

Forschungszentrum Karlsruhe

in der Helmholtz-Gemeinschaft

Wissenschaftliche Berichte

FZKA 6804

Experimentelle Bestimmung thermischer Material- und Prozessdaten für
die Spritzgießsimulation unter Verbesserung der Messtechnik

J. Amberg*, M. Guttman, N. Holstein, M. Moneke*, W. Pfleging, K. Seemann

Institut für Mikrostrukturtechnik

Institut für Materialforschung

Programm Mikrostrukturtechnik

* Deutsches Kunststoff-Institut, Darmstadt

Forschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe

2003

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

Zusammenfassung

Im vorliegenden Bericht zum AiF-Projekt Nr. 12544N wird über die Entwicklung von mikrostrukturierten Sensoren für die Temperaturmessung im Kunststoffspritzguss berichtet. Auf Zirkonoxidsubstraten mit geringer Masse und Wärmekapazität sowie geringer Wärmeleitfähigkeit wurden Thermoelement-Arrays aus gut haftenden Titan- und Chromspatterschichten in Ätztechnik nach fotolithographischer Strukturierung aufgebracht. Die Außenkontur wurde durch Laserschneiden erzeugt.

Die gewählten Strukturgrößen - die Leiterbahnbreite beträgt $40\ \mu\text{m}$ - ermöglichen eine hohe Ortsauflösung. Die thermische Masse der Sensoren ist wegen ihrer Dicke von $0,125\ \text{mm}$ so gering und damit die zeitliche Auflösung so gut, dass der Anstieg der Temperatur um mehr als $200\ \text{K}$ bei Einspritzen, die Wiedererwärmung der Schmelze durch Friktion im Anguss und die Änderung des Wärmeübergangs beim Abschalten des Nachdrucks detektiert werden können. Es wurden mehrere Variationen des grundlegenden Sensorlayouts realisiert: z. B. Polyimid-Zwischenschichten, eine Kammstruktur am Sensorkopf, verschiedene Leiterbahndicken u.a.m., z. T. um die Wärmeleitung zwischen den Messstellen zu minimieren.

Die Sensoren wurden im Ölbad kalibriert und in einem eigens konstruierten Werkzeug eingesetzt. Bei Variation der Prozessparameter Einspritzzeit, Nachdruckzeit und Nachdruckhöhe wurden die Temperaturen in der Werkzeugkavität über die gesamte Prozessdauer für unverstärktes und glasfaserverstärktes Polypropylen gemessen. Aus der Zeitableitung und dem Gradienten der Temperaturverteilung wurden Temperaturleitfähigkeiten berechnet und mit Laborwerten verglichen. Mit der so im Spritzgießprozess ermittelten Temperaturleitfähigkeit wurden Simulationsrechnungen mit dem Programm CADMOULD wiederholt, die auf vom Hersteller angegebenen Werten basieren. Die im Prozess ermittelten Temperaturleitfähigkeiten sind im relevanten Bereich mit einer Ungenauigkeit von maximal $15\ \%$ (in der Sensormitte $5\ \%$) behaftet und liegen in der Größenordnung der aus Laborwerten berechneten Temperaturleitfähigkeit.

Die Sensoren erwiesen sich auch beim Spritzgießen von glasfaserverstärktem Polypropylen als mechanisch stabil. Die Leiterbahnstruktur blieb während der Versuchsserien erhalten und löste sich nicht vom Sensor.

Damit wurden die Ziele des Projekts trotz erheblicher, nicht vorhersehbarer Probleme bei der Optimierung und Kombination einzelner Prozessschritte weitestgehend erreicht. Es wurden wesentliche, neue material- und prozessbezogene Erkenntnisse gewonnen.

Im Laufe des Projekts konnte daher ein starkes Interesse von Firmen und Forschungseinrichtungen an diesem Projekt festgestellt werden. Vor allem die kleinen und mittelständischen Sensorhersteller aber auch Kunststoffverarbeiter, Dienstleister und Maschinenhersteller zeigten reges Interesse, da ihnen nun einerseits Methoden zur Validierung der Spritzgießsimulation und andererseits ein viel weitergehend einsetzbarer Sensor zur Verfügung stehen.

Abstract

Experimental determination of thermal material data and process parameters for the simulation of injection moulding by improvement of the measurement technique

This final report on the AiF-project No. 12544 N is concerned with the development of a micro structured sensor array for the temperature measurement in injection moulds. For this purpose, on zirconium oxide substrates showing low mass and low heat capacity arrays of titanium-chromium thermocouples were generated by UV-lithography and selective etching. The contour of the sensors was cut by laser ablation of the ZrO_2 substrates.

The chosen dimensions of the structures allow for a high local resolution, e.g. the width of the strip conductors is about 40 μm . Owing to the sensor thickness of 125 μm and the low heat capacity of ZrO_2 , the thermal mass can be neglected and hence the time resolution is fine enough to detect the rise of the temperature by more than 200 K, the reheating of the melting by friction in the runner system and the change of heat transmission after termination of the holding pressure phase. Different variations of the fundamental design were realized: e.g. polyimide insulating layers, a comb structure between the thermocouples, different thicknesses of the strip conductors and a few more, partly to minimize the heat transport between the measuring points. The sensors were calibrated in an oil-bath and put in a specially constructed injection mould. By variation of the parameters injection time, holding pressure time and holding pressure the temperatures in the injection mould over the entire injection moulding cycle were detected for natural polypropylene and glass fibre reinforced polypropylene. From the time derivative and the gradient of the temperature distribution the thermal diffusivity was calculated and compared with values obtained from laboratory measurements. The thermal diffusivity determined in the injection moulding processes was used to carry out simulations with the program CADMOULD and to compare them to values delivered by the manufacturers. The experimental thermal diffusivities exhibits an inaccuracy up to a maximum of 15 % in the relevant sensor sector (in the centre of the sensor up to 5 %) and are comparable with the thermal diffusivities calculated on the basis of laboratory values.

The sensors were tested to be mechanically stable also when injection moulding glass fibre reinforced polypropylene. The whole thermocouple structure was not affected and was not peeled off from the sensor substrate in any case. With these findings, the main goals of the project were reached despite a few unexpected problems during the optimization procedure and those which arose when combining the single process steps. New essential material and process knowledge was generated. During the project there was a strong response of companies and research institutes. Especially small and middle enterprises which produce sensors, but also polymer manufacturers, service enterprises and machine producers showed strong interest, because on one hand now methods for the validation of the injection moulding simulation and on the other hand, a sensor with a broad range of applications has now become available.

