERSPRITZGIEßENS IN MIKRODIMENSIONEN

Vor dem Hintergrund der fortschreitenden Miniaturisierung stellt das Mikrospritzgießen eine Schlüsseltechnologie dar. Komplexe Bauteile mit einer hohen Maßhaltigkeit werden durch das nachbearbeitungsarme Spritzgießen in Großserie hergestellt. Werden außerdem noch pulvergefüllte Feedstocks zu zweikomponentigen Bauteilen gefügt, bedeutet dies die Kombination dreier Sonderverfahren des Spritzgießens in einem Prozess. Für die angestrebte Funktionsintegration ist die erforderliche Material-, Verfahrens- und Werkzeugtechnik zu entwickeln. Aus dem in Kap. 2.4 vorgestellten Prozessablauf des Pulverspritzgießens folgen die Aufgabenstellungen für die Entwicklung des Zweikomponenten-Pulverspritzgießens in Mikrodimensionen (2K- μ -CIM). Die Einflüsse der einzelnen Prozessschritte auf die nachfolgenden Verarbeitungsstufen sind zu berücksichtigen. Die Verfahrensentwicklung ist entlang der Prozesskette des 2K- μ -CIM vorgenommen worden. Zu den einzelnen Aufgabenstellungen (Bild 3.1), die den Prozessschritten zugeordnet sind, werden im Weiteren die getroffenen Lösungswege vorgestellt.

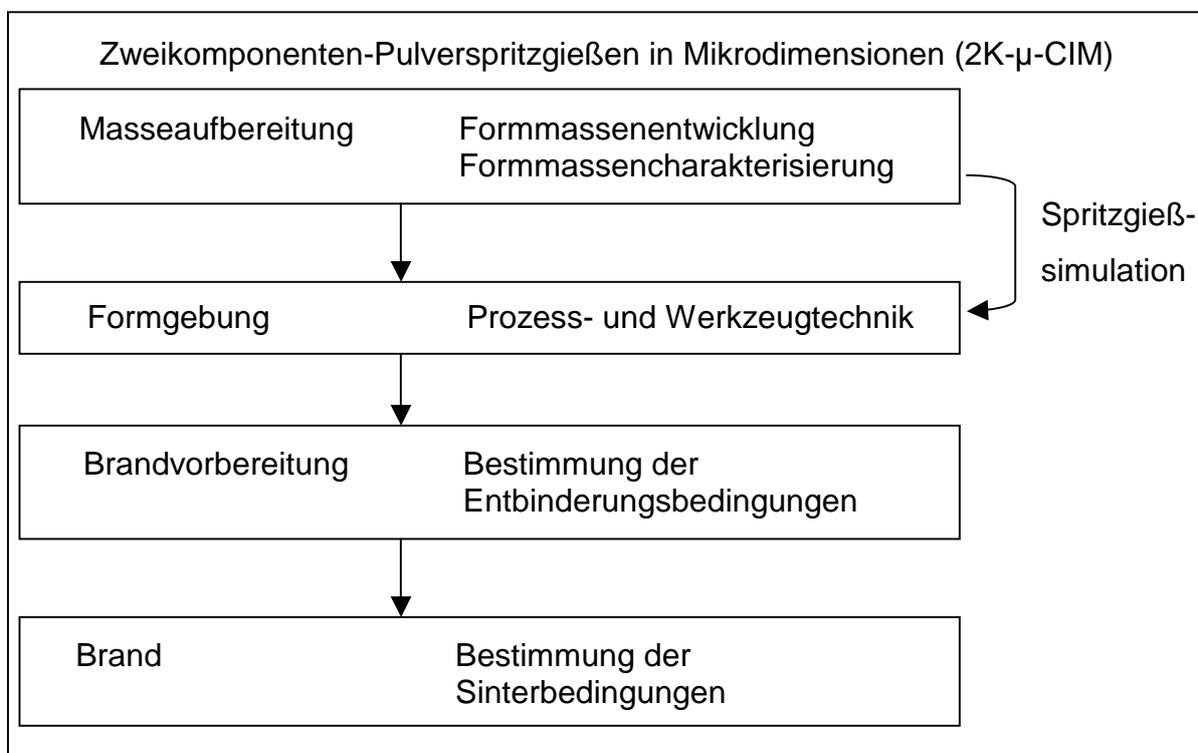


Bild 3.1: Verfahrensentwicklung entlang der Prozesskette des 2K- μ -CIM

Die Arbeiten zum 2K-Pulverspritzgießen sind in Zusammenarbeit mit dem IFAM (Fraunhofer Institut für Fertigungstechnik und Angewandte Materialforschung, Bremen) entstanden. Dem Projektpartner oblag es, metallische Feedstocks mit unterschiedlichen magnetischen Eigenschaften zu 2K-Mikrobauteilen zu verbinden. Die Materialauswahl umfasste weichmetallischen, legierten Stahl (17-4PH) sowie unmagnetischen Edelstahl (316L) [83].

Am Forschungszentrum Karlsruhe wurde durch die Kombination von unterschiedlich elektrisch leitfähigen Keramiken eine multifunktionale, zweikomponentige Heiznadel (Bild 3.34) entwickelt. Ziel der fertigen keramischen Bauteile ist es, durch Anlegen einer elektrischen Spannung an den Bauteilenden in Bereichen mit einem hohen elektrischen Widerstand eine Erwärmung zu bewirken.

3.1 Formmassenentwicklung für das 2K-Mikro-Pulverspritzgießen

Das Verbinden von Materialien mit unterschiedlichen Eigenschaften durch das Mehrkomponenten-Spritzgießen eröffnet die Möglichkeit, multifunktionale Bauteile in einem Prozess herzustellen. Durch die Variation der Zusammensetzung der Mischungen können den Feedstocks unterschiedliche physikalische Eigenschaften verliehen werden. Das 2K-Mikro-Pulverspritzgießen eignet sich für keramische und metallische Bauteile. Keramische Bauteile besitzen in der Regel gute chemische Resistenz, Abrieb- und Temperaturbeständigkeit. Durch die Integration unterschiedlicher Werkstoffeigenschaften in einem Bauteil können die Funktionen, die aus der Geometrie und den Eigenschaften des Primärmaterials resultieren, ergänzt werden. Bei dem im Rahmen dieser Arbeit entwickelten Feedstocksystem besitzen die beiden mit keramischen Pulvern gefüllten Komponenten nach dem Sintern unterschiedliche elektrische Leitfähigkeiten in Abhängigkeit von der Zusammensetzung der Pulvermassen [84].

3.1.1 Werkstoffauswahl

Durch Trockenpressen und Siebdruck wurden am FZKA bereits Heizelemente aus Mischkeramiken aus Aluminiumoxid (Al_2O_3) und Titanitrid (TiN) hergestellt [85, 86]. Auf die Erfahrungen aus diesen Vorarbeiten wurde die Feedstockentwicklung aufgebaut werden.

Zur Herstellung von keramischen Feedstocks, die nach dem Sintern unterschiedliche elektrische Leitfähigkeiten besitzen, bedarf es einer Zusammensetzung der Pulvermasse aus einem elektrisch leitenden Pulver und einer nichtleitenden keramischen Matrix. Bei der

Materialauswahl wurden die Eigenschaften der Materialien näher verglichen. Für die Matrix wird die Konstruktionskeramik Aluminiumoxid verwendet. Diese besitzt einen hohen elektrischen Widerstand, ist von hoher Härte und hat eine gute Sinteraktivität. Aus der Reihe der metallisch leitenden Hochtemperatur-Keramiken wurde Titanitrid ausgewählt. Neben dem niedrigen spezifischen elektrischen Widerstand zeichnet sich Titanitrid durch seine Härte und die mit Aluminiumoxid vergleichbare Wärmeleitfähigkeit aus. Ähnliche thermische Ausdehnungskoeffizienten der Keramiken sind erforderlich, um mechanische Spannungen während des Heizbetriebes zu minimieren. Beide Materialien reagieren nicht miteinander.

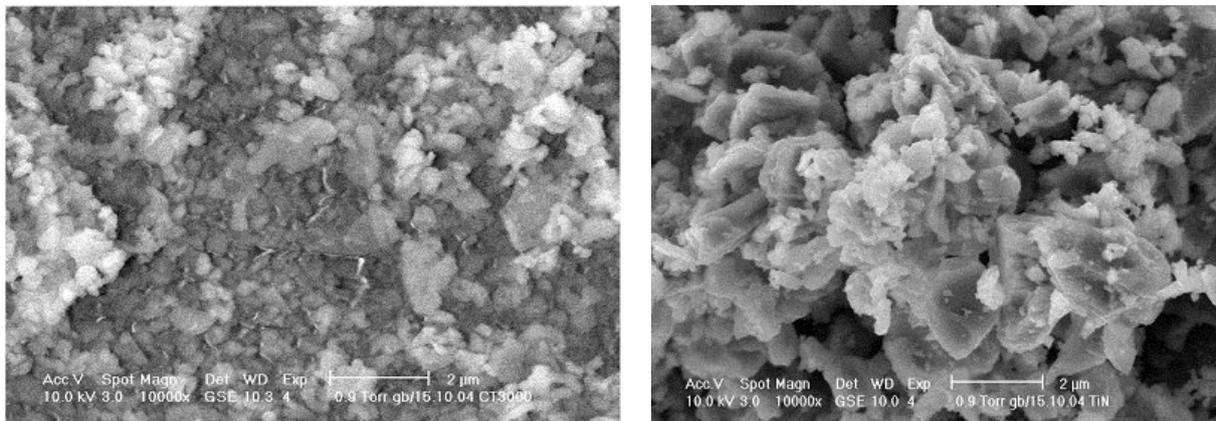


Bild 3.2: REM- Aufnahme der Morphologie der keramischen Pulver; links: Aluminiumoxid; rechts: Titanitrid

Wie in Bild 3.2 und in Tabelle 3.1 zu sehen, ist die Partikelgröße des Al_2O_3 im Durchschnitt ca. halb so groß wie die des TiN. Die Morphologie geht aus den REM-Bildern und aus den spezifischen Oberflächen (BET-Werte) der beiden Pulver hervor [87]. Die theoretische Oberfläche von rein sphärischen Partikeln liegt bei $0,926 \text{ m}^2/\text{g}$ für Al_2O_3 der angegebenen Pulvergröße und der Annahme vollständig gleich großer Partikel und bei $2,353 \text{ m}^2/\text{g}$ für TiN. Da der reale und der theoretische BET-Wert bei den TiN-Partikel eine kleinere Differenz aufweisen als die Al_2O_3 -Partikel, kann von einer annähernd kugelförmigen bis unregelmäßig verrundeten Form der TiN-Partikel ausgegangen werden. Diese Annahme wird von den REM-Aufnahmen gestützt. Da beide Oberflächenwerte im üblichen Rahmen von Pulvern für die Feedstockherstellung liegen, ist erfahrungsgemäß von ausreichenden Füllgraden auszugehen. Dieses zeigen auch die praktisch erzielten Füllgrade von bis zu 60 Vol.-%. Die Festigkeit des Bauteils nach dem Entbindern wird aufgrund der kugeligen Partikel weniger durch Verhaken der Pulverpartikel als durch den Restbinder sichergestellt [49].

Ab 500 °C neigt TiN zur Oxidation zu nichtleitendem TiO₂. Die chemische Stabilität des Aluminiumoxids gewährleistet, dass eine Oxidation des Titanitrids lediglich an der Oberfläche des Bauteils stattfinden kann. Zum Schutz vor Sauerstoff aus der Umgebungsluft kann eine Tauchbeschichtung der Bauteile mit Al₂O₃-Schlicker vorgesehen werden [88].

Tabelle 3.1: Materialeigenschaften der Komponenten Aluminiumoxid und Titanitrid [86]

Material	Spez. el. Widerstand ρ [Ωcm]	Therm. Ausdehnung α [$10^{-6}/\text{K}$]	Therm. Leitfähigkeit λ [W/mK]	Schmelzpunkt T_M [$^{\circ}\text{C}$]	Dichte ρ [g/cm^3]	BET [m^2/g]	Partikelgröße d_{50} [μm]
Al ₂ O ₃	10^{12}	9	27	2045	3,97	6,5	0,7
TiN	$2 \cdot 10^{-5}$	8,9	10 – 26	2980	5,43	3,3	1,27

Zur Untersuchung der Partikelgrößenverteilung wurde die Methode der Laserbeugung herangezogen [89]. Die Messungen wurden an einem Gerät der Marke Microtrac®-X100 in einer wässrigen Lösung mit 0,1 % Tetranatriumdiphosphat (Na₄P₂O₇) als Dispergiermittel durchgeführt. Durch eine Ultraschallbehandlung werden Agglomerate der Pulver aufgelöst. Für beide Pulver ergeben sich primär unimodale Partikelverteilungen (Bild 3.3).

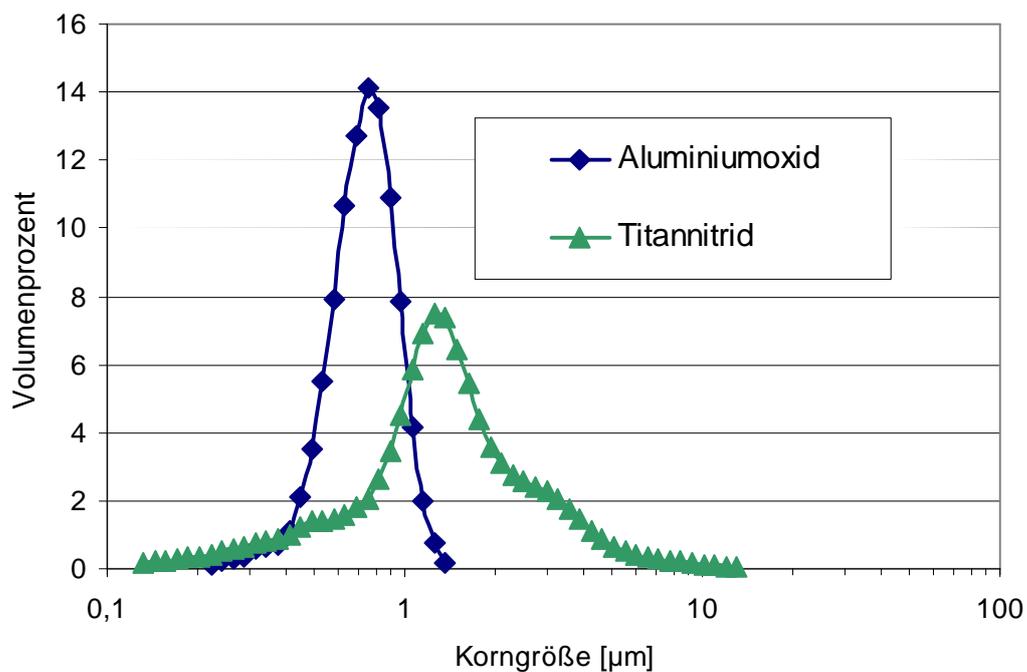


Bild 3.3: Partikelgrößenverteilung der Aluminiumoxid- und Titanitridpulver

Wird eine homogene Mischung des Al_2O_3 - mit dem TiN-Pulver (ATN) angenommen, kann von einer statistischen Verteilung des leitenden im nichtleitenden Anteil ausgegangen werden. Überschreitet der leitende Anteil einen Grenzwert (Perkulationsgrenze), bei dem ausreichend viele durchgehende Verbindungen zwischen den leitenden Pulverpartikeln entstehen, wird die Keramik leitfähig. Unter anderem ist die Form der Teilchen ein entscheidender Einflussparameter für das Erreichen der Perkulationsschwelle. Bei sphärischen Partikeln wird die Perkulation bei einem Volumenanteil von 16 % erreicht [90]. Sind die Partikel des leitenden Werkstoffes größer als die des nichtleitenden, führt dieses zu einer Anhebung der Perkulationsschwelle. Für asphärische Teilchenformen und für Agglomerationen, wie sie für keramische Pulvermassen typisch sind, ist von einer Verschiebung der Perkulationskurve zu höheren Konzentrationen auszugehen.

Unterhalb von 18 % TiN sind dichtgesinterte ATN-Proben nicht leitfähig. Wird der Anteil an elektrisch leitendem TiN weiter erhöht, stehen dem elektrischen Strom zunehmend mehr Verbindungen zum Fließen zur Verfügung. Somit ist durch die Mischungsanteile des zweiphasigen Werkstoffs die elektrische Leitfähigkeit einstellbar (Bild 3.4). Durch Messungen konnte gezeigt werden, dass der spezifische elektrische Widerstand ab einem TiN-Anteil von 18 % einem asymptotisch abnehmenden Verlauf bis zu dem Wert für reines TiN folgt.

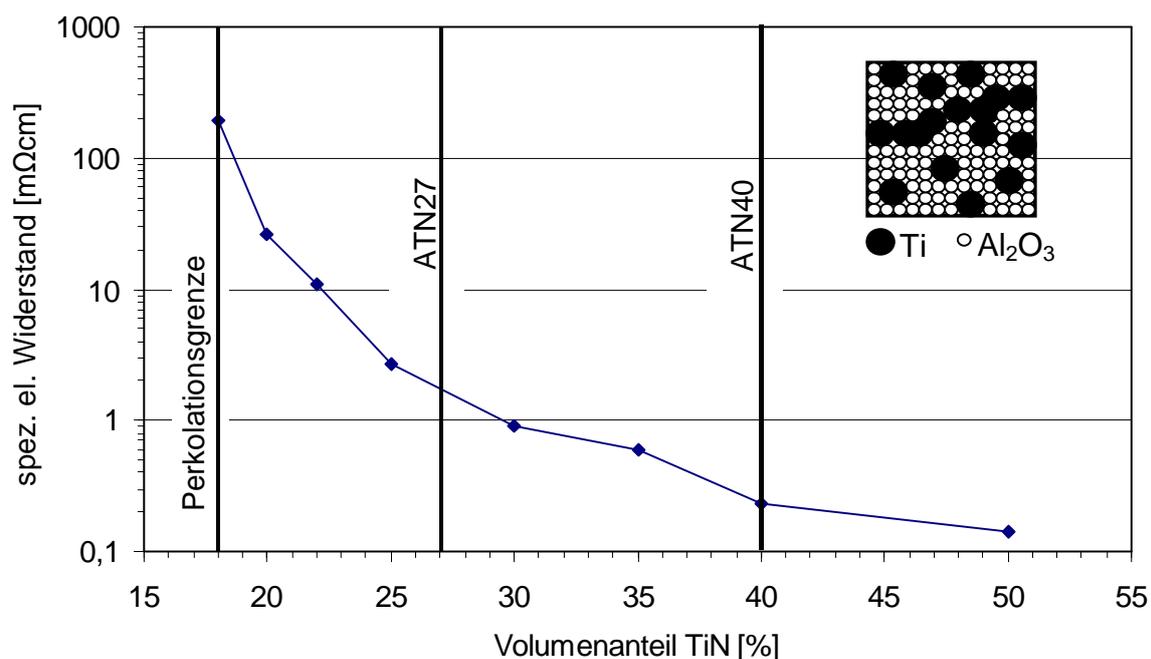


Bild 3.4: Abhängigkeit des spezifischen elektrischen Widerstandes vom Titannitridgehalt für dichtgesinterte Proben (Sintertemperatur: 1650 °C) [85]

Einen großen Einfluss auf den spezifischen elektrischen Widerstand hat die Sintertemperatur. Bei höheren Sintertemperaturen werden die Proben dichter, wodurch eine interne Kontaktierung zwischen den leitenden Partikeln vereinfacht wird.

3.1.2 Formmassenherstellung

Für das 2K-Pulverspritzgießen wurden Mischungen aus Aluminiumoxid- und Titanitridpulver mit einem Bindersystem auf Polyethylen-Basis auf einem Doppelschneckenextruder der Firma Leistritz vom Typ ZSE 27 GL – 36D mit gravimetrischer Dosierung aufbereitet. Für die erste Komponente (ATN40) mit niedrigem elektrischen Widerstand wurde Titanitridpulver Grade C der Firma H.C. Starck Ceramics GmbH & Co. KG mit einem Anteil von 40 Volumenprozent dem Aluminiumoxid CT 3000 SG der Firma Alcoa als nichtleitende keramische Matrix zugegeben. Bei der zweiten, geringer leitenden Komponente wurden drei Mischungen mit unterschiedlichen Volumenanteilen Titanitrid in der Formmasse hergestellt. Es wurden den Formmassen 25 (ATN25), 27 (ATN27) oder 35 Volumenprozent Titanitrid (ATN35) beigemischt. Um einen verarbeitbaren Feedstock zu erhalten, wurde jeweils der Binder mit einem Anteil zwischen 15 und 14 Gewichtsprozent beigemischt.

Die unterschiedlichen Binderanteile resultieren aus der Anforderung, einen gleich großen Sinterschrumpf für beide Komponenten einzustellen. Der Anteil des Binders in der Formmasse hat einen großen Einfluss auf den späteren Sinterschrumpf. Dem gegenüber ist der Einfluss hervorgerufen durch die unterschiedlichen Mischungsverhältnisse der Keramik gering. Beim Mehrkomponenten-Spritzgießen ist insbesondere zu beachten, dass der Schrumpf der beiden zu verspritzenden Komponenten aufeinander abgestimmt sein muss, damit beim Sintern keine Risse an der Bindaht entstehen. Der aus den Mischungsverhältnissen der Keramikpulver resultierende Unterschied im Schrumpf ist durch Einstellen des Binderanteils im Feedstock auszugleichen, so dass der Gesamtschrumpf der beiden Komponenten übereinstimmt.

Für die Bestimmung der Mischungsanteile von Pulver und Binder im Feedstock wurden diese in einem Messknetter W50EHT der Firma Brabender miteinander vermengt. ATN25-Feedstocks mit einem volumetrischen Füllgrad an Pulver von über 64 % ließen sich nicht verarbeiten. Die erforderlichen Drehmomente übersteigen die Möglichkeiten des Gerätes. Beträgt der Pulvergehalt 59,8 %, sinkt das Drehmoment nach einer anfänglichen

Homogenisierungsphase unter 15 Nm. Erfahrungsgemäß eignen sich mit dem Messknetter aufbereitete, keramische Feedstocks ab Drehmomenten unterhalb von 20 Nm für das Spritzgießen. Wie aus der Tabelle 3.2 hervorgeht, steigt mit zunehmendem Aluminiumoxid- und folglich abnehmendem Titanitridanteil im Feedstock der Pulverfüllgrad. Ursache hierfür sind die unterschiedlichen Partikelgrößen der Ausgangspulver. Die kleineren Al_2O_3 -Partikel können besser freie Zwischenräume besetzen als die im Durchschnitt doppelt so großen TiN-Partikel. Die Mittelwerte der Partikelgrößenverteilungen liegen aber zu eng beieinander, um in die Zwischenräume von Partikeln mit dichtester Kugelpackung einzudringen. Jedoch ist auch, wie aus der Partikelgrößenverteilung des Titanitrids hervorgeht (Bild 3.2), ein nicht unerheblicher Anteil an Feinpulvern im TiN enthalten. Resultat der Partikelpackung unter gegebenen Voraussetzungen ist, dass nur geringe Änderungen des Binderanteils notwendig sind.

Tabelle 3.2: Feedstockzusammensetzung von ATN-Mischkeramiken

Material	Titanitridanteil [Vol.-%]	Binderanteil [Gew.-%]	Pulveranteil [Vol.-%]
ATN25	25	14	59,8
ATN27	27	14	58,41
ATN35	35	14	57,78
ATN40	40	15	55,38

Der Pulveranteil ist entscheidend für die Viskosität der Formmasse verantwortlich. Charakteristisch für hochgefüllte Feedstocks ist eine sehr hohe Viskosität. Umgekehrt kann durch die Erhöhung des Binderanteils die Fließfähigkeit des Feedstocks maßgeblich verbessert werden. Wünschenswert für eine gute Füllung von Mikrokavitäten ist eine möglichst niedrige Viskosität. Jedoch ist eine Erhöhung des Binderanteils nur sehr begrenzt möglich, da hieraus eine Zunahme des Sinterschrumpfes und der Toleranzen im Sinterschrumpf resultiert und dieses die Maßhaltigkeit des Bauteils beeinflusst. Beim Spritzgießen ist den gegenläufigen Anforderungen an die Feedstocks durch einen geeigneten Prozessablauf zu begegnen, so dass dennoch Mikrostrukturen replizierbar sind (vgl. Kap. 3.6). Bei Bedarf kann durch Zugabe eines Benetzungsmittels die Fließfähigkeit gesteigert werden [91].

Bei Temperaturen von ca. 1700 °C sintert Al_2O_3 . Titanitrid weist unterhalb von 2300 °C noch keinerlei Sinterneigung auf. Um Deformationen der Bauteile durch Schmelzen des Al_2O_3 vorzubeugen, ist beim Sintern der Mischkeramik die Sintertemperatur von Al_2O_3 maßgeblich. Somit bleiben die TiN-Partikel während des Sintervorganges unverändert. Die Mischung mit dem höheren Anteil an Titanitrid besitzt in Folge dessen eine geringere Schrumpfeigung. Zum Ausgleich des Sinterschrumpfes wurde der Binderanteil beim ATN40 um ein Masseprozent höher gewählt.

Entscheidend für die spätere Bauteilqualität ist u.a. die Festigkeit der Grünlinge. Mikroteile besitzen ein hohes Oberflächen-Volumen-Verhältnis. Beim Entformen der Bauteile aus der Kavität wirken daher große Reibungskräfte. Gegenüber Thermoplasten weisen Feedstocks, die hochgefüllt sind, beim Spritzgießen nur eine geringe thermische Kontraktion auf. Um die Bauteile unbeschadet aus der Kavität zu entformen, sollte vorzugsweise eine hohe Festigkeit des Grünlings vorliegen. Hierbei spielen mehrere Faktoren eine wichtige Rolle. Die Festigkeit wird zum einen durch den Pulvergehalt und die Partikelgröße der Pulvermassen zum anderen durch das Bindersystem und schließlich durch die Entformungsparameter beeinflusst. Ein rein auf Wachsbasis beruhender Binder hat sich als unzureichend fest erwiesen. Als eine Binderkomponente ist das System Licomont® der Firma Clariant verwendet worden. Um eine ausreichende Grünteilfestigkeit sicherzustellen, wurde die Mischung um ein Polyethylen ergänzt. Aufgrund der für LD-PE typischen Langkettenverzweigungen ist eine Anhebung der Verbundfestigkeit durch Interdiffusionsvorgänge zu erwarten. Weitere Vorteile sind die niedrige Schmelztemperatur und die niedrige Viskosität.

3.1.3 Werkstoffanalyse

Die Untersuchung hinsichtlich des aufbereiteten Feedstocks erfolgt mittels der DTA-Analyse [92, 93]. Die Messung der Wärmetönung bei linearer Temperaturänderung gibt Aufschluss über Reaktionen, die in der Probe ablaufen. Die Peaks in der Wärmetönung geben die Übergangstemperaturen der Umwandlungsvorgänge an. Für einen Feedstock sind die Erweichungs- und Zersetzungstemperaturen der Binderanteile messbar. Wie die in Bild 3.5 wiedergegebene Messkurve verdeutlicht, werden zwei Übergangszonen durchlaufen. Der erste Peak gibt das Erweichen der Wachsanteile des Binders zwischen 60 und 70 °C wieder. Darüber hinaus erfolgt knapp unterhalb von 120 °C die Erweichung des Polymeranteils. Folglich teilt sich die Beschreibung des Zustandes des Feedstocks bis zum kompletten

Aufschmelzen aller Bestandteile in drei Bereiche: RT \rightarrow 60 °C \rightarrow 120 °C \rightarrow T_M. Oberhalb von 200 °C zersetzt sich das Bindersystem.

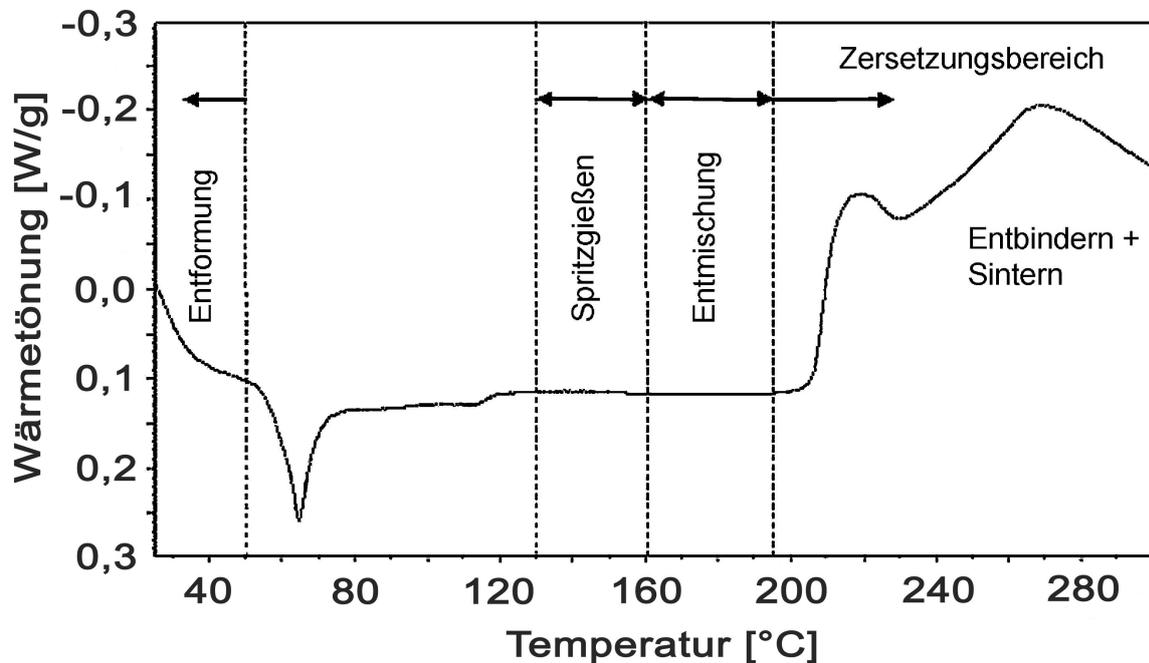


Bild 3.5: DTA-Analyse von ATN40 mit Licomont®-Binder

Es müssen alle Binderbestandteile aufgeschmolzen sein, um ein gutes Fließverhalten und eine homogene Verteilung der Pulver im Bauteil sicherzustellen. Folglich ist die Massetemperatur des Feedstocks für das Spritzgießen zwischen Erweichungstemperatur des Polymeranteils und ersten Entmischungen zu wählen. Bei der Viskositätsmessung am Kapillarrheometer (Kap. 3.2.1) zeigt sich, dass ab 160 °C Entmischungen zwischen Binder und Pulver auftreten. Beim Spritzgießen müssen Entmischungen und die Zersetzung der Formmasse vermieden werden. Eine Massetemperatur zwischen 140 und 150 °C erscheint sinnvoll. Die Entformungstemperatur ist unterhalb der Erstarrungstemperatur des Wachsanteils von 50 °C zu wählen, damit der gesamte Binder verfestigt ist und das Bauteil deformationsfrei entnommen werden kann. Der Einzugsbereich des Plastifizieraggregates ist ebenfalls unterhalb der Erstarrungstemperatur des Wachsanteils zu temperieren, damit kein Aufschmelzen oder Verkleben des Granulates am Einfüllstutzen auftritt. Während der thermischen Entbinderung wird bis in den Zersetzungsbereich aufgeheizt, um den Binder durch Pyrolyse aus dem Bauteil zu entfernen.

3.2 Simulation des Pulverspritzgießens

Das Spritzgießen von pulvergefüllten Feedstocks (PIM) erschwert die Formfüllung im Vergleich zu Thermoplasten. Die Pulverfüllgrade betragen in der Regel zwischen 45 und 65 Volumenprozent [43]. Um die Kavität und die Angussgeometrie auf die besonderen Eigenschaften des Feedstocks abzustimmen, ist vorab eine Simulation der Formfüllung anzustreben. Als Eingabedaten für eine Fließ- und Verzugssimulation von pulvergefüllten Feedstocks mit heutigen Simulationstools, die sich primär für das Spritzgießen mit Thermoplasten eignen, müssen neben den Geometriedaten die Materialeigenschaften vorliegen. Hierzu gehören die Viskosität, die Kompressibilität in Form von pVT -Daten, die Wärmeleitfähigkeit, der thermische Ausdehnungskoeffizient, die Wärmekapazität, die Dichte, der E-Modul, der Schubmodul und die Querkontraktionszahl.

3.2.1 Messung und Modellierung der Materialeigenschaften

Zur exakten Simulation der physikalischen Vorgänge beim Einspritzvorgang müssen die ermittelten Materialdaten in ein Simulationsprogramm wie zum Beispiel das in dieser Arbeit verwendete Programm MOLDFLOW übertragen werden. Der Rückgriff auf eine Standardsoftware bietet den Vorteil, dass bereits ein umfangreiches erprobtes Simulationstool existiert, in dem die neuen Anwendungen als Erweiterungen eingebracht werden. Dennoch ist die Nutzung eines Programms, das vor allem für die Fließsimulation von Thermoplasten ausgelegt ist, für eine neue Anwendung mit Vorsicht anzugehen, damit die zu Grunde gelegte mathematische Basis nicht zu Fehlern führt.

Für nahezu lineare Abhängigkeiten ist die Übergabe einzelner Messpunkte, zwischen denen inter- bzw. extrapoliert werden kann, ausreichend. Liegt eine Abhängigkeit der Materialeigenschaften von mehreren exogenen Variablen vor, so ist eine mathematische Beschreibung der gewonnenen Messkurven durch stetige Modelle notwendig.

Ein weiterer Vorteil der Modellierung liegt in der Verkürzung der Rechenzeiten. Zugriffe auf Datenbanken und anschließende Interpolation der zugrundegelegten Messwerte benötigen bedeutend längere Rechenzeiten als das Einsetzen mehrerer Variablen in eine Funktion und die Ermittlung des Funktionswertes.

Für eine realitätsnahe Fließsimulation ist in erster Linie die Scherviskosität der Formmasse entscheidend. Daher ist auf deren genaue Ermittlung besonders Wert zu legen.

Scherviskosität

Charakteristisch für Feedstocks sind die im Vergleich zu Thermoplasten hohe Scherviskosität und die geringe Kompressibilität der Feedstocks. Durch Messungen am Hochdruckkapillarrheometer (Rheograph 2003, Fa. Göttfert) können diese Materialeigenschaften erfasst und anschließend ausgewertet werden. Die Ermittlung der Viskositäten der Feedstocks erfolgt in einem Bereich, der üblicherweise für die Verarbeitung durch das Spritzgießen geeignet ist (vgl. Bild 3.5). Die ATN-Mischungen mit niedrigerem Titanitridgehalt weisen eine höhere Viskosität auf, da ein höherer Füllgrad und ein höherer Anteil an feinkörnigem Aluminiumoxidpulver vorliegen.

Nach vollzogener Bagley-Korrektur [94] zur Berücksichtigung der Einlaufdruckverluste an der Rundkapillare des Rheometers und der Weißenberg-Rabinowitsch-Korrektur [95], um die Strukturviskosität der Feedstocks einzubeziehen, können die Viskositätsdaten in das Cross-WLF-Modell [96, 97] überführt werden. Die Umwandlung der Messpunkte der Viskosität in eine stetige Funktion in Abhängigkeit von der Temperatur T , der Scherrate $\dot{\gamma}$ und des Druckes p erfolgt mittels eines Fittings durch einen mathematischen Solver. Als Lösungsverfahren wurde der Newton-Algorithmus gewählt.

Für die Viskosität in Abhängigkeit von der Temperatur T , der Scherrate $\dot{\gamma}$ und dem Druck p ist folgender Ansatz zu wählen:

$$\eta(T, \dot{\gamma}, p) = \frac{\eta_0(T, p)}{1 + \left(\frac{\eta_0 \dot{\gamma}}{\tau^*}\right)^{1-n}} \quad (\text{Gl. 3.1})$$

Für die Steigung der Viskositätsfunktion ist der Exponent $1-n$ bestimmend. τ^* gibt die Schubspannung an, ab welcher der Übergang zur von der Scherrate abhängigen Viskosität angenommen wird.

Die Viskosität für unterschiedliche Verarbeitungstemperaturen ist über eine Masterkurve bei doppeltlogarithmischer Auftragung herzuleiten, indem die Temperaturdifferenz zwischen Masterkurve und gesuchter Viskositätsfunktion als Maß der Verschiebung entlang einer Geraden mit der Steigung von -1 berücksichtigt wird (Temperatur-Verschiebungsprinzip) [18]. Über den universellen Ansatz von William, Landel und Ferry (WLF-Ansatz) lässt sich die Abhängigkeit der Viskosität von der Temperatur bestimmen [98].

$$\eta_0(T, p) = D_1 \exp\left(-\frac{A_1(T - T^*)}{\tilde{A} + D_3 p + (T - T^*)}\right) \quad (\text{Gl. 3.2})$$

Die Temperatur der Masterkurve wird hierbei durch T^* in Abhängigkeit vom Druck p wiedergegeben.

$$T^* = D_2 + D_3 p \quad (\text{Gl. 3.3})$$

Über die Methode der kleinsten Fehlerquadrate werden die sieben Parameter A_1 , \tilde{A} , D_1 , D_2 , D_3 , n , und τ^* der Funktion variiert, bis ein Minimum des Zielwertes resultiert. Als Zielwert des Fittings wurde die Summe der Quadrate der Differenzen zwischen Mess- und Funktionswerten gewählt.

Wie aus Bild 3.6 hervorgeht, liegen Modell und Messreihe für die Viskositätsdaten eng beieinander. Eine exakte Modellierung der Viskosität der Formmasse hat auf die Berechnung der Formfüllung den größten Einfluss. Das Viskositätsverhalten wird über die sieben Parameter in die Materialdatenbank in MOLDFLOW eingegeben.

