

KfK 4607  
August 1989

# **Von der Kerntechnik zur Mikrotechnik**

**30 Jahre Institut für Kernverfahrenstechnik**

**E. W. Becker**  
Institut für Kernverfahrenstechnik

**Kernforschungszentrum Karlsruhe**



KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

Institut für Kernverfahrenstechnik

KfK 4 6 0 7

Von der Kerntechnik zur Mikrotechnik

30 Jahre Institut für Kernverfahrenstechnik

von

E. W. Becker

Ausarbeitung eines vom Verfasser anlässlich seiner Emeritierung am 19.10.1988 in der Aula des Kernforschungszentrums Karlsruhe gehaltenen Vortrags.

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe

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

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH  
Postfach 3640, 7500 Karlsruhe 1

ISSN 0303-4003

## **30 Jahre Institut für Kernverfahrenstechnik.**

### **Von der Kerntechnik zur Mikrotechnik.**

#### Kurzfassung

Die Arbeiten des 1958 gegründeten Instituts für Kernverfahrenstechnik auf den Gebieten Schwerwassergewinnung durch Hochdruck-Isotopenaustausch und Anreicherung des leichten Uranisotops nach dem Trenndüsenverfahren führten zum Bau entsprechender Anlagen durch die Industrie. Die technologischen Vorhaben wurden durch stärker grundlagenorientierte Untersuchungen über Clusterstrahlen ergänzt, die neue Ansatzpunkte im Zusammenhang mit der Theorie kondensierter Phasen, der Fusionsforschung und der Dünnschicht-technologie lieferten. Seit 1980 befaßt sich das Institut zunehmend mit Aufgaben der Mikrostrukturtechnik auf der Grundlage der bei den früheren Arbeiten auf diesem Gebiet gewonnenen Erfahrungen. Insbesondere durch die Entwicklung des auf einer Kombination von Röntgentiefenlithographie mit Synchrotronstrahlung, Galvanoformung und Kunststoffabformung beruhenden "LIGA-Verfahrens" wurden neue Perspektiven eröffnet, die zur Umbenennung des Instituts und des damit verbundenen Lehrstuhls in "Institut und Lehrstuhl für Mikrostrukturtechnik" führten.

## **30 Years Institut für Kernverfahrenstechnik**

### **From Nuclear Engineering to Microtechnology**

#### Abstract

The activities pursued at the Institut für Kernverfahrenstechnik (Institute for Nuclear Process Engineering), founded in 1958, in the field of heavy water production by high pressure isotope exchange and in light uranium isotope enrichment by the separation nozzle method have led to the construction of relevant facilities by industry. The technological projects have been supplemented by studies on cluster beams which have been geared rather to the fundamentals and have provided new starting points in connection with the theory of condensed phases, fusion research and thin layer technology. Since 1980 the Institute has more and more turned to tasks in microstructure technology relying on experience accumulated in earlier work in this field. Especially the development of the "LIGA method", a combination of deep-etch X-ray lithography with synchrotron radiation, electroforming and plastic molding, has opened up new perspectives which have resulted in renaming the Institute and the chair coupled to it to read "Institut und Lehrstuhl für Mikrostrukturtechnik" (Institute and Chair of Microstructure Technology).



## Inhaltsverzeichnis

1.	Einleitung und Zusammenfassung	1
2.	Schwerwassergewinnung aus Wasserstoff durch Hochdruck-Isotopenaustausch in einer Heiß/Kalt-Anlage	3
2.1.	Halbtechnische Versuche zur Schwerwasser-Gewinnung	3
2.2.	Bau einer kommerziellen Schwerwasseranlage	5
3.	Anreicherung des leichten Uranisotopes nach dem Trenndüsenverfahren	6
3.1	Überblick über die Trenndüsenentwicklung	6
3.2	Kommerzielle Herstellung von Trenndüsenelementen	10
3.3	Entwicklung kommerzieller Trenndüsenstufen	12
3.4	Bau des ersten Teils einer Trenndüsen-Demonstrationsanlage	13
3.5	Weiterentwicklung und wirtschaftliche Aussichten des Trenndüsenverfahrens	15
4.	Clusterstrahl-Forschung	17
4.1	Herstellung und Größenanalyse von Clusterstrahlen	17
4.2	Grundlagenuntersuchungen mit Clusterstrahlen	20
4.3	Einsatz von Clusterstrahlen in der Plasma- und Fusionsforschung	22
4.4	Einsatz von Clusterstrahlen in der Mikrotechnik	25
5.	Herstellung von Mikrostrukturkörpern nach dem LIGA-Verfahren	26
5.1	Prinzip des LIGA-Verfahrens	26
5.2	Röntgentiefenlithographie mit Synchrotronstrahlung	28
5.3	Galvanoformung	30
5.4	Abformung mit Kunststoff	32
5.5	Spezielle Einrichtungen für die Durchführung des LIGA-Verfahrens und weitere Aussichten der Entwicklung	34
6.	Forschungspolitischer Kommentar.	36





## 1. Einleitung und Zusammenfassung

Der erste Teil des Instituts für Kernverfahrenstechnik (IKVT) wurde 1958 mit Mitteln des Bundes auf dem Gelände des Kernforschungszentrums Karlsruhe errichtet. Primäres Ziel der Institutsgründung war die Förderung von Vorhaben, die von der Arbeitsgruppe des Verfassers in dem von Prof. Walcher geleiteten Physikalischen Institut der Universität Marburg auf den Gebieten Schwerwassergewinnung und Urananreicherung im Rahmen der friedlichen Nutzung der Kernenergie begonnen worden waren. Der in das Eigentum der Technischen Hochschule und späteren Universität Karlsruhe überführte erste Institutsteil wurde nach einigen Jahren durch einen dem Kernforschungszentrum gehörenden etwa gleich großen zweiten Teil ergänzt.

Die im IKVT auf den Gebieten Schwerwassergewinnung durch Hochdruck-Isotopenaustausch und Anreicherung des leichten Uranisotops nach dem Trenndüsenverfahren durchgeführten Forschungs- und Entwicklungsarbeiten wurden mit dem Bau entsprechender Anlagen durch die Industrie abgeschlossen. Die technologischen Vorhaben wurden durch stärker grundlagenorientierte Untersuchungen über Clusterstrahlen ergänzt, die neue Ansatzpunkte im Zusammenhang mit der Theorie kondensierter Phasen, der Fusionsforschung und der Dünnschichttechnologie lieferten.

Seit 1980 befaßt sich das Institut zunehmend mit Aufgaben der Mikrostrukturtechnik auf der Grundlage der bei den früheren Arbeiten auf diesem Gebiet gewonnenen Erfahrungen. Insbesondere durch die Entwicklung des auf einer Kombination von Röntgentiefenlithographie mit Synchrotronstrahlung, Galvanoformung und Kunststoffabformung beruhenden "LIGA-Verfahrens" wurden neue Perspektiven eröffnet, die zur Umbenennung des Instituts und des damit verbundenen Lehrstuhls in "Institut und Lehrstuhl für Mikrostrukturtechnik" führten.

Im folgenden wird über die wichtigsten Arbeiten des Instituts zusammenfassend berichtet. Aus Platzgründen kann dabei nur ein kleiner Teil der insgesamt erschienenen über 500 Veröffentlichungen zitiert werden. Der Bericht schließt mit einem kurzen forschungspolitischen Kommentar.



## 2. Schwerwassergewinnung aus Wasserstoff durch Hochdruck-Isotopenaustausch in einer Heiß/Kalt-Anlage

### 2.1 Halbtechnische Versuche zur Schwerwasser-Gewinnung

Wegen der Schwierigkeiten bei der Beschaffung von angereichertem Uran konzentrierten sich die kerntechnischen Arbeiten in der Bundesrepublik Deutschland zunächst auf den mit Natururan arbeitenden Schwerwasser-Reaktor. Die Farbwerke Höchst bauten, gemeinsam mit der Fa. Linde, eine auf der Destillation von flüssigem Wasserstoff beruhende Schwerwasser-Produktionsanlage mit einer Jahreskapazität von 6 Tonnen D<sub>2</sub>O /1/. Die Firma Pintsch-Bamag studierte das während des Krieges von Geib /2/ bei den Leuna-Werken konzipierte, in den U.S.A. großtechnisch eingesetzte /3/ Schwefelwasserstoff-Heiß/Kalt-Verfahren im Pilot-Maßstab /4/.

Die Marburger Arbeitsgruppe untersuchte die Realisierungschancen einer mit dem Stoffpaar Wasserstoff/Wasser nach dem Heiß/Kalt-Prinzip arbeitenden Hochdruck-Isotopenaustauschanlage /5/. Anlaß für den Versuch, das Stoffpaar Wasserstoff/Wasser anstelle des beim Schwefelwasserstoffverfahren benutzten Stoffpaares Schwefelwasserstoff/Wasser in einer Heiß/Kalt-Anlage für die Schwerwassergewinnung einzusetzen, war einmal die bekannte Tatsache, daß Wasserstoff beim Isotopenaustausch mit Wasser einen rund doppelt so großen elementaren Trenneffekt liefert wie Schwefelwasserstoff /6/. Zum anderen war erkannt worden, daß die im Fall des Wasserstoffs mögliche Verwendung der Gasphase als Ausgangsmaterial in einer Heiß/Kalt-Anlage nach Abb. 1 zusätzlich eine wesentliche Verminderung der für eine bestimmte Produktionsleistung erforderlichen Materialströme bringen würde /5/. Der Wasserstoff sollte dabei von einem Hydrier- oder NH<sub>3</sub> - Synthesewerk für die Schwerwassergewinnung "ausgeliehen" werden. Ein erhebliches Problem bestand jedoch darin, daß beim Wasserstoff, im Gegensatz zum Schwefelwasserstoff, der Isotopenaustausch mit Wasser nur bei Einsatz eines Katalysators hinreichend schnell verläuft.

Gemeinsam mit der DEGUSSA-AG wurde ein mit dem Wasser umpumpbarer Suspensionskatalysator auf Platinbasis entwickelt, der bei 200 ata auf normalen Siebböden eine diskutable Austauschleistung lieferte /7/. Aufgrund der im IKVT durchgeführten Versuche und der von K. Bier entwickelten Optimalprinzipien /8/ errichtete die Friedrich Uhde GmbH auf dem Gelände der Farbwerke Hoechst unter Leitung von S. Walter eine nach dem Heiß/Kalt-Verfahren arbeitende halbtechnische Versuchsanlage /9/ (Abb. 2). Der Platinkatalysator wurde von

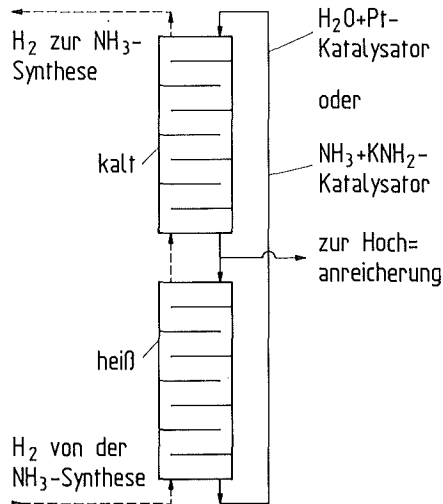
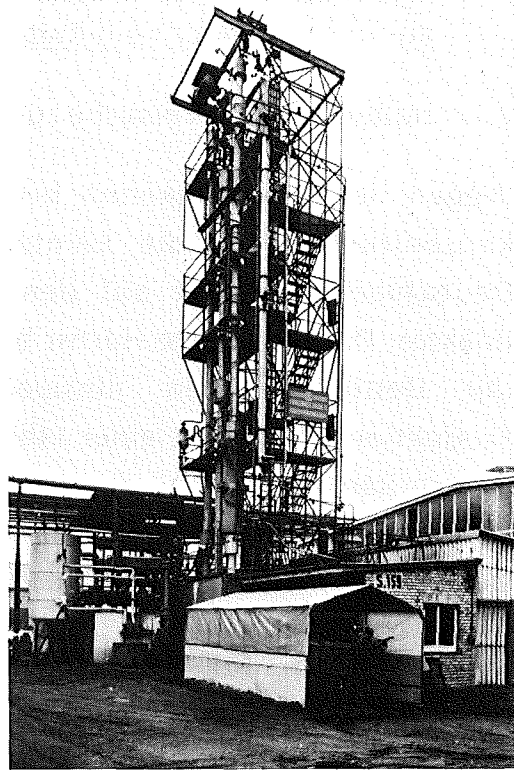


Abb. 1:  
Schwerwassergewinnung aus Wasserstoff durch Hochdruck- Isotopenaustausch mit Wasser bzw. Ammoniak in einer Heiß/Kalt-Anlage.

Abb. 2:  
Von der Fa. Uhde GmbH auf dem Gelände der Farbwerke Hoechst AG errichtete, gemeinsam mit dem IKVT betriebene, halbtechnische Versuchsanlage für die Schwerwassergewinnung nach dem in Abb. 1 gezeigten Schema.



derDEGUSSA bereitgestellt. Der erzielte Anreicherungsfaktor stimmte innerhalb der Fehlergrenze mit dem aufgrund von Hochdruck-Auswaschversuchen berechneten überein. Die mit der Anlage gewonnenen Langzeit-Erfahrungen ließen jedoch beim großtechnischen Einsatz des Austauschsystems Wasserstoff/wäßrige Katalysatorsuspension aufgrund der Empfindlichkeit und der relativ niedrigen Austauschleistung des heterogenen Katalysators technische und wirtschaftliche Schwierigkeiten erwarten.

Die Untersuchungen wurden daher 1963 unter Leitung von U. Schindewolf auf das Stoffpaar Wasserstoff/Ammoniak ausgedehnt, bei dem der Isotopenaustausch mit einem im flüssigen Ammoniak gelösten Homogenkatalysator (Kaliumamid) beschleunigt werden kann /10/. Nach Vorversuchen mit einer Hochdruck-Gegenstromkolonne im IKVT wurde die halbtechnische Versuchsanlage bei den Farbwerken Hoechst auf das Stoffsystem  $H_2/NH_3/KNH_2$  umgestellt und in Zusammenarbeit mit dem IKVT längere Zeit erfolgreich mit Synthesegas betrieben /11/.

## 2.2. Bau einer kommerziellen Schwerwasseranlage

Zur Vorbereitung des Baus einer kommerziellen Schwerwasseranlage wurden von der Firma Uhde bei der Gewerkschaft Victor in Castrop Rauxel einzelne Anlagenkomponenten wie Siebböden und Pumpen in annähernd technischem Maßstab erprobt /12/, während im IKVT Untersuchungen zur Vervollständigung der verfahrenstechnischen Grundlagen durchgeführt wurden /13/.

1972 erhielt die Firma Uhde von der indischen Regierung den Auftrag für den Bau einer Schwerwasseranlage in Talcher/Orissa, die im Verbund mit einer von einem indischen Ingenieurbüro zu errichtenden  $\text{NH}_3$ -Syntheseanlage betrieben werden sollte /14/. Es wurde das in Abbildung 3 dargestellte Verfahrensschema gewählt, das in wesentlichen Punkten auf den gemeinsam mit dem IKVT erarbeiteten Verfahrensgrundlagen beruhte. Durch das Heiß/Kalt-Abstreifsystem /15/ /16/ sollte die Deuteriumausbeute auf etwa 85 % erhöht werden, während die Deuterium-Übertragungskolonnen /17/ /16/ zur Entkoppelung der Betriebsbedingungen der Schwerwasseranlage von denen der  $\text{NH}_3$ -Synthese vorgesehen wurde.

In der Bau- und Montagephase der in Abb. 4 gezeigten, für eine Produktionsleistung von 63 jato  $\text{D}_2\text{O}$  ausgelegten Anlage kam es zu erheblichen Verzögerungen. Diese waren außer durch Transport- und Versorgungsprobleme vor allem dadurch bedingt, daß der Bau der vorgeschalteten Ammoniakanlage nicht planmäßig abgewickelt werden konnte. Im Oktober 1984 wurde der Anlage erstmals Schwerwasser entnommen. Obwohl die Produktionsleistung noch deutlich unter dem Auslegungswert lag, war damit die Einsetzbarkeit des Hochdruck-Isotopenaustausches in einer Heiß/Kalt-Anlage für die technische Schwerwassergewinnung aus Wasserstoff nachgewiesen.

Das beschriebene Verfahren ist naturgemäß durch die Leistung des industriellen Wasserstofferzeugers begrenzt. Da die spezifischen Kosten einer Anlage stark mit der Anlagengröße abnehmen, wird durch das Abstreifsystem nicht nur die Anlagenkapazität erhöht, sondern gleichzeitig der Preis des Produktes gesenkt. Kostenanalysen zeigten, daß die vom IKVT gemeinsam mit der Industrie entwickelte Schwerwasser-Gewinnungsmethode in dem bei zahlreichen Ammoniakfabriken zugänglichen Kapazitätsbereich von 50 - 100 jato  $\text{D}_2\text{O}$  dem Schwefelwasserstoffverfahren wirtschaftlich überlegen sein kann.