Danksagung

Die Autoren dieses Berichts danken den Herren Dipl.-Ing. *Heino Besser* (FZK/IMF I) für die Laserbearbeitung und *Stefan Zils* (FZK/IMF I) für das Aufbringen der Sputterschichten, Frau *Heike Fornasier* und dem Bereich Mikrofertigung (FZK/IMT) für die photolithographische Strukturierung und Frau *Claudia Nold* (FZK/IMF III) für die Unterstützung bei den nasschemischen Ätzarbeiten. Insbesondere wird den genannten Mitarbeitern für die Optimierung und Durchführung der einzelnen Fertigungsschritte gedankt. Den Mitarbeitern der mechanischen Werkstatt des DKI wird für die Herstellung des Werkzeugs, den Mitarbeitern des Technikums des DKI für die Unterstützung bei den Spritzgießversuchen und den Herren Dipl.-Ing. *Rainer Schwebel* und *Reinhold Damko* für ihre Unterstützung bei der Sensorkalibrierung gedankt. Diese Arbeiten haben ganz wesentlich zum Erreichen der beschriebenen Ergebnisse beigetragen.

Ferner danken die Autoren den Vertretern einiger Forschungseinrichtungen wie z.B. dem *IPHT* in Jena und den Vertretern einiger Firmen wie z.B. *Behr*, *Kerafol*, *Kistler*, *FOS* und *Priamus*, speziell aber den Mitgliedern des projektbegleitenden Ausschusses, für ihr Interesse und die konstruktive Kritik, die sie z. B. während zweier öffentlicher Projekttreffen und bei vielen bilateralen Gesprächen geäußert haben, sowie dem ehemaligen Abteilungsleiter Technologie am DKI, Herrn Dr. Cremer, in dessen Zeit dieses Projekt seine Anfänge hatte.

Die Autoren danken dem Bundesministerium für Wirtschaft (BMWi) für die Bereitstellung der finanziellen Mittel über die Arbeitsgemeinschaft industrieller Forschungsvereinigungen „*Otto von Guericke*“ e.V. (AiF).

Anmerkung

Dieser Bericht stellt den Abschlußbericht zum AiF-Projekt 12544 N „Experimentelle Bestimmung thermischer Material- und Prozessdaten für die Spritzgießsimulation unter Verbesserung der Messtechnik“ dar, welches im Zeitraum 01.07.2000 bis 31.10.2002 am Deutschen Kunststoff-Institut (DKI) in Darmstadt und im Forschungszentrum Karlsruhe unter der Leitung von Dr. Moneke (DKI) und Dr. Holstein (FZK/IMFIII) bearbeitet wurde.

Inhaltsverzeichnis

1	EINLEITUNG UND PROBLEMSTELLUNG	1
1.1	Stand der Technik	1
1.1.1	Simulation in der Spritzgießtechnik	1
1.1.2	Temperaturmessung in der Spritzgießtechnik	1
1.1.3	Miniaturisierte Temperatursensoren	2
1.2	Forschungsziel	3
1.3	Lösungsweg	4
2	SENSORDESIGN	5
2.1	Festlegung eines fertigungsgerechten Designs	5
2.2	Auswahl der Substrate und geeigneter Thermoelementpaarungen	6
3	HERSTELLUNG DER SENSOREN	8
3.1	Herstellungsweg	8
3.2	Substrate	9
3.3	Laserschneiden	11
3.4	PVD-Beschichtung	14
3.5	UV-Lithographie	16
3.5.1	Bezug der Chrommasken	16
3.5.2	Belackung, Belichtung und Entwicklung	17
3.6	Nasschemisches Ätzen	19
3.6.1	Thermoelementpaar Nickel-Kupfer	19
3.6.2	Thermoelementpaar Titan-Chrom	21
3.6.3	Strippen	24
3.7	Trennung des Sensors vom Substrat	24
3.8	Funktionsprüfung	27
3.8.1	Lichtmikroskopische Prüfung	27
3.8.2	Elektronenmikroskopische Prüfung (REM+EDX)	28
3.8.3	Elektrische Funktionskontrolle	31
4	EINSATZ DER SENSOREN IM SPRITZGIEßPROZESS	32
4.1	Konstruktion und Bau des Werkzeugeinsatzes	32
4.2	Aufbau der Messkette	34
4.3	Kalibrierung der Sensoren	34
4.3.1	Aufbau der Kalibriereinrichtung	34
4.3.2	Messergebnisse	35
4.3.3	Vorerwärmung der Leiterbahnen	38

5	SPRITZGIEßVERSUCHE	41
5.1	Versuchsaufbau und Prozessüberwachung	41
5.2	Referenzsensor	43
5.2.1	Aufbau und Einsatz des Referenzsensors	43
5.2.2	Messergebnisse	44
5.3	Miniaturisiertes Sensorarray	45
5.3.1	Einfluss der Substratdicke	45
5.3.2	Variation von Verfahrensparametern	47
5.3.3	Temperaturmessung an faserverstärkten Polymeren	49
5.3.4	Standzeiten der Sensoren	49
5.3.5	Fehleranalyse	50
6	SIMULATIONSRECHNUNGEN	53
6.1	Einfluss von Stoffwertvariationen auf die Schwindungsberechnung	53
6.2	Berechnung der Temperaturleitfähigkeiten	55
6.2.1	Messungen unter Laborbedingungen	55
6.2.2	Messungen im Spritzgießwerkzeug	56
6.3	Rechnungen mit korrigierten Temperaturleitfähigkeiten	59
7	SCHLUSSFOLGERUNGEN UND KMU-RELEVANZ	61
8	LITERATURVERZEICHNIS	62
ANHANG A:	ZEIT- UND ARBEITSPLAN	64
ANHANG B:	VERÖFFENTLICHUNGEN IN DIESEM PROJEKT	65
ANHANG C:	LISTEN DER PRODUZIERTEN SENSOREN	67
ANHANG D:	BILDER DER SENSOREN	74

1 EINLEITUNG UND PROBLEMSTELLUNG

1.1 Stand der Technik

1.1.1 Simulation in der Spritzgießtechnik

Simulationsprogramme wie MOLDFLOW, CADMOULD und SIGMASOFT werden zur Zeit- und Kostenreduktion bei der Entwicklung neuer spritzgegossener Bauteile bei den meist mittelständischen Unternehmen der kunststoffverarbeitenden Industrie sowie den Rohstoffherstellern in großem Umfang eingesetzt. Dabei werden in der Prozesssimulation die Werkzeugkühlung, der Füllvorgang und die Nachdruckphase hinreichend genau berechnet, während bei der Vorhersage von Schwindung und Verzug oft nur die Tendenz richtig wiedergegeben wird.

Die sich bei der Erstarrung der Schmelze ausbildende Struktur im Formteil und damit die Eigenschaften und insbesondere die Endmaße des spritzgegossenen Produkts hängen stark von den örtlichen Temperaturen während des Spritzgießens ab. Die Weiterentwicklung der Programme hinsichtlich der Vorausberechnung der Schwindung und des Verzugs der Formteile führt zu der Forderung, genauere Stoffwerte zugrunde zu legen und die Kinetik der Erstarrung, z.B. die Kristallisation, mit in die Modellbildung einzubeziehen.