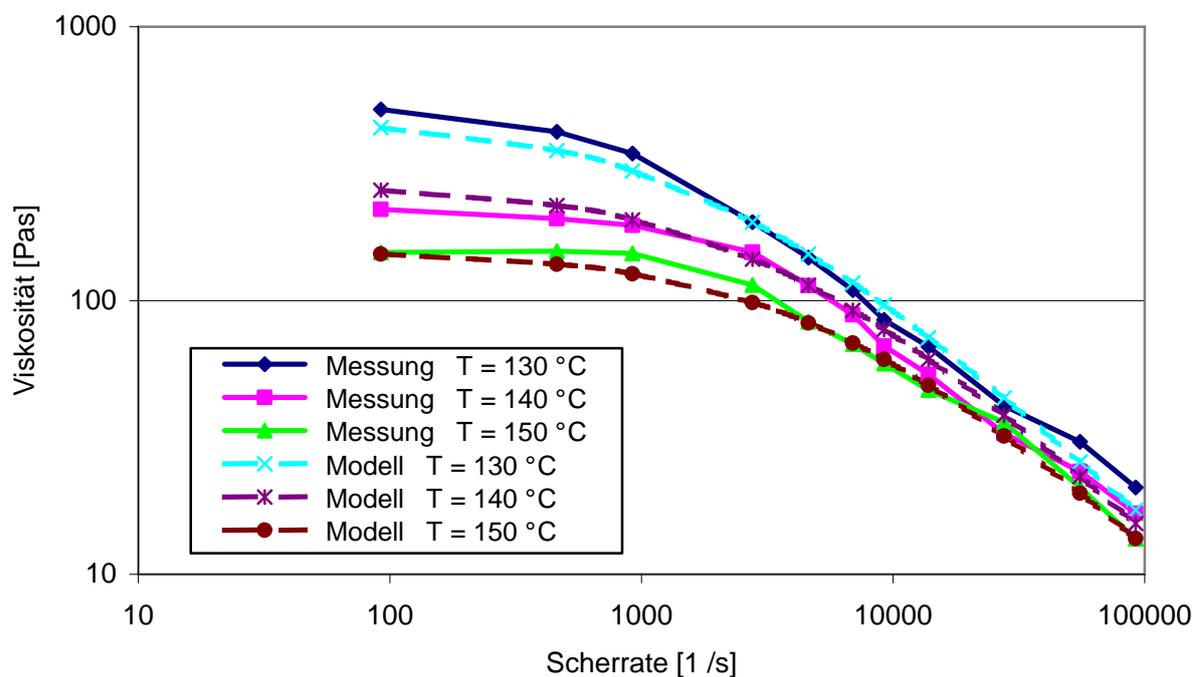


Bild 3.6: Vergleich zwischen der Viskositätsmessung und dem Cross-WLF-Modell für ATN25-Feedstock

Kompressibilität

Die Kompressibilität wird durch das pvT-Verhalten der Formmasse bestimmt, welches ebenfalls mittels eines Kapillarrheometers, in diesem Fall aber mit geschlossener Düse, gemessen wird. Zur Konvertierung der Messdaten in eine für die Simulation geeignete Form wurde das sogenannte Tait-Modell herangezogen [99]. Es handelt sich hierbei um eine in zwei Bereiche aufgeteilte Beschreibung der pvT-Kurven. Der Übergang zwischen den beiden Bereichen spiegelt den Phasenwechsel einer Komponente vom festen in den flüssigen Zustand wider.

Für die Kompressibilität ist zu beachten, dass die zwei Erweichungsstufen der unterschiedlichen Binderkomponenten prinzipiell ein Dreizonen-Modell erfordern. Dieses ergibt sich auch aus der DTA-Messung, in der zwei endotherme Wärmetönungen die Zonenübergänge ankündigen. Durch das Tait-Modell lassen sich aber lediglich zwei Zonen wiedergeben (vgl. Bild 3.5). Folglich sind die mehrfachen Phasenübergänge zusammenzufassen und der gesamte Kurvenverlauf durch einen Phasenübergang wiederzugeben.

Es wurden die beiden für den Prozessablauf entscheidenden Bereiche zur exakten Wiedergabe der Volumenänderung ausgewählt:

1. Alle Binderkomponenten sind geschmolzen ($> 120\text{ °C}$) und
2. Der Feedstock ist komplett erstarrt ($< 60\text{ °C}$).

Der Übergangsbereich wird nur näherungsweise wiedergegeben. Da sowohl für den Prozessablauf als auch für die Simulation gilt, dass der Formgebungsprozess erst dann abgeschlossen ist, wenn die Erstarrungstemperatur aller Binderkomponenten unterschritten ist, wird die zwischenzeitige Ungenauigkeit wieder korrigiert.

Ein anderes mathematisches Modell zur Beschreibung des pvT-Verhaltens von Feedstocks oder eine Modifikation des Tait-Modells wäre denkbar, wurde aber im Rahmen dieser Arbeit ausgeschlossen, da das zur Verfügung stehende Simulationstool (MOLDFLOW) keine Auswahlmöglichkeit zulässt und in den Quellcode nicht eingegriffen werden kann.

Die allgemeine Formulierung des Tait-Modells ist definiert zu:

$$v(T, p) = v_0(T) \left[1 - C \ln \left(\frac{p}{B(T)} \right) \right] + v_t(T, p) \quad (\text{Gl. 3.4})$$

C ist eine universelle Konstante mit dem Wert 0,0894. Das spezifische Volumen ohne Druckbeaufschlagung ist v_0 . Der Einfluss des Druckes wird durch $B(T)$ wiedergegeben. Die Übergangstemperatur T_{trans} wird in Abhängigkeit vom Druck p definiert.

$$T_{trans} = b_5 + b_6 p \quad (\text{Gl. 3.5})$$

Die Übergangstemperatur bei Druckentlastung wird durch b_5 wiedergegeben. Durch b_6 wird die lineare Steigung der Übergangstemperatur mit dem Druck berücksichtigt. Für Temperaturen oberhalb der Übergangstemperatur gelten unter der Voraussetzung der angepassten Koeffizienten die gleichen Zusammenhänge wie unterhalb. Die Ergänzung des Tait-Modells um v_t für Temperaturen unterhalb der Übergangstemperatur gibt den teilkristallinen Charakter von Thermoplasten wieder. Das p vT-Verhalten der Feedstocks weist einen ähnlichen Steigungsverlauf unterhalb der Übergangstemperatur auf.

$$v_0 = b_{1s} + b_{2s}(T - b_5) \quad (\text{Gl. 3.6})$$

$$B(T) = b_{3s} \exp(-b_{4s}(T - b_5)) \quad \forall T < T_{trans} \quad (\text{Gl. 3.7})$$

$$v_t(T, p) = b_7 \exp((b_8(T - b_5)) - (b_9 p)) \quad (\text{Gl. 3.8})$$

$$v_0 = b_{1m} + b_{2m}(T - b_5) \quad (\text{Gl. 3.9})$$

$$B(T) = b_{3m} \exp(-b_{4m}(T - b_5)) \quad \forall T > T_{trans} \quad (\text{Gl. 3.10})$$

$$v_t = 0 \quad (\text{Gl. 3.11})$$

Die 13 Koeffizienten b_{1m} , b_{1s} , b_{2m} , b_{2s} , b_{3m} , b_{3s} , b_{4m} , b_{4s} , b_5 , b_6 , b_7 , b_8 und b_9 sind wiederum über das Minimum der Summe der Quadrate der Differenzen zwischen Mess- und Funktionswerten einzustellen.

Wie der Vergleich zwischen dem Verlauf der gemessenen Kurven und ihrer Modellierung zeigt, wurde eine ausreichende Übereinstimmung unterhalb der Erweichungstemperatur der Wachsanteile und oberhalb der Schmelzetemperatur der Polymeranteile erzielt. Die Eingabe in die Materialdatenbank erfolgt unter Angabe der 13 Koeffizienten.

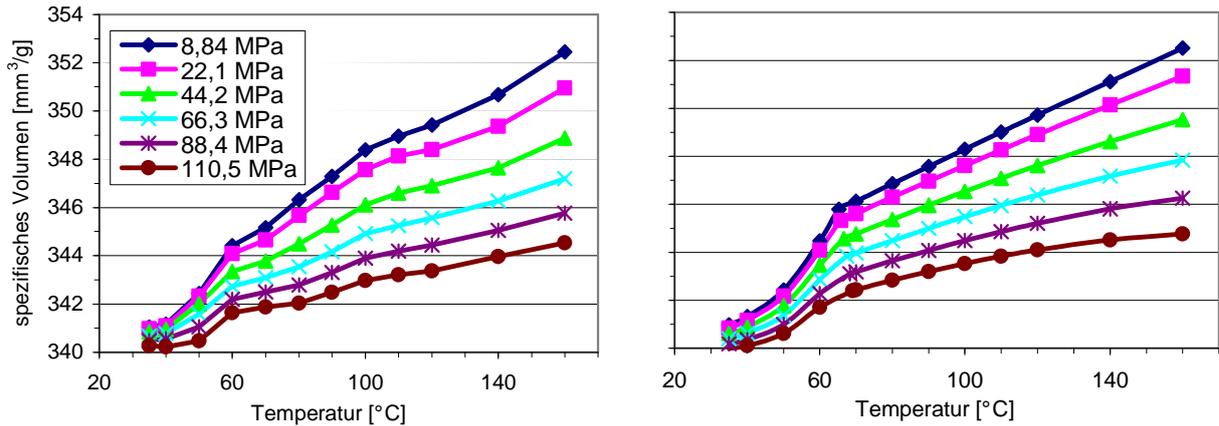


Bild 3.7: p_vT -Verhalten von ATN25-Feedstock, links: Messung, rechts: Tait-Modell

Ein von dem Simulationsprogramm MOLDFLOW berechnetes p_vT -Modell für ATN25 ist in Anhang 9.3 dargestellt. Es konnte gezeigt werden, dass durch die Modellierung der Materialeigenschaften eine realitätsnahe Simulation der Formfüllung erzielt werden kann (vgl. Kap. 3.4).

Thermische Eigenschaften

Zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit von ATN25-Feedstock ist die Temperaturleitfähigkeit α , die spezifische Wärmekapazität c_p und die Dichte ρ zu ermitteln.

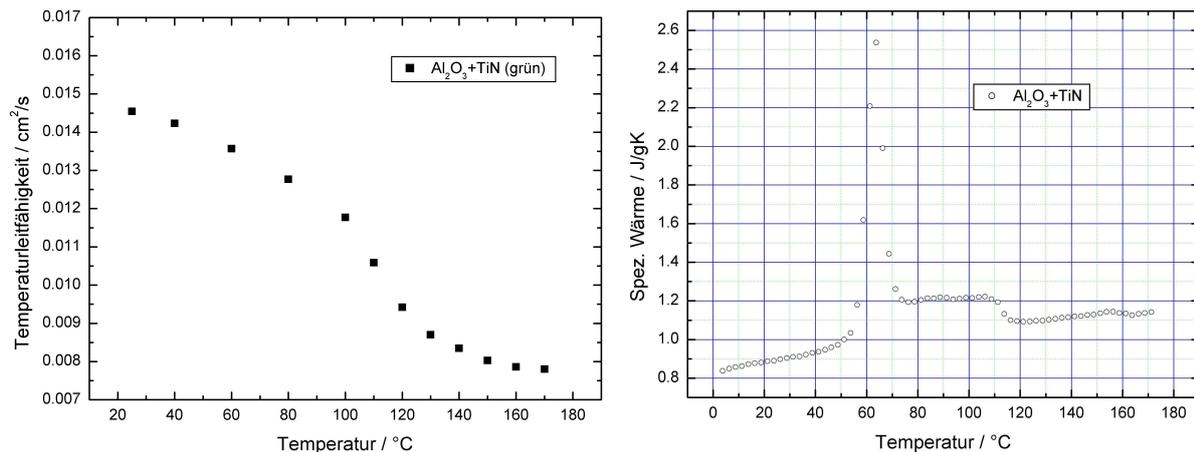


Bild 3.8: Links: Temperaturleitfähigkeit α von ATN25 in Abhängigkeit von der Temperatur, rechts: Spezifische Wärmekapazität c_p von ATN25 in Abhängigkeit von der Temperatur

Die Temperaturleitfähigkeit kann mit der Laser-Flash-Methode [100, 101, 102, 103], die spezifische Wärmekapazität mit der DSC-Analyse [5, 93, 104] und die Dichte mittels der Auftriebsmethode nach Archimedes [105] in Ethanol ermittelt werden. Es konnten die Kurvenverläufe im Temperaturbereich von 25 bis 170 °C gemessen werden (Bild 3.8).

Die in der DTA-Analyse (Bild 3.5) ermittelten Phasenübergänge der unterschiedlichen Feedstockbestandteile von ATN40 spiegeln sich in der DSC-Messung zur Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität von ATN25 wider, auch wenn die Mischungsanteile unterschiedlich groß sind.

Die Dichtemessung erfolgte lediglich bei Raumtemperatur und ergab einen Wert von 2,93 g/cm³. Die theoretische Dichte errechnet sich aus der Massenbilanz nach folgender Formel:

$$\rho_{\text{Feedstock}} = (1 - \gamma) \cdot ((1 - \kappa) \cdot \rho_{\text{Al}_2\text{O}_3} + \kappa \cdot \rho_{\text{TiN}}) + \gamma \cdot ((1 - \varphi) \cdot \rho_{\text{Licomont}} + \varphi \cdot \rho_{\text{PE}}) \quad (\text{Gl. 3.12})$$

Hierbei ist γ der Volumenanteil des Binders (40,2 % für ATN25), κ der Massenanteil an Titanitrid (25 % bei ATN25) und φ der Massenanteil an Polymer im Binder (40 %). Bei einer Dichte von Licomont® i.H.v. $\rho_{\text{Licomont}} = 0,917 \text{ g/cm}^3$, einer Dichte von Polyethylen i.H.v. $\rho_{\text{PE}} = 1,05 \text{ g/cm}^3$ und den Dichten für Al₂O₃ bzw. TiN aus Tab. 3.1 ergibt sich für ATN25 ein Wert für den Feedstock von $\rho_{\text{Feedstock}} = 2,98 \text{ g/cm}^3$. Bei der Dichtemessung bleiben beim Wiegen der ATN25-Proben in einer Flüssigkeit stets Restporen an Gasen zurück. Daher ist ein etwas geringerer Messwert nicht außergewöhnlich.

Die Berechnung der Wärmeleitfähigkeit λ (Bild 3.9) erfolgt über die Beziehung:

$$\lambda = \alpha \cdot c_p \cdot \rho \quad (\text{Gl. 3.13})$$

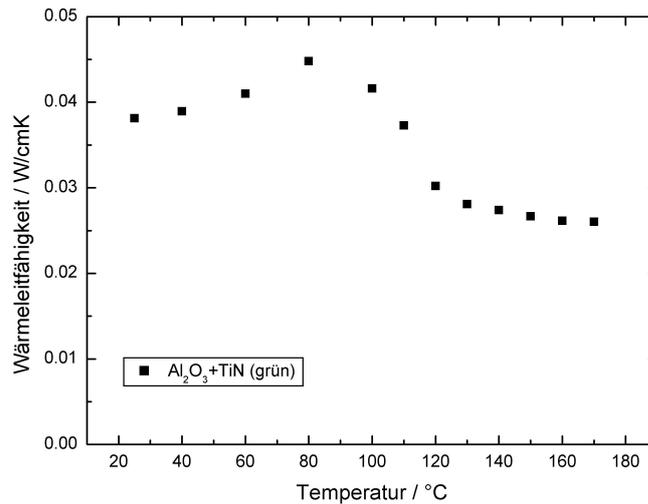


Bild 3.9: Berechnete Wärmeleitfähigkeit λ von ATN25 in Abhängigkeit von der Temperatur

Die thermischen Eigenschaften sind über die einzelnen Messpunkte in tabellarischer Form in die Materialdatenbank des Simulationsprogramms einzugeben.

Die thermische Ausdehnung ist mit Hilfe eines Dilatometers bestimmbar [94]. An spritzgegossenen, knapp 10 mm langen Proben ist die thermische Längenausdehnung des Feedstocks in einem Temperaturbereich von 30 bis 70 °C bei Abkühlraten von 0,1 K/min aufgezeichnet worden (Bild 3.10).

Der annähernd lineare Zusammenhang entspricht einem mittleren Ausdehnungskoeffizienten α von $112,65 \cdot 10^{-6} \text{ 1/K}$. Die Auswertung der sechs Abkühlkurven ergab eine Varianz von 5,3 % des Mittelwertes. Die durch den Spritzgießvorgang hervorgerufenen Orientierungen im Bauteil sind nicht berücksichtigt worden. Hierzu sind die in Fließrichtung ermittelten Ausdehnungen mit Messungen quer zur Fließrichtung zu vergleichen.

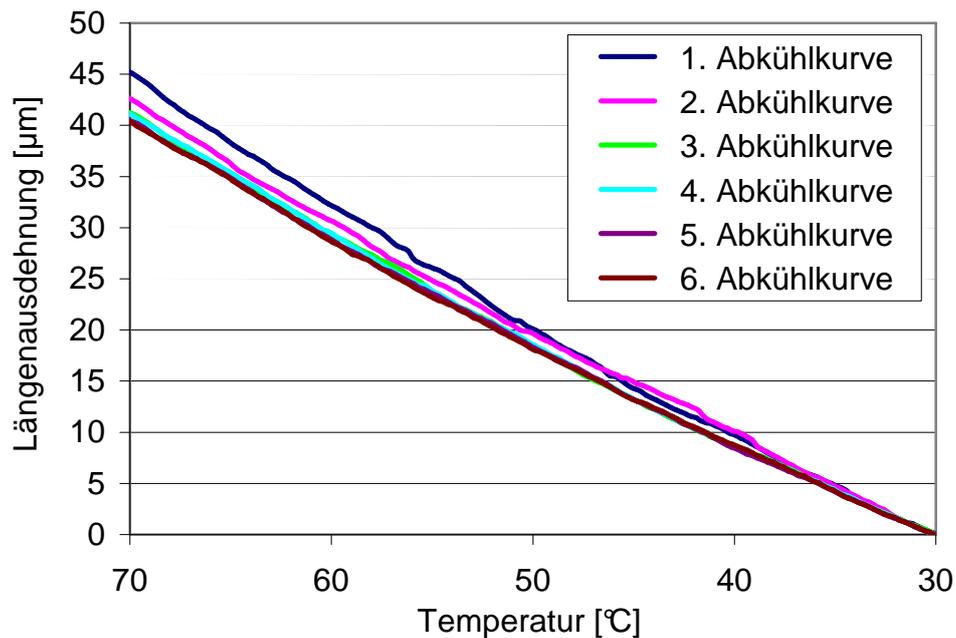


Bild 3.10: Abkühlkurven einer ATN25-Probe

Mechanische Eigenschaften

E-Modul, Schubmodul und Querkontraktionszahl haben keinen Einfluss auf die Fließsimulation, sondern werden erst bei der Verzugsanalyse benötigt. Der Einfluss von Orientierungen ist auch für den E-Modul und die Querkontraktionszahl relevant und bei der Messwertaufnahme zu berücksichtigen. Eine Bestimmung der mechanischen Materialeigenschaften an Grünlingen wurde nicht vorgenommen, da deren Festigkeit nach dem Spritzgießen sehr gering ausfällt und große Streuungen der Messwerte zu erwarten sind. Auf die Verzugsanalyse wurde daher zunächst verzichtet.

Die für den Feedstock ATN25 gefundenen Modellparameter sind in Anhang 9.2 aufgelistet.

3.3 Probekörperdesign

Durch die Untersuchung von ein- und zweikomponentigen Prüfkörpern sollen Rückschlüsse auf die Materialeigenschaften und insbesondere auch auf die Verbundfestigkeiten von spritzgegossenen Keramikbauteilen in Mikrodimensionen gewonnen werden.

Anhand der Zugstäbe mit einer Querschnittsfläche von 0,48 x 0,48 mm bei einer Prüflänge von 12 mm und einer Gesamtlänge von 24 mm (Bild 3.11) sollen die Verbundfestigkeiten der beiden Materialien untersucht werden. Zum Vergleich der Festigkeiten sind einkomponentige

Zugstäbe mit der gleichen Form herzustellen. Bei den angegebenen Maßangaben handelt es sich um die Maße im Grünlingszustand.

Als weiterer Probekörper ist ein 3 mm dicker Flachstab großflächig (6 mm x 30 mm) zu hinterspritzen. An diesem Bauteil kann die Festigkeit des Verbundes auf Scherbeanspruchung und der Sinterschrumpf untersucht werden. Tritt beim Sintern der zweikomponentigen Platte eine Wölbung auf, so ist der Sinterschrumpf der nach Außen gekrümmten Komponente geringer. Tritt in Makrodimensionen keine Krümmung auf, kann auch in Mikrodimensionen von einer spannungsarmen Verbindung ausgegangen werden.

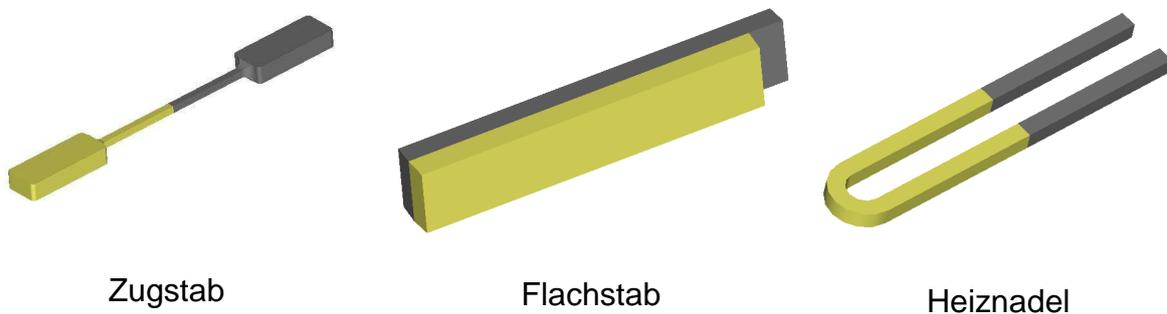


Bild 3.11: Design der 2K-Probekörper und des Demonstrators

Als Demonstrator wurde eine Heiznadel hergestellt. Sie weist eine quadratische Querschnittsfläche von $1 \times 1 \text{ mm}^2$ auf. Der innere Krümmungsradius beträgt ebenfalls 1 mm bei einer Gesamtlänge von 22 mm.

Der Bogen der Nadel (im Bild 3.11 hell gekennzeichnet) soll aus dem Material mit hohem elektrischem Widerstand abgeformt werden, so dass sich bei Anlegen eines elektrischen Stromes eine Erwärmung durch den glühelektrischen Effekt (Edison-Effekt) ergibt.

Die Prüflänge eines Zugstabes oder auch die Schenkel einer Heiznadel können aufgrund des konstanten quadratischen Querschnittes als Biegebalken zur Ermittlung der Biegefestigkeit und der Steifigkeit der gesinterten Keramik verwendet werden.

3.4 Konstruktion des 2K-PIM-Werkzeuges

Aufbauend auf grundlegenden Überlegungen zum Mikro-, dem Pulver- und dem Zweikomponenten-Spritzgießen wurde das hier vorgestellte Werkzeugkonzept entworfen und umgesetzt.

Beim Mikrospritzgießen wird höchste Präzision beim Werkzeugbau gefordert. Die Fertigungstoleranzen im Kavitätsbereich von kleiner als $5\ \mu\text{m}$ sind akribisch einzuhalten, damit keine Grate beim Spritzgießen an den Grünteilen entstehen. Es wurde ein modularer Werkzeugaufbau gewählt, um einen schnellen Wechsel der unterschiedlichen Formeinsätze zu ermöglichen. Da die Rundauswerfer und deren Positionen auf jedes Bauteil abgestimmt sind, gehört zu jedem Formeinsatzpaar auch ein komplettes, speziell angepasstes Auswerferpaket. Als Werkzeugstähle wurden 1.2344 (X 40 CrMoV 5 1) bzw. 1.2311 (GS 40 CrMnMo 7) ausgewählt. Zum Abrasionsschutz sind alle schmelzeführenden Werkzeugteile auf Rockwellhärten in Höhe von 52 HRC angelassen.

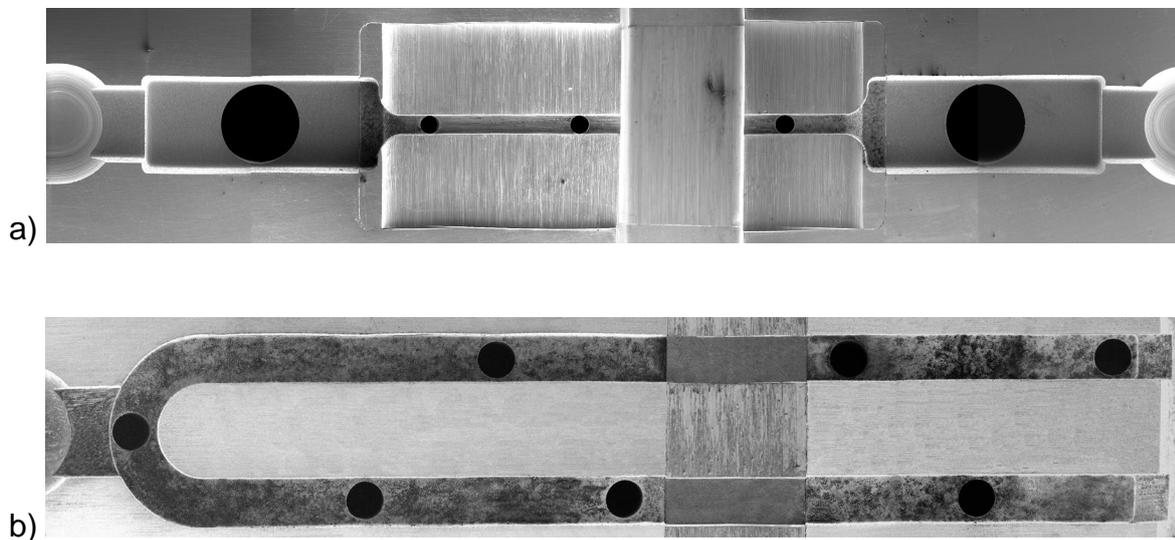


Bild 3.12: REM-Aufnahmen der Kavitäten a) Zugstab und b) Heiznadel

Für den Einsatz im Forschungsbetrieb ist es ausreichend, wenn je Zyklus ein Mikrobauteil spritzgegossen wird. Folglich wurde ein 1+1-fach Spritzgießwerkzeug konzipiert. Aufgrund der geplanten Bauteilgeometrien konnte ein aufwendiges Drehtellerkonzept [106] vermieden werden. Die Teilung der Kavität erfolgt bei dem vorliegenden Werkzeugkonzept mittels eines Schiebers. Die Core-Back-Technik hat den Vorteil eines einfachen Aufbaus und hoher Flexibilität bei geringem finanziellem und technologischem Aufwand. Der Schieber kann mit den Formeinsätzen gewechselt werden. Befindet sich der Schieber in der Position, in der die beiden Kavitäten verbunden sind, dürfen keine Wandsprünge in der Kavität auftreten. Bei der Formgebung würden Kerben in der Zugprobe erzeugt, die zu frühzeitigem Versagen führen könnten.

Außerdem waren spezielle Instrumentierungen für die Werkzeugtemperierung und die Evakuierung der Kavität auf engstem Raum mit einzuplanen. Je Zyklus sind Temperaturdifferenzen von bis zu 120 °C zwischen Einspritz- und Entformungstemperatur mittels elektrischer Heizpatronen zu überwinden. Pro Formeinsatz sind vier Heizpatronen à 250 W eingebaut. Die Heizblöcke sind in eine innere und eine äußere Heizzone unterteilt. Die Kontrolle der Temperaturen erfolgt je Formeinsatz mittels zweier Fe-CuNi-Thermofühler. Die Grundtemperatur in den Formeinsatzhalteplatten wird separat erfasst. Damit hohe Aufheizraten in den Formeinsätzen lokal realisiert werden können und nur geringe Temperaturgradienten über der Formeinsatzlänge auftreten, wurden die Formeinsätze vom Rest des Werkzeuges thermisch isoliert. Hierzu wurden umseitig Stufen in den Formeinsatz gefräst, so dass Isolationsspalte zwischen Formeinsatz und Formeinsatzhalteplatte vorliegen. Es verbleiben noch tragende Stege zur Aufnahme der Schließkräfte.

Zur gleichmäßigen Temperierung des kompletten Werkzeuges ist eine Öltemperierung vorgesehen. Die Installation der Bypasssteuerung zur Umgehung des Werkzeuges ermöglicht, dass das Temperiermedium nur während der Abkühlphase durch die Formeinsätze zirkuliert (vgl. Kap. 3.5). Eine homogene Werkzeugtemperierung vermindert den Aufbau von Eigenspannungen im Material über dessen Querschnitt. Die variotherme Prozessführung dient der vereinfachten Formfüllung und bietet weiterhin die Herstellung von verbundfesten Bauteilen, da nach dem Einspritzen bei nahezu Schmelztemperatur ein im Vergleich zum Spritzgießen in ein kaltes Werkzeug langsames und gleichmäßiges Abkühlen möglich ist.

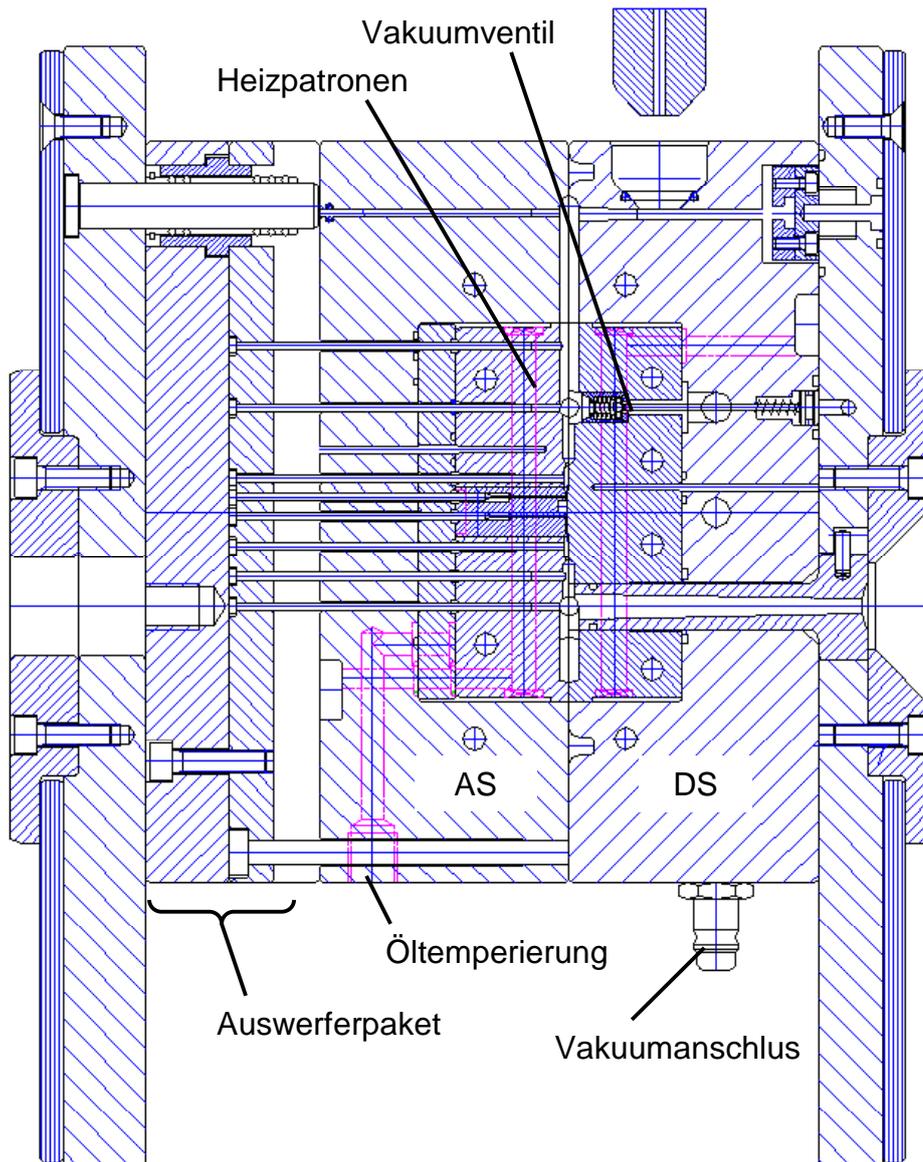


Bild 3.13: Aufsicht auf die zentrale, horizontale Schnittebene des 2K-PIM-Werkzeuges

Die Zweikomponenten-Spritzgießmaschine K50 S2F ist mit Plastifizieraggregaten mit einem Schneckendurchmesser von 18 Millimetern ausgerüstet. Es ist ein Mindestdosierweg der Schnecke zurückzulegen, um den Einspritzweg noch regeln zu können und um einen ausreichenden Massedurchsatz zu gewährleisten. Allgemein sollte der Dosierweg nicht kleiner als der einfache Schneckendurchmesser gewählt werden. Die mit kleinerem Dosierweg ansteigende Verweilzeit der Formmasse im Spritzzylinder ist oftmals Grund für eine voranschreitende thermische Schädigung der Formmasse. Das hieraus resultierende minimale Schussvolumen von 4580 mm³ übersteigt das Volumen der Mikrokavitäten bei weitem. Daher wurde der Anguss so ausgelegt, dass ein Großteil des Schussvolumens von ihm aufgenommen

wird. Aufgrund des hohen Schussvolumens und aus Kostengründen wurden Kaltkanalängüsse für beide Komponenten gewählt. Für die Düsen der Plastifizieraggregate und für den Angusskegel wurden relativ große Durchmesser gewählt. Dieses hat gleichzeitig den Vorteil der Aufnahme von Formmasse, eines geringen Druckabfalls über den Fließweg und einer langen Abkühlzeit, die zur Aufbringung des Nachdruckes genutzt werden kann. Im Bereich des Spritzgießens von Thermoplasten wird allgemein angenommen, dass die Abkühlzeit mit dem Quadrat der Wanddicke zunimmt [18]. Beim Pulverspritzgießen sind geringere Abkühlraten zu erwarten, da die thermische Leitfähigkeit aufgrund des hohen Füllstoffgehaltes der Formmassen gegenüber reinen Polymeren höher liegt. Während der Abkühlzeit bleibt eine plastische Seele im Angusssystem erhalten, über die der Nachdruck in die Mikrokavität aufgebracht werden kann und somit eine gute Abformung sichergestellt wird.

Da sich der Druckabfall in der einströmenden Formmasse annähernd proportional zum Quadrat des Fließweges verhält [53], sind für eine gute Abformung kurze Angusslängen vorteilhaft. Um dennoch das große Schussvolumen im Werkzeug aufnehmen zu können, wurden Materialtaschen seitlich der Angusskanäle eingefräst (Bild 3.14).

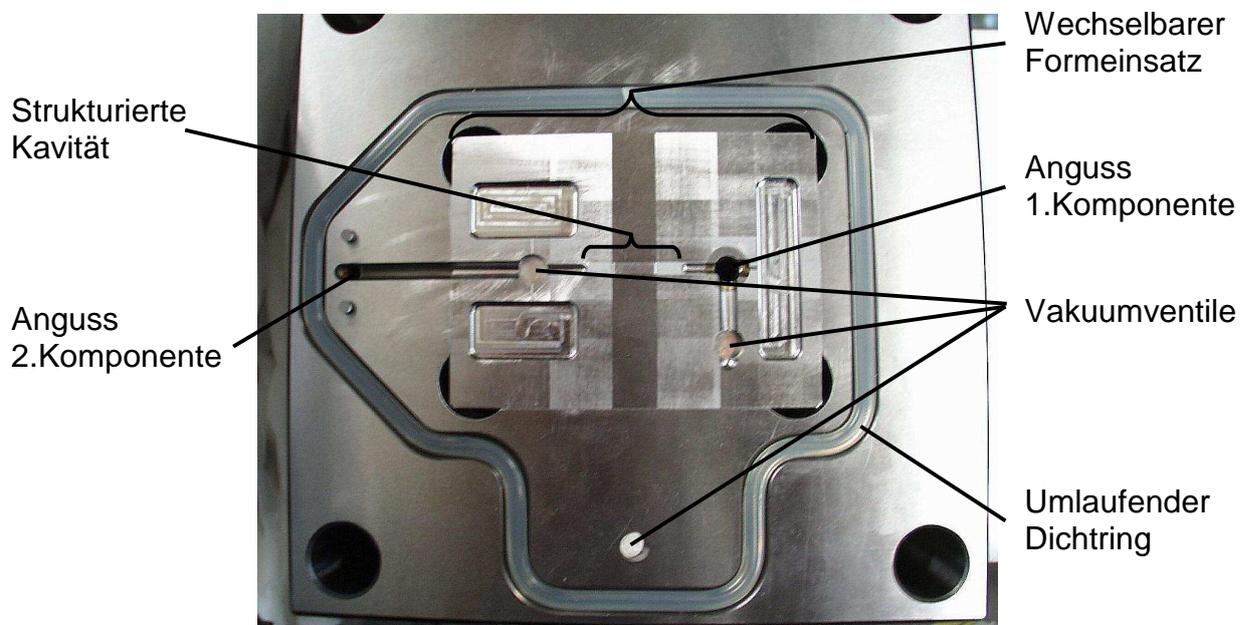


Bild 3.14: 2K-PIM-Werkzeug mit Formeinsatz Zugstab (Düsenseite)

Die Füllung der Mikrokavitäten sollte zeitlich vor dem Eindringen der Schmelze in die Materialtaschen erfolgen. So wird ein Schmelzestopp vor oder in der Mikrokavität vermieden, und es wirkt der maximal mögliche Druck bei der Formgebung. Für eine gezielte Auslegung wurde das Angussystem mit Hilfe einer Fließsimulation untersucht. Anhand der Simulation konnte unter Variation des Anschnittdurchmessers der Materialtaschen ein optimales Maß von 1 mm für die erste Kavität und 0,75 mm für die zweite Kavität festgelegt werden. Der Vergleich mit Füllstudien ergab eine gute Übereinstimmung mit der Realität (Bild 3.15).