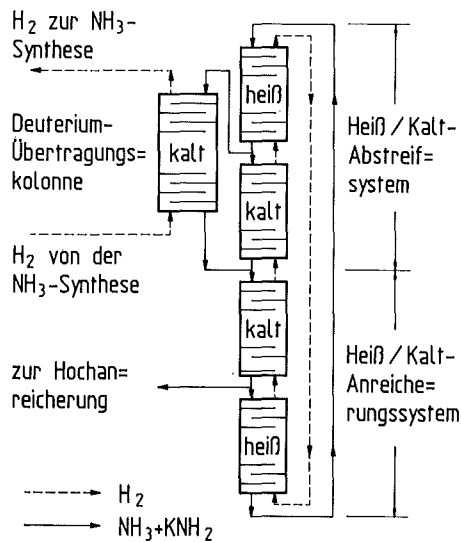


Abb 3:  
Steigerung der Deuteriumausbeute durch ein Heiß/Kalt-Abstreifsystem in Verbindung mit einer Deuterium-Übertragungskolonne.

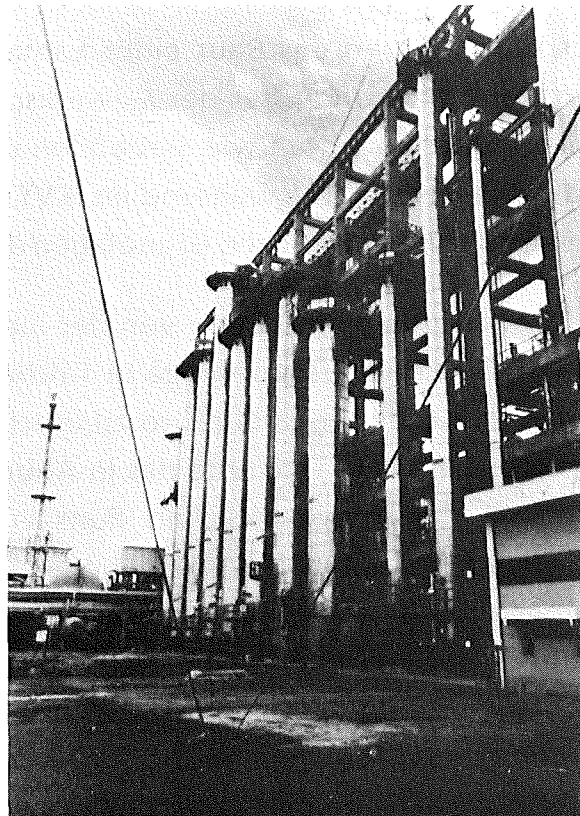


Abb 4:  
Von der Fa. Uhde GmbH in Talcher/Orissa (Indien) errichtete Anlage zur Schwerwassergewinnung aus Wasserstoff durch Hochdruck-Isotopenaustausch mit Ammoniak in Heiß/Kalt-Kolonnen. Auslegungskapazität 63 t/a D<sub>2</sub>O.

Wegen der abnehmenden Bedeutung des Schwerwasser-Reaktors wurden die Arbeiten auf dem Schwerwassergebiet jedoch mit dem Bau der Anlage in Talcher abgeschlossen.

### 3. Anreicherung des leichten Uranisotops nach dem Trenndüsenverfahren

#### 3.1 Überblick über die Trenndüsenentwicklung

Schon bald nach Beginn der kerntechnischen Aktivitäten in der Bundesrepublik wurde klar, daß ein mit angereichertem Uran arbeitendes Kernkraftwerk wirtschaftliche Vorteile bieten könnte /18/. Von Groth und Mitarbeitern wurde daher das während des Krieges gemeinsam mit Harteck entwickelte Gasultrazentrifugenverfahren weiterverfolgt /19/.

Die Arbeiten der Marburger Gruppe auf dem Gebiet der Urananreicherung basierten auf einer bei Grundlagenuntersuchungen mit Überschallmolekular-

strahlen beobachteten Entmischung verschieden schwerer Gase, dem sogenannten Trenndüseneffekt /21/. Die technischen Probleme bei der Uranisotopen-trennung beruhen überwiegend darauf, daß die einzige Uranverbindung mit genügend hohem Dampfdruck das chemisch sehr aktive Uranhexafluorid ( $\text{UF}_6$ ) ist /22/. Da  $\text{UF}_6$ -feste Kompressoren zunächst nicht zur Verfügung standen, wurde unter Mitwirkung der Firma Leybold, Köln, eine mit Kühlfallen arbeitende Laborapparatur aufgebaut (Abb. 5). Die Isotopenhäufigkeitsbestimmungen wurden mit einem umgebauten Atlas-Massenspektrometer durchgeführt. Die Versuche bewiesen die grundsätzliche Anwendbarkeit des Trenndüsenprinzips im Fall des Urans /23/. Die Arbeiten wurden daraufhin sowohl vom Staat als auch von der Industrie großzügig unterstützt. Dem Problem angemessene Arbeitsbedingungen bot aber erst das Institut für Kernverfahrenstechnik.

Nach umfangreichen Voruntersuchungen wurde der technischen Entwicklung das in Abb. 6 im Schnitt dargestellte schlitzförmige Trenndüsen-system zugrundegelegt /24/. Ein Gemisch aus etwa 4 Mol%  $\text{UF}_6$  und einem leichten Zusatzgas ( $\text{H}_2$  bzw. He)\*) strömt mit hoher Geschwindigkeit an einer gekrümmten Wand entlang. Am Ende der Umlenkung wird der Gasstrahl mit einem keilförmigen "Abschäler" in eine leichte und eine schwere Fraktion zerlegt, die getrennt abgesaugt werden. Das leichte Zusatzgas verbessert die Trennung der Uranisotope erheblich, was auf der mit der Verminderung des mittleren Molekulargewichts verbundenen Steigerung der Strömungsgeschwindigkeit und auf der unterschiedlichen Entmischungsgeschwindigkeit der isotonen Molekeln gegenüber dem Zusatzgas beruht /25/. Der optimale Gasdruck ist umgekehrt proportional zu den charakteristischen Abmessungen des Trenndüsen-systems. Da die spezifischen Investitionskosten stark mit steigendem Gasdruck abnehmen, werden die charakteristischen Abmessungen so klein wie möglich gewählt.

Zahlreiche der in ihrer Ausdehnung senkrecht zur Zeichenebene der Abb. 6 nicht beschränkten Trenndüsen-systeme werden, zusammen mit einem Verdichter und einem Kühler, in einer Trenndüsenstufe untergebracht. Zur Erzielung der für einen Leichtwasser-Reaktor erforderlichen  $^{235}\text{U}$ -Konzentration von etwa 3% müssen rund 500 solcher Stufen in einer Trennkaskade hintereinandergeschaltet werden. Die Multiplikation des Trenneffekts und das Verhalten des leichten

---

\*) Wegen der Vor- und Nachteile der beiden Zusatzgase vgl. den Abschnitt.3.5

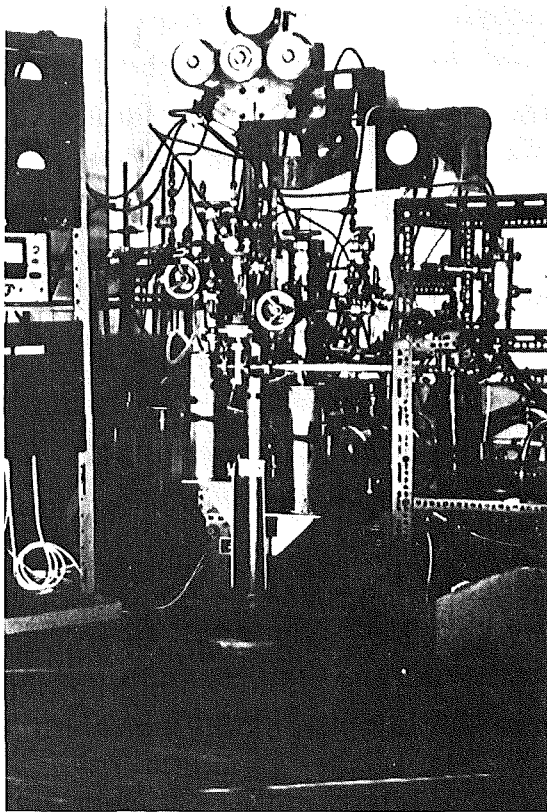


Abb 5:  
Laborapparatur, mit der die erste Anreicherung des leichten Uranisotops nach dem Trenndüsenverfahren durchgeführt wurde.

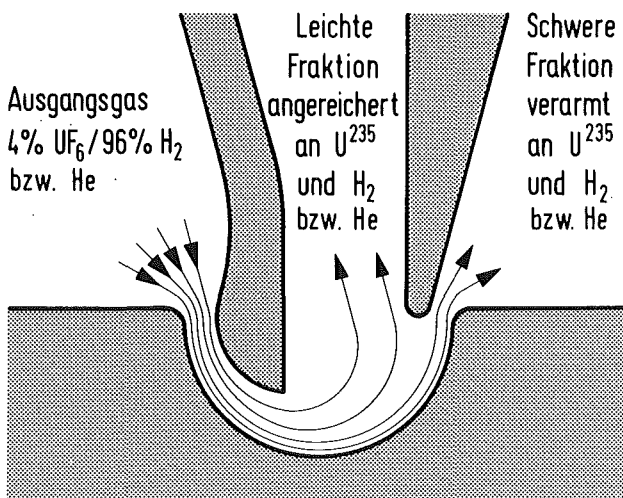


Abb 6:  
Querschnitt eines schlitzförmigen Trenndüsen-systems mit einfacher Strahlumlenkung.

Zusatzgases in einer Kaskade wurden mit einer zehnstufigen Trenndüsen-Versuchsanlage erprobt, bei der der Stufendurchsatz etwa um den Faktor 10 000 kleiner als bei einer technischen Trenndüsenanlage war. Die von der Firma W.C. Heraeus, Hanau, ausgeführte mit  $UF_6$ -festen Rootsverdichtern der Fa. Leybold ausgerüstete Anlage lieferte auf Anhieb den erwarteten Trennfaktor und zeigte das von der Theorie vorhergesagte stabile Betriebsverhalten/26/.

Daraufhin konnte mit der Planung und dem Bau einer technischen Trenndüsenstufe begonnen werden. Schwierigster Punkt war die Beschaffung des  $UF_6$ -festen Verdichters, dessen Ansaugleistung auf 100000  $m^3/h$  festgelegt worden war. Nach erfolglosen Bemühungen in Deutschland wurde vom Angebot der französischen Firma Hispano-Suiza Gebrauch gemacht, den Verdichter samt Kühler zu entwickeln und für den Aufbau der gesamten Trennstufe die Tätigkeit eines Industriearchitekten zu übernehmen. Die Stufe wurde in der vorgesehenen Zeit fertiggestellt und 1971 ohne größere Probleme in Betrieb genommen /27/.



Im März 1970 schloß das Kernforschungszentrum Karlsruhe mit der STEAG Aktiengesellschaft, Essen, einen Vertrag über die Weiterentwicklung und kommerzielle Nutzung des Trenndüsenverfahrens. STEAG stellte erhebliche Eigenmittel zur Verfügung, die im wesentlichen für den Bau einer fortgeschrittenen Trenndüsenstufe mit einem in der Bundesrepublik hergestellten Verdichter und für die Planung einer Demonstrationsanlage verwendet wurden.

1975 übernahm Brasilien im Rahmen der deutsch/brasilianischen Kernenergievereinbarungen das Trenndüsenverfahren als Grundlage für die Versorgung seiner gemeinsam mit deutschen Firmen zu bauenden Kernkraftwerke und für die langfristige Verarbeitung seiner großen Uranvorkommen. Die Bereitstellung des Trenndüsenverfahrens war eine wesentliche Voraussetzung für den Abschluß der umfassenden Vereinbarungen zwischen Brasilien und der Bundesrepublik auf dem Gebiet der friedlichen Nutzung der Kernenergie. Die Anwendung des Trenndüsenverfahrens in Brasilien wird aufgrund eines Regierungsabkommens von der Internationalen Atomenergieorganisation in Wien überwacht. Die Aufgabe dieser Behörde wird dadurch erleichtert, daß die Entwicklung und Anwendung des Trenndüsenverfahrens keinen Geheimhaltungsbeschränkungen unterliegt. Neben dem Kernforschungszentrum Karlsruhe sind an den Arbeiten auf deutscher Seite die Firmen STEAG Aktiengesellschaft, Essen, und INTERATOM, Bensberg, beteiligt. Der brasilianische Partner ist NUCLEBRAS /28/.

Gemeinsam mit dem Kernforschungszentrum führten STEAG und NUCLEBRAS in Karlsruhe ein sogenanntes Technologieprogramm zur Vorbereitung des Baus einer Demonstrationsanlage und einer späteren kommerziellen Trenndüsenanlage durch. Gleichzeitig wurde von den Industriepartnern in Resende, Brasilien, als erster Teil der Demonstrationsanlage eine aus 24 technischen Trenndüsenstufen bestehende sogenannte Vorlaufkaskade gebaut /29/. Das Kernforschungszentrum Karlsruhe und das Forschungszentrum CDTN der NUCLEBRAS in Belo Horizonte übernahmen die Weiterentwicklung des Trenndüsenverfahrens. Die physikalischen Grundlagen des Verfahrens wurden von W. Ehrfeld zusammenfassend dargestellt /31/.

Im folgenden werden die Arbeiten ausführlicher beschrieben.

### 3.2 Kommerzielle Herstellung von Trenndüsenelementen

Gemeinsam mit der Industrie wurden 2 Verfahren für die Massenfertigung von Trenndüsenelementen mit besonders kleinen charakteristischen Abmessungen bis zur technischen Reife entwickelt /30/.

Das Verfahren der Siemens AG, München, beruht auf der Stapelung von Metallfolien, in die Strukturen von Trenndüsenystemen mit unmittelbar angeschlossenen Gasführungsleitungen durch Foto-Ätzen eingebracht worden sind (Abb. 7). Bei einer Foliendicke von  $20\ \mu\text{m}$  beträgt der Radius der Umlenkkrille  $100\ \mu\text{m}$  und der kleinste Abstand zwischen Abschäler und Umlenk wand  $20\ \mu\text{m}$ . Die Schlitzlänge senkrecht zur Zeichenebene, d. h. die Stapelhöhe, liegt bei etwa  $2\ \text{mm}$ . Im Rahmen einer Weiterentwicklung wurden Trennelemente mit einem Umlenk radius von  $50\ \mu\text{m}$  produziert und mit gutem Erfolg in einer Trennstufe getestet. Einer weiteren Verkleinerung der nach dem Siemens-Verfahren hergestellten Trenndüsenysteme steht die Tatsache entgegen, daß beim Foto-Ätzen akzeptable Kantensteilheiten nur erreicht werden, wenn die Foliendicke nicht wesentlich größer als die engste Kanalweite ist. Bei den  $50\ \mu\text{m}$  Elementen mußte daher die Folienstärke bereits auf  $10\ \mu\text{m}$  vermindert werden. Bei weiterer Verkleinerung der charakteristischen Abmessungen müßte man noch dünnere Fo-

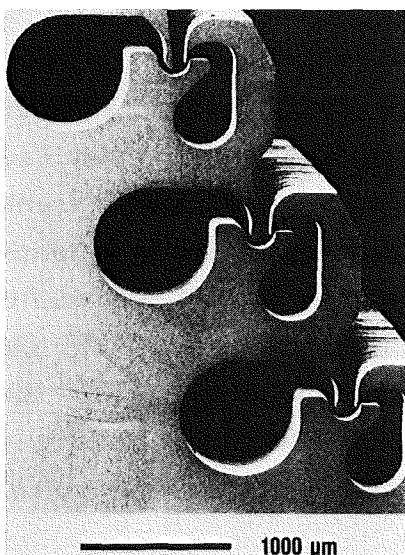


Abb 7:  
Durch Stapeln geätzter Metallfolien hergestellte Trenndüsenysteme mit unmittelbar angeschlossenen Gasführungsleitungen. Radius der Umlenk rille  $100\ \mu\text{m}$ , kleinster Abstand zwischen Abschäler und Umlenk wand  $20\ \mu\text{m}$  (Siemens AG).