Im Hinblick auf die Weiterentwicklung kommt der präzisen Temperaturberechnung besondere Bedeutung zu, denn bedingt durch die niedrige Wärmeleitfähigkeit der Polymere bilden sich beim Erstarren von geschmolzenen Kunststoffen sehr große Temperaturunterschiede aus. Während beim Spritzgießen die Formmasse an der Werkzeugwand bereits etwa deren Temperatur angenommen hat, hat die Schmelze in der Formteilmittte fast noch die Einspritztemperatur. Es werden daher örtliche Temperaturgradienten bis zu $1 \text{ K}/1 \mu\text{m}$ angenommen. Abkühlgeschwindigkeiten von 1000 K/s und mehr werden erreicht.

Wegen der Komplexität der Vorgänge während des Spritzgießens und der großen Bedeutung der präzisen Abkühlrechnung für alle weiteren Rechenschritte ist eine Überprüfung der berechneten Temperaturen mit direkt im Spritzgießwerkzeug gemessenen Temperaturen notwendig. Leider ist es bislang nicht möglich, die Temperatur in der Kavität während des Einspritzens und in den frühen Phasen der Nachdruckphase mit hoher Ortsauflösung zu messen, da geeignete Sensoren fehlen.

1.1.2 Temperaturmessung in der Spritzgießtechnik

In der Kunststoffverarbeitung werden vor allem folgende Temperaturmessprinzipien verwendet:

- | | |
|-------------------------------------|-----------------------------|
| der elektrische Widerstand | → Widerstandsthermometer |
| die Wärmestrahlung | → Gesamtstrahlungspyrometer |
| die Thermospannung (Seebeck-Effekt) | → Thermoelemente |

Widerstandsthermometer

Widerstandsthermometer werden häufig in der Kunststoffverarbeitung eingesetzt, da sie sehr robust und präzise arbeiten. Da die kleinsten erhältlichen Messelemente für die angestrebte hohe Ortsauflösung von ca. 100 μm noch zu groß sind und eine mittlere Temperatur über die Leiterlänge ermittelt wird, scheiden Widerstandsthermometer für ortsauflösende Messungen aus.

Strahlungs-pyrometer

Die auf der Messung von IR-Strahlung basierenden Pyrometer stellen hinsichtlich der erreichbaren Ansprechzeiten der Sensoren das Optimum dar. Problematisch ist auch hier die Ortsauflösung des Messverfahrens, da wegen der Transmission der Infrarotstrahlung durch Kunststoffe Strahlung aus verschiedenen Tiefen des Formteils zum Temperaturmesswert beiträgt. Es existiert eine zusätzlich störende wellenzahl- und temperaturabhängige Absorption von Infrarotstrahlung, so dass sich lediglich die Oberflächentemperatur messen lässt, wenn die Transmission durch geeignete Füllstoffe verringert wird. Insgesamt muss festgehalten werden, dass eine ortsaufgelöste Temperaturmessung in der Schmelze mittels Infrarotpyrometrie nicht möglich ist.

Konventionelle Thermoelemente

Kommerzielle Mantelthermoelemente, ob eingestochen oder als schraubenförmiger Einsatz, sind zu groß und haben zu große Ansprechzeiten. Die Ansprechzeiten ließen sich durch Vorheizen verbessern, die Ortsauflösung bleibt bei allen Typen aber beschränkt. Zudem geben sie nicht die Schmelztemperatur wieder, da die Messspitze durch einen Metallmantel geschützt wird, der mit dem Werkzeugstahl in direktem thermischen Kontakt ist.

1.1.3 Miniaturisierte Temperatursensoren

Drahtthermoelemente

Uns sind nur frühe Arbeiten bekannt, die für die Messungen der Temperatur in der Kavität eines Spritzgießwerkzeugs Drahtthermoelemente verwenden [1], allerdings wird mit der beschriebenen Methodik nicht die hier angestrebte Ortsauflösung erreicht.

Zudem gibt es Arbeiten zur Temperaturmessung bei der schnellen Abkühlung von Kunststoffen mit Drahtthermoelementen.

Bei Abkühlexperimenten am Mikroskop verwendeten Ding und Spruiell [2] sehr dünne Thermodrähte (25 bis 76 μm Durchmesser), die bereits vor dem Abkühlen vorsichtig in einen Schmelzefilm zwischen zwei Glasplättchen appliziert wurden. Die Abkühlung erfolgt drucklos und mit weit niedrigeren Abkühlgeschwindigkeiten (100 K/s) als beim Spritzgießen.

Im DKI wurde im Rahmen eines BMBF-Projekts (Fördernummer 03 N 5018, [3]) eine Vorrichtung zur schnellen Abkühlung von Thermoplasten entwickelt [4, 5], die die experimentelle Bestimmung von Abkühlkurven bei eindimensionalem Wärmeübergang und praxisnahen Abkühlgeschwindigkeiten mit Miniaturdrahtthermoelementen ermöglicht. In den randschichtnahen Probenbereichen können Temperaturänderungen bis zu 200 K/s realisiert werden.

Brucato *et al.* [6] entwickelten ein Spritzgießwerkzeug, in dem eine Seite der Kavität aus einer dünnen Kupfer-Beryllium-Membran bestand, die durch Ansprühen eines Kühlmediums mit Raten bis zu 100 K/s gekühlt wurde. Die im Werkzeug auftretenden Drücke bis 400 bar wurden durch einen beim Spritzgießen üblichen Druckaufnehmer gemessen, die Temperatur des Werkzeugs durch ein Mantelthermoelement und die Temperatur der Membran durch ein integriertes, sehr dünnes Thermoelement. Der Versuchsaufbau und auch die Membran hatten aus Gründen der mechanischen Stabilität eine sehr große Masse und bestanden aus gut wärmeleitendem Metall. Daher konnten keine Massetemperaturen gemessen werden.

Manero *et al.* [7] verfolgen den Ansatz, die Temperatur an verschiedenen Stellen in der Kavität eines Spritzgießwerkzeugs zu messen, indem ein Thermoelement an der Spitze eines schraubenförmigen Einsatzes in das Werkzeug eingebracht wird. Der Abstand der Messspitze von der Werkzeugwand wird durch unterschiedlich weites Hereindreihen der Schraube variiert. Die Thermodrähte sind 130 µm dick, die Messspitze 380 µm, so dass die angestrebte hohe Ortsauflösung von unter 100 µm hiermit nicht erreicht werden kann. Des weiteren ist die thermische Isolierung der Messspitze sehr schwierig, was sich in den langsamen Ansprechzeiten von 0,4 s äußert.