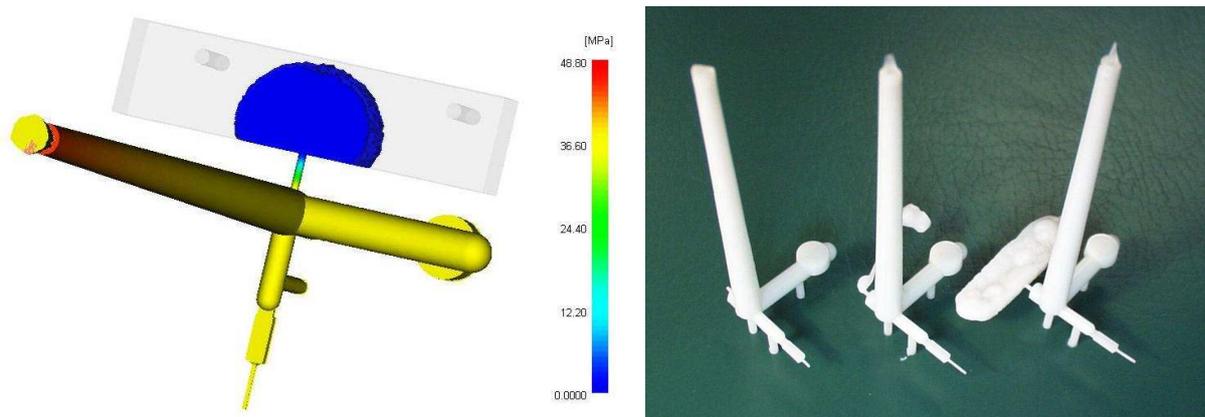


Bild 3.15: Fließsimulation (Druckverteilung, Material: ATN25) zur Auslegung des Angussystems und Vergleich mit Füllstudien (Material: POM)

Die 3D-Simulation ergibt, dass der benötigte Einspritzdruck bis zum Umschaltzeitpunkt, der bei einer Teilfüllung von 98 % der Kavität gewählt wurde, 488 bar beträgt. In Füllstudien mit ATN25 wurden 450 bar für eine zu 98 % gefüllte Form berechnet. Die Abweichungen des Einspritzdruckes zwischen Simulation und Spritzgießversuchen sind über den zeitlichen Verlauf der Füllstudie kleiner 10 % (vgl. Tab. 3.3).

Tabelle 3.3: Fülldruckbedarf bei 25 mm/s Einspritzgeschwindigkeit

Füllvolumen	Einspritzdruck Spritzgießversuche mit ATN25	Simulation mit ATN25	Simulation mit POM
74 %	406 bar	457 bar	356 bar
94 %	428 bar	469 bar	368 bar
98 %	450 bar	488 bar	380 bar

Bei gleichen Füllbedingungen und der Verwendung eines niedrigviskosen Polyoxymethylens des Typs Hostaform C52021 der Firma Ticona AG liegt der Druckbedarf gemäß Simulation im Vergleich zum ATN25-Feedstock um ca. 100 bar niedriger.

Das zweite Spritzaggregat steht bei der vorhandenen Spritzgießmaschine im 90° Winkel zur Maschinenachse auf gleicher horizontaler Ebene (sogenannte horizontale L-Stellung). Üblicherweise erfolgt die Einspritzung der zweiten Komponente entweder in die Trennebene oder auf der zum Maschinenbett festen Düsenseite. Für die Evakuierung der Kavität ist ein umlaufender O-Ring in der Trennebene vorgesehen. Folglich wurde die zweite Komponente über die Düsenseite des Werkzeuges eingespritzt, was eine nochmalige Umlenkung der Schmelze von der Parallelen zur Orthogonalen der Trennebene erforderlich macht. Um den Angusskegel entformen zu können, ist ein Auswerfer hinter diesem angebracht. Dieser Auswerfer wird von einem Tellerfederpaket mit der Öffnungsbewegung des Werkzeuges betätigt (Bild 3.16).

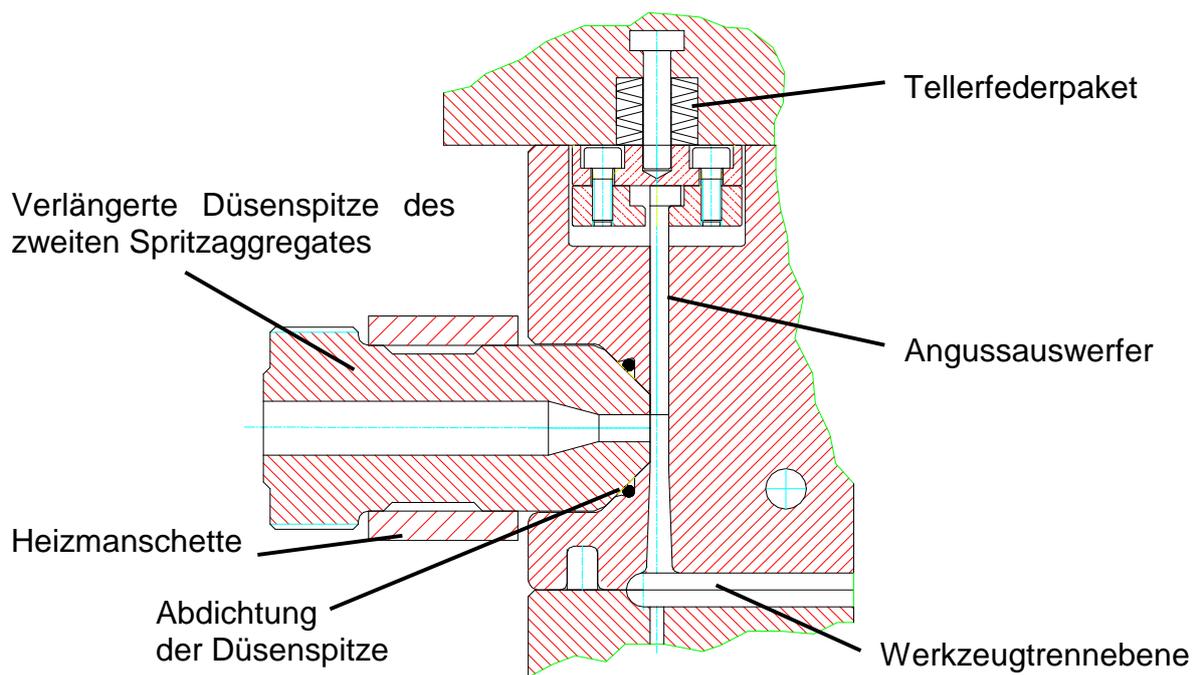


Bild 3.16: Schnittansicht des Entformungsmechanismus unterhalb des Angusskegels der zweiten Komponente

Das Tellerfederpaket wird über Rückdrückstifte, die um den Federweg über die Trennebene des Spritzgießwerkzeuges hervorstehen, beim Schließen des Werkzeuges gespannt. Die Rückstellkraft des Federpakets ist über die Anzahl der hinterlegten Tellerfedern definiert und

ist so einzustellen, dass beim Öffnen des Werkzeuges der Anguss der zweiten Komponente aus der düsenseitigen Werkzeughälfte entformt wird.

Des Weiteren taucht die Düsen Spitze bis zum Angusskegel in die Düsenseite des Werkzeuges ein. Hierfür ist eine verlängerte Düsen Spitze notwendig. Um ein Einfrieren der anliegenden Düse während der Evakuierung des Werkzeuges und dem Einspritzen der ersten Komponente zu vermeiden, ist eine Heizmanschette um die verlängerte Düsen Spitze des zweiten Spritzaggregates vorgesehen. Diese wird über die Maschinensteuerung während der variothermen Aufheizphase geschaltet.

Das Spritzgießen von pulvergefüllten Formmassen erfordert spezielle Maßnahmen, die bei der Werkzeugkonstruktion zu berücksichtigen sind. Um die Mikrobauteile unbeschadet zu entformen, sollten die Oberflächen in der Kavität und in den Angusskanälen in Fließrichtung poliert sein. Insbesondere in Bereichen wie zum Beispiel auf der Prüflänge des Zugstabes, in denen keine Entformungsschrägen zulässig sind, sind Hinterschnitte durch Grate und Oberflächenrauheiten zu vermeiden. Des Weiteren sind Schmelzeumlenkungen im Angussbereich stets mit Verrundungen zu versehen, damit der auf Biegebeanspruchung fragile Grünling nicht beim Entformen bricht.

Die optimale Querschnittsform des Angusses ist rund, da so ein Maximum an Volumenstrom zu Oberfläche und folglich eine minimale Abkühlrate über dem Fließweg erzielt wird. Somit bleibt die plastische Seele länger erhalten [53].

Es besteht die Gefahr der Freistrahlbildung. Hierunter ist zu verstehen, dass die Formmasse sich nicht mehr innerhalb einer stabilen Schmelzefront ausbreitet, sondern von der Kavitätswand ablöst. Durch derart gestörte Massenströme wird die Kavität ungleichmäßig gefüllt. Die in Falten gelegte Masse wird erst während der Kompaktierung und dann meist unzureichend verschweißt. Folge sind Fehlstellen und schlechte mechanische Kennwerte. Vermindert werden kann die Freistrahlbildung, indem die Formmasse mit der Kavitätswand kurz nach dem Durchqueren des Anschnittes in Kontakt gebracht wird. Die Anschnitte der Formteile sind ausreichend groß zu wählen, damit keine zu großen Geschwindigkeiten des Schmelzestromes provoziert werden [53]. Neben der Verhinderung der Freistrahlbildung wird hierdurch auch die Schädigung des Materials vermieden.

Ein Kavitätsauswerfer konnte aufgrund der Notwendigkeit eines hydraulischen Schiebers beim vorliegenden Werkzeugkonzept nicht realisiert werden. Der minimale Auswerferstiftdurchmesser beträgt 0,4 mm. Über die Prüflänge des Zugstabes wurden drei

Auswerferstifte gesetzt (vgl. Bild 3.12). Um eine deformationsfreie Entformung zu gewährleisten, sind Hinterschnitte in den Auswerferbohrungen eingearbeitet. Nach dem Öffnen des Spritzgießwerkzeuges befindet sich das Bauteil inklusive des Angusssystems definiert auf der Auswerferseite (Bild 3.17). Hierdurch kann eine gleichmäßige Entformung der Mikrobauteile samt Angusssystem über das vom hydraulischen Maschinenauswerfer betätigte Auswerferpaket erzielt werden.

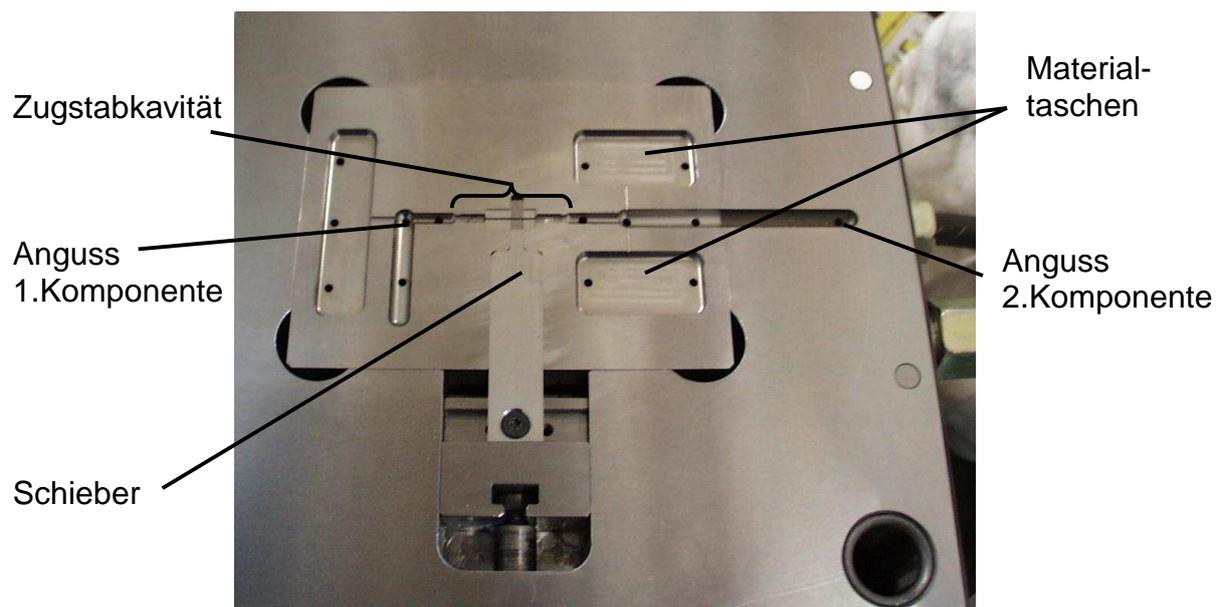


Bild 3.17: 2K-PIM-Werkzeug mit Formeinsatz Zugstab (Auswerferseite)

Beim Formeinsatz Zugstab kann durch das Auswechseln eines Stiftes im Bereich des zweiten Angusses der Anschnitt für die zweite Komponente verschlossen werden. Es besteht somit die Möglichkeit 1K-Zugstäbe herzustellen.

Die auswerferseitigen Werkzeughälften für die Formteile Heiznadel und Flachstab sind im Anhang 9.1 wiedergegeben.

3.5 Installation einer Bypassschaltung

Um eine möglichst effiziente Aufheizung der Kavität zu erzielen, sollte die Zirkulation des Kühlmittelstroms im Werkzeug während der variothermen Heizphase unterbrochen werden. Dieses lässt sich technisch mittels einer Bypassschaltung realisieren (Bild 3.18). Vorzunehmende Eingriffe in die Anlagentechnik sind der Kurzschluss des Vor- und Rücklaufes des Temperiermediums und die Installation zweier Magnetventile. Eines dient der

Freigabe des Kurzschlusses, das Zweite der gleichzeitigen Absperrung der Verbindung zum Spritzgießwerkzeug. Damit jederzeit auch ohne diese Schaltung gearbeitet werden kann, sind die Ventile so zu wählen, dass im stromlosen Zustand der Weg zum Spritzgießwerkzeug freigeschaltet und der Kurzschluss verschlossen ist. Somit ist für den Vorlauf zum Spritzgießwerkzeug jeweils ein stromlos geöffnetes Magnetventil zu wählen, während für den Bypass das Magnetventil stromlos geschlossen ist. Die Schaltung der Magnetventile erfolgt über die Spritzgießmaschinensteuerung mit dem Signal „Variotherm Heizen“, welches bei der Ferromatik K50 S2F über das Relais 1-X31 geschaltet wird.

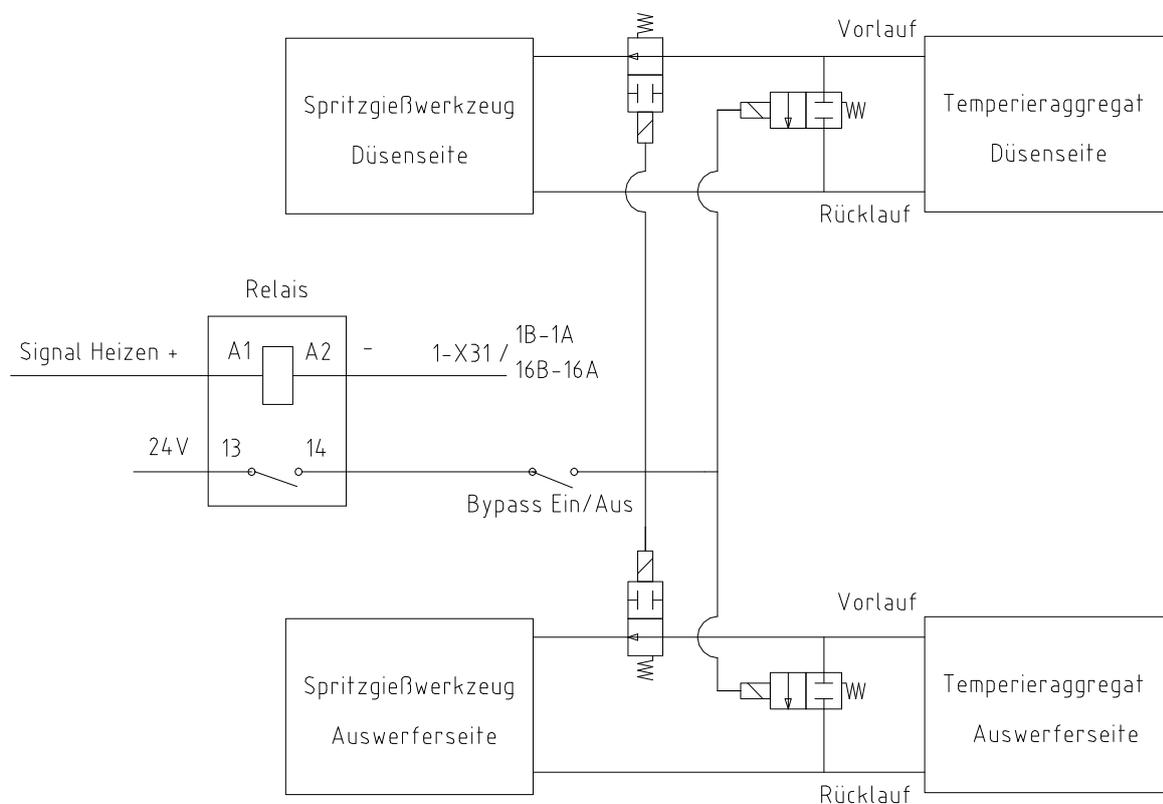


Bild 3.18: Bypassschaltung des Kühlmittelkreislaufs für die Werkzeugtemperierung

Zykluszeitverkürzung

Der Bypass des Kühlmittelkreislaufs ist während der Aufheizphase offen, damit keine Wärme aus dem Formeinsatz durch das Kühlmedium herausgezogen wird. Des Weiteren bleibt das Kühlmedium auf niedrigem Temperaturniveau. Für die Abkühlung steht zwischen Kühlmittelstrom und Formeinsatz eine größere Temperaturdifferenz zu Verfügung, somit wird die Kühlzeit verkürzt. Messungen haben gezeigt, dass bei einer variothermen

Werkzeugtemperierung mit Niveauunterschieden von 60 °C zwischen Einspritz- und Entformungstemperatur durch die Bypassschaltung eine Verkürzung der Heizphase um 15 Sekunden und der Kühlzeit um 20 Sekunden möglich ist. Als Summe ergibt sich eine Zykluszeitverkürzung von über 30 Sekunden. Die verbleibende Zykluszeit beträgt aber weiterhin ca. sechs Minuten und ist durch weitere Maßnahmen zukünftig zu reduzieren. Insbesondere eine Verkürzung der Kühlphase, die mehr als sechzig Prozent der Zykluszeit umfasst, erscheint sinnvoll. Ein Ansatz hierzu ist die Implementierung von Expansionsräumen für Gase durch poröse Sinterstähle bzw. hohle Formkerne in die Formnester. Durch die Verdampfung von flüssigen Gasen in den Poren eines Sinterstahls bzw. am Ende einer Kapillare wird der Umgebung Wärme entzogen. Da für den Phasenübergang gemäß dem Joule-Thomson-Effekt große Energiemengen benötigt werden, wird eine gute Kühlwirkung erzielt [109, 110]. In Spritzgieß-Werkzeugen ist auch der Einsatz von Wärmeleitstiften bzw. Wärmeleitrohren üblich [107, 108].

3.6 Prozessablauf

Bei der Verarbeitung von Feedstocks wird die Qualität des Endproduktes entscheidend durch das Spritzgießen, das Entbindern und das Sintern beeinflusst. Um eine hohe Ausbeute zu erreichen, sind eine gute Abformung und eine behutsame Entformung gefolgt von einem abgestimmten Entbinder- und Sinterprozess sicherzustellen.

Zweikomponenten-Mikro-Pulverspritzgießen (2K- μ -PIM)

Der Zyklusverlauf des 2K-Mikro-Pulverspritzgießens gliedert sich in 14 Schritte:

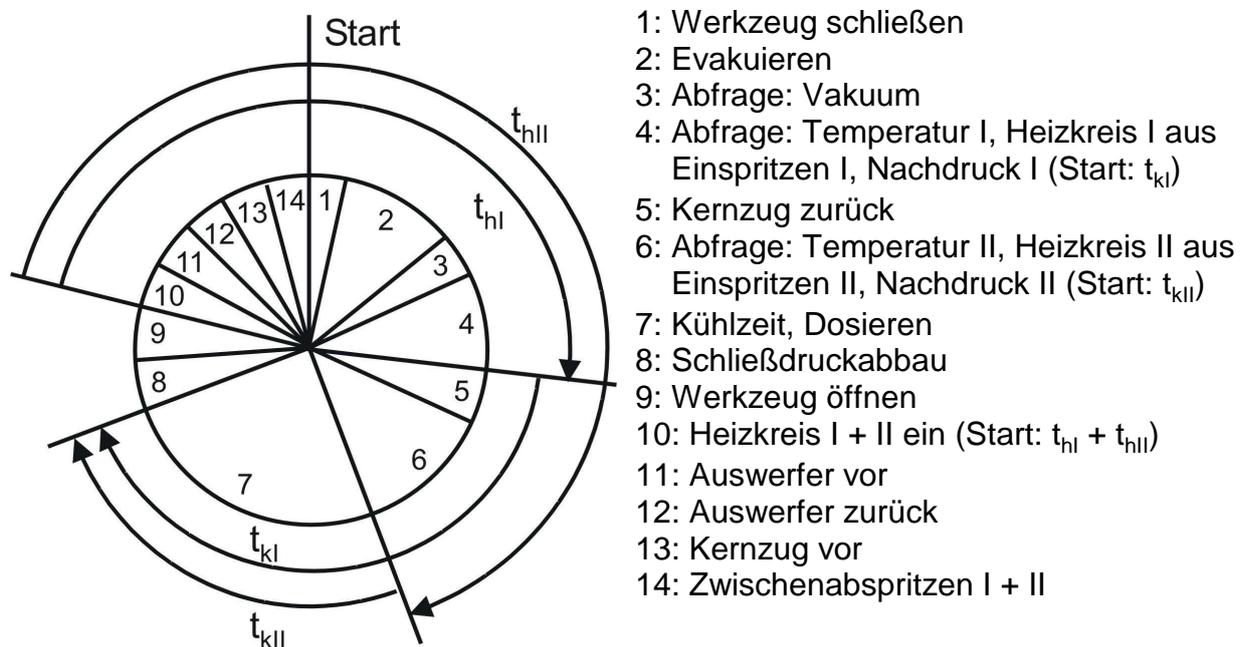


Bild 3.19: Prozessablauf beim 2K-Mikro-Pulverspritzgießen

Um eine gute Formfüllung ohne Bildung von Fehlstellen zu garantieren, wurden die für das Mikrospritzgießen üblichen Verfahrensschritte wie zum Beispiel die Evakuierung der Kavität und die variotherme Werkzeugtemperierung angewendet. Für jede Komponente wird eine separate Temperaturabfrage gestartet. Es können unterschiedliche Temperaturen je Einspritzvorgang angesteuert werden. Sind beide Abformungsschritte kritisch, so ist nach dem Zyklusstart die Kavität bis zu der für die erste Komponente gewählten Variothermtemperatur aufzuheizen. Für den Umsetzungsvorgang bzw. die Schieberbewegung wird das Werkzeug abgekühlt und bis zum zweiten Einspritzvorgang sollte das für die zweite Komponente erforderliche Temperaturniveau erreicht worden sein (vgl. Bild 3.20). Die zweite variotherme Werkzeugtemperatur sollte jedoch nicht zu nah an der Schmelztemperatur der ersten

Komponente gewählt werden, da beim Einspritzen der zweiten Komponente die Gefahr des Wiederaufschmelzens der ersten Komponente besteht.

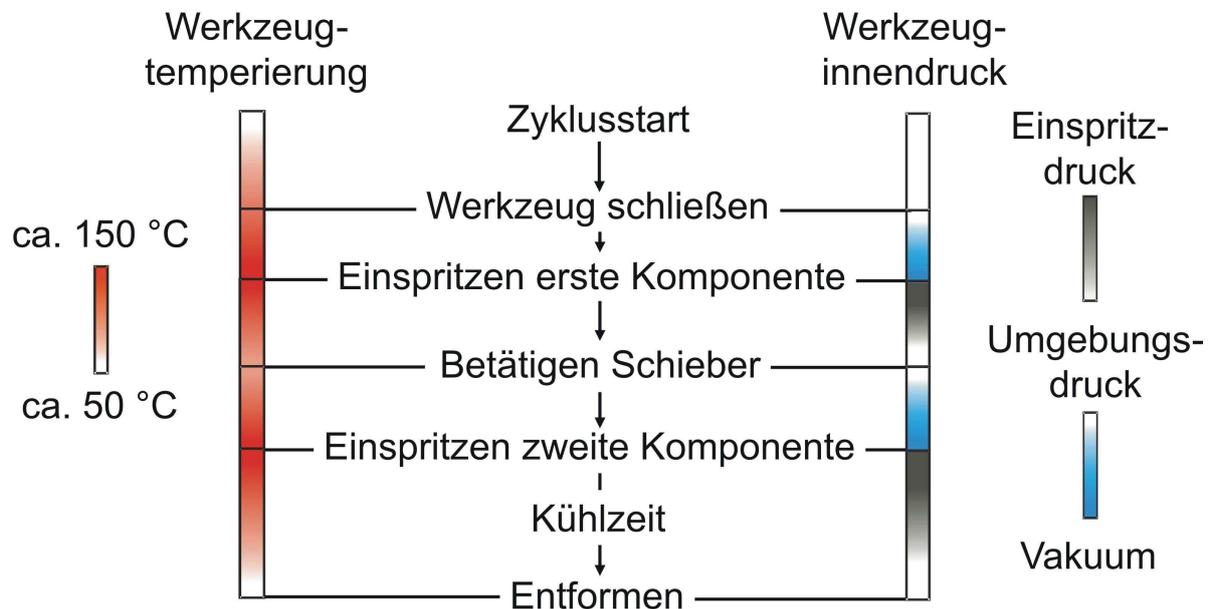


Bild 3.20: Werkzeugtemperatur und –innendruck im Verlauf des 2K-Spritzgießzyklus

Zur Evakuierung der Kavität sind drei pneumatisch betätigte Vakuumventile in das Werkzeug eingebracht. Die Absaugung erfolgt jeweils bis kurz vor dem Beginn des Einspritzvorgangs. Es kann wahlweise nur vor dem Einspritzen der ersten Komponente oder vor jedem Einspritzvorgang evakuiert werden. Hierzu sind die Vakuumventile einzeln ansteuerbar. Da aus bereits diskutierten Gründen keine Heißkanäle für das Werkzeug empfehlenswert sind, müssen die Spritzaggregate während der Evakuierphase anliegen, so dass durch den Anpressdruck die Angussbuchsen mit den Düsen der Plastifizieraggregate dicht verschlossen werden.

In Abhängigkeit von der Größe der Verbundfläche der beiden Feedstock-Komponenten kann entweder gleichzeitig oder sequentiell eingespritzt werden. Um eine Deformation der Verbundfläche zu verhindern, sollten großflächige oder konturscharfe Materialtrennungen sequentiell abgeformt werden. Bei diesem dem Verbundspritzgießen (vgl. Kap. 2.3) entsprechenden Prozess ist während dem Einspritzen der ersten Komponente eine Trennung der beiden Kavitäten vorzusehen. Dieses wurde im vorliegenden Werkzeugkonzept mittels eines Kernzuges realisiert, damit wahlweise beide Prozessvarianten geschaltet werden können. Sprungartige Materialübergänge sind durch Kavitätserweiterungen oder durch die

bereits erstarrte Quellströmung der zuerst eingespritzten Komponente zu erzielen (vgl. Bild 2.2).

Im Falle sequentiellen Einspritzens ist eine schnelle Abfolge der Einspritzvorgänge für eine gute Verbundfestigkeit entscheidend. Die Interdiffusion der beiden Komponenten wird insbesondere durch eine hohe Formmassentemperatur und eine lange Kontaktzeit positiv beeinflusst [20]. Folglich ist durch gleichzeitiges Einspritzen ein besserer Verbund der Materialien zu erwarten, da beide Komponenten oberhalb ihrer Schmelztemperatur gefügt werden.

Das gleichzeitige Einspritzen bietet die Möglichkeit, bei Formteilen mit kleiner Verbundfläche die Lage der Bindaht durch eine Variation der Einspritzgeschwindigkeiten der beiden Komponenten einzustellen (siehe Bild 3.21, Material: POM). Das auch als Biinjektion (vgl. Kap. 2.3) bezeichnete Verfahren hat den Vorteil, dass eine höhere Bindahtfestigkeit resultiert. Da die Formmassen im schmelzflüssigen Zustand aufeinandertreffen, sind die Materialabgrenzungen unscharf. Die Form der Bindaht ist abhängig vom Zeitpunkt des Aufeinandertreffens der beiden Schmelzefronten und des verbleibenden anstehenden Druckes. Sind Durchdringungen der beiden Komponenten unerwünscht, ist auf ein gleichzeitiges Aufeinandertreffen der Formmassen zu achten (vgl. Bild 2.2).

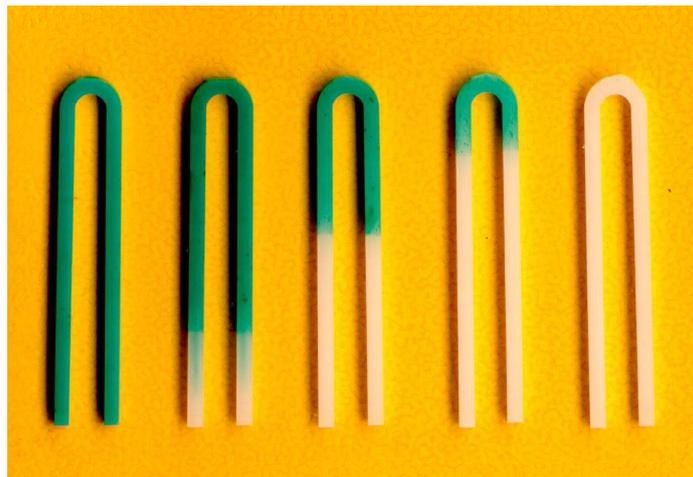


Bild 3.21: Einstellen der Lage der Bindaht beim gleichzeitigen Einspritzen durch Variation der Einspritzgeschwindigkeit, Material: POM

Beim Einsatz des Schiebers in Abhängigkeit von der Größe seiner Auflagefläche in der Trennebene ist ein Zwischenentlastungsschritt vor dem Verfahren des Schiebers (Prozesspunkt 5) einzufügen. Dieser dient der Vermeidung von Beschädigungen am Werkzeug, wenn während der Betätigung des Kernzuges die Schließkraft teilweise über den Schieber von der auswerferseitigen auf die düsenseitige Werkzeughälfte übertragen wird.

Aufgrund der hohen Viskosität der Feedstocks und der kleinen Strukturen, die befüllt werden sollen, muss der Einspritzdruck relativ hoch gewählt werden. Bei druckgeregeltem Einspritzvorgang resultieren hohe Einspritzgeschwindigkeiten, die förderlich für die Verbundfestigkeit sind, da durch Friktion eine Erwärmung der Schmelze durch innere Reibung hervorgerufen wird.

Außerdem weisen hochgefüllte Formmassen strukturviskoses Verhalten auf (vgl. Bild 3.6). Die Viskosität der Formmasse wird beim Einspritzen durch die eingebrachte Scherung vorübergehend erniedrigt. Der oben beschriebene Temperaturanstieg durch Friktionswärme führt zu weiterer Absenkung der Viskosität. Es ist anzunehmen, dass diese temporäre Viskositätsabsenkung auch für die Füllung von Mikrokavitäten förderlich ist.

In Bezug auf Entmischungen erweisen sich hohe Einspritzgeschwindigkeiten beim Spritzgießen von Feedstocks als kritisch. Insbesondere an starken Krümmungen im Angussbereich und in der Kavität tritt dieser Effekt auf. Ein weiterer Grund, warum Verrundungen und möglichst wenig Schmelzeumlenkungen schon bei der Auslegung des Werkzeuges vorgesehen werden sollten.

Nach dem Entformen ist ein behutsames Handling der Grünlinge zu gewährleisten. Da die Grünlingsfestigkeit im Vergleich zu ungefüllten oder gar faserverstärkten Thermoplasten gering ist und insbesondere Biegebeanspruchungen eine Gefahr darstellen, sind die Bauteile möglichst direkt nach dem Entformen aus dem Werkzeug zu fixieren. Eine direkte und geordnete Ablage in den Magazinen, in denen im Anschluss möglichst ohne Umlagerungen das Entbindern und Sintern vorgenommen werden kann, ist empfehlenswert.

Entbindern

Nach der Herstellung der Grünlinge erfolgt der Prozessschritt Entbindern. Der Binder, der die Formgebung ermöglicht und den Grünling zusammenhält, ist zu entfernen, damit im Anschluss die Pulverkörner frei von Fremdstoffen sintern können. Für das neue Feedstocksystem wurden eine kombinierte Solvent- und thermische Entbinderung sowie ein

Sinterverfahren angewendet, die eine hohe Dichte ermöglichen [91]. Zunächst werden die Bauteile 22 Stunden in einem Wasserbad bei 45 °C solvententbindert und anschließend in einem Trockenschrank zunächst eine Stunde bei 45 °C und danach vier Stunden bei 80 °C getrocknet.

Zur thermischen Entbinderung wurden die Bauteile flach auf einer Bornitrid-Platte in einen Carbolite CWF 1300 Ofen gelegt. Die Entbinderung erfolgt an Umgebungsluft mit den folgenden Parametern:

RT – (0,5 K/min) → 145 °C (4 h Haltezeit) – (0,25 K/min) → 160 °C (4 h) – (0,25 K/min) → 300 °C (2 h) – (5 K/min) → RT

Durch besonders schonendes Entbindern wird der Rissbildung und dem Verzug vorgebeugt. Nach dem Entbindern liegt ein mechanisch sehr instabiler Braunling vor, da der Verbund nur noch von Adhäsion und geringen Anteilen an Restbinder gehalten wird.

Sintern

Durch den Sinterprozess wird der Braunling in einen kompakten, mechanisch festen Körper umgewandelt. Die freie Partikeloberfläche sowie das Porenvolumen werden abgebaut und damit neue Korngrenzflächen gebildet. Treibende Kraft ist die Verringerung der Oberflächen- und Korngrenzenthalpie. Dadurch kommt es zu einer Erniedrigung der freien Enthalpie des Sinterguts. Das Sintern umfasst je nach Schmelzphasenanteil im Werkstoff die grundlegenden Prozesse des Festphasen- und des Flüssigphasensintern. Festphasensintern geschieht unterhalb des Schmelzpunktes der am niedrigsten schmelzenden Komponente. Flüssigphasensintern läuft oberhalb der tiefsten Schmelztemperatur einer Pulverkomponente und durch viskoses Fließen des Schmelzeanteils ab. Im Allgemeinen und auch für die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Versuche wird für die Herstellung von hochreinen Keramiken wie z.B. Al₂O₃ das Festphasensintern angewendet [111].

Die Bauteile wurden in einem Inertgasofen des Typs Astro der Firma Thermal Technology GmbH mit einer Graphitheizung unter Stickstoffatmosphäre folgendem Sinterprogramm unterzogen:

RT – (1 K/min) → 600 °C (5 h) – (10 K/min) → 1750 °C (2 h) – (10 K/min) → RT

Das Sintern wurde auf der gleichen Bornitrid-Platte durchgeführt, ohne die Braunlinge umzusetzen. Das Sintern in einem Pulverbett war bei allen Probekörpern nicht erforderlich. Eine freie Beweglichkeit auf der Grundplatte hat sich als am vorteilhaftesten insbesondere für das ungestörte Schrumpfen der Zugproben herausgestellt.

3.7 Ergebnisse und Analyse

Anhand von 2K-Zugstäben und –Heiznadeln konnte gezeigt werden, dass die Herstellung eines Verbunds von keramischen Formmassen zu einem Mikrobauteil durch das 2K-Pulverspritzgießen möglich ist. Es wurde eine Reihe von keramischen Probekörpern und Demonstratoren hergestellt. So wurden zunächst 2K-Heiznadeln (Bild 3.22 links) und 2K-Zugstäbe (Bild 3.22 rechts, Punkt 1) aus reinem Aluminiumoxid (AO-F) mit dem auf POM-Basis beruhenden Binder Catamold® der Firma BASF AG abgeformt. Vorteilhaft bei einem Feedstock mit reinem Al_2O_3 -Pulver ist, dass durch die Einfärbung mit einem grünen Masterbatch die Bindenaht gut zu erkennen ist. Dieses vereinfacht die Justage der Bindenaht.