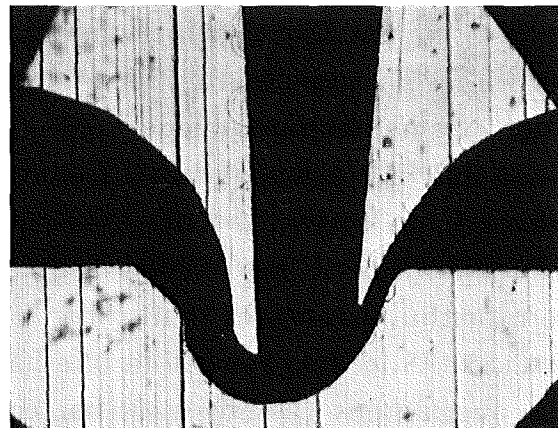


Abb 8:  
Querschnitt eines durch spanabhebende Bearbeitung mit Formdiamanten hergestellten Trenndüsenystems. Mittlerer Radius der Umlenk rille  $31\ \mu\text{m}$ , kleinster Abstand zwischen Abschäler und Umlenk wand  $6\ \mu\text{m}$  (Messerschmitt-Bölkow-Blohm GmbH).

lien einsetzen, was das Verfahren technisch und wirtschaftlich problematisch machen würde.

Beim Verfahren der Messerschmitt-Bölkow-Blohm GmbH, München, werden Aluminiumteile mit Formdiamanten bearbeitet. Die Trenndüsen-systeme sind in der Wand eines 10-Kammer-Rohres untergebracht, das für die Zuführung des Ausgangsgases und für die Abführung der schweren Fraktion benutzt wird. Die Umlenk-rille ist unmittelbar in den Rohrkörper eingearbeitet, während das Düsen- und das Abschälerblech mit Stahlkugeln in eine Schwalbenschwanz-Führung eingepreßt sind. Abb. 8 zeigt den Querschnitt eines MBB-Trenndüsen-systems mit einem mittleren Radius der Umlenk-rille von  $31\ \mu\text{m}$  und einem Abstand zwischen Abschälerspitze und Umlenk-wand von  $6\ \mu\text{m}$ . Die Zunahme des Radius der Umlenk-rille in Strahlrichtung ist beabsichtigt und führt zu einer merklichen Senkung der Trennarbeitskosten (vgl. /31/, S. 92).

In Abb. 9 ist für MBB-Elemente mit verschiedenen mittleren Radien der Umlenk-rille der Trenneffekt-wirkungsgrad in Abhängigkeit vom Einlaßdruck auf-ge-tragen. Der Trenneffekt-wirkungsgrad vergleicht den Elementareffekt der Isotopentrennung der kommerziellen Trenndüsen-elemente mit dem maximalen Trenneffekt eines wesentlich größeren und daher praktisch toleranzfreien Labortrennsystems.

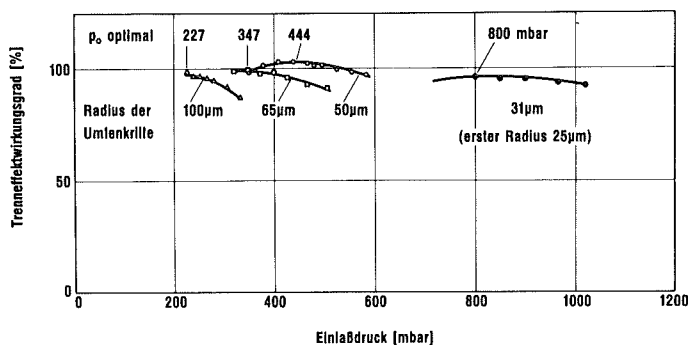


Abb. 9: Abhängigkeit des Trenneffekt-wirkungsgrades kommerzieller Trenndüsen-elemente (MBB) vom Einlaßdruck für verschiedene mittlere Radien der Umlenk-rille. Der optimale Einlaßdruck ist innerhalb der Fehlergrenze umgekehrt proportional zum mittleren Radius der Umlenk-rille.

Man bemerkt, daß der optimale Einlaßdruck erwartungsgemäß umgekehrt proportional zu den charakteristischen Abmessungen ist. Selbst bei dem Element mit einem mittleren Umlenkradius von nur  $31\ \mu\text{m}$ , bei dem der optimale Einlaßdruck 800 mbar beträgt, wird ein Trenneffekt-wirkungsgrad von 95 % erreicht. MBB-Elemente mit einem Umlenkradius von  $100\ \mu\text{m}$  werden, zusammen mit entsprechenden Siemens-Elementen, in der Vorlaufkaskade in Brasilien eingesetzt. Für die Ausrüstung der Demo-Anlage mit  $50\text{-}\mu\text{m}$ -Elementen hat MBB

in Resende eine Fertigungsstraße mit einer Jahresleistung von 30 km Trenndüsen Schlitz aufgebaut, die 1987 in Betrieb genommen wurde.

### 3.3 Entwicklung kommerzieller Trenndüsenstufen

Die Funktion einer Trenndüsenstufe geht aus Abb. 10 hervor: Das von links kommende Ausgangsgas wird in einem zweistufigen Zentrifugalverdichter mit Zwischen- und Endkühler um etwa den Faktor 2,5 verdichtet und strömt mit ca. 40 °C von unten in die rohrförmigen Trennelemente. Die schwere Fraktion verläßt die Trennelemente am oberen Ende und wird über einen Ringspalt zwischen dem Trenndüsentank und einem zylindrischen Einbau zum rechts liegenden Auslaßstutzen geführt. Die auf der ganzen Länge der Trennelemente austretende leichte Fraktion wird im zylindrischen Einbau gesammelt und ebenfalls nach rechts weitergeleitet. Die Trennelemente werden durch ein nicht eingezeichnetes Metallfilter vor staubförmigen Verunreinigungen geschützt.

Der Verdichter wird über ein Planetengetriebe mit einem handelsüblichen Niederfrequenzmotor angetrieben. Der  $UF_6$ -enthaltende Bereich des Verdichters ist vom ölgeschmierten Gleitlager durch eine berührungs- und damit verschleißfreie Doppel-Gasdichtung getrennt. Sie wird auf der Verfahrensseite mit dem zur Verdünnung des  $UF_6$  benutzten leichten Zusatzgas und auf der Lagerseite mit trockenem Stickstoff gespült.

Im Rahmen des Technologieprogramms wurden in Karlsruhe, gemeinsam mit STEAG und NUCLEBRAS, Prototyptrenndüsenstufen mit Verdichteransaugleistungen von 33 000, 100 000 und 300 000 m<sup>3</sup>/h gebaut und erfolgreich erprobt (SR 33, SR 100, SR 300). Der Verdichter für die größte Stufe wurde von Escher Wyss, Ravensburg, der für die mittlere von GHH, Sterkrade, geliefert, während für die kleinste Stufe Prototypverdichter von beiden Verdichterherstellern zur Verfügung stehen. Die Stufen SR 33 und SR 100 sollen in der Demonstrationsanlage verwendet werden, während die Stufe SR 300 für eine spätere kommerzielle Anlage vorgesehen ist. Abb. 11 zeigt das untere Ende der größten Stufe mit Antriebsmotor und Getriebe. Fragen der  $UF_6$ -Handhabung und der Beseitigung von  $UF_6$ -Zersetzungsprodukten wurden gemeinsam mit der Fa. MAN, München, Abtl. Neue Technologie bearbeitet. Vgl. z.B. /32/.

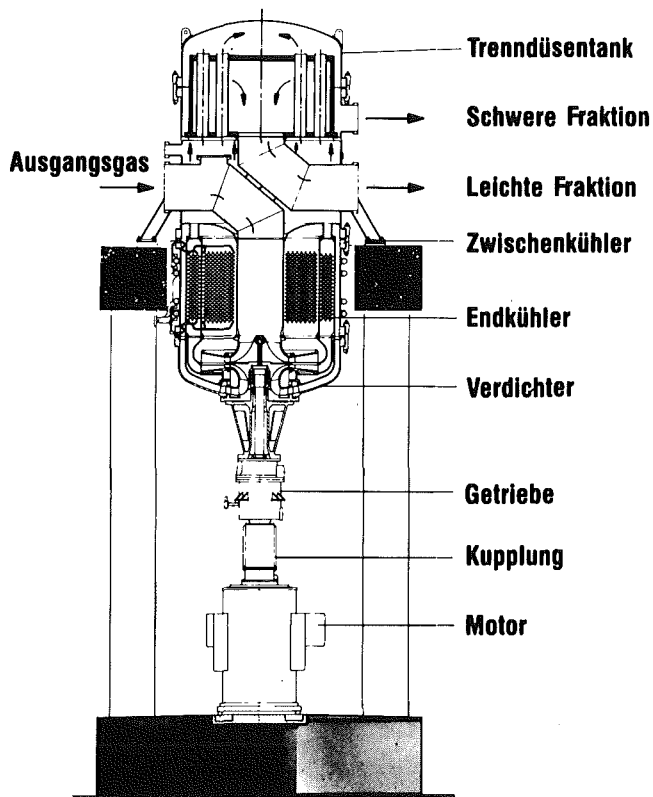


Abb. 10:  
Schnitt durch eine Trenndüsenstufe.

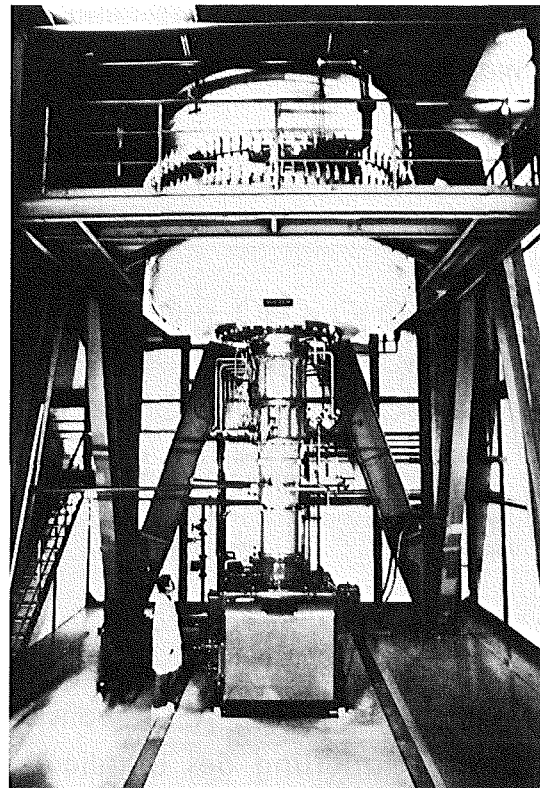


Abb 11:  
Unteres Ende der größten Trenndüsen-  
stufe. Durchmesser 4,0 m. Gesamthöhe,  
einschl. Antrieb, 14 m.

### 3.4 Bau des ersten Teils einer Trenndüsen-Demonstrationsanlage in Brasilien

Die in Resende, Brasilien, als erster Teil der Demonstrationsanlage gebaute Vorlaufkaskade /29/ besteht aus 24 mit  $H_2/UF_6$ -Gemisch arbeitenden Trenndüsenstufen des kleinsten Typs ( $33\ 000\ m^3/h$  Verdichteransaugleistung). Obwohl noch keine Produktion von angereichertem Material vorgesehen ist, enthält die Vorlaufkaskade alle für den Betrieb einer produzierenden Anlage erforderlichen Einrichtungen.

Nach Abb. 12 sind die mit einem Aufteilungsverhältnis  $1/4$  arbeitenden Stufen in 2 Gruppen angeordnet, die einzeln oder in Serie betrieben werden können. Die am Kopf der Anlage erforderliche Trennung von  $UF_6$  und leichtem Zusatzgas wird in einer  $UF_6$ -Abscheidungsanlage durchgeführt. Sie besteht aus einer speziellen Trenndüsenstufe und einer mit umschaltbaren Gegenströmern arbeitenden Tieftemperatur-Anlage /33/. Im Versuchsbetrieb werden Produkt- und Abfallstrom fortlaufend vermischt, so daß die Kaskade mit einem verhältnismäßig

kleinen  $UF_6$ -Vorrat auskommt. Abb. 13 zeigt einen Teil der Vorlaufkaskade während der Montage.

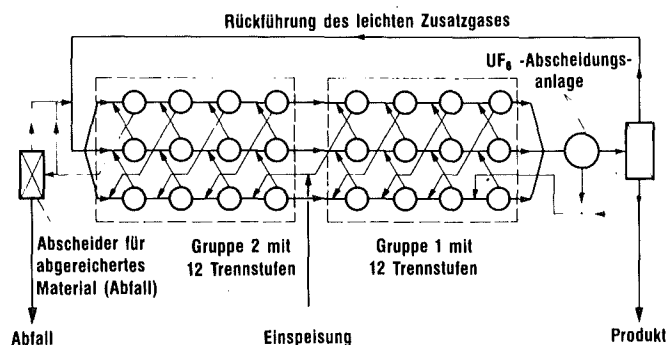


Abb. 12:  
Fließschema der Vorlaufkaskade mit Zusatzeinrichtungen.

Die Anlage wurde inzwischen weitgehend fertiggestellt (Abb.14) und in Teilbereichen erprobt. Die vollständige Inbetriebnahme wurde im Rahmen der Umstrukturierung des brasilianischen Kernenergieprogramms bis Mitte 1989 zurückgestellt.

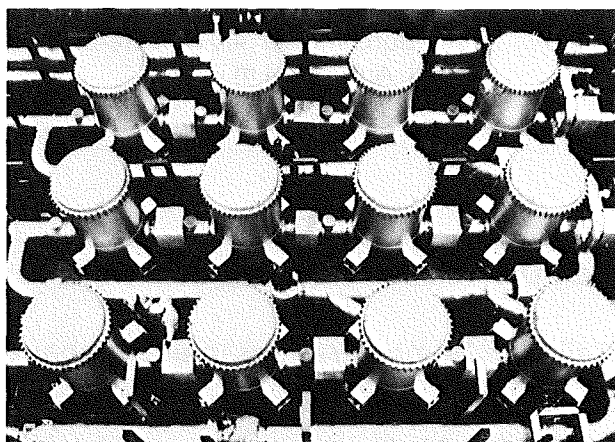


Abb. 13:  
Teil der Vorlaufkaskade in Resende, Brasilien, während der Montage. Durchmesser der Trennstufen 1,5 m.

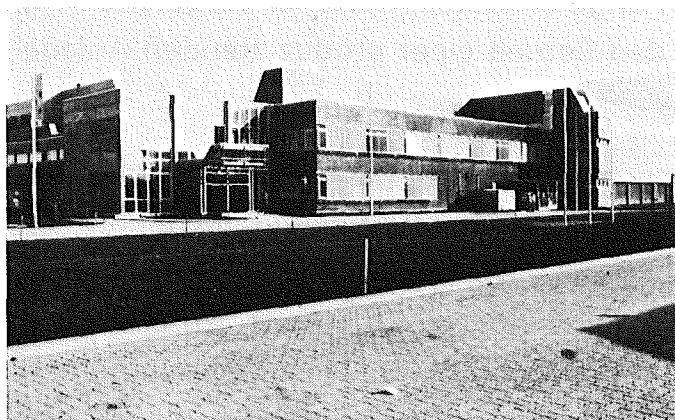


Abb. 14:  
Zentralgebäude der Trenndüsen-Demonstrationsanlage in Resende, Brasilien, in dem auch die Vorlaufkaskade (Abb. 13) untergebracht ist.

### 3.5 Weiterentwicklung und wirtschaftliche Aussichten des Trenndüsenverfahrens

Für fortgeschrittene Trenndüsenanlagen wurde das in Abb. 15 schematisch dargestellte Trenndüsen-System mit zweifacher Strahlumlenkung /34/ vorgesehen. Bei der sogenannten Doppelumlenk-Trenndüse wird die schwere Fraktion eines konventionellen Trenndüsen-Systems durch ein unmittelbar angeschlossenes zweites System erneut aufgespalten, so daß insgesamt drei Fraktionen entstehen. Die mittlere Fraktion strömt innerhalb der Trennstufe auf die Saugseite des Verdichters zurück. Das Rezyklieren einer mittleren Fraktion erhöht den

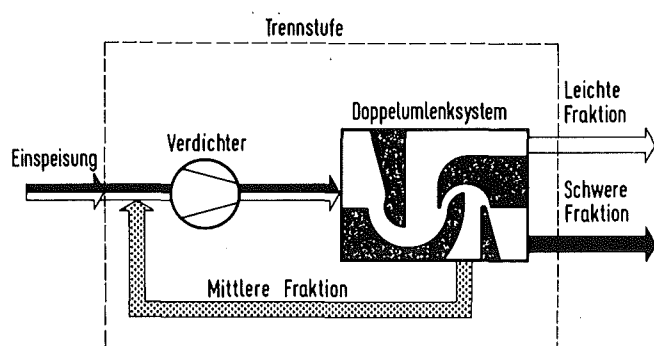


Abb. 15:  
Schema des für fortgeschrittene  
Trenndüsenanlagen vorgesehenen  
Trenndüsen-Systems mit zweifacher  
Strahlumlenkung.