Darüber hinaus können zur Messung der Materialtemperatur im Spritzgießwerkzeug sehr dünne, im Werkzeug gespannte Thermodrähte eingesetzt werden. Es besteht allerdings die Gefahr, dass die dünnen Drähte durch die einströmende Schmelze zerstört oder in der Form verschoben werden, so dass eine ortsgenaue Messung erschwert wird.

Thermoelementarrays auf Substraten

Um mittels miniaturisierter Thermoelemente das Temperaturprofil in der Kavität zu messen verwenden Yokoi *et al.* [8] dünne Polyimidfolien als Trägermaterial. Auf diese Folien wurden Kupfer- und Nickel-Leiterbahnen mit großen Schichtdicken und -breiten aufgebracht. Die Sensoren waren mechanisch stabil, und es konnten Temperaturprofile in einer 4 mm hohen Kavität vermessen werden. Um Temperaturen im besonders interessanten Randschichtbereich von ca. 300 µm messen zu können, müssen die Leiterbahnen jedoch dünner als hier geschildert ausgeführt werden.

In verschiedenen Arbeiten [9, 10, 11], die zum Teil von der AiF unter der Nummer 9532 gefördert wurden [12], wurde am Institut für Kunststoffverarbeitung in Aachen die Temperaturmessung in der Kavität mit einem Thermoelementarray aus Gold- und Aluminiumleiterbahnen auf Zirkonoxid- bzw. Polyimidsubstraten untersucht. Von großem Nachteil war die mechanische Empfindlichkeit der Sensoren, insbesondere bei Verwendung von Polyimid als Substrat. Es konnten deshalb nur wenige Messungen durchgeführt werden, die aber die prinzipielle Funktionstüchtigkeit der Sensoren zeigten und somit die Machbarkeit dieser Verfahrensweise bewiesen.

1.2 Forschungsziel

Im Rahmen der Forschungskooperation zwischen dem Deutschen Kunststoff-Institut (DKI) Darmstadt und dem Forschungszentrum Karlsruhe GmbH (FZK) sollten miniaturisierte Temperatursensoren mit dem Ziel entwickelt werden, Temperaturen während des Einspritzens und Erstarrens von Thermoplasten beim Spritzgießen mit hoher Präzision orts- und zeitaufgelöst messen zu können.

Die im Spritzgießwerkzeug als Funktion von Ort und Zeit gemessenen Temperaturen sollten zur Berechnung der Temperaturleitfähigkeit

$$a_{\text{Spritzgieß}} = \frac{\left(\frac{\partial T}{\partial t}\right)}{\left(\frac{\partial^2 T}{\partial x^2}\right)}$$

in Thermoplasten dienen und mit Werten verglichen werden, die auf Messungen der Größen Wärmekapazität, Wärmeleitfähigkeit und Dichte unter Laborbedingungen basieren:

$$a = \frac{\lambda}{\rho c_p} \equiv a_{\text{Labor}}$$

Das Erreichen der hierfür notwendigen Präzision war ein Ziel des Vorhabens und schließt neben der Sensorentwicklung und -herstellung die Berechnung der Temperaturleitfähigkeiten und den Vergleich mit Spritzgießsimulationsrechnungen ein, die mit dem Programm CADMOULD durchgeführt wurden.

1.3 Lösungsweg

Der Lösungsweg basierte auf Ideen bzw. den Aufgaben, die ausgehend von dem im Antrag skizzierten Stand der Technik und dem Forschungsziel formuliert wurden. Die Aufgaben sind in einem Arbeits- und Zeitplan in Tab. A.1 im Anhang A dargestellt und im nächsten Absatz zusammengefasst.

Es sollten Sensoren entwickelt werden, indem auf Zirkonoxidsubstraten mit geringer Masse und Wärmekapazität sowie geringer Wärmeleitfähigkeit Leiterbahnen aus gut haftendem Titan und Chrom fotolithographisch strukturiert werden. Die gewählten Strukturgrößen - die Leiterbahnbreite beträgt 40 µm - ermöglichen eine hohe Ortsauflösung. Es wurden mehrere Variationen des grundlegenden Sensorlayouts realisiert, um die Wärmeleitung zwischen den Messstellen zu minimieren. Die Sensoren wurden im Ölbad kalibriert und in einem eigens konstruierten Werkzeug eingesetzt. Bei Variation der Prozessparameter wurden die Temperaturen in der Werkzeugkavität über die gesamte Prozessdauer gemessen. Aus der Zeitableitung und dem Gradienten der Temperaturverteilung wurden Temperaturleitfähigkeiten berechnet und mit Laborwerten verglichen. Mit der im Spritzgießprozess ermittelten Temperaturleitfähigkeit wurden Simulationsrechnungen mit dem Programm CADMOULD wiederholt, die auf vom Hersteller angegebenen Werten basieren.

Der Lösungsweg wurde zwischen beiden Projektpartnern so aufgeteilt, dass die Herstellung der Sensoren mit der Optimierung der einzelnen Fertigungsschritte in drei Instituten am Forschungszentrum Karlsruhe GmbH durchgeführt und die Kalibrierung und Erprobung des Sensors zusammen mit der Auswertung der erhaltenen Messdaten am Deutschen Kunststoff-Institut Darmstadt vorgenommen wurde.

2 Sensordesign

2.1 Festlegung eines fertigungsgerechten Designs

Zu Projektbeginn wurden das Layout der miniaturisierten Temperatursensoren und die Abmessungen des Werkzeugeinsatzes zur Aufnahme der Sensoren festgelegt. Für die Spritzgießversuche wurde ein Werkzeug mit einer 2,5 mm tiefen Kavität ausgewählt, was einer üblichen Wanddicke von Formteilen mit höherem Schussgewicht entspricht. Um ein detailliertes Temperaturprofil über den gesamten Formteilquerschnitt ermitteln zu können, wurde die Messzone des Sensors mit 11 Messstellen ausgestattet (Abb. 2.1). Da kommerzielle 2,5D-Simulationsprogramme (z.B. CADMOULD) in der Regel ebenfalls mit 11 Schichten rechnen, ist somit ein direkter Vergleich von gemessenen Temperaturprofilen mit Simulationsergebnissen möglich.

Die einzelnen Thermoelement-Messstellen sind in Abständen von 250 μm an der Vorderkante des Sensorkopfes platziert. Nur die Lage des äußeren Thermoelements ($T +5$) weicht ab. Es wurde in einem Abstand von 20 μm von der Oberkante des Messkopfes positioniert. Zur thermischen Isolierung der einzelnen Messstellen dienen 50 μm breite Schlitzte im Substrat (Kammstruktur), die bei einigen Sensoren beim Laserschneiden der Substrate eingebracht worden sind. Aufgrund der hohen Messstellendichte im Sensorkopf musste die Leiterbahnbreite auf 40 μm begrenzt werden.