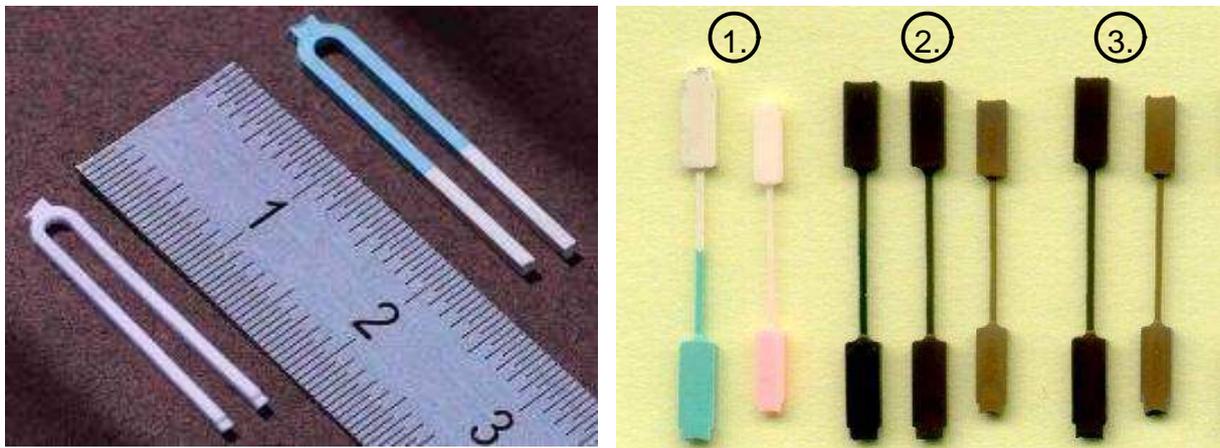


Bild 3.22: Links: Gesinterte Heiznadel und Grünling aus reinem Aluminiumoxid, rechts: Grünlinge und gesinterte Zugstäbe aus Al_2O_3 und Al_2O_3 -TiN-Mischkeramik (ATN), Material: 1.) 2K-AO-F, 2.) 2K-ATN35+ATN40, 3.) 1K-ATN35

Bei 2K-Bauteilen aus ATN-Feedstock fällt die Unterscheidung der beiden Komponenten wegen ihrer gleich dunklen Farbe wesentlich schwerer. Im nicht eingefärbten Zustand sind weder am Grünling noch am gesinterten Bauteil optisch Unterschiede auszumachen. Behelfsweise kann wiederum mit einem Masterbatch mit einem hohen Rußanteil der Übergang zwischen den Materialien sichtbar gemacht werden. Jedoch ist ein ca. 3 %iger Anteil an Masterbatch erforderlich, bevor ein ausreichender Kontrast entsteht. Die Zugabe des Masterbatch bringt eine nicht unerhebliche Veränderung der ATN-Feedstocks mit sich. Folglich kann die Zugabe des Färbemittels nur Demonstrationszwecken dienen.

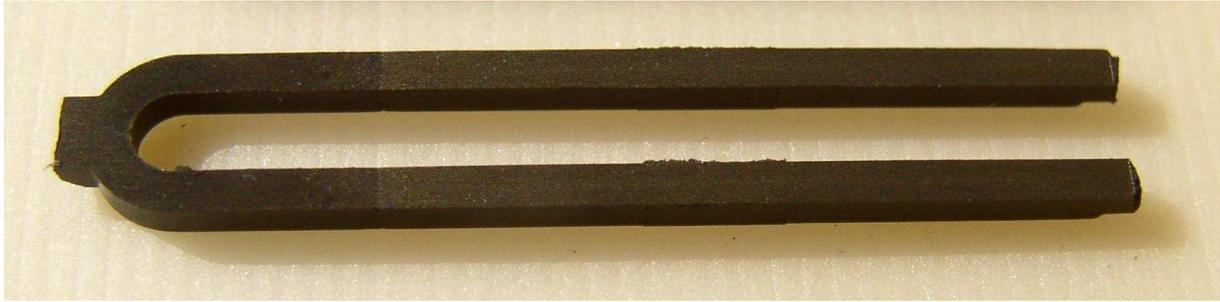


Bild 3.23: Spritzgegossene 2K-Heiznadel aus ATN35 rußgefüllt (links) und ATN40 (rechts)

Nach dem Spritzgießen ist trotz der variothermen Werkzeugtemperierung und der damit verbundenen langen Abkühlphase, die einem Abbau von Eigenspannungen im Bauteil dienlich ist, insbesondere bei den Heiznadeln ein nicht unerheblicher Bauteilverzug aufgetreten. Die beiden Schenkel der Heiznadel neigen sich zur Bauteilmitte. Als Ursache kommen Eigenspannungen im Bauteil hervorgerufen durch die Schmelzeumlenkung in den beiden Heiznadelschenkeln in Frage. Eine höhere Werkzeugtemperatur in der Bauteilmitte kann als Fehlerursache aufgrund der Lage der Heizelemente nahezu ausgeschlossen werden. Durch den anschließenden Entbinderungs- und Sinterprozess treten diese Auswirkungen noch deutlicher auf, da auch zunächst eingefrorene Eigenspannungen abgebaut werden.

3.7.1 Untersuchung des Schrumpfverhaltens

Ein Kriterium für die Qualität von keramischen 2K-Mikrobauteilen ist ihre Festigkeit in der Fügezone. Untersuchungen der Heiznadeln haben gezeigt, dass in Mikrodimensionen eine geringe Neigung zur Rissbildung in der Verbundzone auftritt. Die Bindenaht (vertikal) ist kaum sichtbar im Vergleich zu den feinsten Riefen in der Bauteiloberfläche, die vom Spritzgießwerkzeug kopiert wurden (Bild 3.24, links). Der gute Verbund kann auf die abgestimmte Mischungszusammensetzung und auf die kleine Verbundfläche zurückgeführt werden, da über die Bauteilbreite nur geringe Spannungen aufgebaut werden, und somit kein lokales Versagen auftritt. Höhere Werkzeugtemperaturen und höhere Einspritzdrücke bewirken eine verbesserte Abformung, wodurch die Bindenaht nicht mehr auszumachen ist (Bild 3.24, rechts).

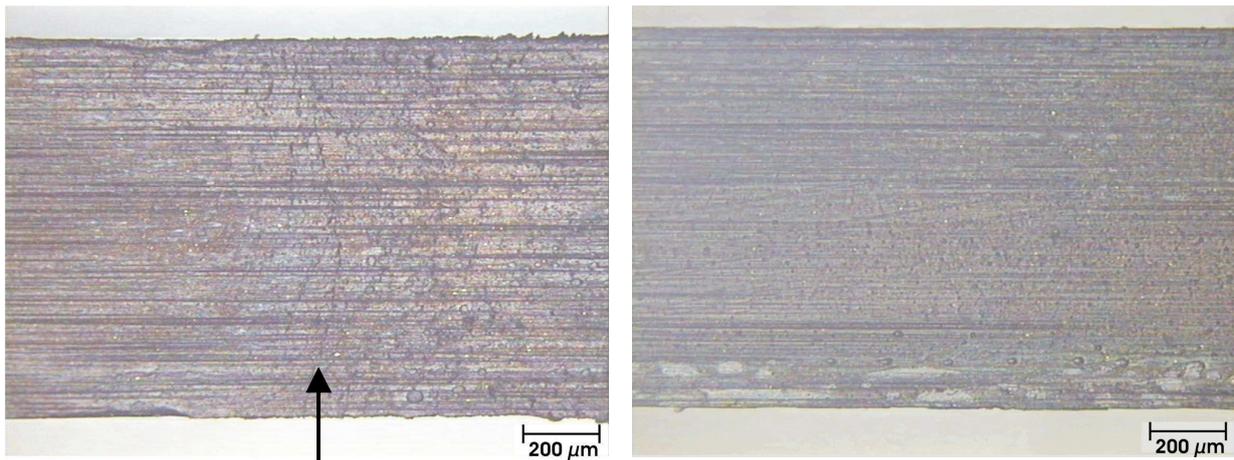


Bild 3.24: Detailaufnahme der Bindenaht einer spritzgegossenen 2K-Heiznadel bei unterschiedlichen Werkzeugtemperaturen (Material: $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiN}$ -Mischungen unterschiedlicher Zusammensetzung)

Durch die Einstellung der Mischungsverhältnisse der Materialpaarungen wurde der Sinterschrumpf aufeinander abgestimmt, so dass nach dem Entbindern und dem Sintern verzugsfreie 2K-Mikrobauteile mit geschlossener Verbundfläche vorliegen. Es hat sich gezeigt, dass je kleiner die Verbundfläche ist, prozessbedingte Eigenspannungen im Bauteil und Differenzen im Sinterschrumpf eine zunehmend untergeordnete Rolle spielen.

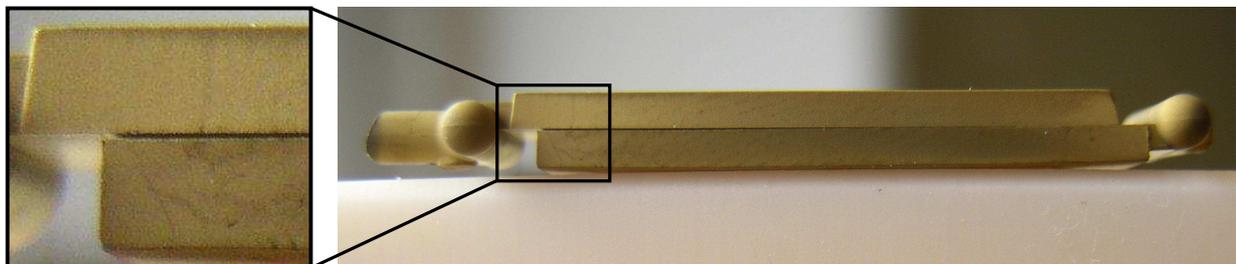


Bild 3.25: Versuchskörper Flachstab; links: Vergrößerung des Risses, rechts: Gesamtes Bauteil

Anhand der gesinterten Proben Flachstab konnte nachgewiesen werden, dass geringfügige Unterschiede im Schrumpfverhalten zu Rissbildung führen. Die in Bild 3.25 abgebildete Probe ist, wie im lichtmikroskopischen Schliffbild 3.26 deutlich wird, stellenweise rissfrei gesintert. In Bereichen links davon kam es zur Entstehung eines Risses innerhalb der Komponente ATN35 mit 14 Gewichtsprozent Binderanteil. Dieser ist auf den größeren Sinterschrumpf der Komponente mit dem höheren Binderanteil zurückzuführen. Erst nach einigen Millimetern tendiert der Riss in Richtung Bindenaht und breitet sich entlang dieser bis

zum Bauteilende aus. Hieraus lässt sich schließen, dass, um ein rissfreies Bauteil zu erhalten, der Sinterschrumpf mit zunehmenden Abmessungen der Verbundfläche exakt aufeinander abzustimmen ist.

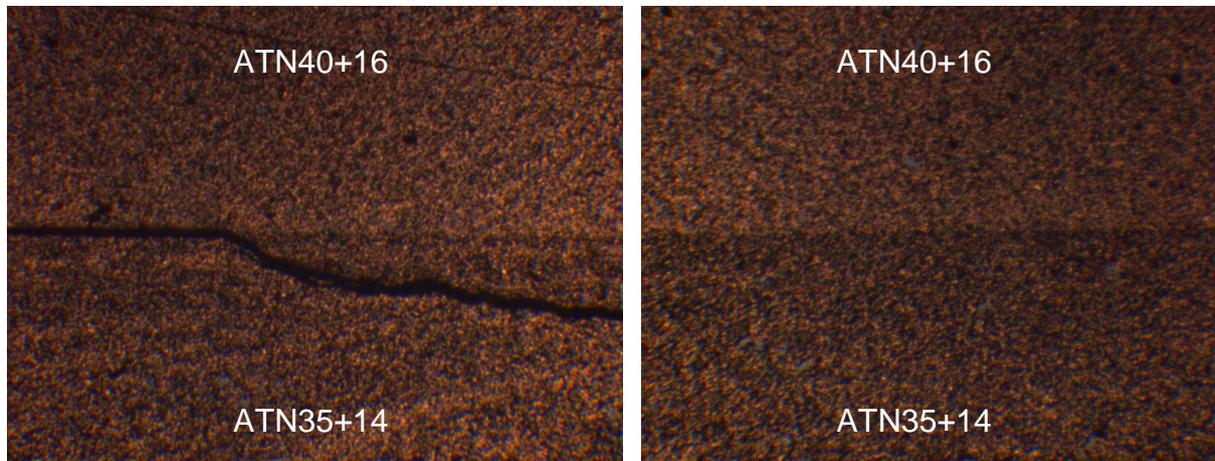


Bild 3.26: Schliffbilder des Versuchskörpers Flachstab aus Bild 3.25 ohne und mit Rissausbildung

3.7.2 Gefügeuntersuchungen

Ein EDX-Linienscan quer zur Bindaht ergibt keine Aufschlüsse über eine Veränderung der Materialzusammensetzung. Der bei der Detektion auf die Probe gerichtete Elektronenstrahl ist stark fokussiert und führt aufgrund der lokalen Inhomogenitäten in der Probe zu starken Schwankungen bei der Ergebnisauswertung.

Mittels der EDX-Technik vorgenommene Flächenanalysen, sogenannte „mappings“, führen zu besseren Ergebnissen. Wie in Bild 3.27 zu erkennen, kann klar zwischen den beiden Komponenten ATN27 links und ATN40 rechts der Bindaht unterschieden werden. Auch die Inhomogenitäten werden deutlich wiedergegeben. Eine klare Kontaktzone kann nicht definiert werden, da beide Mischkeramiken die gleichen Bestandteile enthalten.

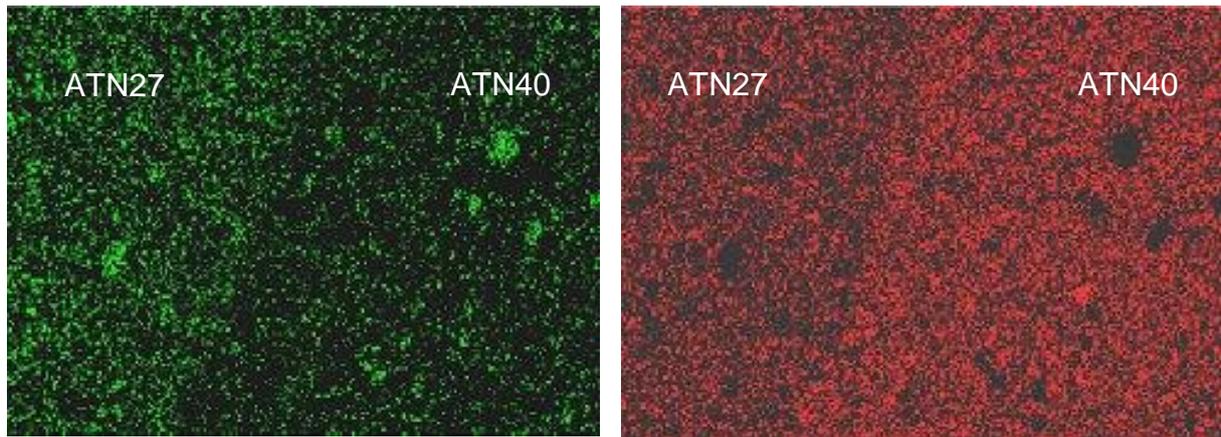


Bild 3.27: EDX-Flächenanalysen der Schlißproben mit Kennzeichnung der Bindenaht (links: Detektion nach Al, rechts: nach Ti), Material: gesintertes 2K-ATN

Durch die lichtmikroskopische Untersuchung der 2K-Bauteile konnten keine Unterschiede zwischen dem gesinterten Gefüge einer Komponente und dem Gefüge an der Bindenaht ausgemacht werden. Über der Prüflänge ist die Gefügestruktur defektfrei (Bild 3.28). Allerdings treten Defekte in Bereichen mit niedrigem Oberflächen-Volumen-Verhältnis auf. Vermutlich sind die Fehlstellen auf eine unzureichende Entbinderung zurückzuführen, so dass Risse durch Quellen oder Entweichen von organischen Restbestandteilen beim Sintern erzeugt werden.

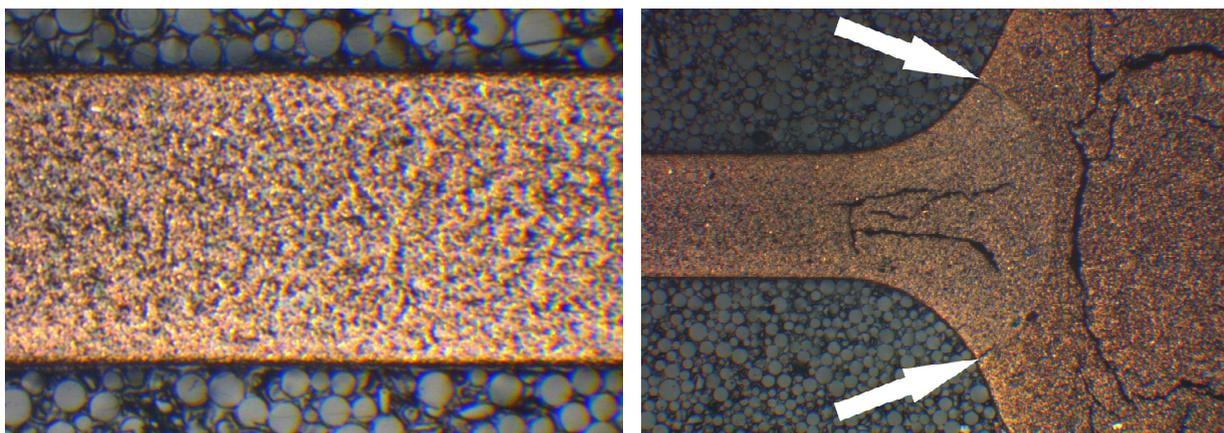


Bild 3.28: Schlißbilder von Bauteilen aus ATN-Mischkeramik, links: Gefügaufnahme einer Prüflänge eines Zugstabes, rechts: Bindenaht zwischen den beiden ATN-Komponenten

3.7.3 Sinterschrumpf der ATN-Feedstocks

Der an unterschiedlichen Stellen der Proben gemessene Sinterschrumpf beträgt zwischen 8 und 14 % (Bild 3.29). Eine Abhängigkeit des Schrumpfes von der Orientierung bzw. den Bauteilabmessungen konnte nicht eindeutig festgestellt werden. Die großen Streuungen im Sinterschrumpf sind auf die nach dem Entbindern und Sintern verbliebenen Defekte im Gefüge (vgl. Kap. 3.7.2) zurückzuführen. Ein Vergleich des Schrumpfverhaltens der unterschiedlichen Komponenten wurde aufgrund der Defekte ausgeschlossen. Die hohen Schrumpfwerte für die Prüflänge bestätigen das gute Sinterverhalten zu kompaktem Gefüge.

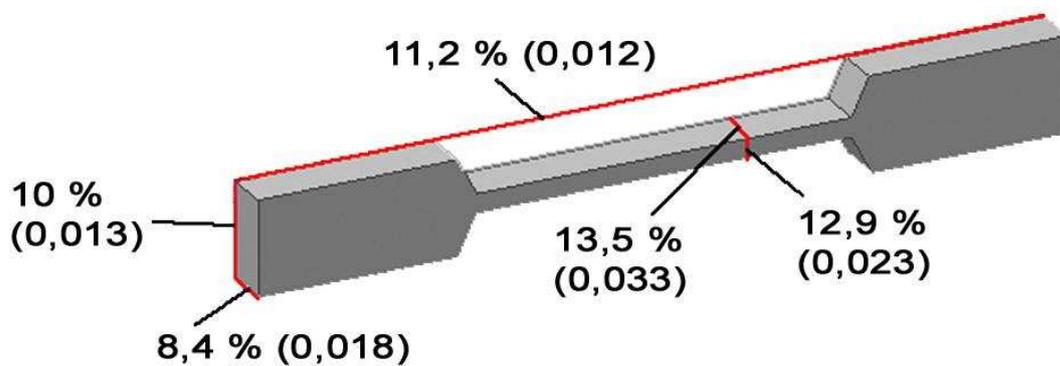


Bild 3.29: Sinterschrumpf der ATN27-Mischkeramik an verschiedenen Stellen der Zugstäbe (Standardabweichung)

Reine Aluminiumoxid-Feedstocks weisen in der Regel einen Sinterschrumpf von ca. 16,6 % auf (Catamold® AO-F der Fa. BASF AG bei 41,7 Vol.-% Binderanteil) [112]. Der theoretische maximale Sinterschrumpf ergibt sich aus dem Bindervolumenanteil. Für ATN27 verbleibt bei einem Pulvergehalt von 58,41 Vol.-% ein Binderanteil von 41,59 Vol.-%. Unter der Annahme, dass keine Porosität zurückbleibt, entspricht der volumetrische Schrumpf dem Binderanteil. Bei isotropem Sinterschrumpf kann von einem gleichmäßigen linearen Schrumpf in allen Raumrichtungen ausgegangen werden. Die Ausgangsmaße des Bauteils verringern sich in jeder Koordinatenrichtung unter Annahme eines idealen Sinterschrumpfes auf die Kubikwurzel des volumetrischen Pulveranteils. Folglich ergibt sich ein theoretischer Sinterschrumpf von 16,4 %.

Der gemessene niedrigere Sinterschrumpf resultiert entweder aus einer verbliebenen Porosität, Rissen im Gefüge oder einer Verhinderung des Schrumpfes des Aluminiumoxidanteils durch die TiN-Partikel. Da das Sintern weit unterhalb der Sintertemperatur von Titanitrid

durchgeführt wird, verbleiben die TiN-Partikel in ihrer Ausgangsform und sintern nicht. Daher wird der Schrumpf des Aluminiumoxids teilweise verhindert und der Gesamtschrumpf liegt unter dem theoretischen Wert.

3.7.4 Materialprüfung

Zur Prüfung der Bindahtfestigkeit wurden Zugversuche an 2K-Zugstäben und zur Messung der Bauteilfestigkeit 4-Punkt-Biegeversuche gemäß DIN 51110-3 an Biegebalken vorgenommen [113]. Für die Versuche stand eine Zweispindelprüfmaschine des Typs 4505 der Firma Instron zur Verfügung. Es wurden 2K-Probekörper aus ATN27 und ATN40 sowie 1K-Proben aus ATN40 untersucht.

Zugversuche

Die äußerst fragilen Zugstäbe zeigen das für Keramiken typische spröde Materialverhalten. Wie in Bild 3.30 links zu sehen, ist die Bruchfläche eben und scharfkantig und es hat keinerlei Einschnürung der Probe stattgefunden. Die Bruchstelle liegt bei allen Versuchen abseits der Bindaht. Es kann folglich von einer guten Verbindung der beiden Komponenten nach dem Sintern ausgegangen werden. Die gemessenen Zugfestigkeiten betragen bis zu 153 N/mm^2 . Der progressive Verlauf der Kurve im Kraft-Wegdiagramm kann auf Setzvorgänge der Probe in der Einspannvorrichtung zurückgeführt werden (Bild 3.30 rechts).

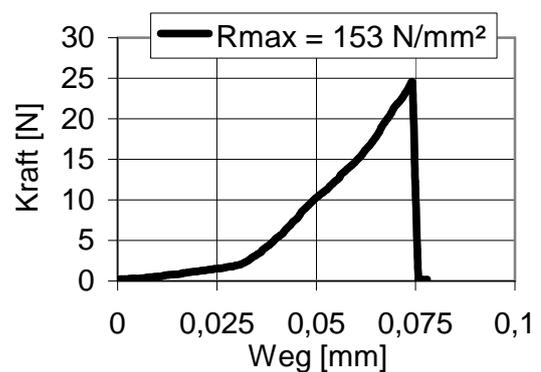
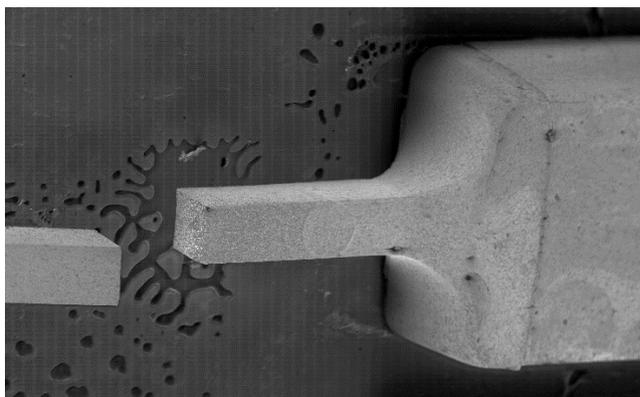


Bild 3.30: links: REM-Aufnahme eines Sprödbruches eines 2K-CIM-Zugstabes, rechts: Kraft-Wegdiagramm der 2K-Zugprobe

Im Mittel weisen die 2K-Zugproben jedoch Festigkeiten von $58,8 \text{ N/mm}^2$ mit einer Standardabweichung von $49,9 \text{ N/mm}^2$ auf. Die hohe Streuung resultiert aus Kerbwirkungen, die von Unebenheiten auf der Prüflänge hervorgerufen werden, und kann bei dieser für Keramiken untypischen Prüfmethode nicht ausgeschlossen werden. Die hohe Standardabweichung unterstreicht, dass Zugversuche für die Prüfung von Keramiken ungeeignet sind. Für einkomponentige Proben konnten Festigkeiten von $29,2 \text{ N/mm}^2$ mit einer Standardabweichung von 9 N/mm^2 ermittelt werden. Eine Erklärung für die geringere Festigkeit gegenüber den 2K-Zugstäben mag der lediglich einseitig wirkende Einspritzdruck bei der Abformung sein.

Biegeversuche

Die zur Prüfung verwendeten Biegebalken entstammen Schenkeln der 2K-Heiznadeln. Die 4-Punkt-Biegung wurde im Vergleich zur Beanspruchung unter drei Auflagern der Vorzug gegeben, da bei der Belastung in vier Punkten das Biegemoment zwischen den beiden inneren Auflagern konstant ist. Bei der Prüfung muss die Bindenaht in dem Bereich zwischen den beiden inneren Rollen zu liegen kommen, um den gleichen Lastfall zu erhalten. Die gemessenen Biegefestigkeiten zeigen eine große Abhängigkeit von den Parametern beim Spritzgießen.

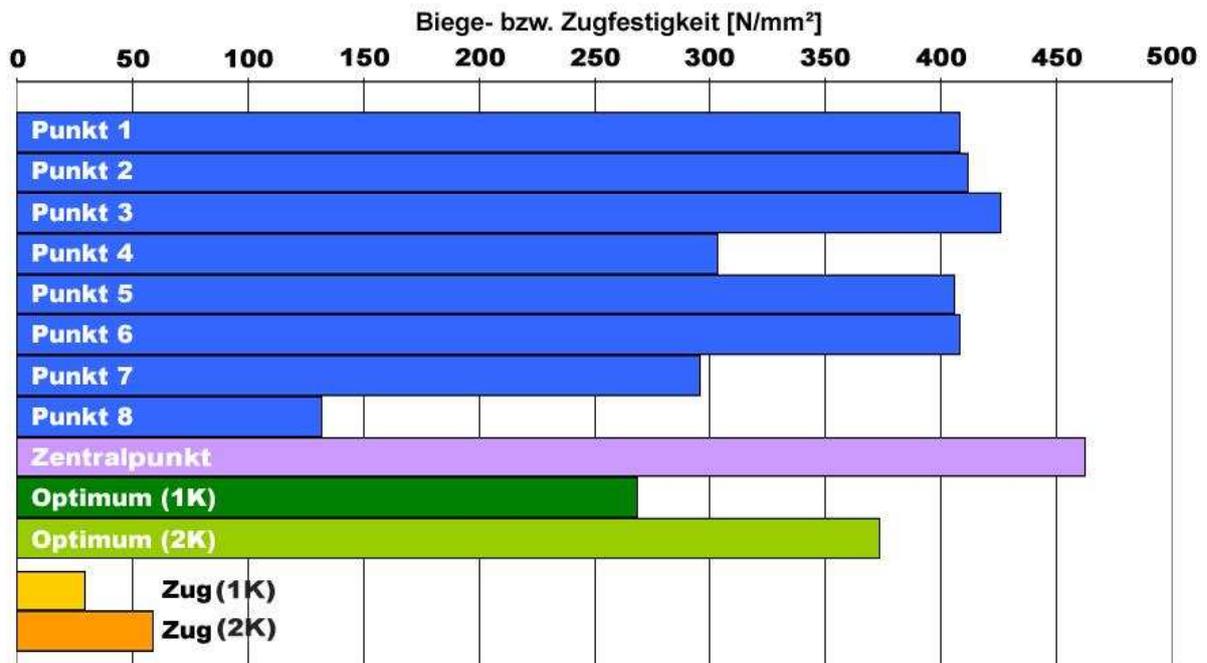


Bild 3.31: Biege- und Zugfestigkeiten von ATN-Probekörpern

Die Zuordnung der Versuchspunkte zu den Prozessparametern ist Anhang 9.3 zu entnehmen. Die unter dem Begriff „Optimum“ wiedergegebenen Messwerte, stellen die mit Hilfe der statistischen Optimierung ermittelten Versuchspunkte dar. Hierbei steht „1K“ für an einkomponentigen Proben ermittelte Werte und „2K“ entsprechend für Ergebnisse von 2K-Proben. Die Mittelwerte der oben beschriebenen Zugprüfung sind zum Vergleich ebenfalls aufgeführt.

Die gemessenen Biegebruchfestigkeiten sind vergleichbar mit Werten aus der Literatur, so wird z.B. für die Al_2O_3 -Elektrokeramik Frialit® F99,7 der Firma Friatec AG 350 N/mm^2 angegeben [114]. Für TiN-pulververstärktes Aluminiumoxid sind Festigkeiten bis zu 780 N/mm^2 bekannt [115].

Sinterverzug

Als kritisch hat sich die verarbeitungsbedingte Durchbiegung der Heiznadeln erwiesen. Nach dem Spritzgießen und vor allem nach dem Sintern neigen sich die Schenkel der Heiznadel Richtung Bauteilmitte. Ursache hierfür könnten thermische Inhomogenitäten im Bauteil während des Abkühlvorganges sein. Eine ungleichmäßige Temperaturverteilung über dem Formeinsatzquerschnitt kann trotz variothermer Werkzeugtemperierung nicht ausgeschlossen werden. Dennoch ist von einer Abnahme der durch den Einspritzvorgang hervorgerufenen Eigenspannungen über der Kühlzeit auszugehen. Als weitere Ursache kommen Entmischungen, die ihren Ursprung in der Teilung und der Umlenkung des Schmelzestromes beim Eintritt der ersten Komponente in die Kavität haben, in Frage. Die Auswirkung der Durchbiegung der Proben auf ihre Biegeprüfung kann als minimal angesehen werden, da die Biegemomente nur geringfügig mit steigender Durchbiegung zunehmen. Gemessen wurden die maximalen Durchbiegungen in X- und Y-Richtung quer zur Probekörperlängsachse. In die Auswertung wurden als Werte für den Sinterverzug die Wurzeln der Quadratesummen der Durchbiegungen in beiden Raumrichtungen einbezogen. In Bild 3.32 sind die Mittelwerte der Durchbiegungen in den unterschiedlichen Versuchspunkten des Versuchsplans sowie der optimale Versuchspunkt der statistischen Versuchsauswertung dargestellt.

Die Zugstäbe weisen nur einen geringen Sinterverzug auf. Ihre symmetrische Form verhindert die Entstehung von ungleichmäßigen Eigenspannungen beim Spritzgießen.

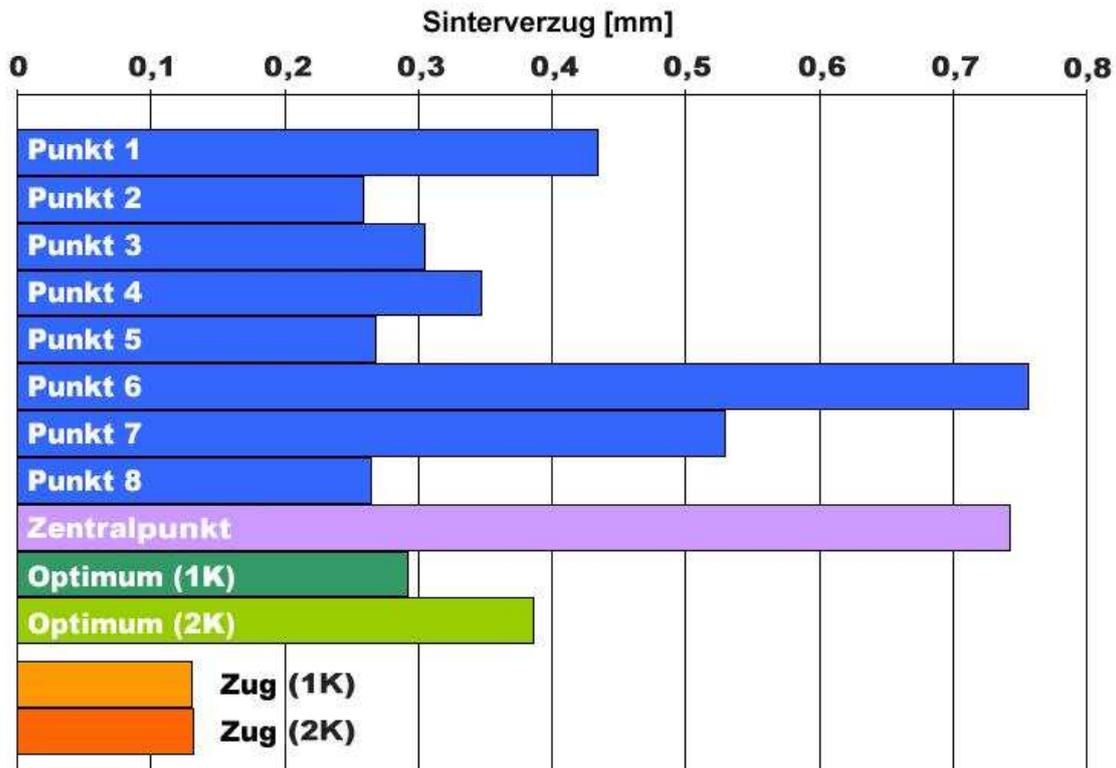


Bild 3.32: Sinterverzug von ATN-Biege- und Zugproben

Optimierung der Bauteileigenschaften

Es wurden Prozessoptimierungen anhand eines statistischen Versuchsplanes vorgenommen. Die Optimierung wurde mit dem Ziel einer maximalen Verbundfestigkeit und eines minimalen Sinterverzuges durchgeführt. Die Zielgröße Festigkeit wurde zweifach, die des Sinterverzuges einfach gewichtet. Diese Entscheidung beruht auf einer subjektiven Einstufung der Relevanz der Bauteileigenschaften für zukünftige Anwendungen. Als Einflussgrößen wurden die Massetemperatur, die Werkzeugtemperatur, die Einspritzgeschwindigkeit und der Nachdruck variiert, da diese die Abformung und Bauteileigenschaften maßgeblich beeinflussen (vgl. Kap. 2.3). Die Parameterwerte aus Tabelle 3.4 ergeben einen Versuchsplan mit 8 Versuchspunkten und einem Zentralpunkt. Das Prozessfenster wurde in Vorversuchen festgelegt. Die Massetemperatur ist aufgrund der Schmelztemperatur und des Zersetzungsbereichs des ATN-Feedstocks limitiert. Für Werkzeugtemperaturen unterhalb von 107 °C konnten keine 2K-Bauteile ohne Einschnürungen an der Bindaht aufgrund einer unzureichenden Abformung hergestellt werden. Oberhalb von 120 °C tritt Separation in Form von Binderanteilen, die in Tropfenform an die Oberfläche der Bauteile dringen, auf. Durch die

gewählten Parameterwerte der Einspritzgeschwindigkeit und des Nachdrucks werden erfahrungsgemäß relativ große Bereiche abgedeckt.

Tabelle 3.4: Teilfaktorieller 2^{4-1} Versuchsplan für das Spritzgießen der Biegebalken

Spritzgießparameter	Minimum Stufe -1	Zentralpunkt Stufe 0	Maximum Stufe 1	Einheit
Einspritzgeschwindigkeit	5	22,5	40	[mm/s]
Massetemperatur	140	150	160	[°C]
Werkzeugtemperatur	107	113,5	120	[°C]
Nachdruck	550	880	1210	[bar]

Es zeigte sich jedoch, dass nur ein Kompromiss aus Festigkeit und Formtreue mit der Art der Prozessführung und den verarbeiteten Feedstocks möglich ist. Aus diesem Grund liegen die Messwerte der Merkmale Biegefestigkeit und Sinterverzug im Optimum zwischen den möglichen Maximalwerten für jedes einzelne Merkmal (vgl. Bilder 3.31 und 3.32).

Bei der Analyse der Haupteffekte der Einflussgrößen auf die Zielgrößen erweist sich insbesondere die Werkzeugtemperatur als signifikant (vgl. Bild 3.33).

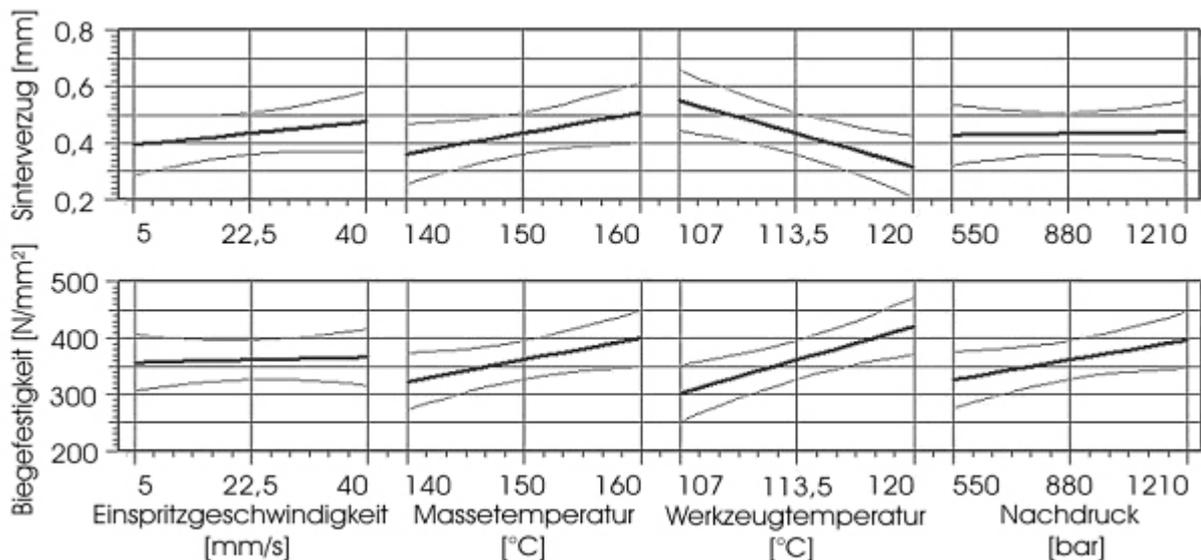


Bild 3.33: Effekte der Prozessparameter auf die Zielgrößen

Bei hohen Werkzeugtemperaturen werden sowohl hohe Biegefestigkeiten als auch geringe Sinterverzüge erzielt. Für die Einspritzgeschwindigkeit konnte kein signifikanter Effekt auf

die Biegefestigkeit nachgewiesen werden, so dass der positive Einfluss auf die Zielgröße Sinterverzug überwiegt. Für den Nachdruck gilt ähnliches, nur dass die Biegefestigkeit stärker durch den Nachdruck beeinflusst wird. Folglich sind für die Einspritzgeschwindigkeit niedrige und für den Nachdruck hohe Einstellungen vorzuziehen. Für die Massetemperatur kann keine klare Aussage getroffen werden, da in beiden Fällen signifikante positive Einflüsse vorliegen. Nach der statistischen Auswertung ist ein theoretischer Wert von 143,3 °C am vorteilhaftesten. Die gekrümmten Kurven ober- und unterhalb der Regressionsgeraden geben das Konfidenzintervall für eine Wahrscheinlichkeit von 95 % an.