Trenneffekt und das optimale Uranaufteilungsverhältnis, wodurch die für einen bestimmten Anreicherungsfaktor erforderliche Stufenzahl um etwa 40 % abnimmt. Obwohl der effektive  $UF_6$ -Durchsatz der Stufe durch das Rezyklieren vermindert wird, steigt die Trennleistung der Stufe um etwa 10 %, wobei der spezifische Energieverbrauch entsprechend abnimmt /35/.

Doppelumlenk-Trenndüsen lassen sich sowohl nach dem Siemens- als auch nach dem MBB-Verfahren herstellen /36/. Die im Rahmen der Weiterentwicklung angestrebte Steigerung des Einlaßdrucks auf etwa 1,5 bar würde jedoch bei beiden Verfahren, wegen der mit der Drucksteigerung verbundenen weiteren Verkleinerung der charakteristischen Abmessungen, zu Schwierigkeiten führen.

Vom IKVT wurde daher, in Zusammenarbeit mit Siemens/Interatom und dem Fraunhofer-Institut für Festkörpertechnologie, ein Trennelement-Herstellungsverfahren entwickelt, das auf der lithographischen Erzeugung von Trenndüsenstrukturen in Kunststoffplatten mit Hilfe der von einem Elektronensynchrotron bzw. einem Elektronenspeicherring ausgehenden intensiven, weitgehend parallelen Röntgenstrahlung ("Synchrotronstrahlung") beruht /37/. Die durch Bestrahlen und Entwickeln strukturierten Kunststoffplatten werden als Formen bei der galvanoplastischen Herstellung der Trenndüsen verwendet. Um bei der

Massenfertigung der Trenndüsen von einer Synchrotronstrahlungsquelle unabhängig zu sein, werden die so hergestellten Metallstrukturen als Werkzeuge für die Massenherstellung von Kunststoffformen benutzt, die bei der Galvanoplastik an die Stelle der lithographisch erzeugten Kunststoffformen treten (Vgl. Abschnitt 5).

Bei Verwendung von LIGA-Trennelementen würde die in Abb. 11 gezeigte Trenndüsenstufe SR 300, je nach Betriebsbedingungen, eine Trennleistung zwischen 15 000 und 22 000 SWU/a haben. Eine mit solchen Stufen gebaute kommerzielle Trenndüsenanlage hätte eine Trennleistung von rund 3 Millionen SWU/a und würde die großen brasilianischen Uranvorräte mit einem international konkurrenzfähigen Trennarbeitspreis verarbeiten /35/. Der spezifische Energieverbrauch ist für  $H_2$  als leichtes Zusatzgas um etwa 25 % kleiner als für He. Da die spezifischen Investitionskosten für die beiden Zusatzgase jedoch praktisch gleich sind und für He bestimmte Sicherheitsauflagen entfallen, muß die Frage nach dem günstigeren Zusatzgas unter Berücksichtigung spezieller Randbedingungen des Anlagenbaus beantwortet werden. Die Entscheidungen über Kapazität und Baubeginn einer kommerziellen Trenndüsenanlage in Brasilien werden u.a. von der künftigen Entwicklung des internationalen Trennarbeitsmarktes abhängen.

Während bei dem gemeinsam von der Bundesrepublik Deutschland, den Niederlanden und Großbritannien entwickelten Zippeschen Zentrifugenverfahren die Energiekosten im Vergleich zu den übrigen Kosten praktisch zu vernachlässigen sind, machen die Energiekosten beim Trenndüsenverfahren ebenso wie bei dem in den U.S.A., Frankreich und der Sowjetunion angewendeten Diffusions-Verfahren einen erheblichen Teil der Produktkosten aus /38/. Doch auch die beiden Energie-intensiven Verfahren verbrauchen nur einen kleinen Teil des mit ihrem Produkt erzeugten Stromes. Für die Einsetzbarkeit der Verfahren sind daher, neben dem Strompreis und dem geforderten Kapitaldienst, sekundäre Gesichtspunkte, wie kleinste wirtschaftliche Anlagengröße, Verfügbarkeit der Technologie und Herstellbarkeit der Anlagenkomponenten im eigenen Land mitbestimmend.



## 4. Clusterstrahl-Forschung

### 4.1 Herstellung und Größenanalyse von Clusterstrahlen

Clusterstrahlen wurden erstmals im Jahre 1956 von der Marburger Arbeitsgruppe bei dem Versuch nachgewiesen, hochintensive langsame Überschallmolekularstrahlen durch Expansion von Gasen aus gekühlten Lavaldüsen zu erzeugen /39/ /40/. Dabei wurde der Kern des mit der Düse erzeugten Gasstrahls über zwei Zwischendruckstufen unter Verwendung konischer Abschäblenden ins Hochvakuum überführt (Abb. 16).

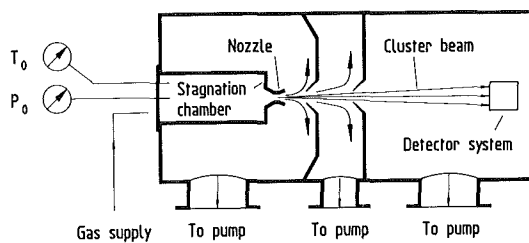


Abb. 16:  
Erzeugung eines Clusterstrahls durch Ausblenden des Kerns eines teilweise kondensierten Überschallstrahls.

Teilweise Kondensation oder Clusterbildung in expandierenden Gasströmungen war von Windkanalexperimenten bereits bekannt. Neu und unerwartet war dagegen die Tatsache, daß die unter gasdynamischen Bedingungen gebildeten Cluster sich ins Hochvakuum überführen und praktisch vollständig vom unkondensierten Restgas abtrennen ließen. Bei der Entfernung des Restgases spielte offensichtlich der schon früher an Gasgemischen beobachtete Trenndüsen effekt /21/ eine wesentliche Rolle. Unter geeigneten Bedingungen kann die Molekelstromdichte eines Clusterstrahls die eines unkondensierten Molekularstrahls um Größenordnungen übersteigen.

Auf der Brookhavenkonferenz über Molekularstrahlen, die 1959 in Heidelberg stattfand, wurde vom Verfasser darauf hingewiesen, daß die Möglichkeit, intensive Clusterstrahlen im Hochvakuum zu erzeugen, neue Aspekte sowohl in der Grundlagenforschung als auch für praktische Anwendungen eröffnete /41/. Als Beispiel für die allgemeine Idee, die Eigenschaften kondensierter Materie in Abhängigkeit von der Teilchengröße zu studieren, wurden Experimente mit Heliumclustern vorgeschlagen, die neue Erkenntnisse zur Superflüssigkeit liefern sollten. Praktische Anwendungsmöglichkeiten wurden vor allem im Bereich der Kernfusion gesehen. Auf der Grundlage dieser Vorstellungen wurde die

Clusterstrahlungsforschung eines der Hauptarbeitsgebiete des Instituts für Kernverfahrenstechnik.

Im Rahmen des Versuchs, die Intensität der Clusterstrahlen weiter zu steigern, wurde der Einfluß von Zusatzgasen untersucht, die bei den angewendeten Bedingungen zwar nicht kondensieren, sich aber an der Abfuhr der Kondensationswärme der Cluster-bildenden Komponente beteiligen /42/. Aus Abb. 17 geht hervor, daß bei der Temperatur des flüssigen Stickstoffs die Intensität eines Stickstoff-Clusterstrahls durch Zusatz von Wasserstoff um mehr als den Faktor 30 gesteigert werden kann. Wie bei unkondensierten Überschallmolekularstrahlen /39/ vergrößert das leichte Zusatzgas die Geschwindigkeit der schweren Komponente. Mit einem Überschuß an leichtem Zusatzgas läßt sich daher nicht nur die Intensität sondern auch die Teilchenenergie von Clusterstrahlen aus schweren Atomen bzw. Molekeln beträchtlich erhöhen.

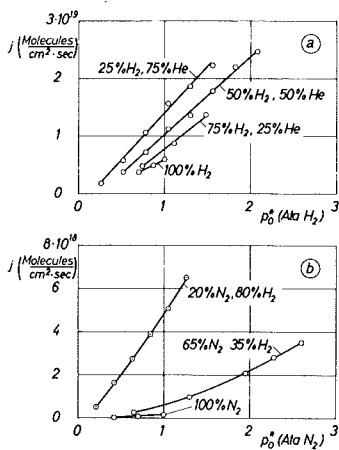


Abb. 17:  
Steigerung der Clusterstrahlintensität durch ein nicht-kondensierendes Zusatzgas.  
a:  $T_0 \approx 20K$ ; b:  $T_0 \approx 78K$ .

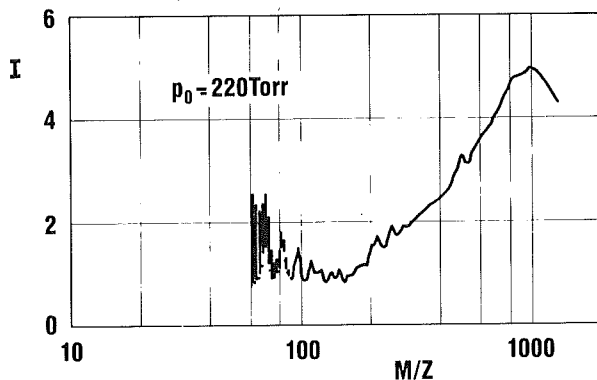


Abb. 18:  
Massenspektrometrische Analyse von Wasserstoff-Clusterstrahlen.  
 $M$  = Massenzahl,  $Z$  = Ladungszahl,  $I$  = Intensität

Von W. Henkes wurde gezeigt, daß sich Clusterstrahlen durch Elektronenbeschuß ionisieren und anschließend elektrisch beschleunigen lassen /43/. Dadurch waren die Voraussetzungen für massenspektrometrische Analysen von Clusterstrahlen gegeben (Abb. 18) /44/. Außerdem eröffnete sich die

Möglichkeit, durch elektrische Beschleunigung von Clusterionen intensive Materiestrahlen mit erhöhter kinetischer Energie zu erzeugen /45/.

Bei spezifischen Massen  $M/Z$  über 1000 würde die magnetische Massenanalyse sehr hohe Magnetfelder erfordern. Von Bauchert und Hagena wurde daher die Gegenfeldmethode zur Bestimmung der mittleren spezifischen Masse von Clusterionen eingeführt /46/. Sie macht von der Tatsache Gebrauch, daß alle Teilchen in einem elektrisch nicht beschleunigten Clusterstrahl praktisch dieselbe geordnete Geschwindigkeit haben, wodurch ihre kinetischen Energien proportional zur Masse sind. Abb. 19 zeigt das nach der Gegenfeldmethode bestimmte mittlere Verhältnis von Molekelzahl  $N$  zu Ladungszahl  $Z$  von ionisierten  $\text{CO}_2$  - Clusterstrahlen. Aus der Abbildung geht hervor, daß die mittlere "spezifische Größe"  $N/Z$  mit zunehmendem Düsendurchmesser beträchtlich ansteigt. Hagena und Mitarbeiter haben aus solchen Messungen Ähnlichkeitsgesetze für die Erzeugung von Clusterstrahlen abgeleitet /47/.

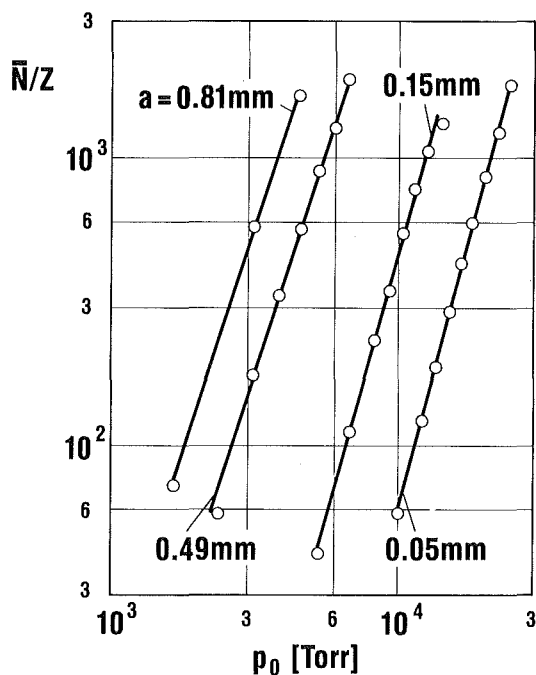


Abb. 19:  
Nach der Gegenfeldmethode bestimmtes mittleres Verhältnis von Molekelzahl  $N$  zu Ladungszahl  $Z$  von ionisierten Clusterstrahlen.

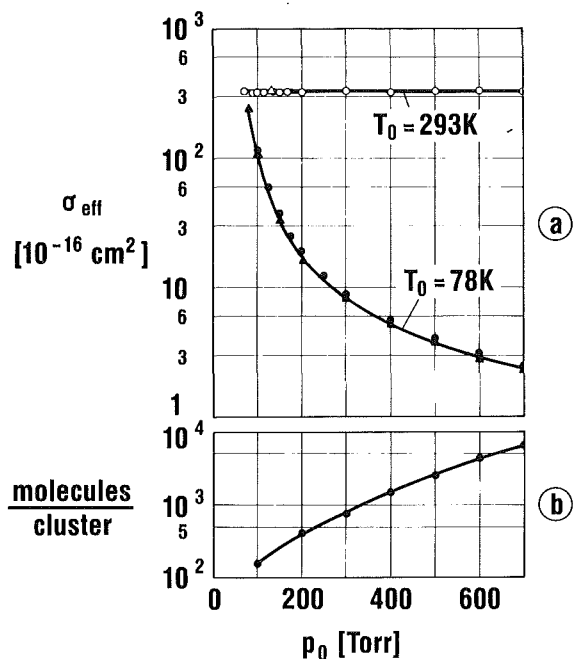


Abb. 20:  
a: Abhängigkeit des effektiven Wirkungsquerschnitts  $\sigma_{\text{eff}}$  eines  $\text{N}_2$ -Moleküls in einem Molekularstrahl ( $T_0 = 293\text{K}$ ) u. in einem Clusterstrahl ( $T_0 = 78\text{K}$ ) in Abhängigkeit vom Einlaßdruck  $p_0$ ;  
b: Aus dem Abfall von  $\sigma_{\text{eff}}$  bei 78 K berechnete Anzahl von  $\text{N}_2$ -Molekülen pro Cluster.

Sowohl die Massenspektrometrie mit Magnetfeldern als auch die Gegenfeldmethode ist nur bei ionisierten Clusterstrahlen anwendbar. Ihre Massenverteilungen können erheblich von denen der neutralen Ausgangs-

Clusterstrahlen abweichen. Um Informationen über den Ausgangs-Clusterstrahl zu gewinnen, haben Burghoff und Gspann die Streuung eines Kalium-Atomstrahls an einem  $N_2$ -Düsen-Strahl bei verschiedenen Temperaturen untersucht /48/. Aus Abb. 20 geht hervor, daß der effektive Wirkungsquerschnitt eines Stickstoffmoleküls bei 78 K durch Erhöhen des  $N_2$ -Einlaßdrucks von 100 auf 700 Torr um zwei Größenordnungen abnimmt, während er bei 293 K innerhalb der Fehlergrenze konstant bleibt. Die Abnahme bei 78 K beruht auf der mit dem Einlaßdruck stark zunehmenden Zusammenlagerung der  $N_2$ -Moleküle zu Clustern, die eine zunehmende gegenseitige Abschattung der Moleküle zur Folge hat. Ein entsprechender Effekt fehlt bei 293 K, da bei dieser Temperatur keine merkliche Clusterbildung eintritt. Unter der Annahme, daß die Cluster kugelförmig sind und die Dichte des festen Stickstoffs haben, ergab sich die im unteren Teil der Abbildung angegebene mittlere Molekelzahl pro Cluster, die im untersuchten Bereich Werte von einigen Tausend erreicht.

Bis zum Jahre 1972 wurden vom IKVT über 40 Mitteilungen zur Erzeugung, Untersuchung und Anwendung von Clusterstrahlen veröffentlicht. Sie wurden, zusammen mit den inzwischen erschienenen Beiträgen anderer Institutionen, von O. F. Hagena in einem 1974 erschienenen Artikel zusammenfassend dargestellt /47/. Seit dieser Zeit ist die Clusterstrahlforschung, nicht zuletzt durch die Einbeziehung hochsiedender Substanzen, soweit angewachsen, daß sie ein Hauptthema zahlreicher nationaler und internationaler Tagungen und Workshops geworden ist.