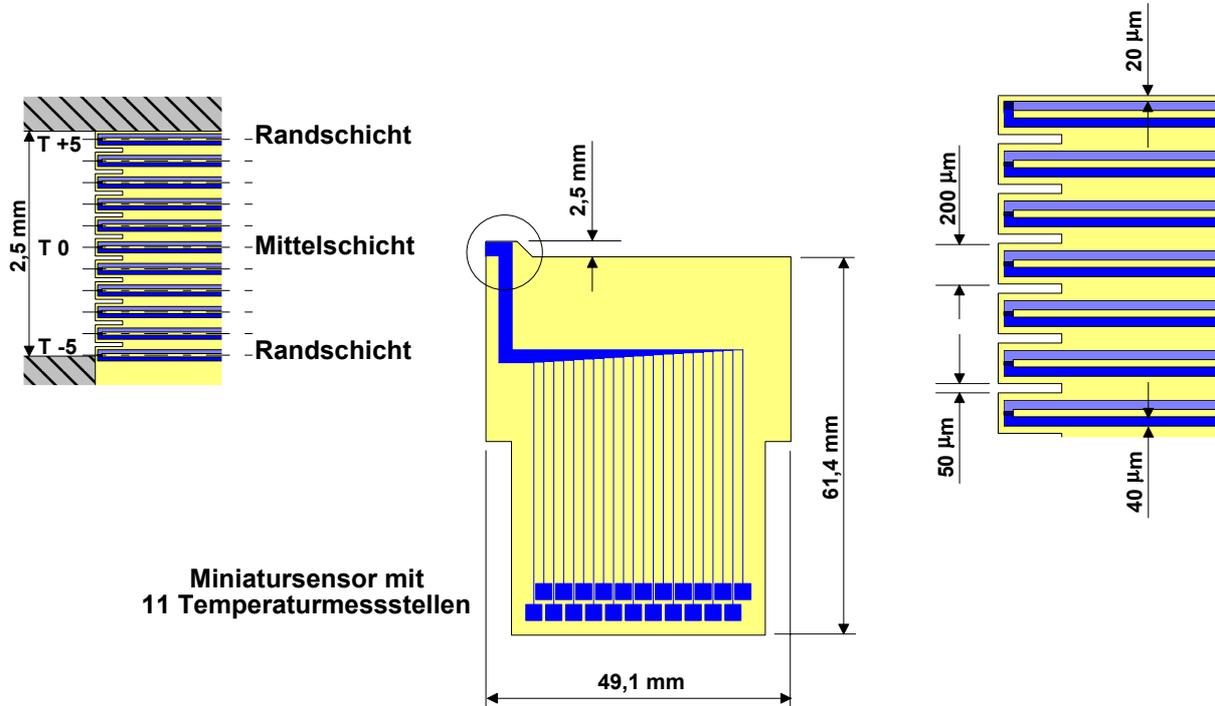


Abb. 2.1: Aufbau und Abmessungen des Miniaturensors.

Zum Abgreifen der Thermospannungen dienen 22 Kontaktflächen, die an der Unterkante des Sensors positioniert wurden. Bei der Festlegung der Substratabmessungen musste ein ausreichender Abstand

zwischen den Kontakten des Sensors und der Werkzeugkavität berücksichtigt werden, da es beim Spritzgießen in den formnestnahen Bereichen des Werkzeugs zu starken Temperaturschwankungen kommt. Eine Änderung der Kontaktstellentemperatur kann jedoch einen erheblichen Einfluss auf die Messergebnisse haben (siehe Kap. 4.3.2).

2.2 Auswahl der Substrate und geeigneter Thermoelementpaarungen

Wie im Antrag ausgeführt, werden an die Substrate folgende Anforderungen gestellt: sie sollen mechanisch stabil sein, um die hohen Drücke und Scherkräfte im Spritzgießprozess unbeschadet zu überstehen; sie sollen gleichzeitig eine geringe Masse und geringe Wärmekapazität haben, um die Ansprechzeit des Sensors klein zu halten; und sie sollen schließlich über eine geringe Wärmeleitfähigkeit verfügen, um den Wärmefluss zwischen den 250 µm auseinander liegenden Messstellen zu minimieren und dadurch eine hohe Ortsauflösung bei der Temperaturmessung zu gewährleisten. Von den Materialklassen Glas, Kunststoff, Compositewerkstoff (Wärmedämmstoff) und Keramik sind nach einer ersten Recherche nur die Keramiken wegen ihrer mechanischen Eigenschaften in Frage gekommen.

Aus der Summe dieser Anforderungen ergab sich, dass lediglich Zirkonoxid (ZrO_2) als Substratmaterial geeignet war. Nach einer Produktrecherche und Anfragen bei verschiedenen Firmen wurde ZrO_2 als Wafermaterial von der Fa. KERAFOL Keramische Folien GmbH, 92676 Eschenbach, bezogen. Bei dem eingesetzten Material (siehe Tab. 2.1) handelt sich um mit 3 mol-% Yttriumoxid verstärktes Zirkonoxid (TZ 3YS).

Merkmale	Einheit	Wert
WAK (20-1000°C)	ppm/K	ca. 12
Wärmeleitfähigkeit λ bei 20 °C	W/(m K)	ca. 3,3
Wärmekapazität c_p bei 25 °C	J/(g K)	ca. 0,4
Festigkeit	MPa	ca. 1000
Dichte	g/cm ³	6,0 (> 99 % th. D.)
Planität	µm	< 50
Yttriumstabilisierung	Mol-%	3
Gaspermeabilität	gasdicht	

Tab. 2.1: Materialeigenschaften von ZrO_2 (nach Herstellerangaben der Firma KERAFOL).

Für die Thermoelementpaarungen kamen vor allem die Metalle Titan und Chrom wegen ihrer bekannten guten Haftung und die Metalle Kupfer und Nickel wegen der großen Differenz ihrer Thermokräfte in Frage. Beide Metallpaarungen wurden, wie in Abb. 2.2 dargestellt, auf Platten aus Zirkonoxid und zum Vergleich Aluminiumoxid aufgedampft.

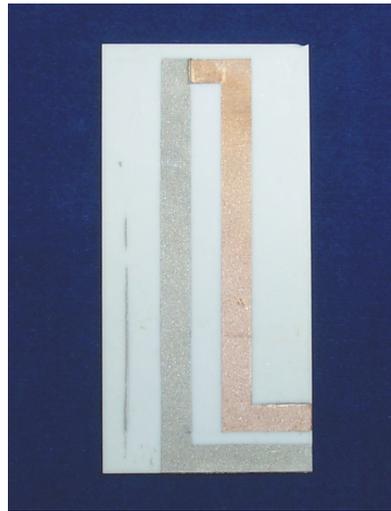


Abb. 2.2: Thermoelement für Voruntersuchungen.