3.7.5 Untersuchung der elektrischen Leitfähigkeit

Bei ersten Glühversuchen der keramischen 2K-Heiznadeln aus Aluminiumoxid/Titannitrid-Mischkeramik konnte die Funktionstüchtigkeit der Heiznadeln unter Beweis gestellt werden (Bild 3.34). Der glühende Bereich enthält einen geringen Anteil an leitender Titannitrid-Keramik, wodurch sich ein hoher elektrischer Widerstand ergibt. Die Heiznadel wurde an den keramischen „Kaltenden“ mit einer metallischen Stromzuführung über Klemmen kontaktiert. Es wurden Ströme I von 3,5 A bei einer Spannung U von 4,5 V realisiert.

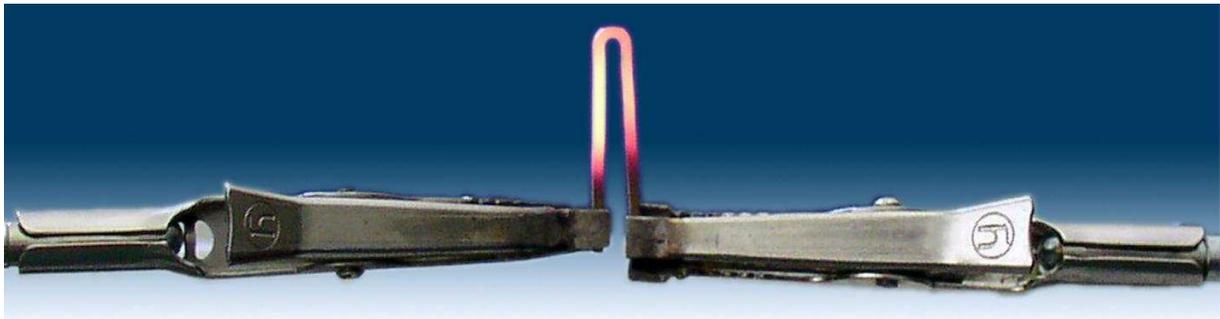


Bild 3.34: Glühende 2K-Heiznadel aus Al_2O_3/TiN -Mischkeramik

Alternativ zu der Kontaktierung mit Klemmen können die Kaltenden bei Temperaturen um 950 °C hartgelötet werden. Nach dem Sintern kann die elektrisch leitfähige Keramik durch Sägen, Schleifen oder Erodieren nachbearbeitet werden [116].

Für den spezifischen elektrischen Widerstand gilt [117]:

$$\rho = U/I \cdot A/L \quad (\text{Gl. 3.14})$$

Bei Glüh­temperatur beträgt der spezifische elektrische Widerstand demnach 3,4 mΩcm. In bisherigen Versuchen konnten mit geprägten Hei­znadeln Temperaturen von 1000 bis 1200 °C erreicht werden [116]. Bei Raumtemperatur wurden spezifische elektrische Widerstände in Höhe von 0,9 mΩcm gemessen. Folglich liegt eine positive Temperatur-Widerstands-Charakteristik vor, die Voraussetzung für die Stabilität beim Betrieb von elektrischen Heizelementen ist.

3.8 Zweikomponenten-Metallpulver-Spritzgießen (2K-MIM)

Die Verarbeitung von metallischen Feedstocks ist vom Verbundprojektpartner dem IFAM, Bremen, realisiert worden [118, 119, 120]. Für die Herstellung von zweikomponentigen metallischen Bauteilen wurde auf die für das 2K-CIM entwickelte Prozess- und Werkzeugtechnik zurückgegriffen. Auf Seiten der metallischen Werkstoffe wurde angestrebt, zwei Stähle mit unterschiedlichen magnetischen Eigenschaften zu verbinden. Hierzu sollte ein fünf­flügeliger Durchflusssensor mit einem unmagnetischen Grundkörper aus 316L mit einem magnetischen Flügel aus 17-4PH zusammengefügt werden. Der Formeinsatz für den Demonstrator Durchflusssensor (Bild 3.35 links) wurde in Kooperation zwischen den beiden Instituten IFAM, Bremen, und dem IMF III am Forschungszentrum Karlsruhe entworfen und in das bestehende Werkzeugkonzept eingearbeitet.

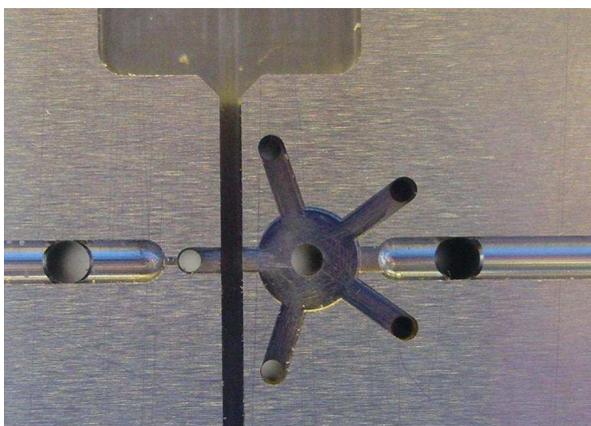


Bild 3.35: Links: Formeinsatz Durchflusssensor, rechts: Grünling und gesinterter zweikomponentiger Durchflusssensor aus 316L und 17-4PH [118]

Die Abformversuche 2K-MIM sind auf der 2K-Spritzgießmaschine am Forschungszentrum durchgeführt worden. Es konnten metallische 2K-Zugstäbe und Durchflusssensoren mit guten Verbundeigenschaften in einem im Vergleich zum 2K-CIM weiten Prozessfenster hergestellt werden.

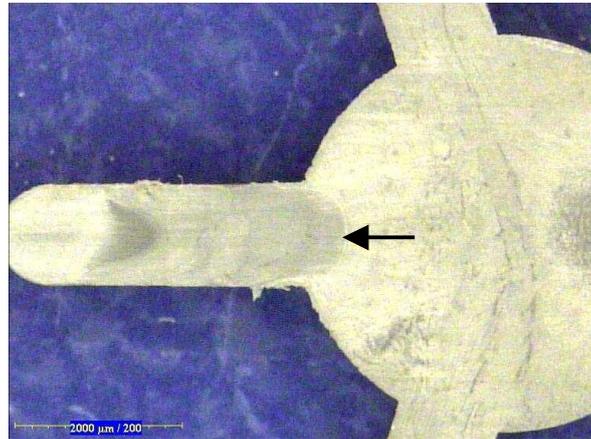


Bild 3.36: Schliff eines 2K-Durchflusssensors mit Bindenaht in einem Flügel [118], Flügelbreite 1,2 mm

3.9 Fazit und Ausblick

Die drei Sonderverfahren Mikro-, Pulver- und Zweikomponenten-Spritzgießen wurden erfolgreich miteinander kombiniert. Multifunktionale 3D-Bauteile aus unterschiedlich leitfähigen Keramiken wurden durch das Zweikomponenten-Spritzgießen realisiert. Durch ein Feedstocksystem auf Basis von Aluminiumoxid- und Titanitridpulvern kann die elektrische Leitfähigkeit im gesinterten Zustand in Abhängigkeit von der Mischungszusammensetzung unterschiedlich eingestellt werden.

Es konnten Prüfkörper und als Demonstrator eine Heiznadel mit der bereitgestellten Anlagen-, Prozess- und Werkzeugtechnik hergestellt werden. Es wurde ein modulares Spritzgießwerkzeug mit drei Formeinsätzen konzipiert, in Kooperation mit einem Werkzeugbauer entworfen und in dessen Hause gefertigt. Die Anlagentechnik wurde erweitert und der Prozessablauf in die Steuerung der Spritzgießmaschine implementiert. Die Spritzgießmaschine und das Werkzeug waren auch Grundlage für das Spritzgießen von metallischen 2K-Bauteilen, die das IFAM, Bremen, innerhalb des Gemeinschaftsprojektes am Forschungszentrum Karlsruhe hergestellt hat [119, 120].

Die Serientauglichkeit des Spritzgießens bietet für die industrielle Umsetzung eine gute Grundlage, dennoch ist zu berücksichtigen, dass aufgrund des Variotherm-Prozesses derzeit Zykluszeiten von über fünf Minuten benötigt werden. Die minimalen Verbundflächen von gesinterten ATN-Mikrobauteilen betragen $0,44 \times 0,44 \text{ mm}^2$. Die Lage der Bindenaht wird mit Hilfe eines Schiebers oder durch die Anpassung der Einspritzgeschwindigkeiten bzw. der Verzögerungszeiten der beiden Komponenten eingestellt. Eigenspannungen aufgrund von Unterschieden im Sinterschrumpf sind in Mikrodimensionen von geringerer Relevanz als im Makrobereich, so dass keramische 2K-Bauteile mit kleinen Verbundflächen hergestellt werden können.

Die Funktionstüchtigkeit der Heiznadel wurde erfolgreich getestet. Aufgrund der Defekte im Gefüge der gesinterten Proben stehen die Heiznadeln in der derzeitigen oder in ähnlicher Form nur zum bedingten Einsatz zur Verfügung. Eine Behebung der Defekte ist notwendig, bevor das Spritzgießen von Heizelementen in die industrielle Anwendung übernommen werden kann.

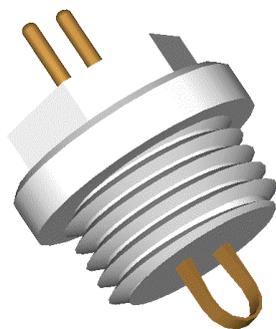
Durch die Einführung eines Mahlvorganges der Pulvermassen vor der Vermischung mit dem Binder, was beispielsweise in Kugelmøhlen möglich ist, könnten kleinere Pulvergrößen verarbeitet werden und bessere Homogenitäten der Formmassen erzielt werden.

Weitere Abstimmungen des Bindersystems auf die Entbinderungs- und Sinterbedingungen sind erforderlich, um defektfreie Gefüge zu erhalten. Durch Änderungen der Heizraten und Haltezeiten bei unterschiedlichen Temperaturniveaus sind Verbesserungen zu erwarten. Die Prozesssicherheit und Reproduzierbarkeit ist insbesondere durch weitere Anstrengungen bezüglich der Materialentwicklungen zu steigern.

Erste Prozessoptimierungen zur Verbesserung der Bauteileigenschaften wie der Verbundfestigkeit und des Bauteilverzuges wurden vorgenommen. Die gemessenen Biegefestigkeiten sind mit Literaturwerten von kommerziellen Keramiken vergleichbar.

Vorschläge für zukünftige Bauteile sind eine Gløhkerze oder eine elektrische Durchföhrung (Bild 3.37). Die Variation des Querschnitts des Bauteils mit dem hçheren elektrischen Widerstand erlaubt die weitere Einstellung des Leitfähigkeitsgradienten.

a)



b)

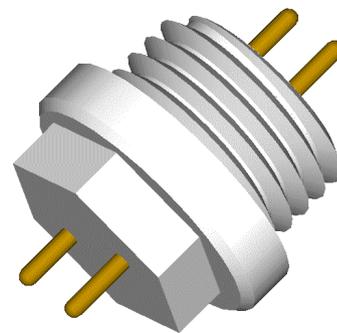


Bild 3.37: 2K-PIM Visionen: a) 2K-Gløhkerze, b) elektrische Durchföhrung

Als weitere Anwendungen werden beheizbare Schneidwerkzeuge [121] oder Lçt- bzw. Schweißheizelemente [122] in Erwågung gezogen.

Es ist gelungen das Pulverspritzgießen zu simulieren. Über die Modellierung können die gemessenen Materialeigenschaften beschrieben werden. Die Übertragung der Parameter in die Materialdatenbank des Programms MOLDFLOW ermöglicht das Arbeiten mit einer etablierten Spritzgieß-Simulationssoftware. Die Ergebnisse der Rechnung erlauben es,

realistische Aussagen über das Fließverhalten von Feedstocks beim Spritzgießen zu treffen, und bieten eine größere Sicherheit bei der Werkzeugauslegung.

4 ENTWICKLUNG EINES VERFAHRENS ZUR GALVANISCHEN REPLIKATION VON MIKROBAUTEILEN

Die Verfahren der Mikrotechnik zur Herstellung von Metallstrukturen wie zum Beispiel das Feingießen, das Metallpulverspritzgießen (MIM) und die Galvanoformung befinden sich noch weitgehend im Entwicklungsstadium. Für letzteres ist es notwendig ein leitfähiges mikrostrukturiertes Substrat herzustellen, auf dem die galvanische Abformung vorgenommen werden kann.

Auf Basis der entwickelten Prozesskette sollen durch das Zweikomponenten-Spritzgießen partiell leitende, verlorene Formen für die Galvanoformung bereitgestellt werden. Ein Ziel ist es, mikrostrukturierte Formeinsätze aus Metall, wie sie etwa mit dem LIGA-Verfahren herstellbar sind, beliebig häufig zu replizieren. Aufgrund der hohen Herstellungskosten von Formeinsätzen bei Verwendung der LIGA-Technik wäre es wünschenswert, diese preisgünstig zu kopieren, um das Urmodell bei weiteren Abformungen zum Beispiel durch Spritzgießen schonen zu können. Somit ist nach der Herstellung des Urmodells durch einen ersten Galvanoformungsschritt ein weiterer für dessen Replikation mittels der verlorenen Formen notwendig. Für diesen wiederholten Kopiervorgang wurde der Begriff galvanische Replikation gewählt.

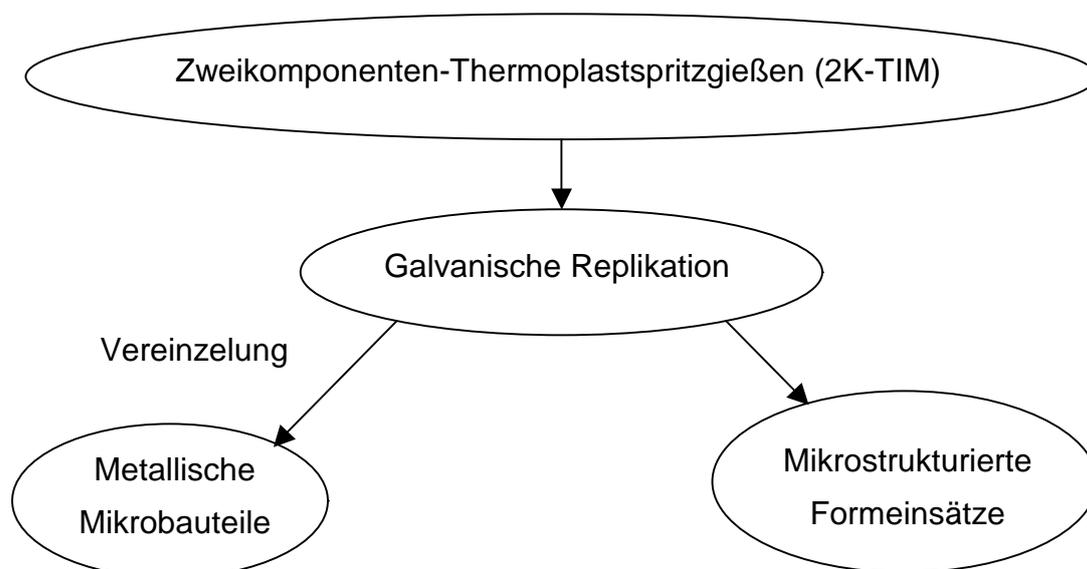


Bild 4.1: Prozessvarianten der galvanischen Replikation

Ein weiteres Interesse liegt darin, Mikrostrukturen zu replizieren und zur Serienfertigung von Metall-Mikrobauteilen zu vereinzeln. Es kann eine Vielzahl von Mikrobauteilen pro Substrat gleichzeitig gewonnen werden. Gegenüber anderen Fertigungsverfahren wie zum Beispiel dem Mikro-MIM sind die hohe Oberflächengüte und die Abbildung kleinster Details von Vorteil [1]. Insbesondere für diese Aufgabenstellung wurde die im Folgenden beschriebene Prozesskette entwickelt.

4.1 Verfahrensbeschreibung

Um einzeln stehende Strukturen auf einer leitfähigen Substratplatte durch Zweikomponenten-Spritzgießen aufzubauen, muss zunächst eine durchgängig leitfähige, perforierte Substratplatte als Vorspritzling erzeugt werden (vgl. Kap. 2.7). Für jede kavitätsähnliche Mikrostruktur ist mindestens ein Durchbruch in der Substratplatte während des Prozessschrittes zu realisieren. Nach dem Umsetzen der Substratplatte wird beim Hinterspritzen der Substratplatte jede Vertiefung im mikrostrukturierten Formeinsatz mit der isolierenden Komponente gefüllt. Im Galvanikelektrolyten kann im Anschluss Metall in die 2K-Kunststoffform abgeschieden werden.

Hieraus ergeben sich für das Zweikomponenten-Spritzgießen folgende Prozessschritte:

- a) Spritzgießen einer leitfähigen Substratplatte mit Durchbrüchen
- b) Hinterspritzen der Substratplatte und Abformen der Mikrostrukturen mit nichtleitendem Material
- c) Galvanoformung von metallischen Mikrostrukturen in der verlorenen 2K-Form

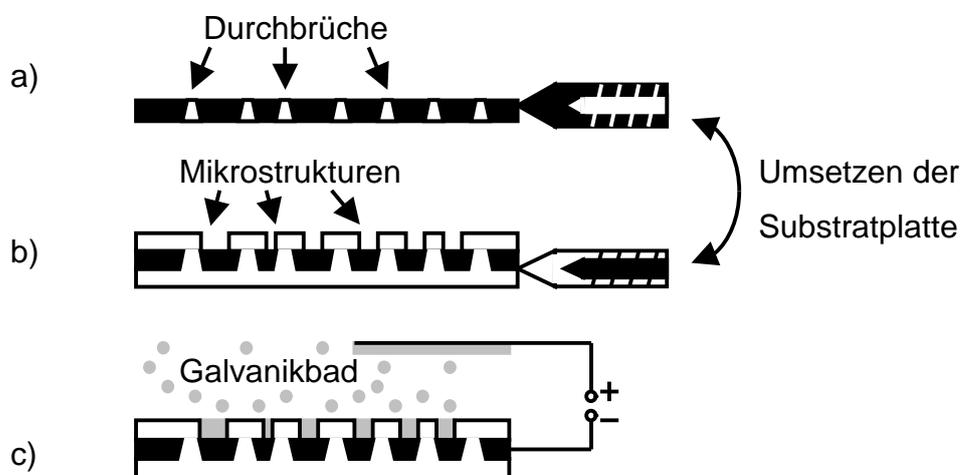


Bild 4.2: Prozessschritte bei der galvanischen Replikation

Es können Mikrostrukturen mit Löchern oder Senkungen erzeugt werden, indem freistehende isolierende Strukturen, die über einen separaten Durchbruch zu füllen sind, auf der Substratplatte errichtet werden.

Neben der Wahl der Werkstoffe wurden zunächst Vorversuche auf Basis des Einlegespritzgießens durchgeführt. Die Ergebnisse hieraus sind in einem weiteren Schritt in die Entwicklung des Zweikomponenten-Spritzgießprozesses eingeflossen.

4.2 Werkstoffauswahl

Leitfähige Komponente

Entscheidend für die Galvanoformung sind die Oberflächeneigenschaften der Substratplatte. In Vorversuchen wurden sowohl kohlefaser- als auch rußgefüllte Formmassen in Bezug auf ihre Beschichtungsverhalten durch Galvanoformung und ihre Oberflächenwiderstände untersucht. Kohlefasergefüllte Materialien führen nach dem Spritzgießen zu einer körnigen Oberfläche, hervorgerufen durch Faserenden an der Bauteiloberfläche. Diese Unebenheiten werden im Metallniederschlag wiedergegeben. Lokale Durchdringungen der Fasern an der Oberfläche erzeugen Leitfähigkeitsmaxima an der Oberfläche der Formen, von denen halbkugelförmig die galvanische Metallbeschichtung startet. Die Homogenität der Verteilung der Nukleierungszentren und die Reproduzierbarkeit der Leitfähigkeit sind bei kohlefasergefüllten Materialien unzureichend [123].

Eine homogenere Verteilung ist bei der Verwendung von rußgefüllten Materialien zu erzielen. Es wurden POM-C mit ca. 15 Masseprozent und PA12-C mit ca. 20 Masseprozent Leitrußanteil als Matrixmaterial untersucht [123]. In Vorversuchen wurde an Probekörpern festgestellt, dass mit niedriger Einspritzgeschwindigkeit und hoher Werkzeugtemperatur Oberflächenwiderstände bis knapp oberhalb von 300 Ω eingestellt werden können [59].

Bei Messungen unter Variation der Spritzgießparameter ergaben sich für das PA12-C um den Faktor fünf bis zehn niedrigere Oberflächenwiderstände als für POM-C [124]. Folglich wurde als leitfähige Komponente das Vestamid L-R1-MHI, ein Polyamid 12 der Firma Degussa AG mit einem Leitrußanteil von ca. 20 Masseprozent und einer Partikelgröße von ca. 35 nm, ausgewählt (Tab. 4.1). Die gemessenen Oberflächenwiderstände von 80 bis 110 Ω (Vier-Spitzen-Methode, Fa. NAGY-Messsysteme GmbH) liegen geringfügig über den Herstellerangaben.

In Vorversuchen zur Galvanoformung auf spritzgegossenen, unbehandelten Substratplatten aus PA12-C ergaben sich nach zwölf Minuten Beschichtungsdauer partielle Unterschiede beim Aufwachsen des Nickels (Bild 4.3, links). Die Startschicht ist unterschiedlich dick aufgewachsen und an einigen Stellen verbleiben noch unbeschichtete Bereiche. Durch die 3D-Fließsimulation des Spritzgießens der Substratplatte mit der Software MOLDFLOW kann unter gleichen Prozesseinstellungen im Abstand von 0,2 bis 0,5 mm unterhalb der Oberfläche eine erhöhte maximale Scherrate (Bild 4.3, rechts) ausgemacht werden. Die Scherzone ist mit dem für das Thermoplast-Spritzgießen üblichen Bereich zwischen erstarrter Randschicht und Quellströmung in der Bauteilmitte vergleichbar. Knapp unterhalb der erstarrten Randschicht weist das Geschwindigkeitsprofil den größten Gradienten auf, wodurch Scherung und Orientierungen hervorgerufen werden. Eine Reorganisation der Rußpartikel ist aufgrund der raschen Abkühlung nahe der Werkzeugwand nicht möglich [21].

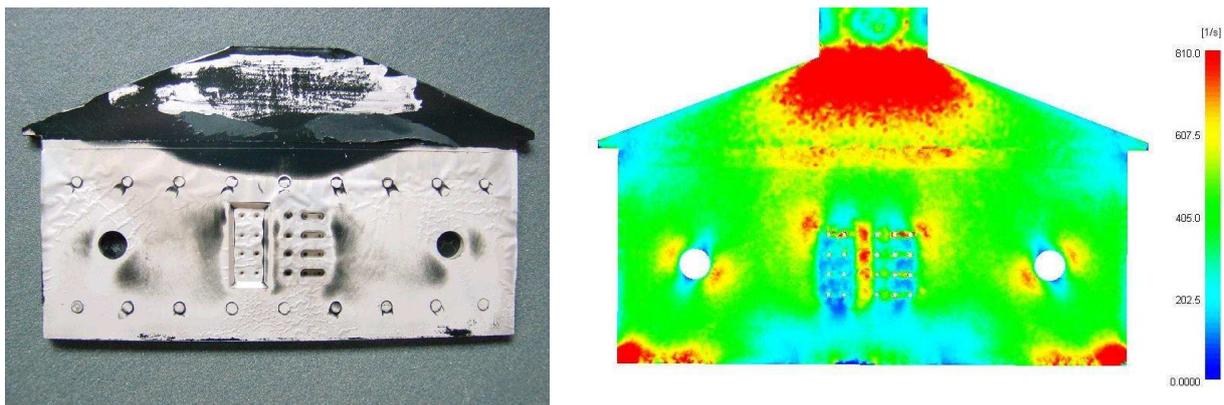


Bild 4.3: Links: Galvanikstart auf einer Substratplatte aus PA12-C, rechts: Fließsimulation, wiedergegeben max. Scherrate, 0,35 mm unter der Bauteiloberfläche

Wie durch die Übereinstimmungen mit nichtbeschichteten Bereichen hervorgeht, scheint die maximale Scherrate ursächlich für die nichtleitenden Bereiche zu sein, in denen nur erschwert ein Galvanikstart stattfindet. In den beschichteten Bereichen ist die maximale Scherrate stets kleiner 500 1/s. Die Abhängigkeit der elektrischen Leitfähigkeit von der maximalen Scherrate kann auf Verdrängungsvorgänge der leitfähigen Rußpartikel knapp unterhalb der Substratplattenoberfläche zurückgeführt werden.

Um eine Aussage zu treffen, ob die Leitfähigkeit maßgeblich von Partikelbewegungen in der Matrix beeinflusst werden kann, ist die Kenntnis des Füllgrades an Rußpartikel erforderlich. Bei einer Dichte des Polyamidanteils im PA12-C von $\rho_{\text{PA12}} = 1,02 \text{ g/cm}^3$ [125] und einer

Dichte der Rußpartikel von $\rho_{\text{Ruß}} = 1,8 \text{ g/cm}^3$ [126] sowie einer Dichte des Polymers von $\rho_{\text{PA12-C}} = 1,11 \text{ g/cm}^3$ [125] ergibt sich aus der Mischungsdichte:

$$\rho_{\text{PA12-C}} = (1 - \pi) \cdot \rho_{\text{PA12}} + \pi \cdot \rho_{\text{Ruß}} \quad (\text{Gl. 4.1})$$

ein Volumenanteil π an Ruß i.H.v. 11,5 %. Aufgrund des niedrigen Füllgrades ist davon auszugehen, dass elektrisch leitfähige Verbindungen zwischen Oberfläche und Bauteilmitte zerstört werden und die Perkolationsgrenze lokal unterschritten wird. Die Oberflächenleitfähigkeit nimmt ab, da Kontaktierungen zwischen Oberfläche und Bauteilmitte unterbrochen werden.

Bei einer Erhöhung der Einspritzgeschwindigkeit nimmt der Gradient der Fließgeschwindigkeit über der Bauteildicke zu und es treten höhere Scherraten auf. Folglich sind für gleichmäßige Beschichtungen durch Galvanoformen beim Spritzgießen der Substratplatte moderate Einspritzgeschwindigkeiten vorzuziehen.

Die variotherme Werkzeugtemperierung ermöglicht ebenfalls eine Herabsetzung der Scherrate. Durch eine höhere Werkzeugwandtemperatur wird der einströmenden Formmasse weniger Wärme entzogen. Es kann von einer geringeren Wanderstarrung ausgegangen werden. Der Strömungsquerschnitt nimmt zu, was die geforderte Verringerung der Fließgeschwindigkeit der Schmelze zur Folge hat.

Isolierende Komponente

Eine typische Eigenschaft von Kunststoffen ist ihre schlechte elektrische Leitfähigkeit. Daher steht bei der Auswahl der isolierenden Komponente im Gegensatz zur leitfähigen eine große Auswahl an kommerziell erhältlichen Polymeren zur Verfügung.

Eine Deformation der ersten Komponente durch den Einspritzvorgang der zweiten Komponente ist möglichst zu vermeiden. Weist die zweite Komponente eine niedrigere Schmelztemperatur auf als die erste, tritt beim Spritzgießen kein Aufschmelzen der ersten Komponente auf und die Formstabilität der Substratplatte ist gewährleistet.

Außerdem sollte für den Fall von schlecht entformbaren Mikrostrukturen z.B. bei senkrechten oder rauen Strukturwänden eine gute chemische Löslichkeit vorliegen, so dass eine mechanische Entformung und damit mögliche Beschädigungen der galvanogeformten Bauteile vermieden werden.

Des Weiteren gilt insbesondere für die zweite Komponente, dass eine niedrige Viskosität das Durchströmen der Durchbrüche in der Substratplatte und die Füllung der Mikrostrukturen vereinfacht.

Schließlich ist eine hohe Kompatibilität der beiden zu verarbeitenden Komponenten für eine gute Verbundfestigkeit erforderlich.

Als Alternativen wurden ein Polyamid 12 (PA12) des Typs Vestamid X 4863 der Firma Degussa AG und ein Polyoxymethylen (POM) des Typs Hostaform C52021 der Firma Ticona AG ausgewählt (Tab. 4.1).

Tabelle 4.1: Werkstoffauswahl für die galvanische Replikation [125, 127]

	1. Komponente Substratplatte	2. Komponente Durchspritzung	
		Alternative A	Alternative B
Materialbezeichnung	Polyamid 12 rußgefüllt Vestamid L-R1- MHI (Degussa)	Polyamid 12 Vestamid X 4863 (Degussa)	Polyoxymethylen Hostaform C52021 (Ticona)
spezifischer Oberflächen- widerstand	10 Ω	1E15 Ω	1E14 Ω
Schmelztemperatur	250 °C	210 °C	190 °C
MVR-Wert	9,7 cm ³ /10min (10 kg)	34 cm ³ /10min (5 kg)	39 cm ³ /10min (10 kg)
Löslichkeit in Phenol	+	+	-

Bei der Materialrecherche erschien die niedrigere Schmelztemperatur des POM gegenüber dem PA12 vorteilhaft. Die anderen Eigenschaften sprechen jedoch für das PA12.

Untersuchungen zur Kompatibilität

Durch Spritzgießversuche konnte belegt werden, dass völlige Haftungsinkompatibilität zwischen POM und PA12 vorliegt. Ein Fügen der beiden Komponenten zu einem Zugstab mit dem in Kapitel 3 vorgestelltem Werkzeug war nicht möglich. Hingegen konnten 2K-Zugproben aus PA12 und PA12-C durch zeitgleiches Einspritzen hergestellt werden. Für die Verbundkräfte ergaben Zugversuche einen Mittelwert von 4,59 Newton bei einer

Standardabweichung von 0,41. Folglich beträgt die mittlere Verbundfestigkeit bei einem Querschnittsfläche von $0,48 \times 0,48 \text{ mm}^2$ $19,922 \text{ N/mm}^2$, was auf eine gute Kompatibilität der beiden Materialien hinweist. Wie in Bild 4.4 zu sehen ist, tritt das Versagen an der Binde-naht auf. Auf der Bruchfläche sind auf Seiten des PA12-C noch Teile des Verbundpartners PA12 zu sehen. Dieses deutet auf einen Mischbruch des Verbundes mit kohäsivem Anteil, der durch Interdiffusion der Molekülketten hervorgerufen wurde, hin. Aus der Literatur sind Verbundfestigkeiten für makroskopische 2K-Zugstäbe aus PA12 zwischen 15 und 35 N/mm^2 sowie aus Polypropylen zwischen 12 und 32 N/mm^2 in Abhängigkeit von den Kettenlängen der polymeren Komponenten bekannt [20].



Bild 4.4: Links: 2K-Zugstäbe aus PA12-C und ungefülltem PA12, rechts: Aufsicht auf die Bruchfläche des PA12-C

4.3 Vorversuche durch Einlegespritzgießen

Um die Bildung von Fehlstellen (vgl. Bild 2.9) durch die Galvanoformung zu vermeiden, sollte eine Kunststoffform für eine fehlerfreie Metallabscheidung aus einem leitfähigem Substrat bzw. Strukturgrund bestehen, auf dem Mikrostrukturen mit isolierenden Wänden angeordnet sind. Um das Verbinden der beiden unterschiedlich leitfähigen Komponenten zu einem Formteil verfahrenstechnisch umzusetzen, kann auf das Einlegespritzgießen zurückgegriffen werden. Hierbei wird im ersten Prozessschritt eine perforierte Substratplatte aus der leitfähigen Komponente spritzgegossen. In einem zweiten Schritt werden die Substratplatten in eine erweiterte Kavität vor den zu replizierenden, mikrostrukturierten Formeinsatz einlegt und durchspritzt, so dass die nichtleitenden Strukturwände auf den Substratplatten errichtet werden.

4.3.1 Spritzgießen von Substratplatten mit Durchbrüchen (1. Komponente)

Für das Einlegespritzgießen wurde auf ein Standardwerkzeug mit wechselbaren Formeinsätzen mit einer strukturierbaren Fläche von 26 mm x 66 mm zurückgegriffen. Diese Abmaße haben sich durch die Technik der Röntgenmasken, welche bei der Herstellung von Formeinsätzen mit der LIGA-Technik verwendet werden, etabliert. Diese frei gestaltbare Fläche steht bei dem verwendeten Spritzgießwerkzeug sowohl für die mikrostrukturierten Formeinsätze als auch für die Formeinsätze zur Erzeugung der Durchbrüche in der Substratplatte zur Verfügung.

Zur Erzeugung der Durchbrüche wurde ein Formeinsatz aus Messing mit kegelstumpfförmigen Erhebungen konzipiert. Die 20 Kegelstümpfe haben unterschiedliche Stirnflächendurchmesser zwischen 50 µm und 288 µm und sind teilweise auf Sockeln bei einer einheitlichen Gesamthöhe von 1,5 mm aufgebracht (Bild 4.5). Anhand dieser Variation der Durchbruchgeometrie lassen sich Aussagen über den kleinsten durchspritzbaren Durchmesser treffen [128].

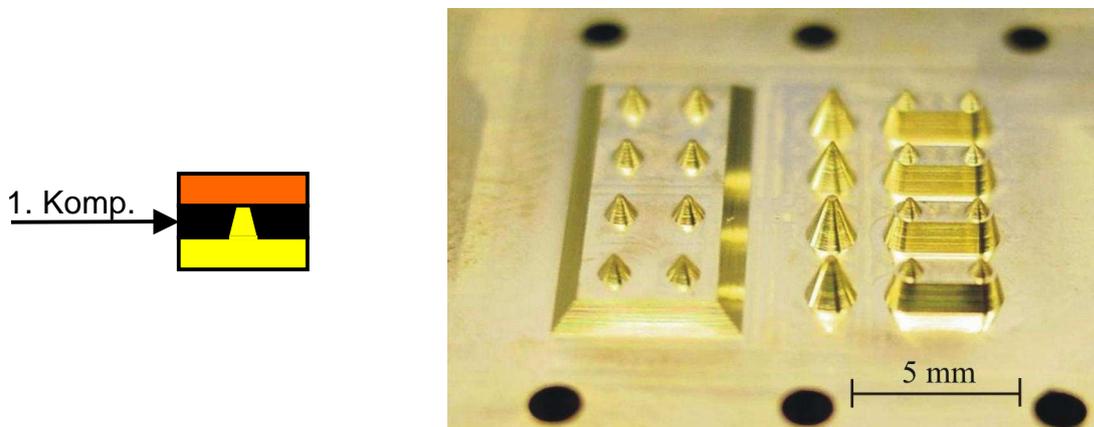


Bild 4.5: Formeinsatz mit Kegelstumpfstrukturen zur Erzeugung von Durchbrüchen in Substratplatten (Material: Messing)

Üblicherweise werden im Werkzeugbau zur Realisierung von Durchbrüchen beim Spritzgießen erhabene Strukturen in ihrer Höhe exakt auf die gegenüberliegende Formhälfte abgestimmt. Ein kleiner Restspalt bleibt bestehen. Die Bildung von Schwimmhäuten kann insbesondere bei variothermer Prozessführung und hohen Einspritzdrücken nicht ausgeschlossen werden. Daher wurde in diesem Fall ein anderer Weg beschritten. Die Stirnflächen der Kegelstümpfe werden im Spritzgießwerkzeug gegen einen planaren

Polyimid-Formeinsatz gepresst. Polyimid (PI) hat sich für diese Anwendung als ausreichend temperaturfest erwiesen [129]. Die Kegelstümpfe dringen geringfügig in das Polyimid ein. Es entsteht ein formschlüssiger Kontakt, wodurch zusätzlich die Kegelstümpfe während des Einspritzvorganges lateral stabilisiert werden. Durch das Polstermaterial Polyimid bleibt die Kantenschärfe des Kegelstumpfes trotz zahlreicher Abformungen weitestgehend erhalten [129]. Auch eine laterale Versetzung der Kegelstümpfe durch den Einspritzdruck des geschmolzenen Polymers konnte nicht beobachtet werden.

Beim Spritzgießen der Substratplatten wird die erste Komponente zwischen Kegelstumpf- und Polyimidformeinsatz längsseitig injiziert (Bild 4.6). Beim Füllen der Kavität umströmt die Schmelze die Kegelstümpfe. In Fließrichtung hinter den Kegelstümpfen kommt es zur Bildung von Bindenähten. Diese zeigen keine negativen Einflüsse auf den Oberflächenwiderstand bzw. die galvanische Abscheidung. Es können Durchbrüche mit einem minimalen Durchmesser von 60 μm hergestellt werden. Die Aufweitung beruht auf der Wulstbildung beim Einpressen der Kegelstümpfe in das Polyimid und beträgt ca. 20 % des ursprünglichen Durchmessers.