## 4.2 Grundlagenuntersuchungen mit Clusterstrahlen

Ein überraschender Effekt beim Arbeiten mit Clusterstrahlen ist ihre Reflexion an glatten Oberflächen, die zu einer Einengung des Strahlquerschnitts und damit zur Steigerung der Stromdichte des Strahls führen kann /49/. Die linke Seite von Abb. 21 zeigt schematisch die Reflexion eines Stickstoff-Clusterstrahls von 5 mm Durchmesser an einer polierten Stahlplatte bei Raumtemperatur für einen Einfallswinkel von  $75^\circ$ . Der reflektierte Strahl ist bei einem Reflexionswinkel von  $88^\circ$  auf einen Bereich von etwa 1 mm Dicke zusammengedrängt. Die Ausdehnung des Strahls senkrecht zur Einfallsebene bleibt praktisch unverändert. Aus dem rechten Teil der Abbildung geht hervor, daß die Molekelstromdichte durch die Reflexion um bis zu einen Faktor 5 gesteigert wird. Der Effekt ermöglicht im Prinzip die Kollimation von Clusterstrahlen /49/. An

gekühlten Targets können sogar Helium-Clusterstrahlen reflektiert werden /50/, die erstmals 1961 erzeugt wurden /51/.

Erste Experimente zur Streuung von Cäsium-Atomen an He-Clusterstrahlen wurden 1975 veröffentlicht /52/. Gspann und Mitarbeiter verbesserten die Streuexperimente und dehnten sie auf das seltene und entsprechend teure  $^3\text{He}$  aus /53/, das unter den angewendeten Bedingungen mit Sicherheit keine Superflüssigkeit zeigen kann. In Abb. 22 ist die Schwächung eines Cäsium-Atomstrahls durch einen  $^3\text{He}$ - bzw.  $^4\text{He}$ -Clusterstrahl in Abhängigkeit vom Winkel zwischen den beiden Strahlen dargestellt /54/. Die mittlere Zahl der Atome pro Cluster lag in beiden Fällen bei etwa 107. Die Kurven wurden unter der Voraussetzung einer geschwindigkeitsunabhängigen Wechselwirkung berechnet und bei  $90^\circ$  an die Experimente angepaßt. Die praktisch vollständige Übereinstimmung zwischen der Rechnung und den experimentellen Ergebnissen konnte durch Annahme von etwa 1 Promille unkondensiertem Restgas in den Clusterstrahlen erreicht werden. Die Ergebnisse bedürfen noch der theoretischen Interpretation.

Die durch Clusterstrahlen gegebenen Möglichkeiten, die Übergänge von einzelnen Atomen bzw. Molekeln zu kondensierten Phasen frei von Störungen

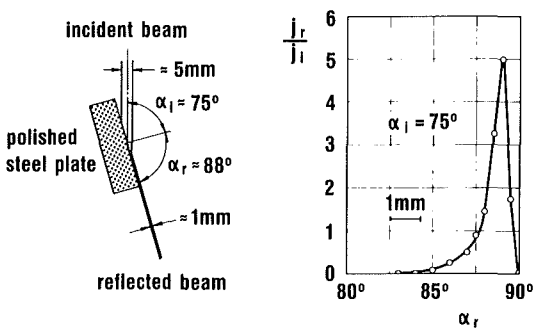


Abb. 21:  
Steigerung der Stromdichte eines Stickstoff-Clusterstrahls durch Reflexion an einer polierten Stahlplatte.

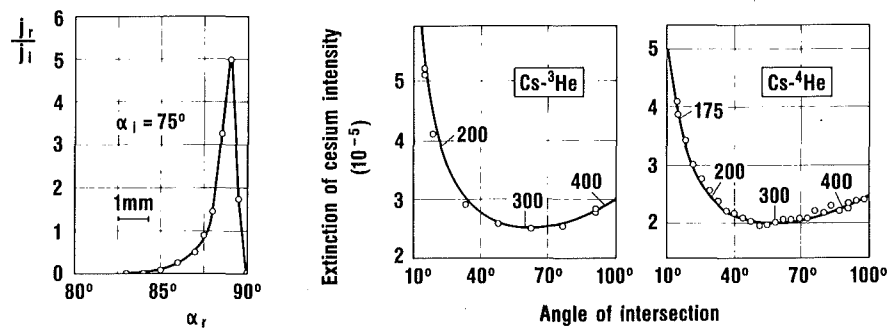


Abb. 22:  
Schwächung eines Cäsium-Atomstrahls durch einen  $^3\text{He}$ - bzw.  $^4\text{He}$ -Clusterstrahl in Abhängigkeit vom Winkel zwischen beiden Strahlen. Die Zahlen geben die Relativgeschwindigkeit in m/s an.

durch Lösungsmittel oder feste Unterlagen zu beobachten, haben zahlreiche Untersuchungen in anderen Laboratorien mit Clusterstrahlen angeregt. Dabei wurden interessante neue Effekte, wie z.B. die Abhängigkeit der Kristallstruktur von der Größe der Bereiche oder der Einfluß der Quantenmechanik auf die Stabilität kleiner Atom- bzw. Molekülcluster gefunden /55/.

### 4.3 Einsatz von Clusterstrahlen in der Plasma- und Fusionsforschung

Die mit Clusterstrahlen erreichbaren Teilchendichten sind so hoch, daß elektrische Entladungen längs der Strahlen gezündet werden können /56/. Das eröffnete die Möglichkeit zur Herstellung bestimmter Plasmakonfigurationen im Hochvakuum. In Abb. 23 ist eine Anordnung dargestellt, die im IKVT zur Erzeugung eines Plasmahohlzylinders im Hochvakuum durch elektrische Entladung längs eines hohlzylinderförmigen Stickstoffclusterstrahls verwendet wurde /57/. Aus den in Abb.24 wiedergegebenen in Richtung der Strahlachse aufgenommenen Bildern der Plasmakonfiguration geht hervor, daß der Plasmahohlzylinder innerhalb einer Mikrosekunde ohne erkennbare Instabilitäten zu einem dünnen Plasmavollzylinder zusammenfällt. Sondenmessungen sprechen dafür, daß der überwiegende Teil der mit dem Clusterhohlzylinder in den Hochvakuumbereich eingeführten Materie an dem pinch-Effekt teilnimmt /58/.

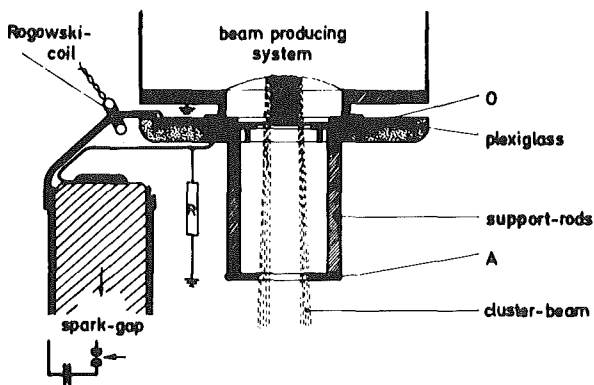


Abb. 23:  
Anordnung zur Erzeugung eines Plasmahohlzylinders im Hochvakuum durch elektrische Entladung längs eines hohlzylinderförmigen Clusterstrahls.

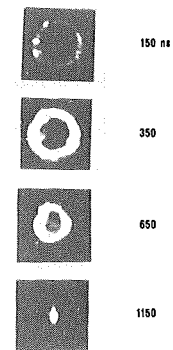


Abb. 24:  
In Richtung der Strahlachse aufgenommene Bilder eines Plasmahohlzylinders in Abhängigkeit von der Zeit.

Von J. G. Linhart (Euratom-C.N.E.N , Frascati) wurde theoretisch gezeigt, daß Hohlpinch-Entladungen im Hochvakuum eine interessante Möglichkeit zur Erzeugung intensiver Neutronenblitze durch Kernfusion eröffnen könnten /59/. Nach Abschätzungen von Frank und Klingelhöfer /60/ würde eine elektrische Entladung von 100 kJoule bei 100 kV Kondensatorspannung längs eines D-T-Clusterhohlstrahls von 60 cm Anfangsdurchmesser und 10 cm Höhe für mehrere Nanosekunden eine Plasmadichte von  $3,5 \cdot 10^{20}$  Ionen/cm<sup>3</sup> mit einer thermischen Ionenenergie von etwa 3,7 keV liefern. Aus Experimenten von Klingelhöfer und Röhl geht hervor, daß die zu fordernde Anfangsdichte im D-T-Clusterstrahl von  $10^{17}$  -  $10^{18}$  Atomen/cm<sup>3</sup> ohne Schwierigkeiten erreicht werden kann /61/. Ein entsprechendes Hohlpinchexperiment konnte jedoch bisher nicht durchgeführt

werden. Eine andere Anwendungsmöglichkeit der Hohlpinch-Entladung könnte sich im Zusammenhang mit der Erzeugung kohärenter weicher Röntgenstrahlung ergeben /62/.

Schon 1962 wurde vorgeschlagen, die Hochspannungsbeschleunigung von Clusterionen zur Brennstoffinjektion bei Kernfusionsexperimenten einzusetzen /45/. Das Prinzip ist in Abb. 25 dargestellt /63/. Offensichtlich führt die Be-

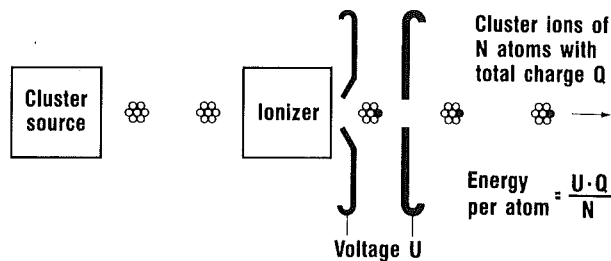


Abb. 25:  
Prinzip der elektrischen Beschleunigung von Clusterstrahlen.

schleunigung eines Clusterions mit N Atomen und der Gesamtladung Q durch eine Spannung U zu einer Energie pro Atom von  $U \cdot Q / N$ . Für eine gegebene Energie pro Atom und konstante Strahlgeometrie nimmt der räumladungsbegrenzte Strahlstrom proportional  $(N/Q)^2$  zu. Die Methode ist daher umso effektiver, je größer die Cluster sind. Allerdings steigt, bei vorgegebener Energie pro Atom, die erforderliche Beschleunigungsspannung proportional zur Clustergröße an.

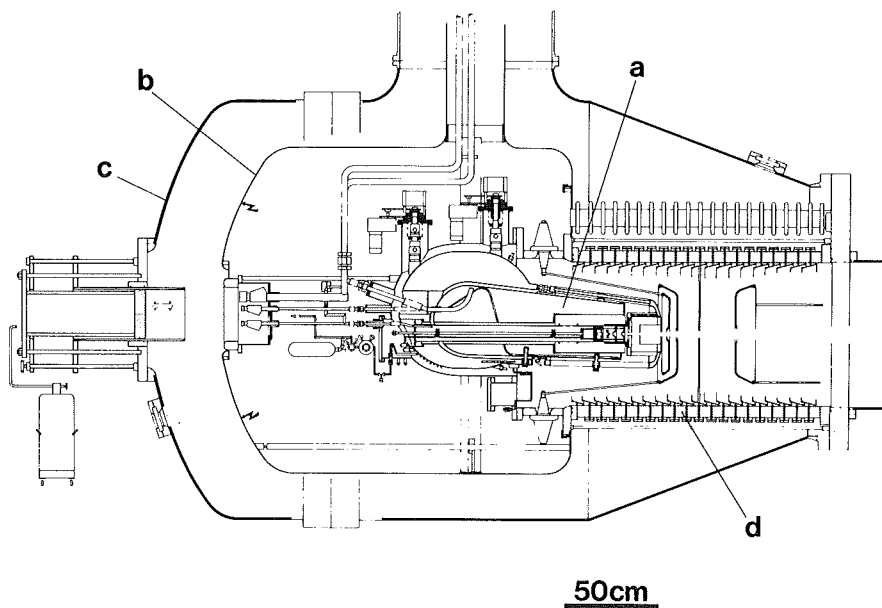


Abb. 26:  
Schnitt durch den Clusterionenbeschleuniger. a: Kryostat für die Clusterstrahlerzeugung und - Ionisierung. b: Metallabschirmung auf Hochspannungspotential. c: SF<sub>6</sub>- gefüllter Drucktank auf Erdpotential.

Im IKVT wurde ein Beschleuniger mit einer Maximalspannung von 1 MV gebaut, der hauptsächlich für die Erzeugung intensiver Wasserstoff-Clusterstrahlen mit einigen eV pro Atom eingesetzt wurde /64/. Solche Strahlen sind sowohl für die Brennstoff-Nachfüllung bei Fusions-Anordnungen als auch für die Erzeugung negativer Wasserstoff-Ionen zur Plasmaheizung von Interesse. Abb. 26 zeigt einen Schnitt durch den Beschleuniger. Der Kryostat für die Düsenkühlung und für das Kryopumpen des bei der Strahlerzeugung anfallenden unkondensierten Gases sind im Hochspannungsterminal untergebracht. Das Beschleunigerrohr und das Terminal befinden sich in einem geerdeten Tank, der mit komprimiertem SF<sub>6</sub>-Gas als Isolationsmittel gefüllt ist. Die Beschleunigungsspannung wird von einem Kaskadengenerator geliefert, der in einem getrennten, ebenfalls mit SF<sub>6</sub> isolierten Tank untergebracht ist.

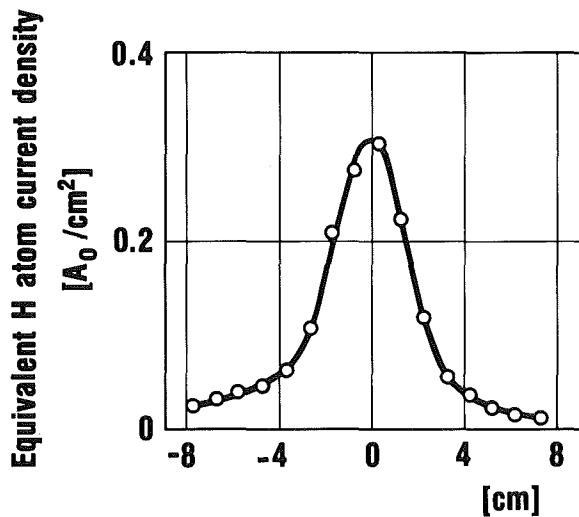


Abb. 27: Profil eines elektrisch beschleunigten Strahls aus Wasserstoff-Clusterionen, 215 cm stromabwärts der Erdelektrode des Beschleunigers. Mittlere Energie pro Wasserstoffatom = 7 eV

In Abb. 27 ist das 215 cm stromabwärts von der Erd-Elektrode gemessene Profil eines Wasserstoff-Clusterionenstrahls mit einem Atomstrom-Äquivalent von  $6 A_0$  wiedergegeben. Im Hinblick auf die angestrebte relativ niedrige Energie von 7 eV pro Atom und den langen Abstand vom Beschleuniger ist die gemessene maximale Atomstromdichte von etwa  $0,3 A_0/cm^2$  bemerkenswert. Die beobachtete Strombegrenzung dürfte darauf beruhen, daß bei höheren Strahldichten Zusammenstöße der Clusterionen mit neutralen Clustern und Untergrundteilchen sowie mit anderen Clusterionen zur Bildung einer Gaswolke führen, die den Strahl zerstört. Der Effekt sollte sich durch Verwendung eines Strahls mit bandförmigem Querschnitt oder vieler in einem gemeinsamen Beschleunigerrohr parallel geschalteter dünner, runder Strahlen soweit vermindern lassen, daß für Kernfusionsexperimente interessante Teilchenströme erreicht werden können /65/.



Moser und Schemp haben theoretisch die Möglichkeit der Beschleunigung von Clusterionen mit einem Radiofrequenz-Quadrupolsystem untersucht, mit dem bei vergleichbarem Aufwand wesentlich höhere Clusterenergien als mit der elektrostatischen Methode zu erzielen sein dürften /66/.

#### 4.4. Einsatz von Clusterstrahlen in der Mikrotechnik

Die vom IKVT mit permanenten Gasen entwickelte Methode zur Erzeugung und elektrischen Beschleunigung von Clusterstrahlen wurde von Takagi, Yamada und Mitarbeitern an der Universität Kyoto auf hochsiedende Substanzen übertragen /67/ und von ihnen sowie zahlreichen anderen Autoren für die Herstellung dünner Schichten mit speziellen Eigenschaften in der Mikroelektronik und Optik eingesetzt /68/. Im Gegensatz zur üblichen Schichterzeugung durch Vakuum-Verdampfung oder Sputtern soll die sogenannte Ionized Cluster Beam (ICB)-Methode die Teilchen mit einer einstellbaren Energie von wenigen eV pro Atom aufbringen, die für die Schichterzeugung als optimal angesehen wird. Wie Gspann theoretisch gezeigt hat, kann die Ausbildung der Schicht, zumindest im Fall von Metallclustern, zusätzlich durch einen flüssigkeitsähnlichen Zustand der Cluster günstig beeinflusst werden /69/. Tatsächlich werden mit der Clusterstrahlmethode besonders dichte Schichten mit einstellbarer Kristallinität und großer Haftfestigkeit erhalten. Z.B. werden in Japan Goldspiegel mit besonders hoher Reflektivität kommerziell unter Einsatz von ICB hergestellt /70/.