Die in Abb. 2.3 dargestellte Abhängigkeit der Thermospannung von der Temperatur wurde für die vier verschiedenen Materialpaarungen durch Kalibrieren der Sensoren im Ölbad ermittelt. Der Zusammenhang ist in dem gezeigten Temperaturbereich näherungsweise linear, die Paarung Titan-Chrom ergibt unabhängig vom Substrat die höheren Thermospannungen. Deswegen und wegen der bekannt guten Haftung beider Metalle auf Gläsern und Keramiken wurde beschlossen, die Sensoren aus Zirkonoxid mit Leiterbahnen aus Titan und Chrom zu fertigen.

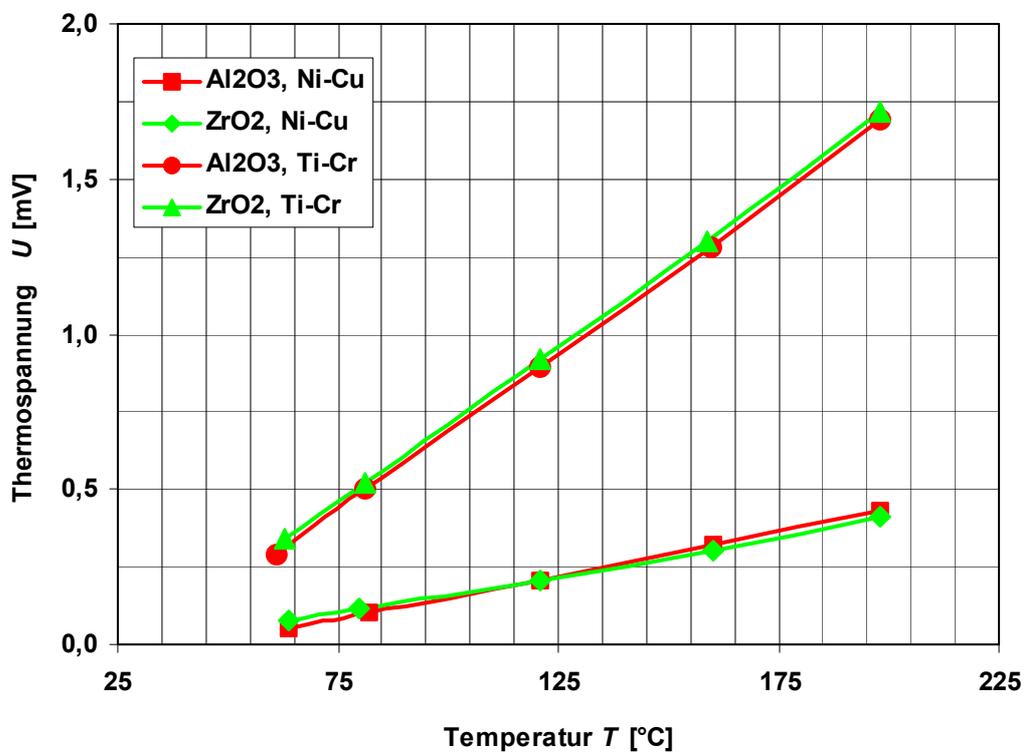


Abb. 2.3: Thermospannungen unterschiedlicher Materialpaarungen.

3 Herstellung der Sensoren

3.1 Herstellungsweg

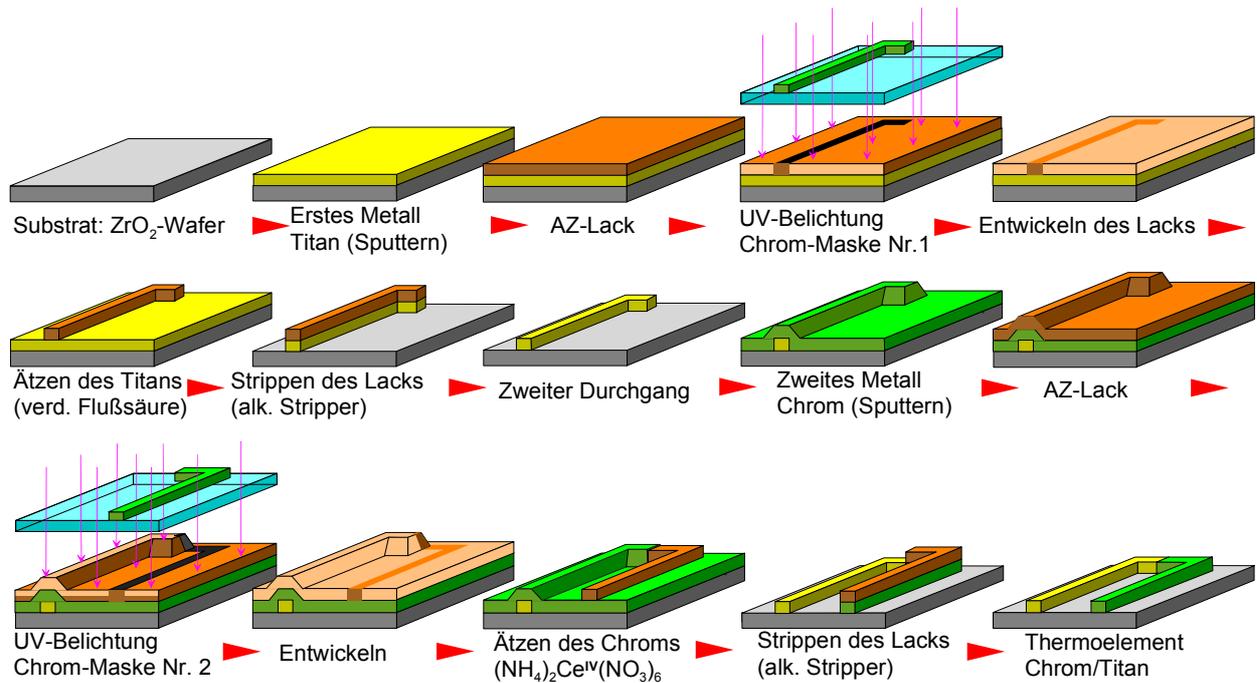
Innerhalb des abgelaufenen AiF-Projektes übernahmen die Institute für Materialforschung (IMF I und III) sowie für Mikrostrukturtechnik (IMT) des Forschungszentrums Karlsruhe GmbH (FZK) die Entwicklung und Herstellung des Sensors (siehe Tab. 3.1). Dabei wurden die Thermoelemente entsprechend den Designvorgaben durch das DKI nach dem Zuschnitt der Außenkontur des Substrates (ZrO₂-Wafer) mittels Laserstrahlschneiden durch zweimaliges Aufputtern dünner Metallschichten (≤ 1000 nm Titan bzw. Chrom), zweimaliges Aufschleudern und photolithographisches Strukturieren eines Resists (UV-Lithographie) sowie zweimaliges nasschemisches Ätzen der o.g. Metalle und Strippen des Resists erzeugt. Anschließend wurde eine Sensorcharakterisierung vorgenommen. Entsprechend den Erfordernissen an die Haftung, die elektrischen Eigenschaften und das chemische Verhalten hat sich die Thermoelementpaarung Titan/Chrom als besonders geeignet ergeben.