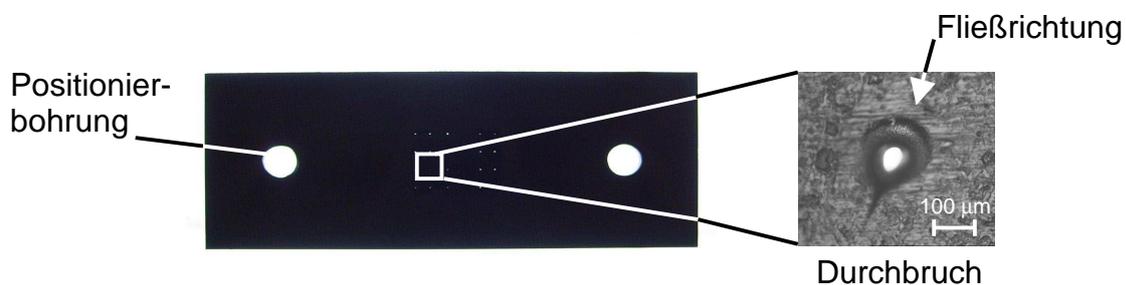


Bild 4.6: Spritzgegossene Substratplatte mit Durchbrüchen (Material: PA12-C)

Die beidseitigen, kreisrunden Durchbrüche dienen der exakten Positionierung der Substratplatte beim Einlegen in die Kavität vor dem Einspritzen der zweiten Komponente.

4.3.2 Spritzgießen der Mikrostrukturen (2. Komponente)

Für die Vorversuche wurde zunächst auf einen durch UV-LIGA hergestellten Zahnrad-Formeinsatz mit 12 Kavitäten zurückgegriffen. Der Kopfkreisdurchmesser der in den Kavitäten vorstehenden Zahnräder beträgt 580 μm bei einer Höhe von ebenfalls 580 μm (Bild 4.7). Die Kavitäten werden von einer hantelförmigen ebenfalls 580 μm hohen Kontur

begrenzt. Durch die anschließende Formfüllung werden die Mikrostrukturen innerhalb dieser Kontur von dem nichtleitenden Kunststoff umschlossen.



Bild 4.7: Mikrokavitäten mit Zahnradstrukturen [83]

Beim Hinterspritzen der kompletten Substratplatte werden alle Mikrokavitäten durch die seitlich der Zahnradstruktur positionierten Durchbrüche gefüllt. Es sind entweder ein oder zwei Durchbrüche je Mikrokavität vorgesehen. Bindenähte sind beim Umspritzen der Mikrostrukturen unvermeidlich. Ist nur ein Durchbruch zum Füllen der Kavität vorgesehen, liegt die Bindenaht jenseits der Mikrostruktur. Bei zwei Durchbrüchen treffen die Schmelzeströme in der Mitte der Kavitäten aufeinander. Optisch sind die Bindenähte im Kunststoffteil zu erkennen. Eine Abbildung der Bindenähte im metallischen Mikrobauteil nach der Galvanoformung konnte nicht beobachtet werden. Bild 4.8 zeigt beispielhaft ein Formteil aus den beiden Komponenten.

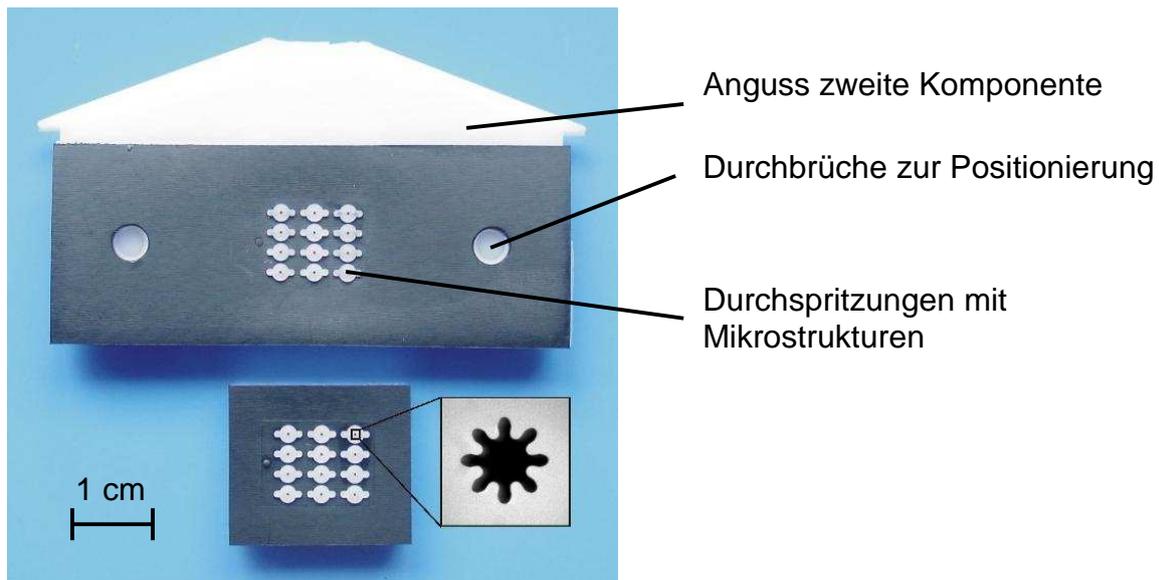


Bild 4.8: Oben: Einlegeteil aus PA12-C, hinterspritzt mit POM, unten: Ausschnitt für die Galvanoformung

Die Vervielfältigung der Mikrostrukturen kann somit innerhalb eines geschlossenen Prozessablaufes erfolgen. In Abhängigkeit von den unterschiedlichen Durchbruchdurchmessern und den Prozessparametern beim Einspritzen der zweiten Komponente wurde die Güte der Abformung der Mikrostrukturen untersucht (Kap. 4.3.5).

4.3.3 Galvanoformung

Zur galvanischen Beschichtung, die in einer kleinvolumigen Versuchsanlage der Firma HEGA, Straubenhardt, vorgenommen wurde, sind Nickelsulfamat-Elektrolyte ($\text{Ni}(\text{SO}_3\text{NH}_2)_2$) bei Temperaturen von 52 °C und einem pH-Wert um 3,5 geeignet [77]. Nickelsulfamat-Elektrolyte zeichnen sich durch ihre hohe Löslichkeit in Wasser aus, wodurch eine hohe Metallkonzentration erreicht wird. Dadurch können wiederum hohe Abscheidungsstromdichten erzielt werden. Außerdem weisen die Nickelschichten eine hohe Härte, hohe Duktilität und geringe innere Spannungen auf, was für die Anwendung als Formeinsatz von Bedeutung ist [130]. Um die Bildung von Hydroxiden zu vermeiden, wird Borsäure (H_3BO_3) als Puffer verwendet. Zur Herabsetzung der Oberflächenspannung des Elektrolyten und damit einer besseren Benetzung der hydrophoben Kunststoffoberfläche wird Fluortensid zugesetzt. Das Schichtwachstum wurde zunächst durch die eingestellte Stromdichte von 1 A/dm² auf 12 µm/h beschränkt, um ein gleichmäßiges Aufwachsen in den Mikrostrukturen zu

gewährleisten. Nach dem Füllen der Mikrostrukturen können zum Aufbau eines massiven Untergrundes höhere Abscheideraten von bis zu 100 $\mu\text{m}/\text{h}$ eingestellt werden.

Alternativ besteht die Möglichkeit, nur in den Mikrostrukturen Metall abzuscheiden. Wird, kurz bevor das Schichtwachstum über die Mikrokavität hinauswächst, der Strom abgeschaltet, stoppt die Galvanoformung. Die Mikrostrukturen bleiben somit unverbunden und die Bauteile müssen aus dem Formteil mit Hilfe eines für den Kunststoff geeigneten Lösungsmittels herausgelöst werden. Nachteilig erweist sich hierbei das aufwendige Handling der z.T. sehr kleinen Bauteile mit unter 1 mm Außenabmessungen.

Optional dazu kann ein Überwachsen der Mikrokavitäten zu einem festen Verbund der Mikrobauteile führen. Bei der Replikation von Formeinsätzen ist ein solcher massiver Untergrund gewünscht und kann bis zu mehreren Millimetern aufgebaut werden. Die Entformung der abgeschiedenen Nickelstruktur aus der Form kann mechanisch erfolgen. Besser jedoch ist das nasschemische Lösen der nichtleitfähigen Komponente. Als Lösungsmittel wurde Phenol verwendet.

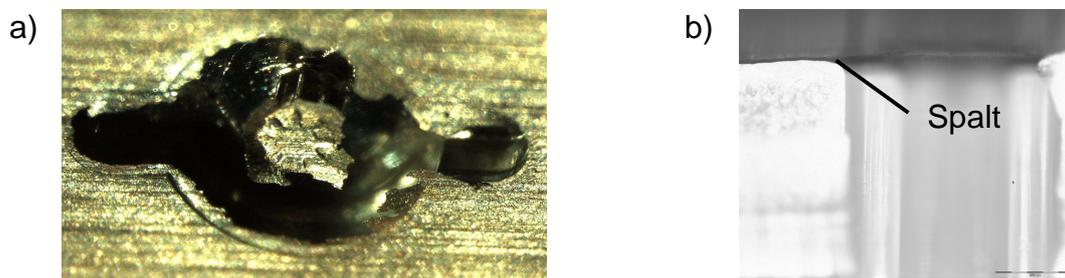


Bild 4.9: a) Nickelabgeschiedenes Mikro Zahnrad mit Graten, b) Querschnitt durch verlorene 2K-Form

Als problematisch hat sich die Inkompatibilität der Materialien PA12-C und POM erwiesen. Bei der Galvanoformung werden Grate gebildet, da der Elektrolyt in Spalte zwischen die beiden Komponenten kriecht (Bild 4.9). Daher wurde die Spaltbildung näher untersucht und als Merkmal für die statistische Versuchsauswertung aufgenommen.

4.3.4 Vereinzlung der Mikrostrukturen

Um dennoch Mikrobauteile von dem sie verbindenden Untergrund zu separieren, ist derzeit anschließend eine mechanische Vereinzlung notwendig. Dazu wird der massive metallische Untergrund durch Schleifen entfernt. Das Schleifen hat sich hierbei als das vorteilhafteste

Verfahren im Labormaßstab erwiesen. Eine gute Kantenschärfe kann erzielt werden (Bild 4.10). Gegenüber dem Läppen treten keine Verrundungen der Kanten auf. Eine Rechtwinkeligkeit der abgeschliffenen Stirnflächen zu den Zahnradflanken konnte in den Vorversuchen nicht sichergestellt werden. Verbesserungen sind durch spezielle Handhabungsvorrichtungen zu erwarten.

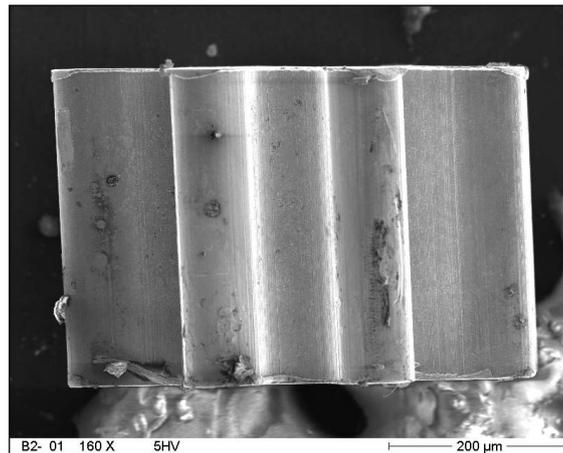


Bild 4.10: Seitenansicht eines vereinzelt galvanogeformten Zahnrades (Material: Nickel)

4.3.5 Verfahrenstechnische Untersuchungen

Voraussetzung für eine optimale Replikation der Mikrostrukturen durch Galvanoformung ist eine hohe Qualität der verlorenen 2K-Kunststoffformen. Im Falle der Substratplatte stehen dabei die Qualitätsmerkmale Abformgenauigkeit, Oberflächenwiderstand und -rauheit im Vordergrund. Entscheidende Prozessparameter sind die Massetemperatur, die Werkzeugtemperatur, die Einspritzgeschwindigkeit und der Nachdruck. Diese Einflussgrößen wurden innerhalb eines reduzierten statistischen Versuchsplanes variiert [81]. Es ergeben sich insgesamt acht Versuchspunkte und der Zentralpunkt, wobei zehn Wiederholungen je Einstellung durchgeführt wurden, um statistisch auswertbare Aussagen zu erhalten. Die Variation der Spritzgießparameter soll Aufschluss über deren Einflüsse auf die Qualitätsmerkmale geben. Das in Tabelle 4.2 wiedergegebene Prozessfenster entstammt Erkenntnissen aus ersten Probeabformungen bzw. ist im Falle der Massetemperatur durch die empfohlenen Herstellerangaben der Formmasse gegeben.

Tabelle 4.2: Teilfaktorieller 2^{4-1} Versuchsplan für das Spritzgießen der Substratplatten

Spritzgießparameter	Minimum Stufe -1	Zentralpunkt Stufe 0	Maximum Stufe 1	Einheit
Einspritzgeschwindigkeit	20	30	40	[mm/s]
Massetemperatur	230	235	240	[°C]
Werkzeugtemperatur	80	90	100	[°C]
Nachdruck	850	950	1050	[bar]

Die erzeugten Bauteile wurden im Anschluss untersucht. Es konnte nachgewiesen werden, dass eine zunehmende Massetemperatur alle Merkmale negativ beeinflusst. Insbesondere auf den Oberflächenwiderstand und die Abformgenauigkeit hat die Massetemperatur mit einem F-Verhältnis von 42,26 bzw. 12,54 und einem P-Wert von 0,0972 bzw. 0,1752 einen signifikanten Einfluss. Bezüglich des Oberflächenwiderstandes wird vermutet, dass bei hohen Massetemperaturen Entmischungen der leitfähigen Rußpartikel zu erwarten sind. Des Weiteren treten bei hohen Massetemperaturen vermehrt Überspritzungen auf, was sich beispielsweise dadurch äußert, dass Formmasse zwischen die Kegelstümpfe und den PI-Formeinsatz fließt. Hingegen hat eine hohe Werkzeugtemperatur einen positiven Einfluss auf die Abformgenauigkeit, was den Effekt der variothermen Werkzeugtemperierung widerspiegelt (vgl. S. 73).

Bei hohen Werkzeugtemperaturen und hohen Einspritzgeschwindigkeiten resultieren geringere Rauheiten der Substratplatte. Ursache hierfür ist eine bessere Abformung und langsamere Erstarrung an der PI-Formeinsatzoberfläche. Der positive Einfluss der Einspritzgeschwindigkeit auf den Oberflächenwiderstand lässt sich auf entstandene Inhomogenitäten des Leitrußes in der polymeren Matrix zurückführen (vgl. Kap. 4.2). Eine hohe Rauheit verstärkt die negative Wirkung auf die Leitfähigkeit der Substratplatte noch zusätzlich.

In ähnlicher Vorgehensweise wurden für das Spritzgießen der Mikrostrukturen Versuche durchgeführt und ausgewertet. Als entscheidende Qualitätsmerkmale wurden die Abformgenauigkeit und die Spaltbildung zwischen beiden Komponenten ausgewählt. Die Untersuchungen fanden wiederum unter Variation der Einspritzgeschwindigkeit, der Massetemperatur, der Werkzeugtemperatur und des Nachdruckes mit den in Tabelle 4.3 wiedergegebenen Parametern statt.

Tabelle 4.3: Teilfaktorieller 2^{4-1} Versuchsplan für das Spritzgießen der Mikrostrukturen

Spritzgießparameter	Minimum Stufe -1	Zentralpunkt Stufe 0	Maximum Stufe 1	Einheit
Einspritzgeschwindigkeit	50	100	150	[mm/s]
Massetemperatur	190	200	210	[°C]
Werkzeugtemperatur	90	100	110	[°C]
Nachdruck	400	500	600	[bar]

Als entscheidender Prozessparameter für die Spaltgröße hat sich die Massetemperatur herausgestellt. Neben einer hohen Massetemperatur sind eine hohe Einspritzgeschwindigkeit und eine hohe Werkzeugtemperatur förderlich für eine geringe Spaltbreite. Die Schmelze ist unter diesen Umständen niedrigviskoser, woraus eine bessere Kantenschärfe und Verbundfestigkeit resultieren. Außerdem ist bei hohen Werkzeugtemperaturen ein niedrigerer Schrumpf zu erwarten, da der Nachdruck länger den Volumenschrumpf kompensieren kann. Ein Abheben der nichtleitenden Komponente von der Substratplatte aufgrund von Hebelwirkungen, hervorgerufen durch Aufschrumpfen des POM im Durchbruchbereich auf die Substratplatte, fällt somit geringer aus. Wie auch schon bei der Untersuchung des Spritzgießens der Substratplatte beobachtet, bewirkt eine hohe Werkzeugtemperatur eine bessere Abformung.

Es konnten optimale Prozesspunkte für das Spritzgießen der Substratplatte und der Mikrostrukturen ermittelt werden, an denen zufriedenstellende Ergebnisse bezüglich der Eigenschaften Abformgenauigkeit, Oberflächenwiderstand, Rauheit und Spaltbildung erzielt werden (Tab. 4.4).

Tabelle 4.4: Spritzgießparameter nach Prozessoptimierung

	Erste Komponente (perforierte u. leitfähige Substratplatte)	Zweite Komponente (isolierende Mikrostrukturen)
Untersuchte Merkmale:	<ul style="list-style-type: none"> • Abformgenauigkeit • Oberflächenwiderstand • Rauheit R_a 	<ul style="list-style-type: none"> • Abformgenauigkeit • Spaltbildung
Resultierende Parameter:		
Massetemperatur	236 °C	191 °C
Einspritzgeschwindigkeit	31 mm/s	106 mm/s
Werkzeugtemperatur	92 °C	110 °C
Nachdruck	1036,5 bar	400 bar

4.3.6 Charakterisierung der Mikrobauteile

Die Rauheit auf den Flanken der Mikrozahnräder aus Nickel, die aus der galvanischen Abscheidung an der Strukturwand der Kunststoffformen resultiert, beträgt $R_a = 0,2 \mu\text{m}$ und entspricht in etwa den Werten an den abgeschliffenen Stirnseiten der Zahnräder.

Metallographische Untersuchungen der galvanisch abgeschiedenen Nickelschichten zeigen das verfahrenstypische, dendritische Wachstum im Gefüge (Bild 4.11). Des Weiteren sind in der galvanischen Abscheidung keine Lunker bzw. „gotische Kirchenfenster“ zu beobachten und es liegt ein gleichmäßiges Aufwachsen vor.

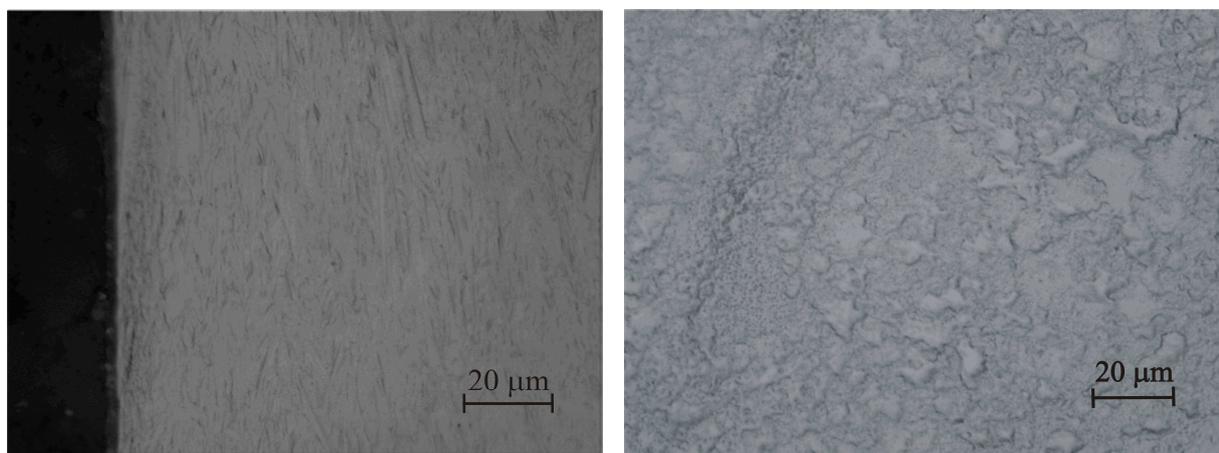


Bild 4.11: Dendritische Gefügestruktur des galvanisch abgeschiedenen Nickel, links: Seitenansicht, rechts: Draufsicht auf die Schliiffprobe

Härtemessungen an eingebetteten Mikrozahnrädern durch die Kleinlasthärteprüfung nach Vickers (DIN 50133) ergaben Werte um HV 210. Die Härte von galvanogeformtem Nickel nimmt mit zunehmender Stromdichte ab. Für vergleichbare Stromdichten werden in der Literatur für Nickelsulfamatschichten Werte um HV 260 angegeben (Bild 4.12) [131]. Durch weitere Optimierungen der Galvanoformung lassen sich diese Abweichungen noch verringern.

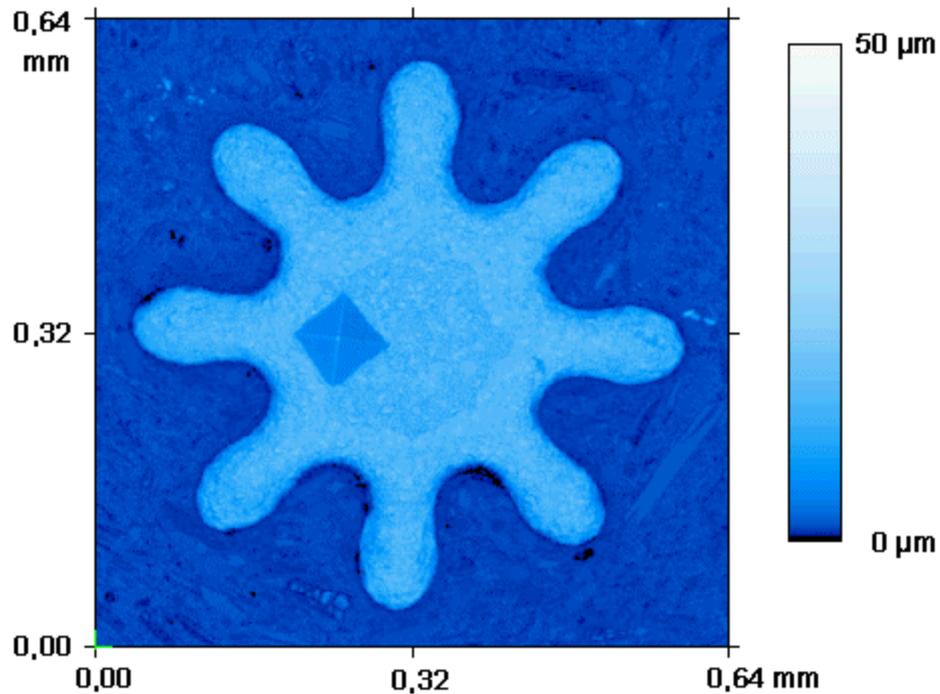


Bild 4.12: Oberflächenanalyse der Zahnradstirnseite mit Abdruck einer Härteprüfung nach Vickers

4.3.7 Zusammenfassung der Vorversuche zur galvanischen Replikation

Mittels der durchgeführten Voruntersuchungen konnte gezeigt werden, dass die entwickelte Prozesskette zur Galvanoformung von einzelnen Mikrobauanteilen auf durch Einlegespritzgießen erzeugten, verlorenen Kunststoffformen vielversprechende Resultate liefert. Die einzelnen Prozessschritte wurden untersucht und anhand eines statistischen Versuchsplanes konnten erste Verbesserungen vorgenommen werden. Separierte Mikrozahnräder weisen zufriedenstellende Bauteileigenschaften auf.

Als ein kritisches Problem hat sich die Gratbildung im Spalt zwischen den beiden Kunststoffkomponenten herausgestellt. Es entsteht zusätzlicher Aufwand, um die Bauteile zu

entformen und die Stirnseite abzuschleifen. Scharfe, rechtwinkelige Kanten nach der Galvanoformung sind für die Serientauglichkeit des Prozesses unerlässlich.

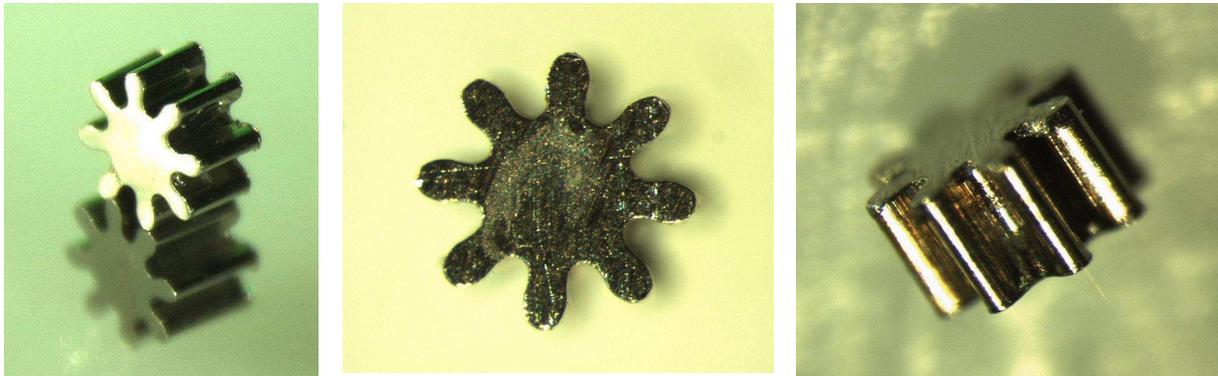


Bild 4.13: Ansichten von vereinzelt Zahnradern (Kopfkreisdurchmesser 550 μm)

Es hat sich herausgestellt, dass bei größeren Durchbruchdurchmessern eine geringere Gratbildung auftritt. Dieses kann auf die größeren mechanischen Kräfte hervorgerufen durch Aufschrumpfen der nichtleitenden Strukturen auf die Substratplatten zurückgeführt werden. Außerdem verursachen großflächige Durchbrüche geringere Strömungsverluste beim Füllen der Kavität, wodurch die Mikrostrukturen besser abgeformt werden. Während des Spritzgießens kann der Nachdruck länger in den Mikrostrukturen wirken, da großflächigere Durchbrüche langsamer erkalten. Eine spezielle Auslegung der Durchbruchgeometrie, angepasst auf die Position und Größe der Mikrostrukturen, erscheint sinnvoll.

Ein weiteres Problem stellt die ungleichmäßige Druckverteilung auf Vorder- und Rückseite der Substratplatte dar. Durch den hohen Anpressdruck an den mikrostrukturierten Formeinsatz wird dieser in die Substratplatte geprägt und es bleiben teils plastische Verformungen der Substratplatte zurück. Elastische Verformungen könnten eine weitere Ursache für die Spaltbildung sein.

Es konnte gezeigt werden, dass die Erzeugung kleiner Durchbrüche bis zu Durchmessern von 60 μm möglich ist. Daher erscheinen auch freistehende isolierende Strukturen in ähnlicher Größenordnung herstellbar. Im Falle der Zahnradern wäre eine Durchgangsbohrung für eine Achse erstrebenswert.

Unkritisch für die Abbildungsgenauigkeit sind Bindenähte, die beim Spritzgießen der nichtleitenden Komponente entstehen. Es konnten keine Abbildungen der Bindenähte auf den galvanogeformten Strukturwänden ausgemacht werden.

Für das weitere Vorgehen wurde angestrebt, das Einlegespritzgießen durch das Mehrkomponenten-Spritzgießen zu ersetzen. Die aus den Vorversuchen gewonnenen Erkenntnisse sollen hierbei in das Werkzeugkonzept einfließen. Des Weiteren ergeben sich verfahrenstechnische Vorteile, die im Folgenden diskutiert werden.

4.4 Konzept und Entwurf des Zweikomponenten-Werkzeuges

Im Gegensatz zum Einlegespritzgießen wird beim Zweikomponenten-Spritzgießen angestrebt, die verlorene Kunststoffform in einem Verarbeitungsschritt herzustellen. Diese Prozessintegration unterstreicht die Serientauglichkeit des Verfahrens und zusätzlich entstehen verarbeitungstechnische Vorteile.

Spritzgießtechnisch kann die Umspritzung der Substratplatte als Overmoulding mit schleppender Verbindung eingeordnet werden (vgl. Kap. 3.3), welches eine gute Verbundfestigkeit erwarten lässt. Des Weiteren kann davon ausgegangen werden, dass die Substratplatte noch eine Restwärme enthält. Dieses ist nicht nur der Interdiffusion an der Grenzfläche und damit für die Verbundfestigkeit der beiden Komponenten förderlich, sondern bewirkt auch ein langsames Erstarren der zweiten Komponente. Hierdurch kann ein längerer Nachdruck aufgebracht werden, was wiederum eine geringere Schwindung und eine bessere Formfüllung zur Folge hat.

Die Formgebung der zu verarbeitenden Komponenten wird in zwei räumlich getrennten Kavitäten vorgenommen. Für den Positionswechsel des Vorspritzlings ist ein Umsetzvorgang erforderlich. Eine Neupositionierung wie beim Einlegespritzgießen entfällt, wodurch engere Toleranzen zwischen den beiden Komponenten eingehalten werden.

Für die Versuche zum Zweikomponenten-Spritzgießen wurde ein Konzept für ein Spritzgießwerkzeug ausgearbeitet und die vom Werkzeugbauer einzuhaltenden Vorgaben wurden spezifiziert. Nach der Ausarbeitung des Werkzeugdesigns und der Auslegung der Formeinsatzgeometrien erfolgte die Fertigung beim Werkzeugbauer. Im Gegensatz zu den Vorversuchen konnte somit die Geometrie der verlorenen Formen neu konzipiert werden.

4.4.1 Bauteildesign

Um zukünftig eventuell auch LIGA-Formeinsätze replizieren zu können, wurde an der für die Galvanoformung zur Verfügung stehenden mikrostrukturierbaren Fläche von 26 mm x 66 mm festgehalten. Das geplante Bauteildesign ist in folgendem Bild ersichtlich:

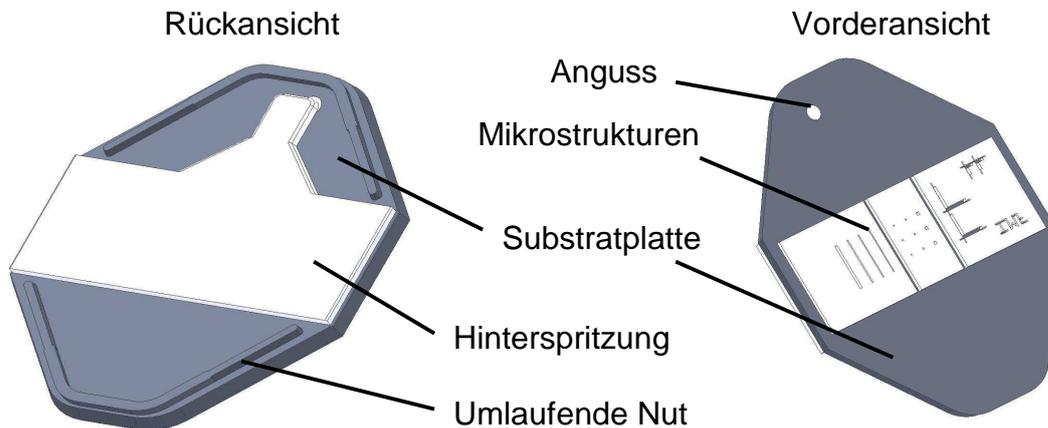


Bild 4.14: Design der verlorenen 2K-Form

Kunststoffe neigen nach der Formgebung zur Schwindung. Die Kurzzeitschwindung (< 20 s) hat dabei den größten Anteil. Vorteilhaft erweist sich, dass dickwandige Bauteile eine geringere Kurzzeitschwindung kennzeichnet [91]. Für die Substratplatte bedeutet die Schwindung eine Verschiebung der Durchbrüche in Richtung der Plattenmitte. Um diesen Effekt zu verringern, wurde innerhalb der Kavität für die Substratplatte in die Indexplatte eine umlaufende Nut eingebracht, so dass am Substratplattenrand ein Steg entsteht. Hierdurch wird die freie Schwindung verhindert und das Bauteil gleichzeitig auf der Indexplatte fixiert. Jedoch bleibt zu berücksichtigen, dass auch ein elastischer Schwindungsanteil in der Substratplatte vorliegt und nach dem Entformen eine deutliche Schwindung auftritt.

Zur Festlegung der Dicke der Substratplatte wurde eine Simulationsreihe unter Variation der Dicke durchgeführt. Bestandteile der Simulation war die Formfüllung, der aufgebrachte Nachdruck, die Materialerstarrung und der dem Entformen nachfolgende Verzug. Folglich werden Einflüsse des Spritzgießvorganges wie zum Beispiel Orientierungen der Polymerketten bei der Verzugsanalyse berücksichtigt. Rechnerisch ergibt sich die freie Schwindung aus der Summe seiner ursächlichen physikalischen Effekte. Diese sind die volumetrische Schwindung durch Abkühlung und Entspannung, die

Kristallisationsschwindung und die Änderung im Schwindungsverhalten aufgrund von Anisotropien, abzüglich der Ausdehnung des Werkzeugstahles bei der Temperierung.

$$S = S_{\text{vol/pvT}} + S_{\text{kristall}} + S_{\text{ori}} - S_{\text{Wzg}} \quad (\text{Gl. 4.2})$$

Die Simulation ergibt, dass bis zu einer Bauteildicke von 3 mm eine maximale Schwindung von 1,8 % zu erwarten ist. Die freie Schwindung kann Durchbrüche, die an den Enden der Substratplatte platziert sind, bis zu 0,9 mm verschieben. Eine Halbierung bzw. Verdoppelung der Bauteildicke bewirkt nur eine geringfügige Verbesserung. Erst ab Bauteildicken von kleiner einem Millimeter sind merkliche Verringerungen in der Schwindung anzunehmen.

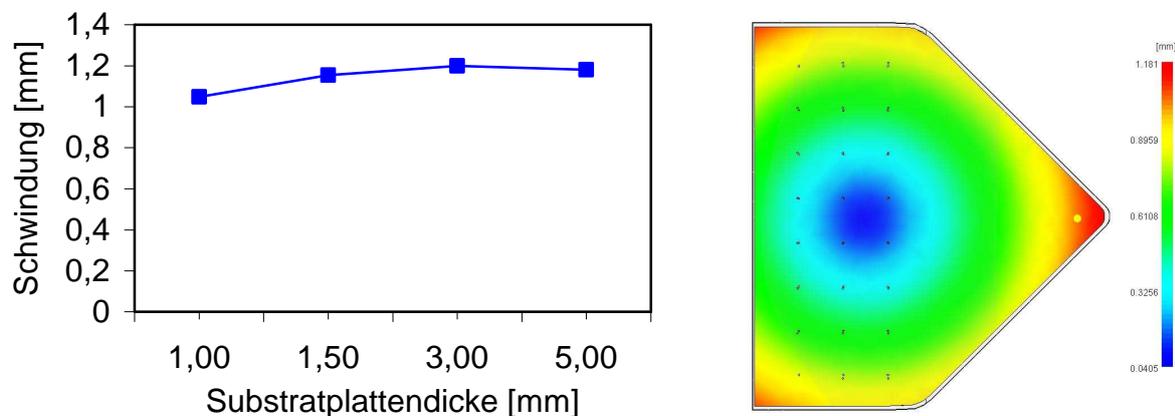


Bild 4.15: Links: Abhängigkeit der Schwindung in Längsrichtung von der Formteildicke, rechts: Verzug über der Substratplattenoberfläche bei einer Dicke von 3 mm

Da die Substratplatte beim Hinter- und Durchspritzen eine gewisse Stabilität gegen Deformationen über der strukturierbaren Fläche aufweisen muss, sind Substratplatten von mindestens ähnlicher Dicke wie bei den Vorversuchen zu wählen. Folglich wurde für die erste Kavität eine Tiefe von 3 mm festgelegt. Um dieses Maß müssen auf der Gegenseite die Pyramidenstümpfe hervorragen.

4.4.2 Formeinsatzdesign

Als Testformeinsatz wurden die in Bild 4.16 wiedergegebenen Strukturen ausgewählt. Die Strukturhöhe des düsenseitig zu montierenden Formeinsatzes aus Messing beträgt einheitlich 0,8 mm bei Strukturbreiten von 50 bis 500 μm , so dass ein maximales Aspektverhältnis von 16 realisiert wird.

Damit die schmalen Strukturdetails beim Spritzgießen nicht beschädigt werden, wurden die Durchbrüche in der Substratplatte gezielt so gewählt, dass die Schmelze möglichst gleichzeitig die Strukturen beidseitig umgibt oder sich der Schmelzestrom in Stegrichtung ausbreitet. Zur Vorhersage der Kräfte, die von der Schmelze auf die Strukturen ausgeübt werden, wurden die lokalen Strömungsdrücke innerhalb einer Füllsimulation berechnet.