Obwohl die Bedeutung der Cluster für die Qualität der Schichten plausibel ist, konnte ihr Einfluß noch nicht zweifelsfrei geklärt werden. Auch wurde die mit Clusterstrahlen erreichbare hohe Materialstromdichte bisher kaum ausgenutzt. Eine systematische Optimierung der Clusterstrahlerzeugung mit hochsiedenden Substanzen, wie sie u. a. in Karlsruhe betrieben wird /71/ /72/, dürfte daher die Chancen einer breiteren Anwendung der Clusterstrahlen bei der Herstellung hochqualifizierter dünner Schichten für die Mikroelektronik und Optik wesentlich verbessern.

Eine andere Möglichkeit des Einsatzes von Clusterstrahlen in der Mikrotechnik beruht auf der Tatsache, daß mit elektrisch beschleunigten Clusterionen sehr große Energiedichten in Festkörperoberflächen erzeugt werden können, die unter geeigneten Bedingungen einen intensiven Sputtereffekt zur Folge haben. Die im IKVT bei früheren Versuchen wiederholt als Störung beobachtete

Erscheinung wird neuerdings als Methode zur gezielten Oberflächenbearbeitung in Erwägung gezogen /73/. Erste mit dieser Zielsetzung im IKVT von Henkes und Klingelhöfer durchgeführte Versuche sind vielversprechend /74/.

## 5. Herstellung von Mikrostrukturkörpern nach dem LIGA-Verfahren

### 5.1 Prinzip des LIGA-Verfahrens

Seit 1980 wird das Arbeitsgebiet des IKVT in Richtung Mikrotechnik erweitert. Schwerpunkt dieser Entwicklung ist das aus dem Trenndüsenprojekt hervorgegangene "LIGA-Verfahren" zur Herstellung von Mikrostrukturkörpern mit großem Aspektverhältnis und großer Strukturhöhe (vgl. Abschn. 3.5). Eine Überlegenheit des LIGA-Verfahrens gegenüber anderen Mikrofertigungsmethoden ist vor allem dann zu erwarten, wenn bei der Massenherstellung eines Mikrostrukturkörpers gleichzeitig hohe Anforderungen an das laterale Auflösungsvermögen, das Aspektverhältnis, die Strukturhöhe, die Parallelität der Strukturwände und die Freiheit der Formgebung gestellt werden. /75/. Anwendungsmöglichkeiten werden vor allem in der Mikromechanik, der Mikroelektronik und Optik sowie der Verfahrenstechnik und Medizin gesehen.

In Abb.28 ist das Prinzip des LIGA-Verfahrens am Beispiel der Massenherstellung von Trenndüsenplatten aus Nickel dargestellt, wobei zwischen den schematischen Schnittzeichnungen auf der linken Seite und den Rasterelektronenmikroskopie (REM)-Aufnahmen auf der rechten nur ein qualitativer Zusammenhang besteht. Die Abbildungen zeigen jeweils eine von insgesamt 324 Trenndüsenstrukturen einer Trenndüsenplatte (vgl. Abb. 32). Jede Trenndüsenstruktur besteht aus einem Mikrostrukturbereich von etwa 100 µm Durchmesser im Zentrum der Bilder und einem etwa 10mal größeren Makrostrukturbereich. Typisch für das Produkt sind kleinste Schlitzbreiten senkrecht zur Bestrahlungsrichtung von wenigen Mikrometern und Schlitzlängen in Bestrahlungsrichtung von mehreren hundert Mikrometern, wobei die Toleranzen entlang der gesamten Schlitzlänge im Submikrometerbereich liegen müssen.

Im ersten Fertigungsschritt wird eine mehrere hundert Mikrometer dicke Schicht aus PMMA (Resist), die auf eine stabile metallische Grundplatte aufgebracht ist, über eine Maske mit Synchrotronstrahlung bestrahlt. Die Maske besteht aus

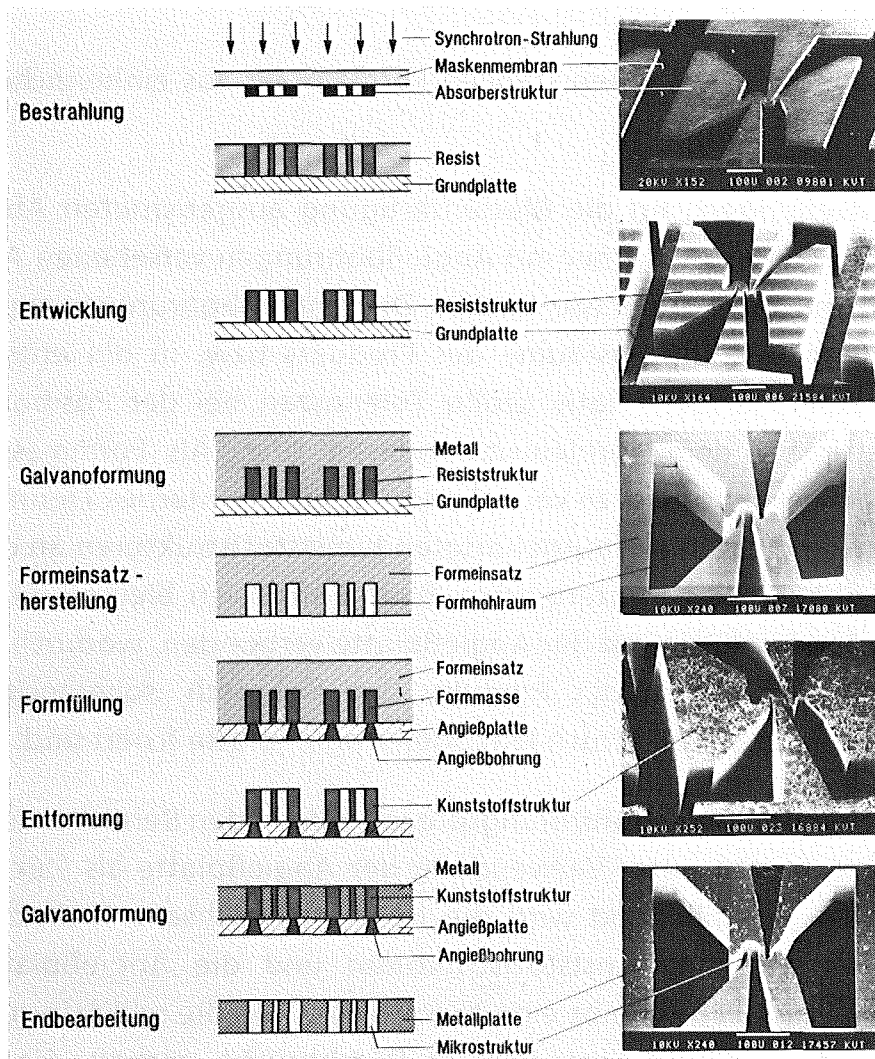


Abb. 28: Fertigungsschritte des LIGA-Verfahrens, erläutert am Beispiel der Herstellung von Trenndüsenplatten. Die Längen der Striche an den unteren Rändern der REM-Aufnahmen entsprechen 100 µm.

einer dünnen, die Synchrotronstrahlung nur schwach absorbierenden Membrane aus Material niedriger Ordnungszahl und einem auf die Membrane aufgetragenen Absorbermuster aus Material hoher Ordnungszahl. Durch den Bestrahlungsprozeß wird die Löslichkeit der bestrahlten Bereiche um mehrere Größenordnungen erhöht, so daß diese selektiv mit einem geeigneten Lösungsmittel (Entwickler) entfernt werden können, wobei eine zum Produkt komplementäre Resiststruktur entsteht.

Im nächsten Fertigungsschritt wird unter Verwendung der Grundplatte als Elektrode galvanisch Metall zwischen den Resiststrukturen abgeschieden. Die Metallabscheidung wird nach der Auffüllung der Zwischenräume fortgesetzt, so daß die Resiststruktur zunächst lateral überwachsen und anschließend eine mehrere Millimeter dicke, geschlossene Metallschicht aufgebaut wird. Die Grundplatte und die im Metall eingebettete Resiststruktur werden anschließend

entfernt, wodurch man einen stabilen Formeinsatz aus einheitlichem Material erhält.

Beim anschließenden, auf die Massenfertigung ausgerichteten Abformprozeß wird der Formeinsatz mit einer mit Angießbohrungen versehenen Angießplatte abgedeckt und mit Formmasse befüllt. Die Angießbohrungen münden in die relativ großen Gasführungsräume des Produkts bzw. in die entsprechenden Formhohlräume, wobei relativ große Toleranzen bei der Positionierung der Angießplatte auf dem Formeinsatz zulässig sind. Als Formmassen werden üblicherweise Reaktionsharze verwendet, denen ein internes Trennmittel zugesetzt ist, um ein Haften der ausgehärteten Kunststoffstrukturen an den Wänden des Formhohlraumes zu unterbinden. Beim Entformen bleiben die Kunststoffstrukturen formschlüssig mit der Angießplatte verbunden, wodurch man erneut Komplementärstrukturen des Produkts aus elektrisch isolierendem Material erhält, die fest auf der elektrisch leitenden Angießplatte fixiert sind.

Im abschließenden Galvanoformungsprozeß wird in den Bereichen zwischen den Kunststoffstrukturen unter Verwendung der Angießplatte als Elektrode Nickel abgeschieden. Anschließend wird die frei aufgewachsene Nickelschicht überschliffen, wonach die Kunststoffstrukturen und die Angießplatte entfernt werden. Als Produkt verbleibt eine Nickelplatte, die die schlitzförmigen Trenndüsen und die Gasführungsräume als Durchbrüche enthält. Sie wird durch Aufbringung von Abdeckplatten zu einem "Trenndüsenchip" komplettiert.

Im folgenden werden die einzelnen Fertigungsschritte genauer beschrieben.

## 5.2 Röntgentiefenlithographie mit Synchrotronstrahlung

Die bei der Röntgentiefenlithographie verwendete relativ kleine Wellenlänge und die für eine akzeptable Bestrahlungsdauer erforderlichen hohen Leistungsdichten stellen weit höhere Anforderungen an die Maske, als man sie aus der für die Mikroelektronik eingesetzten Röntgenflachlithographie /78/ kennt: Im interessierenden Wellenlängenbereich kommen als Trägermaterialien hauptsächlich Titan und Beryllium infrage, wobei die zulässige Schichtdicke bei Titan im Bereich weniger Mikrometer liegt, während im Fall von Beryllium mit rund 10 mal dickeren Schichten gearbeitet werden kann. Zur Erzielung der notwendigen Absorption müssen Absorberstrukturen aus Gold mit einer Dicke von 10 bis 15  $\mu\text{m}$  auf den Träger aufgebracht werden, was gegenüber den

Masken für die Röntgenflachlithographie eine Steigerung um einen Faktor zehn bedeutet. Die zum galvanoplastischen Aufbau solcher Absorberstrukturen benötigten 15-20  $\mu\text{m}$  hohen Resiststrukturen werden durch Umkopieren einer mit lichtoptischen Mitteln oder einem Elektronenstrahlschreiber erzeugten etwa 10mal dünneren Zwischenmaske mit langwelligerer Synchrotronstrahlung hergestellt /79/ /80/.

Die erforderlichen Resistschichten von einigen 100  $\mu\text{m}$  Dicke lassen sich nicht mit gelöstem PMMA herstellen, da das Ausdampfen des Lösungsmittels zu große innere Spannungen hervorruft. Es werden daher auf einen Träger aufpolymerisierte, extrem hochmolekulare bzw. vernetzte PMMA-Schichten verwendet. Zum Entwickeln der Schicht nach dem Bestrahlen wird u.a. ein Gemisch aus einem Glycoläther, einem Azin, einem primären Amin und Wasser /81/ eingesetzt, womit Verhältnisse von Hell- zu Dunkelabtrag von über 1000 erreichbar sind.

In Abb. 29a ist eine etwa 400  $\mu\text{m}$  hohe Teststruktur aus PMMA mit kreuzförmigem Querschnitt dargestellt, deren Stege ca. 8  $\mu\text{m}$  breit sind. Aus Abbildung 29b geht hervor, daß der Unterschied der Stegbreiten zwischen den Strukturenden nur etwa 0,2  $\mu\text{m}$  beträgt, wie dies aufgrund einer theoretischen Analyse der Störeffekte /82/ zu erwarten ist.

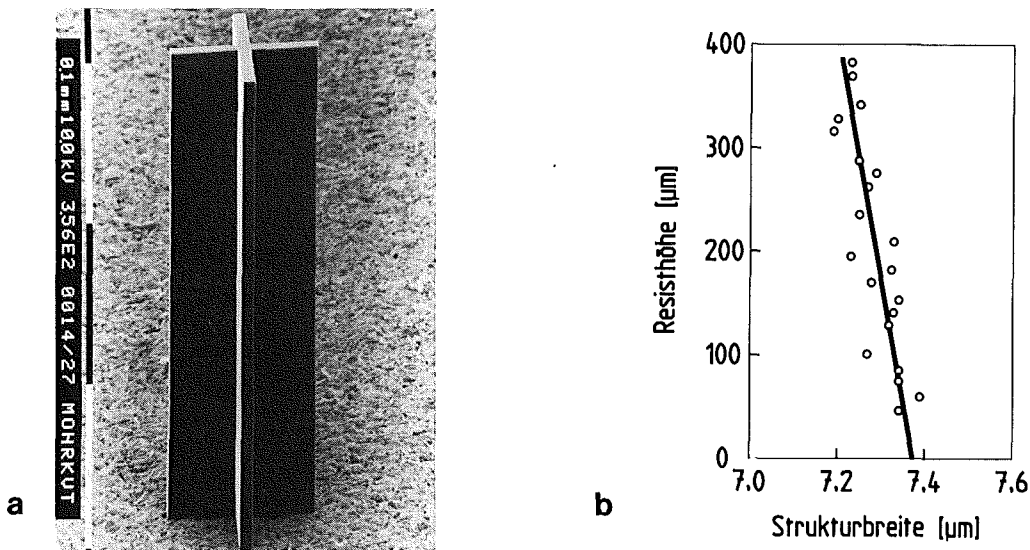


Abb 29:  
a) REM-Aufnahme einer durch Röntgentiefenlithographie mit Synchrotronstrahlung hergestellten, etwa 400  $\mu\text{m}$  hohen Teststruktur aus PMMA. b) mit einem Strukturbreitenmeßgerät ermittelte Stegbreite in Abhängigkeit von der Strukturhöhe. Aus der Abbildung geht hervor, daß der Unterschied der Stegbreiten zwischen den Strukturenden nur etwa 0,2  $\mu\text{m}$  beträgt.

Abb. 30 zeigt durch Röntgentiefenlithographie mit Synchrotronstrahlung erzeugte Mikrosäulen aus PMMA für die Herstellung einer Filterplatte bzw. einer Spinddüsenplatte. Aus der Abbildung ist zu entnehmen, daß die Resiststrukturen, die beim Entwicklungs- und Spülprozeß relativ großen Kräften

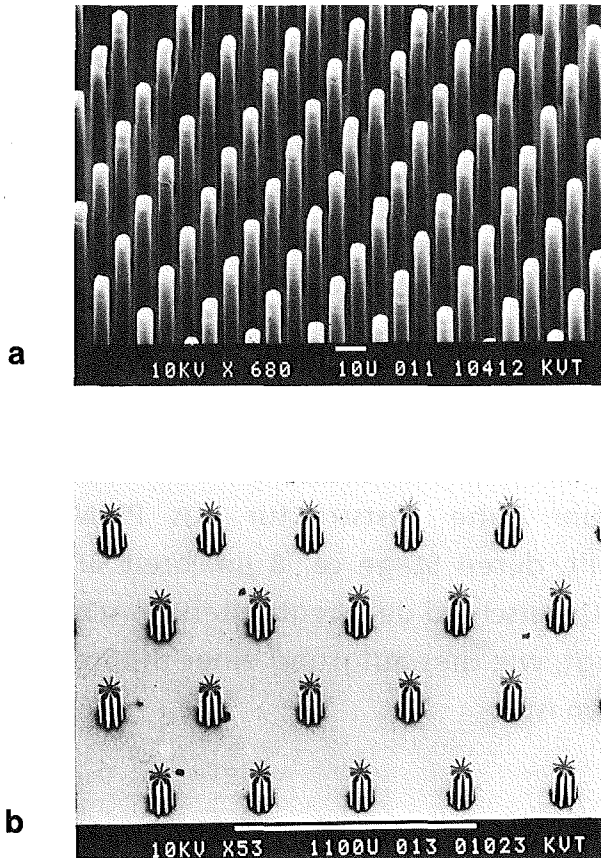


Abb 30:  
Durch Röntgentiefenlithografie erzeugte Resiststrukturen aus PMMA auf einer metallischen Grundplatte.