FZK-Institut	Abteilung	Aufgabe
Institut für Materialforschung I (IMF I)	Lasertechnologie	Zuschneiden (Laser)
	Dünnschichttechnik	Sputtern (Ti, Cr)
Institut für Mikrostrukturtechnik (IMT)	Mikrofertigung ¹	Herstellung Cr-Masken UV-Lithographie
Institut für Materialforschung III (IMF III)	Korrosion	Projektleitung FZK Selektivätzen Strippen Sensorcharakterisierung

Tab. 3.1: Durchführung der Sensorherstellung an verschiedenen Instituten des FZK.

Die einzelnen Fertigungsschritte der Sensorherstellung sind in Abb. 3.1 schematisch dargestellt und werden in den folgenden Kapiteln ausführlich behandelt.

¹ Die Herstellung der Chrommasken und die Strukturierung der Metallschichten über UV-Lithographie erfolgte nach DIN-ISO-9001 zertifizierten Bedingungen im Rahmen der Dienstleistung Nr. 00-095D-00B. Die Bearbeitung der Substrate wurde in mehreren Losen mit maximal 6 Stück durchgeführt.



Substratbeistellung → (Polyimidbeschichtung) → Sputtern von Metall 1 → Erstes Aufschleudern des AZ-Resists → UV-Belichten durch Maske A → Entwickeln der Struktur → Nasschemisches Ätzen von Metall 1 → Nasschemisches Strippen (Entfernen) der Resists → Spülen (Wasser, Aceton) → Sputtern von Metall 2 → zweites Aufschleudern des AZ-Resists → UV-Belichten durch Maske B → Entwickeln der Struktur → Nasschemisches Ätzen von Metall 2 → Nasschemisches Strippen (Entfernen) des Resists → Spülen (Wasser, Aceton) → Sensorcharakterisierung

Abb. 3.1: Abfolge der Sensorbeschichtung (ohne Polyimid-Beschichtung, Spülschritte und Sensorcharakterisierung).

3.2 Substrate

Wie in Kap. 2.2 erläutert, wurde als Substratmaterial ein yttriumstabilisiertes Zirkonoxid der Firma KERAFOIL ausgewählt. Die Sensoren wurden aus Substraten mit einem Format von 10 cm x 10 cm herausgearbeitet (siehe Abb. 3.2).

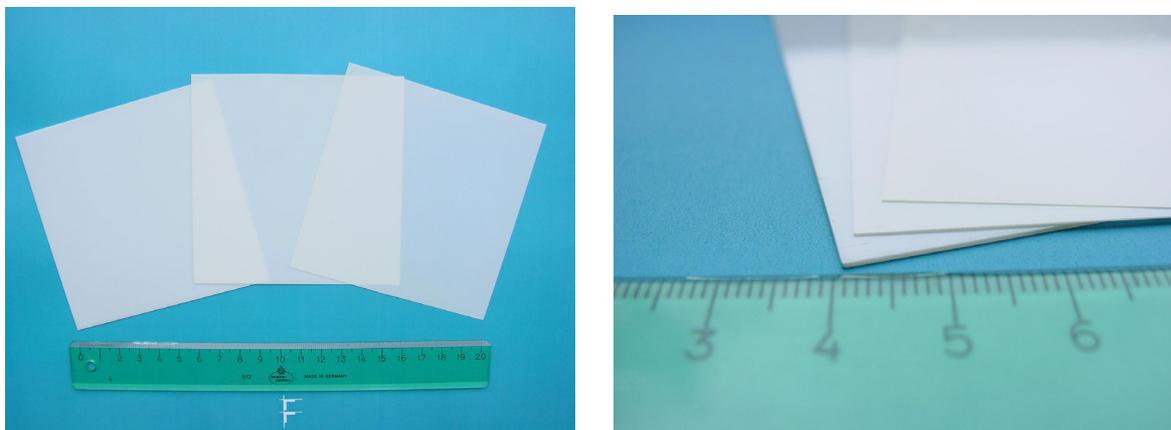


Abb. 3.2: ZrO_2 -Wafer ($10 \times 10 \text{ cm}^2$, Dicke: 600-250-125 μm).

Zunächst wurden Materialdicken von 0,6 mm verwendet, mit denen alle o.g. Fertigungsschritte der Herstellung erprobt und optimiert wurden. Bei späteren Serien kamen nach Klärung der durchaus anspruchsvollen Stabilitätsproblematik auch deutlich dünnere Substrate (Dicke 0,25 mm und 0,125 mm) zur weiteren Senkung der thermischen Masse zum Einsatz. Mit abnehmender Dicke weisen diese ZrO₂-Substrate eine zunehmende Flexibilität und Transparenz auf

Im Verlauf des Projektes wurden einzelne Wafer hinsichtlich ihrer Ebenheit/Durchbiegung, Rauigkeit und Dicke charakterisiert (siehe Tab. 3.2), um im Herstellungsprozess auftretende Schwierigkeiten erklären zu können. Aus den Daten folgt, dass die Substrate trotz identischem Herstellungsprozess in ihren geometrischen Abmessungen größeren Schwankungen unterlagen, die bei der Herstellung der Sensoren kompensiert werden mussten².

Wafer	Durchbiegung	Rauigkeit	Dicke
01	Längs: 130 – 180 µm Quer: 120 – 220 µm	R _a 118 nm R _t 989 nm	0,62 bis 0,71 mm (von Fa. KERAFOLO angegeben: 600 ± 60 µm)
02	Längs: 18 – 34 µm Quer: 13 – 35 µm	R _a 114 nm R _t 1085 nm	0,63 bis 0,64 mm (von Fa. KERAFOLO angegeben: 600 ± 60 µm)
03	Längs: 23 – 30 µm Quer: 27 – 31 µm	R _a 34 nm R _t 359 nm	0,58 bis 0,61 mm (von Fa. KERAFOLO angegeben: 600 ± 60 µm)
04	Längs: 40 – 57 µm Quer: 40 – 54 µm	R _a 35 nm R _t 368 nm	0,56 bis 0,60 mm (von Fa. KERAFOLO angegeben: 600 ± 60 µm)
05	Längs: 86 – 105 µm Quer: 95 – 195 µm	R _a 50 nm R _t 432 nm	0,25 bis 0,32 mm (von Fa. KERAFOLO angegeben: 250 ± 30 µm)
06	Längs: 14 – 32 µm Quer: 25 – 27 µm	R _a 47 nm R _t 426 nm	0,24 bis 0,26 mm (von Fa. KERAFOLO angegeben: 250 ± 30 µm)
07	Längs: 41 - 137 µm Quer: 29 - 57 µm	R _a 32 nm R _t 357 nm	0, 11 bis 0,13 mm (von Fa. KERAFOLO angegeben: 125 ± 20µm)
08	Längs: 16 - 41 µm Quer: 37 - 69 µm	R _a 75 nm R _t 577 nm	0,11 bis 0,12 mm (von Fa. KERAFOLO angegeben: 125 ± 20 µm)

Tab. 3.2: Daten zur geometrischen Charakterisierung der ZrO₂-Wafer.