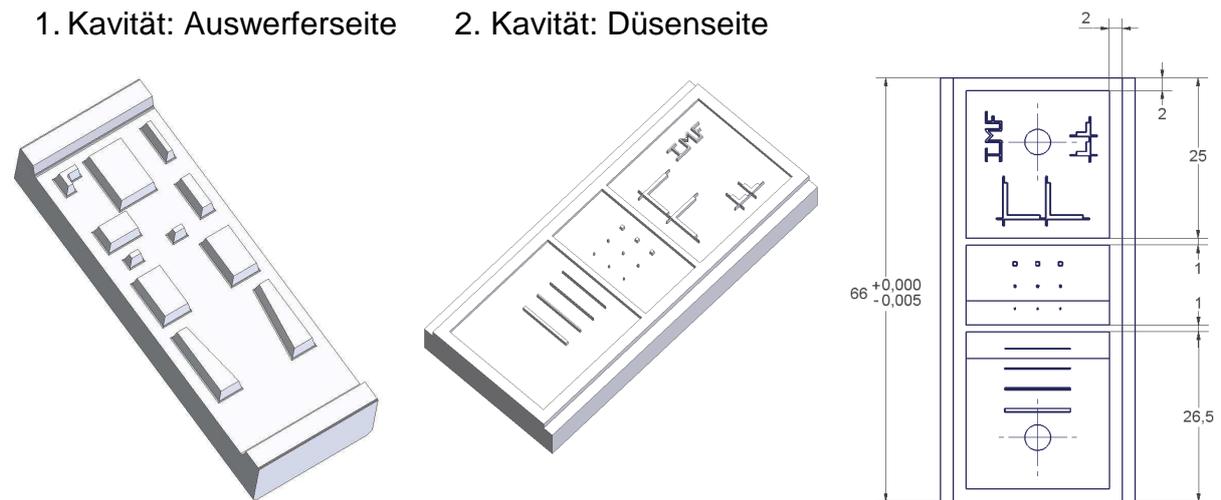


Bild 4.16: Formeinsätze für das 2K-Indexplatten-Werkzeug

Während des Spritzgießens der zweiten Komponente befindet sich der Vorspritzling in der Kavität und wird umspritzt. In den Bereichen, in denen die Formmasse über den Vorspritzling strömt, liegen geringere Wärmeübergänge im Vergleich zu denen der übrigen Kavitätswände vor. Des Weiteren beinhaltet der Vorspritzling Restwärme, da er nach der Formgebung noch nicht ganz erkaltet ist. Folglich sind die Materialeigenschaften des Vorspritzlings bei der Simulation zu berücksichtigen. Innerhalb des Simulationsprogramms MOLDFLOW ist es mit Hilfe von sogenannten Inserts möglich, Werkzeugbereichen separate Eigenschaften wie zum Beispiel für die Temperatur bzw. den Wärmeübergangskoeffizienten zuzuweisen.

Bei Simulationen unter Berücksichtigung der Substratplatte konnte im Vergleich zu Simulationen ohne Berücksichtigung des Vorspritzlings durch einen Insert festgestellt werden, dass ein geringfügig geringerer Druckbedarf zum Füllen der Kavität erforderlich ist. Dennoch fällt die Vereinfachung der Formfüllung relativ gering aus. Genaue Aussagen über den Einfluss des Vorspritzlings auf den Füllvorgang konnten der Simulation nicht entnommen werden, da auch keine exakten Vorgaben über die Randbedingungen vorliegen.

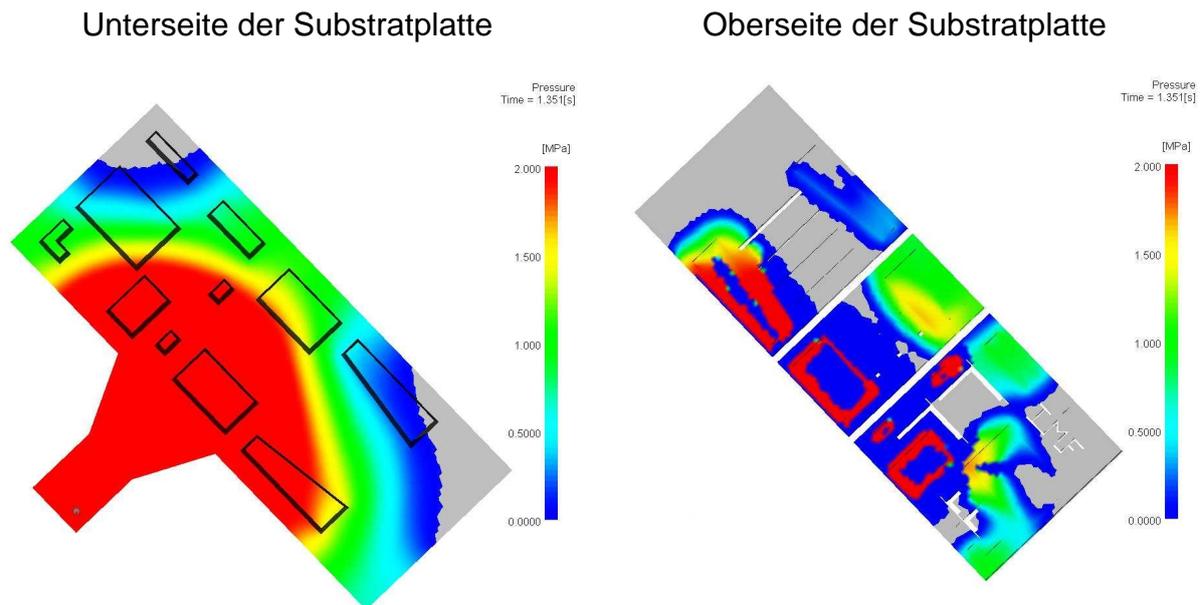


Bild 4.17: Optimierung des Anpressdruckes beim Hinterspritzen der Substratplatte durch die Wahl der Position und Geometrie der Durchbrüche

Die Verteilung und die Festlegung der Geometrie der Pyramidenstümpfe erfolgt nach der Fließsimulation, so dass möglichst geringe Kräfte auf die im Falle hoher Aspektverhältnisse gegen Biegung empfindlichen Mikrostrukturen wirken.

Weiteres Ziel der Auslegung der Durchbrüche ist es, diese ausreichend groß zu gestalten, damit die Strömungsverluste über der Substratplattendicke möglichst gering und die Kräfte auf der Ober- und Unterseite der Substratplatte möglichst gleich sind. Hierdurch soll ein Aufprägen der Substratplatte auf die Mikrostrukturen, wie es in den Vorversuchen beobachtet wurde, vermieden werden.

4.4.3 Positionierung der Formeinsätze

Bei der Festlegung der Positionen der Formeinsätze im Spritzgießwerkzeug kommt den fragilen Mikrostrukturen die höchste Priorität zu. Die Mikrostrukturen sind in der zweiten Kavität im Spritzgießwerkzeug düsenseitig einzuplanen, um den verlangsamen Öffnungshub der Spritzgießmaschine für eine behutsame Entformung zu nutzen. Anschließend ist die Bauteilrückseite zu entformen und die Bauteile kontrolliert von der Auswerferseite zu entnehmen. Die Verteilerstruktur zur Hinterspritzung der Substratplatte ist dem mikrostrukturierten Formeinsatz gegenüber anzubringen (Bild 4.18).

In der ersten Kavität wird die Substratplatte spritzgegossen, wobei die Pyramidenstümpfe auf Seiten der Verteilerstruktur zu errichten sind. Der Polyimid-Formeinsatz, auf dem Pyramidenstumpfstrukturen abtouchiert werden, ist demnach gegenüber d.h. düsenseitig einzubauen.

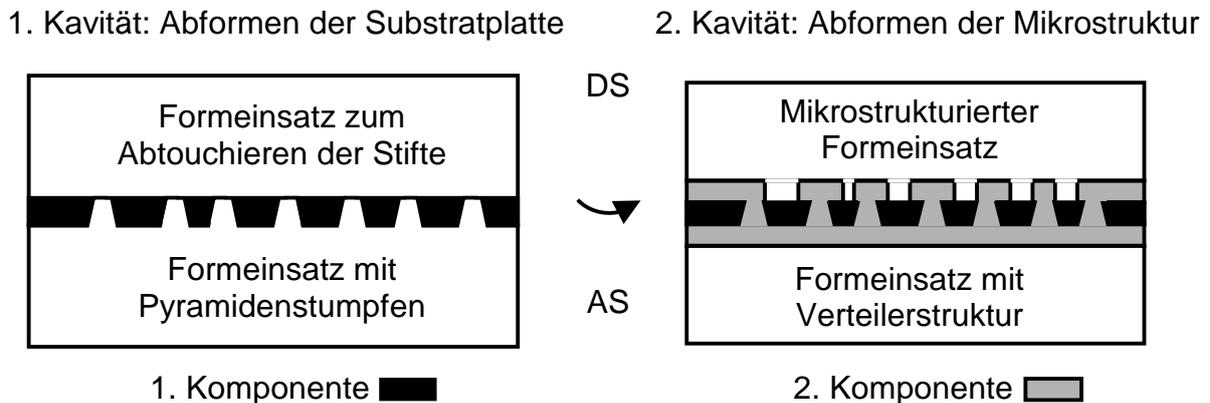


Bild 4.18: Festlegung der Formeinsätze

Beim Spritzgießen der zweiten Komponente ist eine Schmelzeumlenkung von der Düsenseite in die Auswerferseite zur Hinterspritzung der Substratplatte vorzusehen. Hierfür ist ein weiterer Durchbruch in Angushöhe abseits der Mikrostrukturen eingeplant (vgl. Bild 4.14).

4.4.4 2K-Spritzgießwerkzeug

Für die Herstellung der verlorenen Kunststoffformen war ähnlich dem in Kapitel 3 beschriebenen ein 1+1-fach 2K-Spritzgießwerkzeug neu zu konzipieren. Für die Aufnahme der oben beschriebenen Formeinsätze und der aufgezeichneten Bauteilgeometrie sind folgende Überlegungen in den peripheren Werkzeugaufbau eingeflossen.

Es wurde der Aufbau eines Indexplatten-Werkzeuges gewählt, da sich dieser durch eine große Designfreiheit auszeichnet [132]. Bei solch einem Drei-Platten-Werkzeug befindet sich zwischen den zwei Basiswerkzeughälften eine um die zentrale Achse rotierende Mittelplatte. Die um 180° drehbare Indexplatte bildet den umfassenden Rand der Kavität, so dass jeweils Vorder- und Rückseite des Vorspritzlings von unterschiedlichen Strukturen in den Basiswerkzeughälften umschlossen werden. Der Antrieb der Rotationsachse erfolgt über eine auswerferseitige, zentrale Zahnstange, die wiederum über einen hydraulischen Kernzug betätigt wird. Während des Umsetzungsvorganges wird der Vorspritzling über den randnahen,

umlaufenden Steg gegen Herabfallen gehalten. Die elastische Schwindung und die in die Nut eingearbeiteten Hinterschnitte sorgen für eine ausreichende Haltekraft.

Um die Formmassen durch das Spritzgießwerkzeug in die beiden Kavitäten zu führen, wurden Heißkanalverteiler von den Spritzaggregaten bis zu den Anspritzpunkten der beiden Komponenten verlegt. Das Heißkanalsystem ist für die zu verspritzenden Formmassen sowohl thermisch als auch unter Berücksichtigung des Durchflusses ausgelegt. Die Heißkanäle mit pneumatischen Nadelverschlussdüsen bewirken ein Verschließen des Verteilersystems nachdem die Nachdruckphase abgeschlossen ist. Somit werden ein großer Anschnittquerschnitt und eine schonende Verarbeitung der Materialien mit geringem Druckverlust realisiert [55].

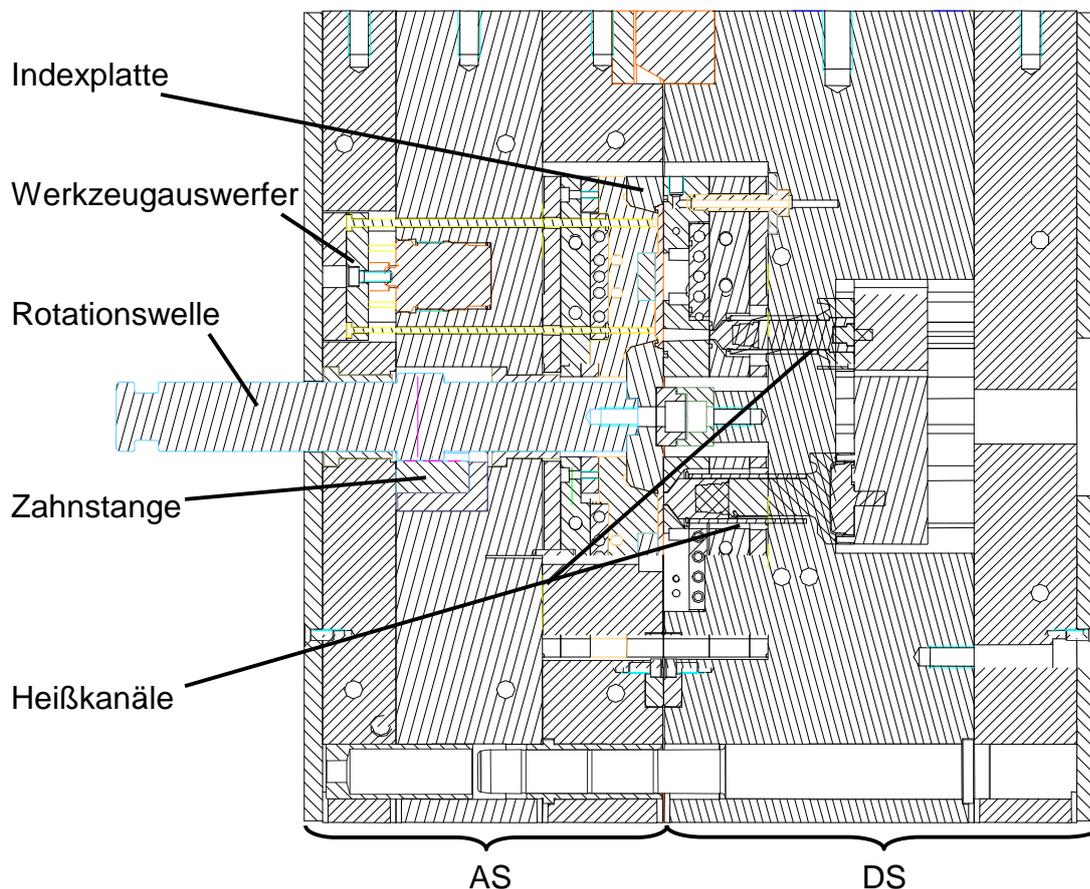


Bild 4.19: Querschnitt des Indexplatten-Werkzeuges für die galvanische Replikation

Zur Erleichterung der Entnahme der Fertigspritzlinge ist die zweite Kavität in der oberen Werkzeughälfte angebracht. Hierdurch verkürzt sich der Verfahrensweg des Handlingsystems, das von oben in das Werkzeug eingreift und das Bauteil nach dem Entformen am

Angussstumpf übernimmt. Unterstützt wird die Entformung von einem hydraulischen Werkzeugauswerfer. Die Auswerfer stoßen nahe der umlaufenden Nut auf das Formteil, hierdurch verbleibt die zentrale Bauteilfläche mit geringeren relativen, schwindungsbedingten Verschiebungen für die Strukturierung.

Als Werkzeugstahl wurde 1.2083 (X 42 Cr 13) mit einer Rockwellhärte in Höhe von HRC52 verwendet.

Die Heizelemente für die variotherme Werkzeugtemperierung sind direkt unter den wechselbaren Formeinsätzen beider Kavitäten untergebracht (vgl. Bild 4.19). Somit kann eine lokale Temperaturerhöhung in den Formeinsätzen mit Gradienten bis zur konstanten Grundtemperatur in den äußeren Werkzeugbereichen erzeugt werden.

Aufgrund der unterschiedlichen Verarbeitungstemperaturen sind die den Prozessstufen zugeordneten Werkzeughälften thermisch voneinander getrennt.

Die geplante Größe der Substratplatten und die Ausbreitung der Formmasse in der Kavität entlang der Trennebene machen eine Evakuierung der ersten Kavität überflüssig. Verbleibende Luft kann über die Trennebene entweichen. Hingegen ist eine allseitige Abdichtung der zweiten Kavität unumgänglich. Bei den Mikrostrukturen handelt es sich um Sacklöcher, die erst gegen Ende des Spritzgießvorganges gefüllt werden. Damit keine Lufteinschlüsse entstehen, ist die zweite Kavität zu evakuieren.

Die Zentrierung der Werkzeughälften über die Führungsbolzen und Zentrierstücke ist für das Mikrospritzgießen nicht ausreichend. Zur exakten Positionierung der Formeinsätze zueinander ist außerdem eine passive Zentrierung der Werkzeughälften durch (vgl. Bild 4.20) konische Fangelemente und auswerferseitig schwimmend gelagerte Formeinsatzhalteplatten vorgesehen. Die Form- wie auch die Aufspannplatten sind mit umlaufenden Kühlkanälen versehen.

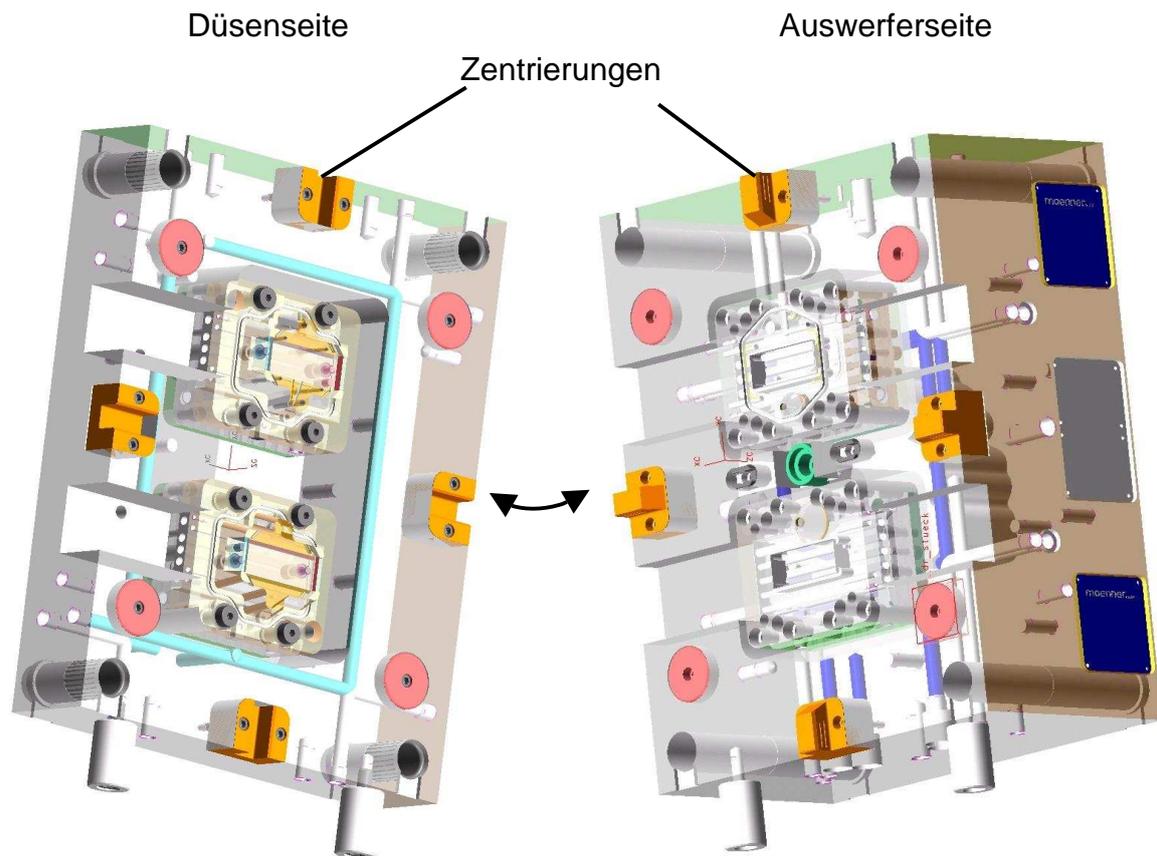


Bild 4.20: 3D-Konstruktionszeichnung des Indexplatten-Werkzeuges

Alle Werkzeugbewegungen werden mittels Endschalter überwacht, und die Signale werden an die Steuerung der Spritzgießmaschine geleitet. Ebenso erfolgt die Regelung der Heizzonen über die zentrale Steuerung. Für den gesamten Prozessablauf wurde ein Sonderprogramm nach den in Kap. 4.4.5 beschriebenen Vorgaben von Seiten der Firma Ferromatik geschrieben, welches für den Betrieb des 2K-Spritzgießwerkzeuges in die Steuerung der Spritzgießmaschine einzulesen ist. Die Justierung der Endpositionen für die Drehbewegung erfolgt über einstellbare Anschläge. Eine fortlaufende Drehung der Indexplatte ist nicht möglich, da die Verfahrwege der Zahnstange und des Hydraulikzylinders begrenzt sind. Die Rotation erfolgt nur um 180° mit wechselseitigem Drehsinn.

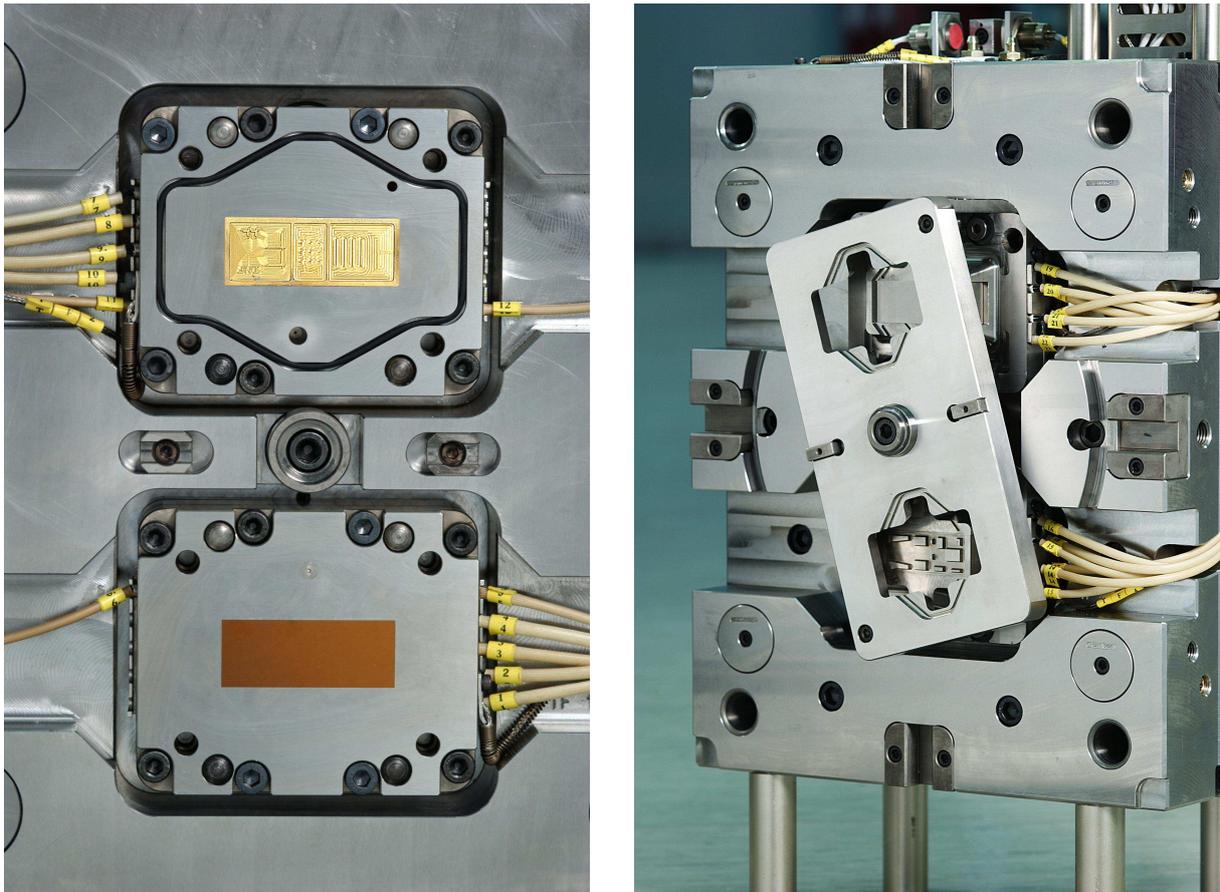


Bild 4.21: Aufsichten auf die beiden Werkzeughälften des 2K-Spritzgießwerkzeuges

4.4.5 Prozessablauf des 2K-Spritzgießens für die galvanische Replikation

Die Integration der Funktionen des 2K-Spritzgießwerkzeuges in den Prozessablauf erfordert einen gegenüber dem üblichen 2K-Spritzguss modifizierten Prozessablauf. Neben der Besonderheit der Indexplatte und der damit notwendigen Drehbewegung sind die Evakuierung der zweiten Kavität und die variotherme Werkzeugtemperierung beider Kavitäten mit einzuplanen.

Die Evakuierung erfolgt im Gegensatz zum in Kapitel 3.6 beschriebenen Prozessablauf über einen Evakuierespalt. Hierzu ist der Schließvorgang der Spritzgießmaschine zu unterbrechen. Vor dem kompletten Schließen des Spritzgießwerkzeuges wird auf einen Spalt von beispielsweise 0,1 mm zugefahren, so dass der umlaufende Dichtring auf der gegenüber liegenden Werkzeughälfte abdichtet. Dieser Zustand wird solange gehalten, bis das eingestellte Vakuum erreicht ist. Erst danach kann die Schließkraft aufgebaut und das Spritzgießwerkzeug verriegelt werden.

Die schon vor dem Zyklusstart begonnene variotherme Heizphase dauert bis zum Erreichen der gewünschten Solltemperatur und endet direkt nach der erfolgten Einspritzung der Formmassen. Prinzipiell können die beiden Komponenten gleichzeitig eingespritzt werden, da die beiden Kavitäten räumlich voneinander getrennt sind. Daraufhin wird auf Nachdruck umgeschaltet und im Anschluss wieder aufdosiert.

Die Werkzeugbewegungen erfolgen in der Reihenfolge Werkzeug öffnen, Entformen und Drehen der Indexplatte, so dass der neu erzeugte Vorspritzling in die zweite Kavität umgesetzt wird. Der detaillierte Zyklusablauf ist in Bild 4.22 wiedergegeben.

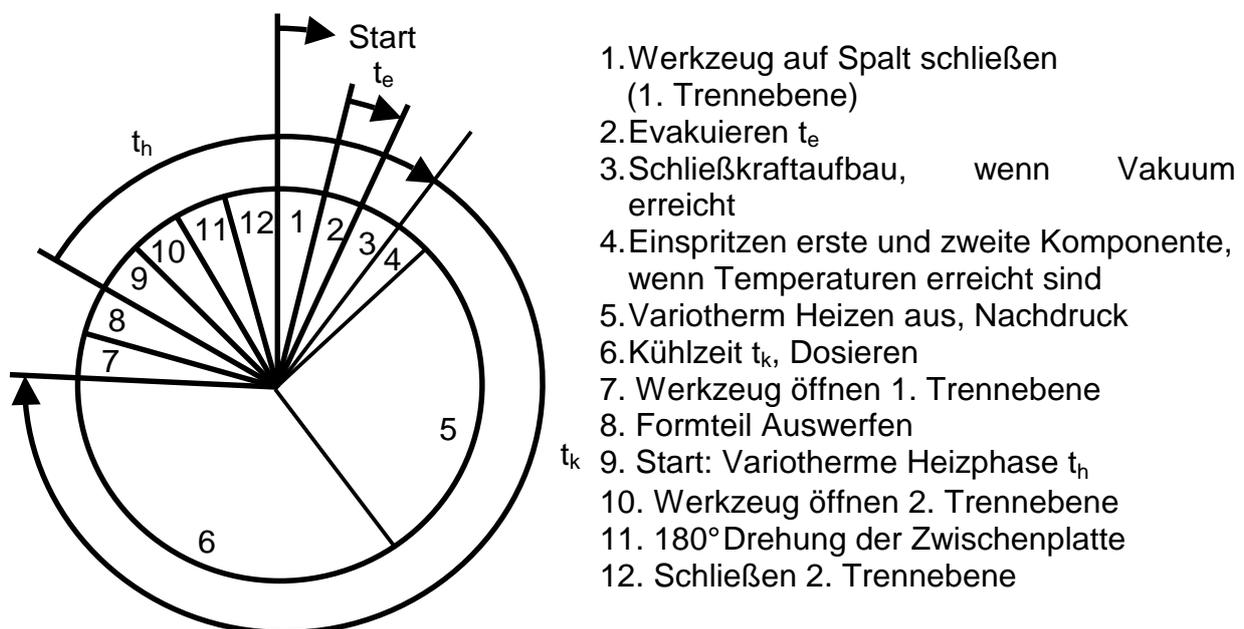


Bild 4.22: Zyklusverlauf des 2K-TIM der galvanischen Replikation

4.5 Spritzgießen von verlorenen 2K-Formen

Es konnte nach der abgeschlossenen Inbetriebnahme der Sondersteuerung und des Spritzgießwerkzeuges ein vollautomatischer Spritzgießprozess gefahren werden. Mit Hilfe des an der Spritzgießmaschine installierten Handlingsystems konnten die Formteile entnommen und auf einem Fließband abgelegt werden. Die benötigten Zykluszeiten für den gesamten 2K-Spritzgießprozess betragen zwischen einer und drei Minuten in Abhängigkeit von der Temperaturdifferenz, die bei der variothermen Werkzeugtemperierung überwunden werden muss. Für eine schonende und präzise Abformung wurde die variotherme

Werkzeugtemperierung gewählt. Füllstudien zeigen einen der Fließsimulation entsprechenden Verlauf des Spritzgießvorganges.

Die Spritzgießversuche ergaben, dass unter Verwendung der gleichen Materialpaarung wie in den Vorversuchen (PA12-C + POM) zwar Verkleinerungen der Grate erzielt werden, diese jedoch nicht endgültig beseitigt werden können. Durch den Wechsel der zweiten isolierenden Komponente zu einem haftungskompatiblen PA12 ist dieses hingegen gelungen. Mit zunehmend festem Verbund wird die rußgefüllte Substratplatte durch die nichtleitende und opake Kunststoffschicht sichtbar. Bereiche schlechter Haftung verbleiben im Gegensatz dazu weiß (vgl. Bild 4.23).

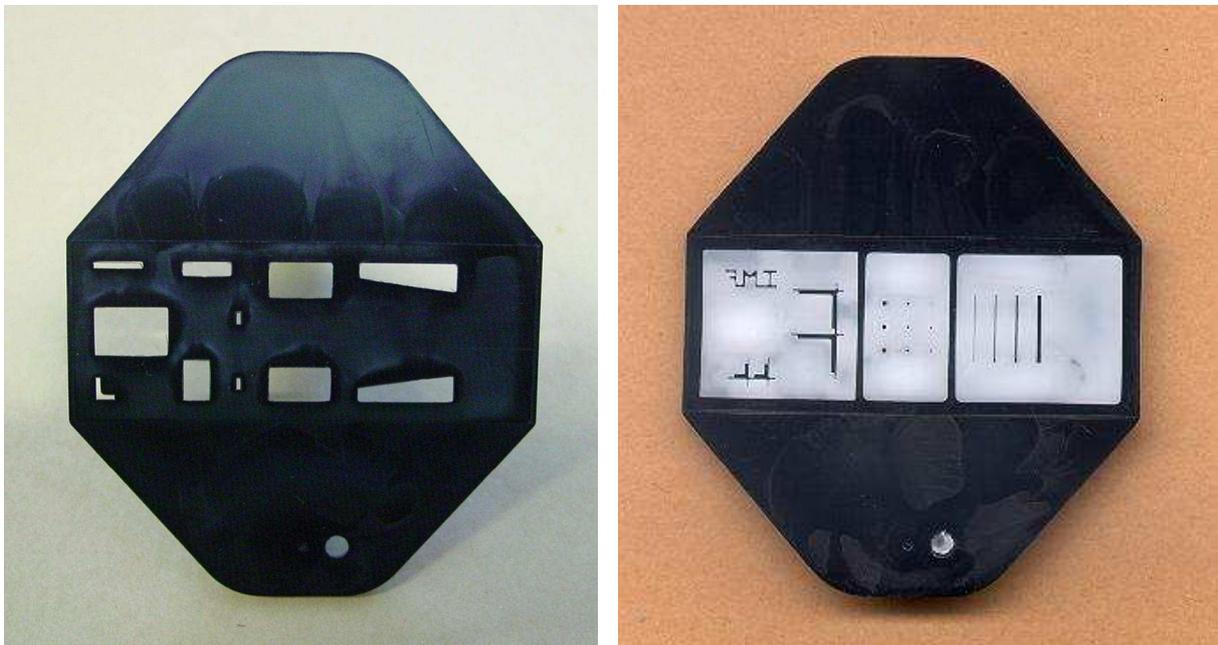


Bild 4.23: Substratplatte ohne und mit Hinterspritzung, Material: PA12-C (schwarz) und PA12 (weiß)

Im Vergleich zu den Ergebnissen der Vorversuche (Kap. 4.3) weisen die Oberflächenwiderstände der Substratplatten niedrigere Werte auf. Ebenfalls mit der Vier-Spitzen-Methode durchgeführte Messungen ergaben Werte zwischen 40 und 100 Ω . Es ist zu vermuten, dass die Verbesserung auf die größere Dicke der Substratplatte und die damit geringeren Scherraten beim Spritzgießen zurückgeführt werden kann.

4.6 Galvanoformung der Mikrostrukturen

Die Galvanoformung wurde für die 2K-Substratplatten unter den gleichen Bedingungen wie bei den Vorversuchen durchgeführt. Durch ein vorzeitiges Beenden der Galvanoformung, bevor die Abscheidung die Kunststoff-Mikrostrukturen überragt, kann auf eine Bearbeitung der einzelnen Mikrobauteile verzichtet werden. Eine anschließende Entformung beispielsweise durch chemisches Lösen der nichtleitenden Komponente legt die Mikroteile frei.

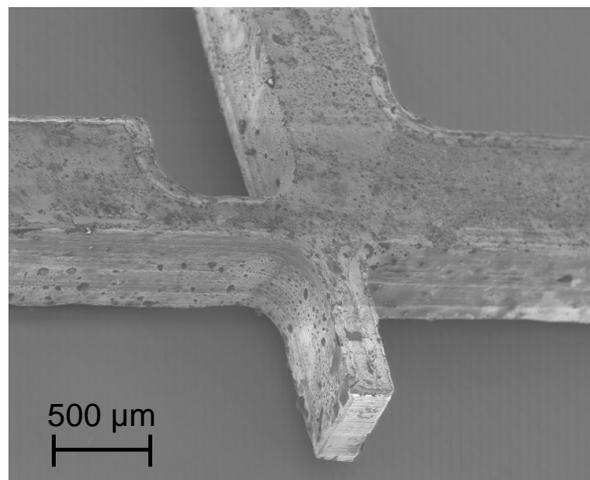


Bild 4.24: Galvanogeformte Mikrostrukturen aus Nickel, kleinste Strukturbreite 100 µm, Strukturhöhe 800 µm

Auf der Unterseite der Strukturen sind keine Grate entstanden. Ein guter Verbund zwischen der leitfähigen und der nichtleitfähigen Komponente kann somit angenommen werden. Die Nachbearbeitung auf der Unterseite der Mikrostrukturen entfällt somit. Die Rechtwinkeligkeit ist durch die verlorene Form vorgegeben. Die Stirnflächen in Wachstumsrichtung besitzen die für das freie Aufwachsen typische knospenartige Topologie. Die Oberflächengüte ist im Bedarfsfall durch Schleifen zu verbessern.

Zur Maßhaltigkeit der galvanischen Replikation wurden erste Untersuchungen vorgenommen. Für die Messung wurden die Stege der Versuchsstrukturen mit einer Länge von 10,13 mm ausgewählt, da es sich hierbei um die größte, abgeformte Struktur handelt und somit geringfügige Maßabweichungen besser festgestellt werden können. Die galvanogeformten Replikat sind gegenüber den Originalstrukturen im Durchschnitt um 0,25 % mit einer Standardabweichung von 0,8 % kleiner.

4.7 Fazit und Ausblick

Das Verfahren der galvanischen Replikation wurde unter Verwendung des Zweikomponenten-Spritzgießens entwickelt. Für das vollautomatische Spritzgießen von verlorenen 2K-Formen mit Senkungen durch die nichtleitende Schicht bis hinab auf den elektrisch leitenden Grund steht die erforderliche Anlagen- und Werkzeugtechnik zur Verfügung. Die verwendete Materialkombination mit hoher Kompatibilität und mit großem Unterschied in den elektrischen Leitfähigkeiten eignet sich für die Formgebung. Durch die hohe Verbundfestigkeit zwischen isolierender und leitfähiger Komponente werden Grate an der Bauteilstirnfläche vermieden. Das derzeitige Prozessfenster lässt noch Spielraum für Optimierungen, die abgestimmt auf jede zu replizierende Mikrostruktur vorzunehmen sind.

Eine Auslegung der Formeinsatzgeometrien während der Konzeptphase mit Hilfe der Fließsimulation erscheint ratsam. Die Durchbrüche sind in den Abmaßen und bzgl. ihrer Position auf die Mikrostrukturen anzupassen. Eine gleichmäßige Verteilung der Durchbrüche dient ausgewogenen Druckverhältnissen der nichtleitenden Komponente auf beiden Seiten der Substratplatte, wodurch Deformationen derselben vermieden werden. Darüber hinaus werden durch eine geschickte Wahl der Positionen der Durchbrüche einseitige Belastungen der Mikrostrukturen minimiert. Erste Erfahrungen über die Formeinsatzauslegung liegen für weitere Miniaturisierungsschritte vor.

Für die Substratplatte ist eine ausreichende Kontaktierung des Strukturgrundes sicherzustellen, ohne die Leitfähigkeit durch kritische Scherraten herabzusetzen. Um ein gutes Startverhalten bei der Galvanoformung zu erzielen, haben sich niedrige Einspritzgeschwindigkeiten als vorteilhaft herausgestellt. Aus der geringeren Scherung resultieren geringere elektrische Widerstände und somit ein homogenes Schichtwachstum.

Das entwickelte Verfahren ermöglicht es, die sich auf einem Formeinsatz befindlichen Mikrostrukturen zu replizieren und zu Metall-Mikrobauteilen zu vereinzeln, so dass eine Vielzahl von Mikrobauteilen pro Substrat gleichzeitig gewonnen wird. Durch die Galvanoformung konnten auf den verlorenen 2K-Formen Mikrobauteile aus Nickel mit minimalen Abmessungen von 100 μm und Aspektverhältnisse von 8 bei hoher Formtreue aufgebaut werden. Des Weiteren sind Mikrozahlräder aus Nickel mit einem Kopfkreisdurchmesser von 580 μm entstanden. Die Abformgenauigkeit und die gute Oberflächen-

qualität beruhen auf den Reproduziergenauigkeiten des Kunststoffspritzgießens und der Galvanoformung.