- a) Mikrosäulen für die Herstellung einer metallischen Filterplatte (Strukturhöhe 100  $\mu\text{m}$ , Säulendurchmesser 5  $\mu\text{m}$ ).
- b) Resiststrukturen für die Herstellung einer Spinddüsenplatte mit oktobalen Bohrungen (Strukturhöhe 330  $\mu\text{m}$ , Stegbreite 5  $\mu\text{m}$ ).

ausgesetzt sind, eine hohe mechanische Stabilität besitzen und fest auf der als Substrat verwendeten schwach oxydierten Titanschicht haften.

### 5.3 Galvanoformung

Für die Galvanoformung von Absorberstrukturen auf Röntgenmasken werden neutrale Goldbäder auf der Basis von Kaliumdicyanoaurat eingesetzt. Diese Elektrolyte zeichnen sich unter den gebräuchlichen Goldbädern durch die niedrigsten erzielbaren mechanischen Spannungen in den Niederschlägen sowie durch eine sehr geringe Wasserstoffentwicklung an der Kathode aus und erfüllen damit zwei wesentliche Voraussetzungen für die Galvanoformung von Mikrostrukturen.

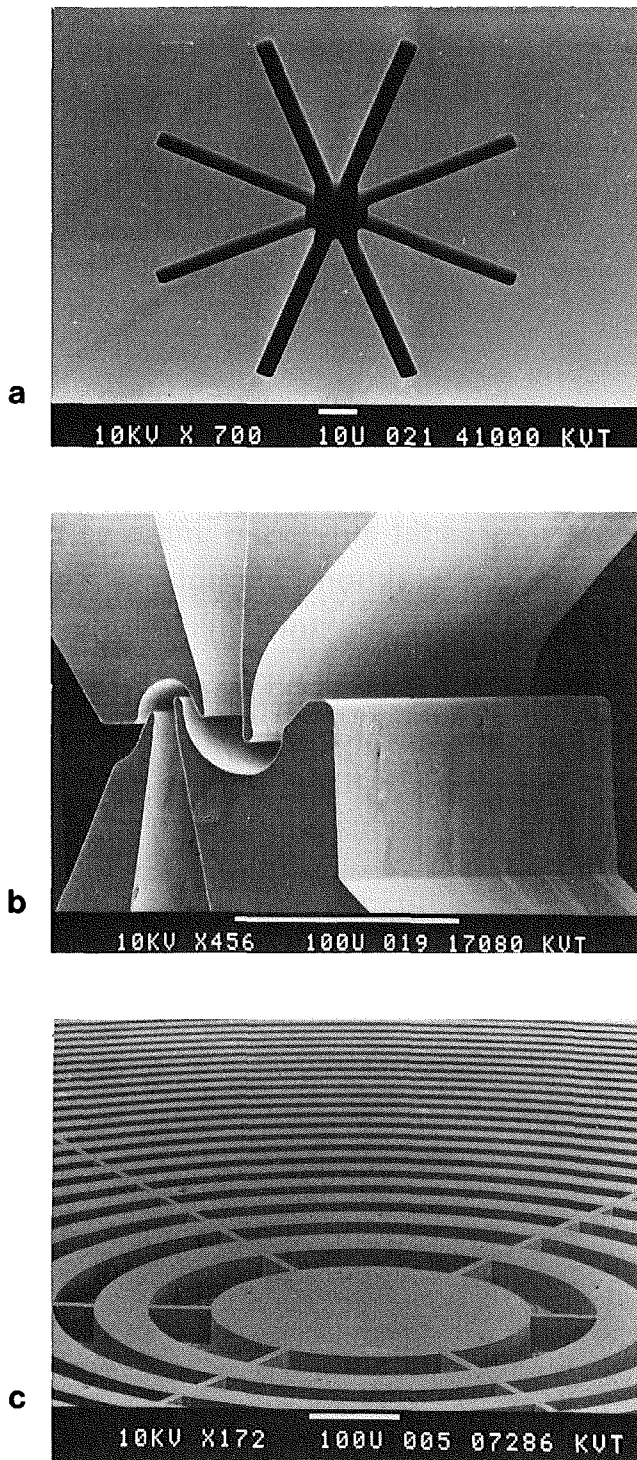


Abb 31:  
Durch Galvanoformung erzeugte  
Mikrostrukturen aus Nickel.

- a) Oktolobale Bohrungen in einer Spinddüsenplatte. Die Herstellung erfolgte unter Verwendung der in Abb. 30b gezeigten Resiststrukturen (Bohrungstiefe 300  $\mu\text{m}$ , Lobebreite 5  $\mu\text{m}$ ).
- b) Trenndüsenstruktur (Plattendicke 300  $\mu\text{m}$ , kleinste Lateralabmessung 2,5  $\mu\text{m}$ ).
- c) Zonenplatte. Der Abstand der Ringe beträgt innen 74  $\mu\text{m}$  und nimmt nach außen auf 10  $\mu\text{m}$  ab. Die Breite der radialen Haltestege beträgt 10  $\mu\text{m}$ .

Bei der Herstellung von Trenndüsenelementen wurde Nickel als Abformmetall vor allem wegen seiner ausgezeichneten Korrosionsbeständigkeit gegenüber Uranhexafluorid gewählt. Nickel erwies sich jedoch auch bei der galvanischen Herstellung anderer Mikrostrukturen mit großem Aspektverhältnis als besonders geeignet /83/. Gemeinsam mit der DEGUSSA wurde eine Reinraumgalvanik-

anlage mit automatischer Prozeßkontrolle und Prozeßführung für die Serienfertigung metallischer Mikrostrukturen entwickelt. Abb. 31 zeigt REM-Aufnahmen von Mikrostrukturen, die durch Galvanoformung erzeugt wurden. Die anodenseitigen Oberflächen der Strukturen, die beim galvanischen Aufwachsen eine Rauhtiefe von etwa  $1\ \mu\text{m}$  aufweisen, wurden vor dem Entfernen des Kunststoffes überschliffen.

#### 5.4 Abformung mit Kunststoff

Bei den bisherigen Entwicklungsarbeiten zur Abformtechnik wurden als Formmassen vor allem Reaktionsharze verwendet, die gegenüber thermoplastischen Materialien eine wesentlich geringere Viskosität aufweisen und eine problemlose Befüllung der Form gewährleisten. Das Reaktionsharz polymerisiert in der Form, wobei durch Nachdrücken von Material ein störender Polymerisationsschwund ausgeglichen werden kann. Um die Haftkräfte der ausgehärteten Mikrostrukturen auf den Formwänden so klein wie möglich zu halten, wird dem Harz ein internes Trennmittel zugefügt. Abb.32 (links) zeigt einen bei Optimierungsuntersuchungen verwendeten Formeinsatz aus Nickel, der 324 Trenndüsenstrukturen mit kleinsten lateralen Abmessungen von  $2,5\ \mu\text{m}$  und einer Strukturhöhe von  $300\ \mu\text{m}$  enthält. Die Abformung wurde nach dem in Abb. 28 dargestellten Schema mit Reaktionsharzen auf Methylmethacrylatbasis durchgeführt. Bei Einhaltung bestimmter Versuchsbedingungen werden Mikrostrukturausbeuten von praktisch 100 % erreicht /84/. In Abb. 32 (rechts) ist ein Teil der mit dem Formeinsatz hergestellten Trenndüsen-Negativstrukturen

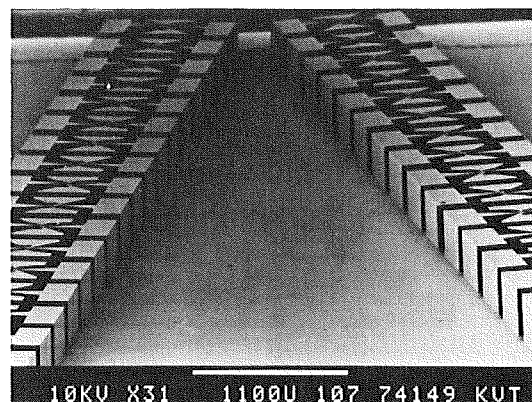


Abb 32:

Links: Formeinsatz aus Nickel mit 324 Trenndüsen-Strukturen für die Massenherstellung von Trenndüsenplatten durch Kunststoffabformung mit anschließender Galvanoformung (kleinste laterale Abmessung  $2,5\ \mu\text{m}$ , Strukturhöhe  $300\ \mu\text{m}$ ). Rechts: Ausschnitt aus dem mit dem Formeinsatz hergestellten Kunststoff-Negativ einer Trenndüsenplatte.



vergrößert dargestellt. Es zeigt sich, daß auch die schmalsten Strukturbereiche, die ein Aspektverhältnis über 100 besitzen, einwandfrei abgeformt werden.

Bei der Abformung der Trenndüsenstrukturen wurde davon Gebrauch gemacht, daß die für den Trennprozeß wesentlichen Mikrostrukturen mit verhältnismäßig weiten Makrostrukturen verbunden sind (s. oben), durch die die Abformmasse relativ leicht zugeführt werden kann. Auch wenn die abzuformende Struktur keine für die Injektion der Formmasse geeigneten makroskopischen Bereiche besitzt, ist eine Abformung möglich, indem man den Formeinsatz mit flüssiger Formmasse überschichtet oder in eine weiche Formmasse eindrückt. Will man von solchen, nicht auf einer Metallplatte aufsitzenden Kunststoffstrukturen Kopien durch Galvanoformung herstellen, so muß man im Rahmen des Abformprozesses eine Galvanikelektrode aufbringen. Dies kann z. B. dadurch geschehen, daß man den Formeinsatz mit elektrisch isolierender Abformmasse füllt und anschließend mit einer leitenden Abformmasse überschichtet /75/. Abb. 33 zeigt Nickelwaben, die mit einer solchen Kunststoffstruktur durch Galvanoformung hergestellt wurden /85/.

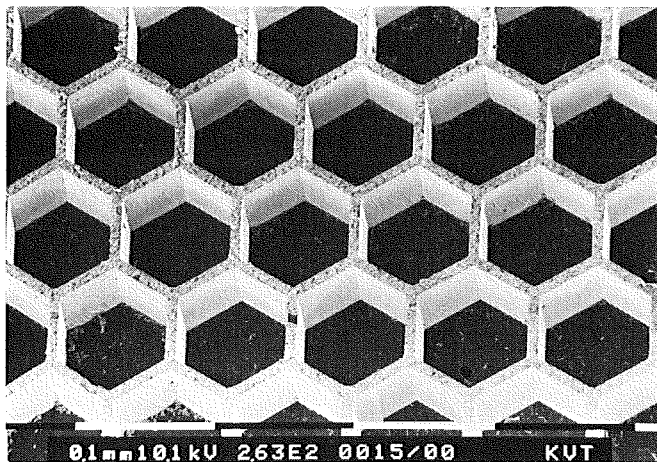


Abb :33  
Durch Galvanoformung unter Verwendung abgeformter Kunststoffstrukturen hergestellte Nickelwaben (Strukturhöhe 100  $\mu\text{m}$ , Stegbreite 8  $\mu\text{m}$ ).

Die Anwendung thermoplastisch verarbeitbarer Materialien ist für die Herstellung von Mikrostrukturprodukten vor allem deshalb interessant, weil die Zykluszeit gegenüber der Verarbeitung von Reaktionsharzen wesentlich verkürzt werden kann. Darüber hinaus wird auch die verfügbare Materialpalette weiter verbreitert. Dies gilt umso mehr, als neuerdings thermoplastische Materialien mit wesentlich verbesserten Fließeigenschaften und hoher Reinheit zur Verfügung stehen.

## 5.5 Spezielle Einrichtungen für die Durchführung des LIGA-Verfahrens und weitere Aussichten der Entwicklung

Für die primäre Mustererzeugung und die Herstellung der Röntgenmasken wurden im IKVT ein an die Aufgaben der Mikrofertigung angepaßtes CAD-System, ein Elektronenstrahlschreiber und eine Reinraum-Linie installiert (Abb. 34 und 35).

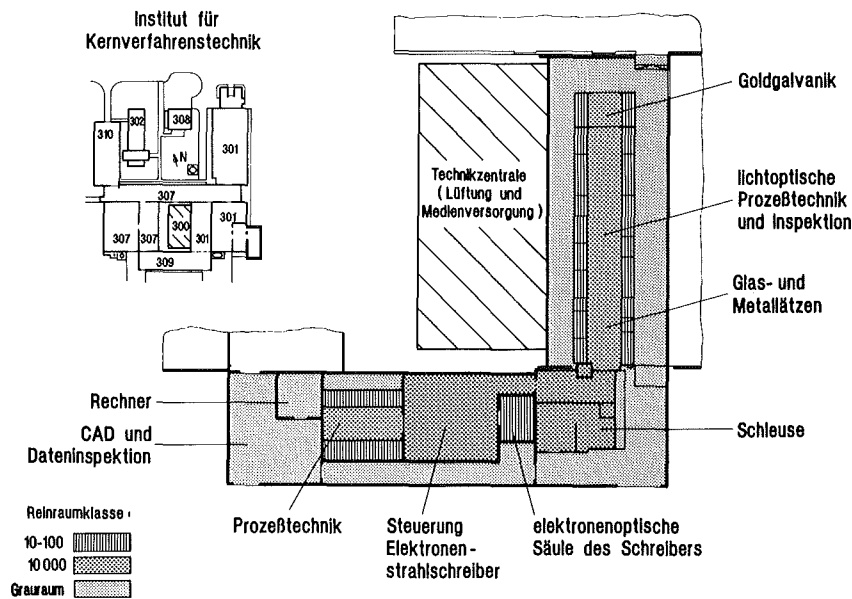


Abb. 34: Grundriß der Reinraumlabors des IKVT für die Herstellung von Röntgenarbeitsmasken und die Elektronenstrahl-Lithografie.



Abb. 35: Arbeitsbereich des Reinraumlabors des IKVT für die Herstellung von Röntgenarbeitsmasken.

Der lithographische Schritt des LIGA-Verfahrens wurde bisher weitgehend am Elektronensynchrotron des Physikalischen Instituts der Universität Bonn durchgeführt, dessen Synchrotronstrahlung eine charakteristische Wellenlänge  $\lambda_c \cong 0,5$  nm besitzt. Wesentlich günstigere Bestrahlungsbedingungen ergeben sich an dem in Kürze in Bonn in Betrieb gehenden Elektronenstretcherring ELSA /86/ mit  $\lambda_c \approx 0,2$  nm, an dem das Physikalische Institut in Zusammenarbeit mit dem IKVT ein Bestrahlungslabor errichtet hat.

Trotz der grundsätzlichen Möglichkeit, weitere vorhandene oder im Bau befindliche Synchrotronstrahlungsquellen parasitär für den röntgenlithographischen Schritt des LIGA-Verfahrens zu nutzen, ist langfristig eine auf die Röntgentiefenlithographie zugeschnittene und weitgehend für die kommerzielle Anwendung zur Verfügung stehende Synchrotronstrahlungsquelle mit einer charakteristischen Wellenlänge von etwa 0,2 nm erstrebenswert. Daher wurde vom IKVT unter Mitwirkung auswärtiger Spezialisten, ein an diese Aufgabe angepaßter Elektronenspeicherring entworfen, der zur Verminderung des auf die nutzbare Synchrotronstrahlungsleistung bezogenen Raum-Investitions- und Betriebsmittelbedarfs mit vier supraleitenden 4-T-Ablenkmagneten und einem 100-MeV-Microtron als Injektor arbeiten soll /87/. Die Elektronenenergie beträgt bei 4 T rund 1,4 GeV. Über den Bau der Maschine wurde noch nicht entschieden.

Im Rahmen der technologischen Entwicklung werden vom IKVT vielfältige Anwendungsmöglichkeiten für das LIGA-Verfahren ausgearbeitet /88/. Eine wesentliche Verbreiterung der Produktpalette ist von der Ausdehnung der Abformtechnik von Kunststoff auf andere Stoffe, insbesondere auf Gläser und Sintermaterialien, zu erwarten. Bei der kommerziellen Nutzung arbeitet das KfK mit der Steag AG und der Degussa AG zusammen.