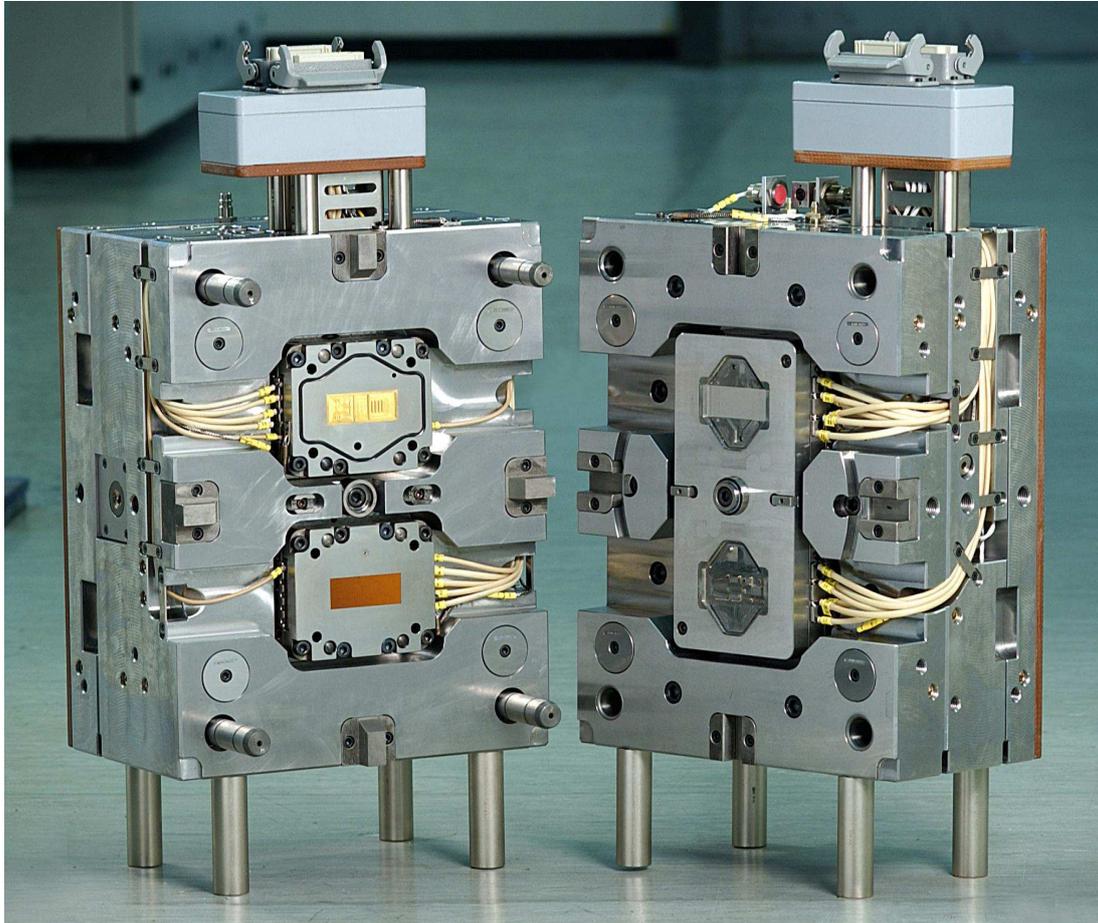


Bild 4.25: 2K-Spritzgießwerkzeug für 2K-TIM der galvanischen Replikation

Da die Schwindung der verwendeten teilkristallinen Polyamide ohne variotherme Werkzeugtemperierung bis zu 1,8 % betragen kann, lässt sich eine Verkleinerung und ein Versatz in Richtung Bauteilmitte aller Mikrostrukturen nicht vermeiden. Ein Übermaß der Mikrostrukturen bei der Konzeptionierung der Formeinsätze ist einzuplanen, um die Kunststoffschwindung zu kompensieren.

Oberstes Ziel bei der Replikation von mikrostrukturierten Formeinsätzen ist eine gute Abbildungstreue. Hierfür erscheint das Verfahren der galvanischen Replikation geeignet, da es auf Prozessschritte mit hoher Abformgenauigkeit beruht. Die Herstellung eines kompakten Formeinsatzes ist mit dem derzeitigen Design der mikrostrukturierten Formeinsätze nicht möglich. Weitere elektrisch leitfähige Bereiche zwischen den Mikrostrukturen sind

erforderlich, um ein gleichmäßiges Zusammenwachsen der Nickelschichten nach dem Überwachsen der Mikrostrukturen sicherstellen zu können. Ein möglicher Lösungsansatz ist neben den Querstegen weitere Stützstrukturen auf dem mikrostrukturierten Formeinsatz vorzusehen.

Es sind auch 2½-dimensionale Mikrostrukturen durch mehrstufige Formeinsätze denkbar. Ein hoher Aufwand für die Auslegung des Formeinsatzdesigns und an mechanischer Bearbeitung der Formeinsätze wäre erforderlich.

Neben Nickel sind auch andere metallische Werkstoffe z.B. Gold, Kupfer bzw. Nickellegierungen für die Galvanoformung in Mikrostrukturen geeignet. Dennoch ist die derzeit zur Verfügung stehende Materialpalette stark eingeschränkt. Auch die elektrophoretische Abscheidung von Keramiken auf verlorenen 2K-Formen stellt eine interessante Aufgabe für die Zukunft dar [9].

5 ABKÜRZUNGEN, FORMELZEICHEN, INDIZES

5.1 Abkürzungen

Abkürzung	Bedeutung
17-4PH	Korrosionsbeständiger Stahl
2K-	Zweikomponenten-
316L	Austenitischer Edelstahl
ANOVA	Varianzanalyse (Analysis of variance)
AO-F	Bezeichnung für Aluminiumoxid-Feedstock der BASF
AS	Auswerferseite
ATN	Aluminiumoxid Titanitrid
BET	Spezifische Oberfläche nach Brunauer, Emmett und Teller
CAD	Computer aided design
CAM	Computer aided manufacturing
CIM	Ceramic Injection Moulding, Keramikpulverspritzgießen
DS	Düsenseite
DSC	Differential Scanning Calorimetry,
DPD	Dissipative Partikeldynamik
DTA	Differential-Thermoanalyse
EDX	Energiedispersive Spektroskopie (energy-dispersive x-ray spectroscopy)
EPD	Electrophoretic Deposition, Elektrophoretische Abscheidung
Fe-CuNi	Eisen-Konstantan
F-Verhältnis	Maß für die statistische Signifikanz
GIT	Gasinnendrucktechnik
IFAM	Institut für Fertigungstechnik und Angewandte Materialforschung
IMF III	Institut für Materialforschung III

LCP	Liquid Crystal Polymer, flüssigkristallines Polymer
LIGA	<u>L</u> ithographie, <u>G</u> alvanoformung und <u>A</u> bformung
LSR	Liquid Silicon Rubber, Flüssigsiliconkautschuk
MEMS	Micro electromechanical System
MID	Moulded Interconnect Devices
MIM	Metal Injection Moulding, Metallpulverspritzgießen
MST	Mikrosystemtechnik
MVR	Volumenfließindex (melt volume-flow rate)
PA	Polyamid
PI	Polyimid
PIM	Powder Injection Moulding, Pulverspritzgießen
P-Wert	Prüfwert der Regression
POM	Polyoxymethylen
R _a	Mittenrauwert
REM	Rasterelektronenmikroskop
RT	Raumtemperatur
TIM	Thermoplastic Injection Moulding, Thermoplastspritzgießen
TPE	thermoplastische Elastomere
WIT	Wasserinnendrucktechnik
WLF-Ansatz	Ansatz nach Williams, Landel und Ferry

5.2 Indizes

Index i	Bedeutung
m	melt, oberhalb der Übergangstemperatur
s	solid, unterhalb der Übergangstemperatur

5.3 Formelzeichen

Formelzeichen	Einheit	Bedeutung
$\dot{\gamma}$	[s ⁻¹]	Scherrate
\tilde{A}	[K]	Temperaturkonstante
α	[m ²]	Viskositäts-Koeffizient
α	[cm ² /s]	Temperaturleitfähigkeit
α	[1/K]	Thermischer Ausdehnungskoeffizient
γ	[%]	Volumenanteil des Binders
φ	[%]	Massenanteil an Polymer im Binder
κ	[%]	Massenanteil an Titannitrid
η	[Pas]	Dynamische Viskosität
λ	[W/mK]	Wärmeleitfähigkeit
π	[%]	Volumenanteil an Ruß
ρ	[Ω cm]	Spezifischer elektrischer Widerstand
ρ	[g/cm ³]	Dichte
τ^*	[Pa]	Scherspannung
η_0	[Pas]	Nullviskosität
A	[mm ²]	Probenquerschnitt
A ₁	[-]	Temperaturkoeffizient
B	[Pa]	Drucksensibilität
b _{1i}	[m ³ /kg]	Spezifisches Volumen
b _{2i}	[m ³ /kgK]	Temperaturabhängiges spezifisches Volumen
b _{3i}	[Pa]	Koeffizient der Drucksensibilität
b _{4i}	[1/K]	Temperaturabhängiger Exponent der Drucksensibilität

b_5	[K]	Übergangstemperatur bei Umgebungsdruck
b_6	[K/Pa]	Koeffizient für die Druckabhängigkeit der Übergangstemperatur
b_7	[m ³ /kg]	Koeffizient der spezifischen Volumenänderung unterhalb T_{trans}
b_8	[1/K]	Temperaturabhängiger Exponent unterhalb T_{trans}
b_9	[1/Pa]	Druckabhängiger Exponent unterhalb T_{trans}
C	[-]	Universelle Konstante
c_p	[J/gK]	Spezifische Wärmekapazität
D_1	[Pas]	Nullviskosität bei Umgebungsbedingungen
D_2	[K]	Übergangstemperatur bei Umgebungsdruck
D_3	[K/Pa]	Koeffizient für die Druckabhängigkeit der Übergangstemperatur
d_{50}	[μm]	Maximaler Durchmesser von 50 % der Körner
I	[A]	Elektrischer Strom
L	[mm]	Probenlänge
n	[-]	Exponent
p	[Pa]	Druck
S	[-]	Schrumpf
T	[K]	Temperatur
T^*	[K]	Bezugstemperatur
T_{trans}	[K]	Übergangstemperatur
U	[V]	Elektrische Spannung
v	[cm ³ /g]	Spezifisches Volumen
v_0	[cm ³ /g]	Spezifisches Volumen bei Umgebungsdruck
v_t	[cm ³ /g]	Spezifische Volumenänderung unterhalb T_{trans}

6 LITERATUR

- [1] Piotter, V., Finnah, G., Örylgsson, G., Ruprecht, R., Haußelt, J.: „Herstellung von metallischen und keramischen Mikrokomponenten unter Einsatz verschiedener Varianten der Mikrospritzgießtechnik“, SKZ Fachtagung, Mikrospritzgießen, Würzburg, 12.-13. Mai 2004
- [2] Menz, W., Bacher, W., Bier, W., Hagena, O.F., Mohr, J., Seidel, D.: „Combination of LIGA with other Microstructure Technologies“, *microsystem technologies 2* (1996), Springer Verlag, pp. 162-166
- [3] Rogge, T., Rummler, Z., Schomburg, K.: „Entwicklung eines piezogetriebenen Mikroventils“, Wissenschaftlicher Bericht FZKA 6671, Forschungszentrum Karlsruhe GmbH, 2001
- [4] Piotter, V., Ruprecht, R., Haußelt, J., Holstein, N., Finnah, G., Johann, T., Schanz, G.: „Verfahren zur Herstellung von Metall- und Keramikbauteilen“ Patenanmeldung Nr. 10236812.0 beim Deutschen Patentamt, München, 2002
- [5] D’Amore, A., Simoneta, D., Kaiser, W., Schiff, H., Gabriel, M.: “Spritzgießen im Nanometerbereich”, *Kunststoffe* 90 (2000), 6
- [6] Gächter, Ph.: „An den Grenzen des Machbaren mit herkömmlicher Spritzgießtechnik“, SKZ-Fachtagung, 21.-22.09.2000, Würzburg
- [7] Ruprecht, R., Gietzelt, T., Hanemann, T., Müller, K., Piotter, V., Guttmann, M., Hecke, M.: „Abformverfahren für mikrostrukturierte Bauteile aus Kunststoff und Metall“, *Jahrbuch Oberflächentechnik*, Isernhagen, Giesel-Verlag, Band 57 (2001), S. 121-132
- [8] Schinköthe, W.: “Temperierkonzepte für das Mikrospritzgießen im Vergleich”, Beitrag zum 18. Stuttgarter Kunststoffkolloquium, 19.-20.03.2003
- [9] Knitter, R., Bauer, W., Göhring, D., Haußelt, J.: „Manufacturing of Ceramic Microcomponents by a Rapid Prototyping Process Chain“, *Advanced Engineering Materials*, Vol. 3, No.1-2, pp. 49-54, VCH-Wiley-Verlag, Weinheim, 2001
- [10] v. Both, H., Dauscher, M., Haußelt, J.: “Elektrophoretische Herstellung keramischer Mikrostrukturen”, *Keramische Zeitschrift*, 5 (2004), S. 298-303
- [11] Menz, W., Mohr, J.: „Mikrosystemtechnik für Ingenieure“, VCH-Wiley-Verlag, Weinheim, 1997
- [12] Sommer, V.: „Galvanisches Abformen von Mikrostrukturen für die optische Kommunikationstechnik“, *Galvanotechnik*, 91, Nr. 3, S. 791-797, 2000
- [13] Baumeister, G., Ruprecht, R., Haußelt, J.: „Mikroguss für Bauteile aus Metall-Legierungen“, *Kolloquium Mikroproduktion*, TU Braunschweig, Vulkan Verlag, 20.-21.02.2003, S. 201-209
- [14] Baumeister, G., Müller, K., Ruprecht, R., Haußelt, J.: „Production of Metallic High Aspect Ratio Microstructures by Microcasting“, *HARMST conference*, Baden-Baden, 17.-19.06.2001, *Microsystem Technologies*, 8 (2002), S. 105-108
- [15] Baumeister, G., Holstein, N., Piotter, V., Ruprecht, R., Schanz, G., Guttmann, M., Winkler, F., Häfele, A.: „Herstellung metallischer Mikrobauteile unter Einsatz verlorener Kunststoffformen“, *Nachrichten – Forschungszentrum Karlsruhe*, 34 (2002), S. 198-209
- [16] Hecke, M., Schomburg, W. K.: „Review on Micro Molding of Thermoplastic Polymers“, *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 14 (2004), R1-R14

- [17] Piotter, V., Hanemann, T., Müller, K., Ruprecht, R., Dittrich, H., Hecke, M., Worgull, M.: „Mikroabformung in Kunststoff – von der Machbarkeitsstudie zur Vorserienfertigung“, Nachrichten – Forschungszentrum Karlsruhe, 34 (2002), S. 160-168
- [18] Michaeli, W.: „Einführung in die Kunststoffverarbeitung“, Carl Hanser Verlag, München, Wien, 1992
- [19] Schnieders, J., Potente, H.: „Möglichkeiten und Grenzen des Fügens von Sinterkeramiken und –metallen im Grünlingszustand“, AIF-Abschlussbericht Nr. 12.672 N, Paderborn, 2002
- [20] Jaroschek, Chr.: „Spritzgießen von Formteilen aus mehreren Komponenten“, Dissertation an der RWTH Aachen, 1993
- [21] Johannaber, F., Michaeli, W.: „Handbuch Spritzgießen“, Carl Hanser Verlag, München, Wien, 2002
- [22] Rothe, J.: „Sonderverfahren des Spritzgießens“, Kunststoffe, Jahrg. 87 (1997), 11
- [23] Seifert, H., Münch, M.: „Mehrkomponenten-Spritzgießen in der Mikrotechnik“, Ergebnis- und Leistungsbericht, IZFM Universität Stuttgart, HSG-IFZ, 1999
- [24] Rief, B.: „Mehr Farbe und Funktion“, Kunststoffe, Jahrg. 93 (2003), 6
- [25] Lange, Chr., Hungerkamp, T.: „Thermoplaste und Elastomere gemeinsam spritzgießen“, Kunststoffe, Jahrg. 91 (2001), 12
- [26] Ziegmann, Chr., Michaeli, W.: „Mikrosysteme aus dem Spritzgießwerkzeug“, F&M, Jahrg. 107 (1999), 9
- [27] Ziegmann, Chr.: „Kunststofftechnische Prozesse für die Mikromontage“, Dissertation an der RWTH Aachen, 2001
- [28] Götz, W.: „Adieu Montage“, Plastverarbeiter, 54. Jahrg. (2003), Nr. 7, S. 18-21
- [29] Feldmann, K., Beiting, G.: „Alternative Leiterplattenkonzepte“, mo Metalloberfläche, Carl Hanser Verlag, München, Jahrg. 51 (1997), 11
- [30] Eberhardt, W.: „Außenstromlose Metallisierung von Thermoplasten für die MID-Technologie“, <http://www.uni-stuttgart.de/hsg-imat/hsg99.pdf>
- [31] Kuhmann, K., Lorenz, W., Ehrenstein, G.W.: „Raumstrukturen“, Plastverarbeiter, Jahrg. 48 (1997), Nr. 10, S. 30-34
- [32] Franke, J.: „Schaltungsträger aus Thermoplasten“, Kunststoffe, Jahrg. 85 (1995), 12
- [33] Marshall, D.: „MID-life Crisis?“, European plastics news, 10/1996, pp. 30-34
- [34] Eberhardt, W., Münch, M., Kück, H.: „Verbundfestigkeit von Thermoplasten bei der Zweikomponenten-MID-Technik für miniaturisierte Mikrosystemgehäuse“, AIF-Abschlussbericht, FV-Nr. 12120 N, 2001
- [35] Ehrenstein, G., Kuhmann, K.: „Mehrkomponentenspritzgießen“, Springer-Verlag, Düsseldorf, 1997
- [36] Nguyen-Chung, T.: „Strömungsanalyse der Bindahtformation beim Spritzgießen von thermoplastischen Kunststoffen“, Dissertation an der Technischen Universität Chemnitz, 2001
- [37] Homepage des Lehrstuhls für Kunststofftechnik LKT, Universität Erlangen, Ehrenstein G. W., <http://www.keramikspritzgiessen.de>

- [38] Petzoldt, F., Hartwig, T., Rota, A.: "Metallpulverspritzguss - Fortschritte und Trends", Pulvermetallurgie in Wissenschaft und Praxis, Band 19; Ed: H. Kolaska, Fachverband Pulvermetallurgie, 2003
- [39] Informationszentrum technische Keramik,
http://www.keramverband.de/brevier/herstellung/zum_sintern_vm.html
- [40] Petzold, F.: „Wachstumsmarkt Pulverspritzgießen“, Kunststoffe, Jahrg. 90 (2000), 7
- [41] Alcock, J. R., Logan, P. M., Stephenson, D. J.: “Surface Engineering by Co-injection Moulding”, Surface and coating technology, 105, (1998), pp. 65-71
- [42] Schumacher, Chr.: „Durch Pulverspritzgießen zu neuen Formen“, Kunststoffe, Jahrg. 89 (1999), 9
- [43] Diebold, K.: „In einem Schuß – komplexe Formteile aus Metall und Keramik“, Industrieanzeiger Konradin Verlag, Leinfelden, Vol. 41, 1999, S. 41-45
- [44] Erickson, A. R., Wiech, R. E.: „Injection Molding“, Metals Handbook, 9th ed., Vol. 7, pp. 512-517, ASM Ohio 1984
- [45] Bielzer, R.: „Ermittlung von Kriterien zur systematischen Binderauswahl beim Pulverspritzgießen und Übertragung des Verfahrens auf PTFE“, Dissertation an der RWTH Aachen, 1992
- [46] Bayer, M.: „Metall- und Keramikpulverspritzgießen“, Kunststoffe, Jahrg. 90 (2000), 7
- [47] Riedel, R.: „Nicht-oxidische Keramiken aus anorganischen Vorstufen“, Gebrüder Borntraeger, Stuttgart, 1993
- [48] <http://www.keramverband.de/brevier/herstellung/index.html>
- [49] German, R. M.: „Powder Injection Molding“, Metal Powder Industries Federation, 1990
- [50] Merz, L., Rath, S., Piotter, V., Ruprecht, R., Haußelt, J.: „Powder Injection Molding of Metallic and Ceramic Microparts“, Microsystem Technologies 2004, 10, S. 202-204
- [51] Hens, K. F., Lee, D., German, R. M.: „Processing Conditions and Tooling for Powder Injection Molding“, The international journal of powder metallurgy, Vol. 27, No. 2, pp. 141-152, 1991
- [52] Ruprecht, R., Merz, L., Örlýgsson, G., Piotter, V., Rath, S., Haußelt, J.: „Powder Injection Molding for Production of Micro Parts“, Weck, M., Euspen Int. Topical Conference, Aachen, 19.-20.05.2003, Rhiem, Voerde, S. 371-374
- [53] Mutsuddy, B. C., Ford, R. G.: “Ceramic Injection Molding”, Chapman and Hall, 1995
- [54] Michaeli, W., Spennemann, A., Gärtner, R.: “Beim Anguss sparen”, Plastverarbeiter, 53. Jahrg. (2002), Nr. 9, S. 58-60
- [55] Unger, P.: „Heißkanaltechnik“, Carl Hanser Verlag, München, Wien, 2004
- [56] Pfleging, W., Schaller, Th.: „Mikromaterialbearbeitung durch spanabhebende und lasergestützte Verfahren“, Nachrichten – Forschungszentrum Karlsruhe, Jahrg. 34 (2002), S. 210-220
- [57] Griesheimer, H., Lambertz, J.: „ Mikrofunkenerosion für den Werkzeug- und Formenbau“, Fachtagung „Mikrospritzgießen – Mikroformenbau“, 16.-17.05.2002, Würzburg
- [58] Bruhns, F.L., Ginzel, J.: „Mikroerosion“, EDM-Portal, www.erosion.de
- [59] Schulz, J., Maas, D., Mohr, J.: „Lithographische Verfahren zur Mustererzeugung in der Mikrosystemtechnik“, Nachrichten – Forschungszentrum Karlsruhe, Jahrg. 34 (2002), S. 190-197

- [60] Piotter, V., Ruprecht, R., Haußelt, J., Schrök, J.: „Verfahren zur Herstellung von LIGA-Metallmikrostrukturen durch Galvanoformung in verlorenen Kunststoffformen“, Jahrbuch Oberflächentechnik, Hüthig, Heidelberg, Band 52 (1996)
- [61] Fa. Single, Wernau: „Temperiertechnik“, Firmenbroschüre, 1996
- [62] Datenblatt, Synthetischer Wärmeträger: Olex WF 0801, BP Schmierstoff GmbH, 08/1995
- [63] Rogalla, A.: „Analyse des Spritzgießens mikrostrukturierter Bauteile aus Thermoplasten“, Dissertation an der RWTH Aachen, 1998
- [64] Schinköthe, W., Walther, T.: „Zykluszeit verkürzen“, Kunststoffe, Jahrg. 90 (2000), 5
- [65] Spennemann, A., Michaeli, W.: „Mikrostrukturierte Funktionsoberflächen spritzgießen“, Kunststoffe, Jahrg. 90 (2000), 9
- [66] Despa, M. S., Kelly K. W., Collier, J. R.: „Injection Molding of Polymeric LIGA HARMs“, *Microsystem Technologies*, 6 (1999), pp. 60-66
- [67] Kallien, L.: „Optimization of the Injection Moulding Process for Thermoplasts with 3D Simulation“, [HTTP://WWW.SIGMASOFT.DE/INC/OPTIMIZATIONINJECTIONMOULDINGPROCESS.PDF](http://www.sigmasoft.de/inc/optimizationinjectionmouldingprocess.pdf)
- [68] Moldflow Corporation: “Working Smarter with Moldflow Plastics Insight™ 3.0”, [HTTP://WWW.MOLDFLOW.COM/STP/PDF/MPI/MPL_WHITEPAPER.PDF](http://www.moldflow.com/stp/pdf/mpl/mpl_whitepaper.pdf), 2001
- [69] Piotter, V., Müller, K., Plewa, K., Ruprecht, R., Hausselt, J.: „Performance and Simulation of Thermoplastic Micro Injection Molding“, *Microsystem Technologies* 8 (2002), pp. 387-390
- [70] Pidria, M. Pipino, A., Vallauri, D., Maizza, G., Amato, I.: “Simulation Practice of Powder Injection Molding”, *Advanced engineering materials* 2001, 3, No. 4
- [71] Hanson, S. M. J., Stephenson, D. J., Alcock, J. R.: “Finite Element Simulation of Powder Co-Injection Moulding”, *EuroPM2000*, pp. 121-128
- [72] Eck, J., Piotter, V., Benzler, T., Schlüter, D.: „Simulation und experimentelle Versuche beim Pulverspritzgießen von Mikrostrukturen“, Diplomarbeit an der Fachhochschule Darmstadt, durchgeführt am Forschungszentrum Karlsruhe, 1999
- [73] Kauzlaric, D., Greiner, A., Korvink, J.G., Schulz, M., Heldele R.: “Modelling Micro-PIM“ in Baltes, Henry; Brand, Oliver; Fedder, Gary K.; Hierold, Christofer; Korvink, Jan G.; Tabata, Osamu (Eds.) (Simulation): *Microengineering of Metals and Ceramics*; ISBN 3-527-31208-0, Wiley-VCH-Verlag, Weinheim, 2005, S. 51-86
- [74] Jonas, F.: „Polyethylenedioxythiophen (PEDT) leitfähige Beschichtungen, technische Anwendungen und Eigenschaften“, OTTI-Seminar, Regensburg, 1999
- [75] Ruprecht, R., Benzler, T., Konys, J., Müller, K., Piotter, V., Thies, H., Wöllmer, H., Haußelt, J.: „Abformverfahren für die Herstellung von Metall-Mikrostrukturen“, Jahrbuch Oberflächentechnik, Hüthig, Heidelberg, Band 54 (1998), S. 83-92
- [76] Piotter, V., Holstein, N., Oskotski, E., Ruprecht, R.: „Metal Micro Parts made by Electroforming on Two-component Lost Polymer Molds“, *Proceed. of the euspem International Topical Conference, Aachen, 19.-20.05.2003*, pp. 367-370

- [77] Holstein, N., Piotter, V., Lorenz, J., Oskotski, E., Ruprecht, R., Schanz, G., Haußelt, J.: „Electroforming of Metallic Micro Parts on Sacrificial Mold made by Two-component Injection Molding“, *Advanced Engineered Materials*, Vol. 6, No.8, pp. 643-653, VCH-Wiley-Verlag, Weinheim, 2004
- [78] Ruprecht, R., Piotter, V.: “Abformen von Mikroteilen aus Kunststoff, Metallen und Keramiken”, *Jahrbuch Oberflächentechnik*, Hüthig, Heidelberg, Band 55 (1999)
- [79] Domeier, L. A., Hruby, J. M., Morales, A. M.: „Sacrificial Plastic Mold with Electroplatable Base”, *United States Patent*, US 6,422,528 B1, 23.07.2002
- [80] Hagemann, P., Becker, E., Maner, A., Ehrfeld, W., Mückmeyer, D.: „Verfahren zum Herstellen einer Vielzahl plattenförmiger Mikrostrukturkörper aus Metall“, EP 0331208, Forschungszentrum Karlsruhe, 18.03.1986
- [81] Spenhoff, E.: „Quality Engineering, Prozesssicherheit durch statistische Versuchsplanung in Forschung, Entwicklung und Produktion“, *gfmt-Gesellschaft für Management und Technologie – Verlags KG*, München, 1991
- [82] Scheffler, E.: „Einführung in die Praxis der statistischen Versuchsplanung“, Leipzig, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, 1986
- [83] Rota, A., Imgrund, P., Petzoldt, F.: „Micro Moulding of Material Combinations to Avoid Assembly“, *Proceedings of the Euro PM2003, European Powder Metallurgy Association*, Bellstone, UK, 20.-22.10.2003, Valencia, Spain
- [84] Gietzelt, T., Piotter, V., Jacobi, O., Ruprecht, R., Hausselt, J.: “Fabrication of Micromolds for Gearwheels by Micro Powder Injection Molding”, *J. Advanced Engineering Materials*, Vol. 5, Issue 3, (2003) S. 139-145
- [85] Winter, V.: „Elektrische Heizbarkeit und Mikrostrukturierbarkeit einer Mischkeramik aus Aluminiumoxid und Titanitrid“, *Dissertation am Forschungszentrum Karlsruhe, FZKA 6173*, 1998
- [86] Stolz, S.: „Siebdruck von elektrisch leitfähigen Keramiken zur Entwicklung heizbarer keramischer Mikrokomponenten“, *Dissertation an der Albert-Ludwigs-Universität Freiburg*, 2004
- [87] Brunbauer, S., Emmett, P. H., Teller, E.: „Adsorption of Gases in Multimolecular Layers“, *J. Amer. Chem. Soc.* 60 (1938) 309
- [88] Kaufmann, U., Stolz, S., Winter, V., Ritzhaupt-Kleissl, H.-J.: „Suspension für die Herstellung eines korrosionsfesten Überzugs auf einem keramischen Gegenstand und Verfahren zu Herstellung des Überzuges“, DE/17.09.03, DEA 10342905
- [89] Mühlbacher, R.: „Einheitliches Streulicht-Meßverfahren im dynamischen Korngrößenbereich 22nm...704 µm“, *DKG 76* (1999), No. 7, S. 19-20
- [90] Karlinger, P., Bürkle, E.: „Kurzzeitschwindung beim Mehrkomponenten-Spritzgießen“, *Kunststoffe*, Jahrg. 91 (2001), 1
- [91] Örlýgsson, G., Piotter, V., Finnah, G., Ruprecht, R., Haußelt, J.: “Two-component Ceramic Parts by Micro Powder Injection Moulding”, *Proceedings of the Euro PM2003, European Powder Metallurgy Association*, Bellstone, UK, 20.-22.10.2003, Valencia, Spanien, pp. 149-154
- [92] Menges, G.: „Werkstoffkunde Kunststoffe“, *Carl Hanser Verlag*, München, Wien, 1990

- [93] Ehrenstein, G.W., Riedel, G., Trawiel, P.: „Praxis der thermischen Analyse von Kunststoffen“, Carl Hanser Verlag, München, 2003
- [94] Bagley, E. B.: “End Corrections in the Capillary Flow of Polyethylene”, J. Appl. Phys. 35, 9, S. 2767-2775, 1961
- [95] Pahl, M., Gleißle, W., Laun, H.-M.: “Praktische Rheologie der Kunststoffe und Elastomere”, VDI-Verlag, Düsseldorf, 1995
- [96] Cross, M. M.: „Relation between Viscoelasticity and Shear-thinning Behaviour in Liquids“, Rheol. Acta 18, S. 609-614, 1979
- [97] Cross, M. M.: “Rheology of Non-newtonian Fluids: A New Flow Equation for Pseudoplastic systems”, Journal of colloid science, 20, (1965), pp. 417-437
- [98] Williams, M. L., Landel, R. F., Ferry, J. D.: „The Temperatur Dependence of Relaxation Mechanism in Amorphous Polymers and other Glass-forming Liquids“, J. Am. Chem. Soc. 77, 7, S. 3701-3706, 1955
- [99] Rodgers, P. A.: “Pressure-volume-temperature Relationships for Polymeric Liquids: A review of equations of state and their characteristic parameters for 56 polymers”, Journal of applied polymer science, Vol. 48, (1993), pp. 1061-1080
- [100] Parker W. J., Jenkins R. J., Butler C. P., Abbott G. L.: “Flash Method for Determining Thermal Diffusivity”, J. Appl. Phys. 32 (1961) 1679
- [101] „Advanced Technical Ceramics – Ceramic Composites Thermophysical Properties – Part 2: Determination of thermal diffusivity“, DIN V ENV 1159-2
- [102] Bräuer, G., Dusza, L., Schulz, B.: „The New Laser Flash Equipment LFA-427“, Interceram 41 (1992) 7
- [103] Dusza, L.: „Wärmetransport-Modelle zur Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit von Werkstoffen mit der instationären Laser Flash Methode“, Wissenschaftlicher Bericht FZKA 5820, Forschungszentrum Karlsruhe GmbH, 1996
- [104] „Advanced Technical Ceramics – Ceramic Composites Thermophysical Properties – Part 2: Determination of specific heat capacity“, DIN V ENV 821-3
- [105] DIN-EN 623-2: Prüfverfahren für Hochleistungskeramiken: Allgemeine und strukturelle Eigenschaften, Bestimmung der Dicht und Porosität, 1991
- [106] Hunold, D., Klotz, B., Heyer, N.: „Mehr Leistung in der 2K-Technik“, Kunststoffe 93 (2003), 9, S. 54-58
- [107] Stitz, S., Schink, K., Popp, M.: „Temperierung in Spritzgießwerkzeugen“, Kunststoffe, Jahrg. 90 (2000), 7, S. 65-71
- [108] Wübken, G.: „Eignung von Wärmeleitrohren für die Kühlung von Spritzgießwerkzeugen“, Kunststoffe, Jahrg. 71 (1981), 12, S. 850-854
- [109] Berghoff, M.: „Perspektiven bei der Temperierung von Problemzonen im Werkzeug“, ISK, http://www.isk-iserlohn.de/pdf/co2_temperierung_fachbeitrag.pdf
- [110] Spennemann, A.: „Eine neue Maschinen- und Verfahrenstechnik zum Spritzgießen von Mikrobauteilen“, Dissertation an der RWTH Aachen, 2000

- [111] Geguzin, J. E.: „Physik des Sinterns“, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, 1973
- [112] Benzler, T. U.: „Pulverspritzgießen in der Mikrotechnik“, Dissertation an der Albert-Ludwigs-Universität Freiburg im Breisgau, 2001
- [113] Zum Gahr, J.: „Untersuchung der Eigenschaften von durch 2K-Pulverspritzgießen hergestellten keramischen Mikrobauteilen“, Studienarbeit an der Universität Karlsruhe, durchgeführt am Forschungszentrum Karlsruhe, 2004
- [114] Firmenbroschüre, Friatec AG, Frialit® F99,7, <http://www.friatec.de>
- [115] Lenke, I. T.: „Laserdispersieren von TiN-Partikeln in Al₂O₃-Keramik und tribologische Eigenschaften im reversierenden Gleitkontakt bis 500 °C“, Dissertation an der Universität Karlsruhe, 1998
- [116] Kaufmann, U.; persönliche Mitteilung, Forschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe, 2004
- [117] „Brockhaus, Naturwissenschaften und Technik“, F. A. Brockhaus GmbH, Wiesbaden, 1983, Sonderausgabe 1989
- [118] Imgrund, Ph.: „Multifunktionale Werkstoffe für Mikrobauteile durch Mehrkomponenten-Pulverspritzgießen“, Abschlusskolloquium des BMBF-Verbundprojektes Multifunktionale Werkstoffe für Mikrobauteile durch Mehrkomponenten-Pulverspritzgießen, Fraunhofer Institut für Fertigungstechnik und Angewandte Materialforschung, Bremen, 16.11.04
- [119] Imgrund, Ph., Rota, A.: "Multifunctional Microparts by Metal Injection Molding"; Proceedings of Micro System Technologies 2003 International Conference & Exhibition on Micro-Electro-, -Opto-, -Mechanical Systems and Components, Munich, October 7-8, 2003; Ed. H. Reichl, Poing: Franzis Verlag, 2003, pp. 218-225
- [120] Imgrund, Ph., Rota, A.: "Metallic Materials for Micro Engineering", Proceedings of the International Conference of Microtechnology, Mechatronics and Materials (μ 2M), May 25-27, 2004, Nuremberg; Ed: IVAM NRW e.V, Dortmund, 2004, pp. 67-72
- [121] Kaufmann, U., Ritzhaupt-Kleissl, H.-J.: „Beheizbares Schneidwerkzeug“, EP-OS 1466710, 13.10.2004
- [122] Ritzhaupt-Kleissl, H.-J., Kaufmann, U.: „Werkzeug in Form eines heizbaren Stiftes“, DE-OS 10307832, 1.9.2004
- [123] Telöken B.; telefonische Mitteilung, Degussa AG, 2004
- [124] Naumann, K.: „Untersuchungen zum Startverhalten galvanischer Nickel-Schichten auf leitfähigen mikrostrukturierten Kunststoffsubstraten“, Praktikum an der FH Mittweida, durchgeführt am Forschungszentrum Karlsruhe, 2002
- [125] Firmenbroschüre: „High Performance Polymers – Vestamid“, sowie tel. Auskunft durch H. Stober, Degussa AG
- [126] <http://www.a-m.de/deutsch/lexikon/russ.htm>
- [127] Herstellerangaben für Hostaform C 52021 aus Campus 5.0-Datenbank, Ticona AG
- [128] Naumann, K.: „Untersuchungen zum Abformverhalten bei der Herstellung von Mikrobauteilen durch das Verfahren der Zweiten Galvanik“, Diplomarbeit an der FH Mittweida, durchgeführt am Forschungszentrum Karlsruhe, 2003

- [129] Plewa, K.: „Untersuchungen zur Realisation von Durchbrüchen in Mikrostrukturen ohne Nachbearbeitung“, Diplomarbeit an der FH Darmstadt, durchgeführt am Forschungszentrum Karlsruhe, 2000
- [130] Sommer, V.: „Galvanoformung für Spritzgusswerkzeuge – Galvanisches Abformen von Mikrostrukturen für die optische Kommunikationstechnik“, *Galvanotechnik*, 91 (2000), Nr. 3, S. 791-797
- [131] Fritz, T., Cho, H.S., Hemker, K.J., Mokwa, W., Schnakenberg, U.: „Characterization of Electroplated Nickel“, *Microsystem Technologies*, 9 (2002), pp. 87-91
- [132] Menges, G., Mohren, P.: „Anleitung zum Bau von Spritzgießwerkzeugen“, Carl Hanser Verlag, München, Wien, 1998