Selbstverständlich lassen sich die einzelnen Schritte des LIGA-Verfahrens auch getrennt oder in anderer Kombination anwenden. Die bei der Entwicklung des LIGA-Verfahrens gewonnenen Erfahrungen auf den Gebieten Röntgenlithographie, Mikro-Galvanoformung und Mikro-Abformung dürften daher auch für andere Gebiete der Mikrotechnik von Interesse sein.

## 6. Forschungspolitischer Kommentar

Die Zugehörigkeit des Instituts zur Universität brachte einen ständigen Zustrom junger hochqualifizierter Wissenschaftler und Ingenieure. Über 80 Mitarbeiter haben mit einer im IKVT durchgeführten Arbeit promoviert. 7 Mitarbeiter haben sich während ihrer Zugehörigkeit zum Institut habilitiert. Die Einbindung des Instituts in das Kernforschungszentrum sicherte andererseits eine angemessene Finanzierung der Vorhaben und erleichterte ihre Ausführung.

Obwohl das Zentrum vielfältige Möglichkeiten zur internen technischen Zusammenarbeit bot, wurden viele Entwicklungen gemeinsam mit Industriefirmen durchgeführt, die über Erfahrungen auf verwandten Gebieten verfügten. Dadurch wurde nicht nur ein ständiger know-how-Zufluß erreicht, sondern auch die Anwendung der erzielten Ergebnisse sichergestellt.

Die beschriebenen Arbeiten erforderten die kontinuierliche Bereitstellung erheblicher Forschungskapazitäten. Den Aufsichts- und Leitungsgremien des Zentrums ist es zu verdanken, daß die erforderlichen Mittel, trotz wechselnder politischer Randbedingungen, stets zur Verfügung standen.

Nach Abschluß der Schwerwasserarbeiten und Einführung des Trenndüsenverfahrens in Brasilien war ein Auslaufen der Arbeiten auf dem Gebiet der Kernverfahrenstechnik abzusehen. Ab 1980 wurde daher im IKVT systematisch mit dem Aufbau der neuen Arbeitsrichtung "Mikrostrukturtechnik" begonnen. Von wesentlicher Bedeutung waren dabei die Erfahrungen, die das Institut auf diesem Gebiet durch die Zusammenarbeit mit Siemens und MBB bei der Massenherstellung von Trenndüsen gewonnen hatte.

Es zeigte sich, daß die betroffenen Mitarbeiter sich schnell in das neue Arbeitsgebiet hineinfanden und es mit eigenen Ideen vorantrieben. Man kann daher davon ausgehen, daß das aus dem Institut für Kernverfahrenstechnik hervorgegangene Institut für Mikrostrukturtechnik unter seinem neuen Leiter, Herrn Prof. Dr. Menz, wesentliche Beiträge zu dem im Kernforschungszentrum Karlsruhe eingerichteten neuen Arbeitsschwerpunkt "Mikrotechnik" leisten wird.

Literaturhinweise

- /1/ W. Lehmer, A. Sellmaier, W. Baldus,  
Linde Ber. Techn. u. Wiss. 5, 5 (1959).
- /2/ Vgl. P. Harteck,  
Fiat Rev. of German Science Bd. 14, Kernphysik u. kosm. Strahlung 181.
- /3/ W. P. Bebbington, V. R. Thayer,  
Chem. Engng. Progr. 55 No. 9, 70 (1959).
- /4/ G. Weiss,  
Chem. Ing. Techn. 30, 433 (1958).
- /5/ E. W. Becker,  
Angew. Chem. 68, 6 (1956).
- /6/ vgl. z. B. E. W. Becker,  
Heavy Water Production. Intern. Atomic Energy Agency, Review Series No  
21, Wien 1962, Fig. 15.
- /7/ E. W. Becker, R. P. Hübener, R. W. Kessler,  
Chem. Ing. Techn. 30, 288 (1958).
- /8/ K. Bier,  
Chem. Ing. Techn. 28, 625 (1956).
- /9/ S. Walter, E. Nitschke, C. Bode, E. W. Becker, R. P. Hübener, R. W. Kessler, U.  
Schindewolf,  
Chem. Ing. Techn. 34, 7 (1962).
- /10/ Y. Claeys, J. C. Dayton, W. K. Wilmarth,  
J. Chem. Phys. 18, 759 (1950).
- /11/ S. Walter, U. Schindewolf,  
Chem. Ing. Techn. 37, 1185 (1965).
- /12/ S. Walter, E. Nitschke,  
Chem. Eng. World, Bombay, 54 (1970).
- /13/ E. W. Becker, G. Lang, U. Schindewolf,  
Atomwirtschaft, 14, 257 (1969).

- /14/ E. Nitschke,  
Atomwirtschaft 18, 274 (1973).
- /15/ E. W. Becker,  
DP 1032233, angem. 27.04.1956.
- /16/ K. Bier,  
Chem. Ing. Techn. 31, 22 (1959).
- /17/ E.W. Becker,  
DP 1038542, angem. 06.12.1956.
- /18/ Vgl. z. B. K. Winnacker, K. Wirtz,  
Das unverstandene Wunder. Kernenergie in Deutschland,  
Econ Verlag, Düsseldorf, Wien 1975.
- /19/ K. Beyerle, W. Groth, H. Ihle, A. Murrenhoff, E. Nann, K. H. Welge,  
Proc. Symp. Isotope Separ. Amsterdam 1957,  
North Holland Publ. Comp. Amsterdam 1958, S. 667.
- /20/ E. W. Becker, K. Bier,  
Z. Naturforschg. 9a, 975 (1954).
- /21/ E. W. Becker, K. Bier, H. Burghoff,  
Z. Naturforschg. 10a, 565 (1955).
- /22/ Siehe z.B. W. Bacher, E. Jacob,  
Chemiker-Zeitung 106, 117 (1982).
- /23/ E. W. Becker, R. Schütte,  
Z. Naturforschg. 11a, 679 (1956).
- /24/ E. W. Becker, K. Bier, W. Bier, R. Schütte, D. Seidel,  
Angew. Chemie intern. ed., 6, 507 (1967).
- /25/ E. W. Becker, W. Bier, W. Ehrfeld, G. Eisenbeiß,  
Z. Naturforschg. 26a, 1377 (1971).
- /26/ E. W. Becker, G. Frey, R. Schütte, D. Seidel,  
Atomwirtschaft 8, 359 (1968).

- /27/ E. W. Becker, W. Bier, W. Ehrfeld, G. Eisenbeiß, G. Frey, H. Geppert, P. Happe, G. Heeschen, R. Lücke, D. Plesch, K. Schubert, R. Schütte, D. Seidel, U. Sieber, H. Völcker, F. Weiß,  
4. United Nations Int.Conf. on the Peaceful Uses of Atomic Energy, Genf  
6.- 16.9.1971, A/Conf. 49/P-383.
- /28/ E. W. Becker, P. Nogueira Batista, H. Völcker,  
Nuclear Technology 52, 105 (1981).
- /29/ E. W. Becker, R. Einhaus, M. Lermontov,  
Nuclear Europe, 9, 17 (1982).
- /30/ vgl. z.B. E. W. Becker, W. Bier, W. Ehrfeld, K. Schubert, R. Schütte, D. Seidel,  
Naturwiss. 63, 407 (1976)
- /31/ W. Ehrfeld,  
Springer Tracts in Modern Physics, Vol. 97, Springer Verlag 1983.
- /32/ W. Bacher, E. W. Becker, W. Bier, E. Jacob, A. Maner,  
8th Europ.Symp. on Fluorine Chemistry, Jerusalem, August 21-26 (1983).
- /33/ E. W. Becker, W. Bier, K. Schubert, R. Schütte, D. Seidel, U. Sieber,  
AIChE Symp. Series, Vol. 73, No. 169, S. 25 - 29.
- /34/ E. W. Becker, W. Bier, P. Bley, U. Ehrfeld, W. Ehrfeld, G. Eisenbeiß, F. J.  
Rosenbaum, E. Schmid,  
Z. Naturforschg, 32a, 401 (1977).
- /35/ E. W. Becker, W. Bier, P. Bley, W. Ehrfeld, K. Schubert, D. Seidel,  
Nuclear Engineering International 28, 348, S. 33 (1983).
- /36/ E. W. Becker, W. Bier, W. Ehrfeld, K. Schubert, D. Seidel,  
KfK-Nachrichten 13, Heft 1/2, 50 (1981).
- /37/ E. W. Becker, H. Betz, W. Ehrfeld, W. Glashauser, A. Heuberger, H. J. Michel,  
D. Münchmeyer, S. Pongratz, R. von Siemens,  
Naturwissenschaften 69, 520 (1982).
- /38/ vgl. z. B. W. Ehrfeld, U. Ehrfeld,  
Anreicherung von  $^{235}\text{U}$ , in: Gmelin Handbuch der anorganischen Chemie,  
Uran, Ergänzungsband A2, 57 (1980).

- /39/ E.W. Becker, W. Henkes,  
Z. Phys., 146, 320 (1956)
- /40/ E. W. Becker, K. Bier, W. Henkes,  
Z. Phys. 146, 333 (1956)
- /41/ E. W. Becker,  
Beams of Condensed Matter in High Vacuum; Vortrag auf der Brookhaven  
Conference on Molecular Beams in Heidelberg, 11.6.1959.
- /42/ E. W. Becker, R. Klingelhöfer, P. Lohse,  
Z. Naturforschg. 17a, 432 (1962).
- /43/ W. Henkes,  
Z. Naturforschg. 16a, 842 (1961)
- /44/ W. Henkes,  
Z. Naturforschg. 17a, 786 (1962)
- /45/ E. W. Becker, W. Henkes,  
DP 1178152 (einger. 12.5.1962)  
W. Henkes  
Phys. Lett. 12, 322 (1964)
- /46/ J. Bauchert, O. F. Hagen, a,  
Z. Naturforschg. 20a, 1135 (1965).
- /47/ O. F. Hagen, a,  
Cluster beams from nozzle sources. In: Molecular beams and low density  
gas dynamics,  
P. P. Wegener (ed.), pp. 95-181. New York, M. Decker Inc. 1974.
- /48/ H. Burghoff, J. Gspann,  
Z. Naturforschg. 22a, 684 (1967).
- /49/ E. W. Becker, R. Klingelhöfer, H. Mayer,  
Z. Naturforschg. 23a, 274 (1967).
- /50/ E. W. Becker, J. Gspann, G. Krieg,  
Entropie 30, 59 (1969).



- /51/ E. W. Becker, R. Klingelhöfer, P. Lohse,  
Z. Naturforschg. 16a, 1259 (1961).
- /52/ E. W. Becker, J. Gspann, G. Krieg,  
Proceedings of the 14th International Conference on Low Temperature  
Physics, Otaniemi 1975.  
Krusius, M. (ed.), p. 426. Amsterdam, Oxford, New York: North-Holland  
1975.
- /53/ J. Gspann, G. Krieg, H. Vollmar,  
J. Phys. Suppl. No. 7, Tome 38, C2-171 (1971).
- /54/ J. Gspann, R. Ries,  
Ergebnisbericht über Forschung und Entwicklung 1984,  
Kernforschungszentrum Karlsruhe, S. 320.
- /55/ vgl. z. B. Metal Clusters, Proc. of an Int. Symp. Heidelberg 7. - 11. April 1986.  
F. Träger u. G. zu Putlitz (Herausg.) Springer Verlag Heidelberg (1986).
- /56/ E. W. Becker, R. Klingelhöfer,  
Z. Naturforschg. 19a, 813 (1964).
- /57/ E. W. Becker, H. Burghoff, R. Klingelhöfer,  
Z. Naturforschg. 22a, 589 (1967).
- /58/ E. W. Becker, R. Klingelhöfer, J. Wüst,  
Z. Naturforschg. 27a, 1406 (1972).
- /59/ J. G. Linhart,  
Nuovo Cimento 17, 850 (1960); Nucl. Fusion I, 78 (1961).
- /60/ R. Frank, R. Klingelhöfer,  
Z. Naturforschg. 25a, 402 (1970).
- /61/ R. Klingelhöfer, H. Röhl,  
Z. Naturforschg. 25a, 402 (1970).
- /62/ E. W. Becker,  
Proc. of the Seventh Int. Conf. on High-Power Particle Beams 1988,  
(Herausg. W. Bauer, W. Schmidt), S. 293, Kernforschungszentrum Karlsruhe  
GmbH, 1988.

- /63/ W. Henkes,  
KfK-Nachrichten 3, 16 (1972).
- /64/ E. W. Becker, O. F. Hagena, P. R. W. Henkes, W. Keller, R. Klingelhöfer, B. Krevet, H. O. Moser,  
Nucl. Eng. Design 73, 187 (1982).
- /65/ H. O. Moser,  
KfK-Bericht 4068 (1986), Habilitationsschrift, Universität Karlsruhe 1986.
- /66/ H. O. Moser, A. Schempp,  
Nucl. Instr. and Meth. in Physics Res. B 24125, 759 (1987).
- /67/ T. Takagi, I. Ymada, M. Kunori, S. Kobiyama,  
Proc. 2nd Intern. Conf. on Ion Sources, 790-795, Vienna: Österreichische Studiengesellschaft für Atomenergie GmbH (1972).
- /68/ siehe z.B.T. Takagi, (ed.),  
Proc. Intern. Workshop on Ionized Cluster Beam Technique, Kyoto University (1986).
- /69/ J. Gspann,  
Z. Phys. D, Atoms, Molecules and Clusters 3, 143 (1986). /68/, p. 109.
- /70/ K. Yamanishi, H. Tsukazaki, S. Yasunaga: /68/ p.139.
- /71/ O. F. Hagena,  
Z. Phys. D, Atoms, Molecules and Clusters 4, 291 (1987).
- /72/ J. Gspann,  
Z. Phys. D, Atoms, Molecules and Clusters (to be published).
- /73/ M. W. Matthew, R. I. Beuhler, M. Ledbetter, L. Friedmann,  
J. Phys. Chem. 90, 3152 (1986).
- /74/ P. R. W. Henkes, R. Klingelhöfer,  
J. de Physique, Coll. C2-159, suppl.2 (1989).
- /75/ E.W. Becker, W. Ehrfeld, P. Hagmann, A. Maner, D. Münchmeyer,  
Microelectronic Engineering 4, 35 (1986).
- /76/ W. Ehrfeld, E.W. Becker, KfK-Nachrichten 19, Heft 4, 167 (1987).

- /77/ E. W. Becker, W. Ehrfeld,  
Phys. Bl. 44, 166 (1988).
- /78/ A. Heuberger,  
Phys. Bl. 43, 14 (1987).
- /79/ W. Ehrfeld, W. Glashauser, D. Münchmeyer, W. Schelb,  
Microelectronic Engineering **5**, 463 (1986).
- /80/ D. Münchmeyer, W. Ehrfeld, A. Maner, W. Schelb,  
KfK-Nachrichten 19, Heft 4, 180 (1988).
- /81/ V. Ghica, W. Glashauser,  
Offenlegungsschrift DE 3039110.
- /82/ E.W. Becker, W. Ehrfeld, D. Münchmeyer,  
KfK Bericht 3732, Kernforschungszentrum Karlsruhe (1984).  
D. Münchmeyer, Dissertation, Universität Karlsruhe (1984).
- /83/ W. Becht, W. Ehrfeld, A. Maner, D. Schmidt,  
Galvanotechnik **77**, 2695 (1986).
- /84/ P. Hagmann, W. Ehrfeld, H. Vollmer,  
Die Makromolekulare Chemie/Macromolecular Symposia Series 1988  
(im Druck).
- /85/ Ergebnisbericht über Forschung und Entwicklung 1987, Kernforschungs-  
zentrum Karlsruhe GmbH, S. 307.
- /86/ D. Husmann, W. J. Schwille,  
Phys. Bl. 44, 40 (1988).
- /87/ D. Einfeld, O.F. Hagen, P.R.W. Henkes, R. Klingelhöfer, B. Krevet,  
H.O. Moser, G. Saxon, G. Stange,  
KfK Bericht 3976, (1985) vgl. auch B. Krevet, H.O. Moser, O.F. Hagen,  
P.R.W. Henkes, R. Klingelhöfer,  
KfK-Nachrichten, 19, Heft 4, 192 (1988).

- /88/ W. Ehrfeld, P. Bley, F. Götz, P. Hagmann, A. Maner, J. Mohr, H.O. Moser, D. Münchmeyer, W. Schelb, D. Schmidt, E.W. Becker,  
Micro Robots and Teleoperators Workshop, November 9-11, 1987, Hyannis,  
Cape Cod, MA, USA. Proceedings IEEE, K.J. Gabriel, W.S.N. Trimmer, eds.,  
IEEE Catalog Number 87TH0204-8 (1987).