² Diese Schwankungen wurden zwar beim Hersteller angesprochen, jedoch konnte hier über den Herstellungsprozess keine Verbesserung erreicht werden. Der Übergang auf einen anderen Hersteller war nicht möglich, da die Fa. KERAFOLO der einzige bekannte Anbieter für derartige Wafer ist.

3.3 Laserschneiden

Die Lasermaterialbearbeitung wird am FZK/IMF I seit mehr als zehn Jahren in Forschung und Entwicklung für Anwendungen in der Mikrosystemtechnik, Medizintechnik und Mikrooptik entwickelt und eingesetzt [13, 14].

Als Formgebungsverfahren für Keramik-Wafer (ZrO_2) bis zu Dicken von 1 mm eignet sich in besonderem Maße die Materialbearbeitung mit Festkörperlaserstrahlung, da hierdurch eine geringe thermische Beeinflussung des Materials bei Erzeugung von Mikro- und Makrostrukturen erzielt werden kann. Zudem kann über CAD/CAM-Systeme eine hohe Flexibilität hinsichtlich wechselnder Strukturdesigns ermöglicht werden. Als Bearbeitungsverfahren wurde für Materialdicken von 0,3 - 1 mm das Laserstrahlschneiden und für Materialdicken unterhalb von 0,3 μm der Laserstrahlformabtrag eingesetzt. Die hierzu eingesetzte Bearbeitungsanlage ist in Abb. 3.3 dargestellt:



Abb. 3.3: Bearbeitungsanlage für das Laserstrahlschneiden und den Laserstrahlformabtrag mit Nd:YAG-Laserstrahlung am FZK/IMF I (Wellenlänge 1064 nm, Pulsbreite beim Schneiden: 0,1 - 0,2 ms, Pulsbreite beim Formabtrag 100 - 200 ns).

Als Laserstrahlquellen wurden der StarCut 18 bzw. der BLS601 - 611 zum Schneiden bzw. für den Formabtrag eingesetzt. Beide Strahlquellen haben eine Wellenlänge von 1064 nm. Der wesentliche Unterschied besteht in der zeitlichen Pulsform. Während zum Laserstrahlschneiden von ZrO_2 Pulsbreiten von typischerweise 0,1 - 0,2 ms eingesetzt wurden, beträgt die Pulsdauer beim Laserstrahlformabtrag ca. 100-200 ns. Die folgende Tab. 3.3 gibt die verwendeten Laser- und Prozessparameter für die Strukturierungsaufgaben wieder:

	Wellenlänge	Leistung	Frequenz	Pulsbreite	Geschwindigkeit	Prozessgas
Schneiden	1064 nm	10 - 20 W	400-600 Hz	0,1 - 0,2 ms	4 mm/s	Luft
Formabtrag	1064 nm	0,5 - 1,5 W	3 kHz	100 - 200 ns	5 mm/s	Luft

Tab. 3.3 Parameter der Laserformatierung.

Die Prozesszeiten betragen beim Laserstrahlschneiden ca. 2 min pro Sensor und beim Formabtrag ca. 4 ½ Minuten pro Sensor.

Beim Schneiden wurde folgende Prozessstrategie angewendet: Die ganze Struktur wurde herausgeschnitten bis auf einige Stützstellen (Sollbruchstellen), die eine weitere positionierbare Weiterverarbeitung des Wafers (Belackung, Beschichtung,...) ermöglichten. In Abhängigkeit von der Materialdicke wurden bis zu 12 Stützstellen erzeugt. Nach Durchlaufen der Fertigungskette konnte der Sensor durch Trennen der Stützstellen vereinzelt werden. Der Schneidprozess konnte für die Applikation optimiert werden (Abb. 3.4). Infolge von Unebenheiten der verwendeten ZrO_2 -Wafer konnten nicht immer eine debrisfreie Oberfläche und eine minimierte Schnittfugenbreite im Bereich der Sensorstruktur gewährleistet werden.

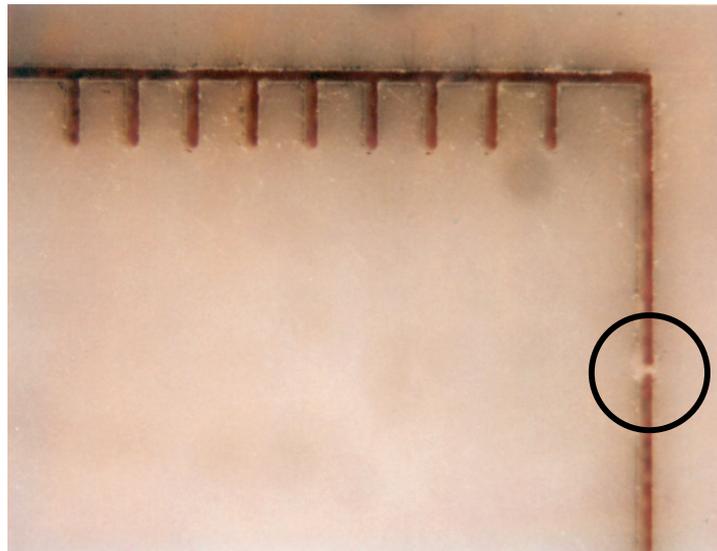


Abb. 3.4: Lichtmikroskopische Aufnahme einer durch Laserstrahlschneiden hergestellten Sensorstruktur (Stegbreite: 200 μm); Lage einer der bis zu 12 Sollbruchstellen (Kreis).

Beim Formabtrag bzw. Ritzen der dünnen ZrO_2 -Wafer traten keine fertigungstechnischen Probleme auf. Die dünnen Wafer (unter 0,25 mm) zeigten eine im Vergleich zu den dicken Wafern (0,6 mm) bessere Ebenheit der Oberflächen. Daher konnte die Laserfokusslage relativ zur Oberfläche über große Distanzen eingehalten werden. Beim Formabtrag wurde folgende Prozessstrategie angewendet:

Die komplette Sensorstruktur wurde ohne Einfügen von Stützstellen strukturiert. Für eine Abtragstiefe von ca. 100 – 150 μm waren zwei Laserritzvorgänge erforderlich. Im filigranen Bereich der Sensorstruktur wurde eine wesentlich höhere Wiederholungszahl (ca. 10) verwendet, um beim Herauslösen des Sensors eine Beschädigung der Kammstruktur zu vermeiden. Die Abb. 3.5 zeigt die Aufsicht und den Querschnitt durch einen geritzten Wafer.

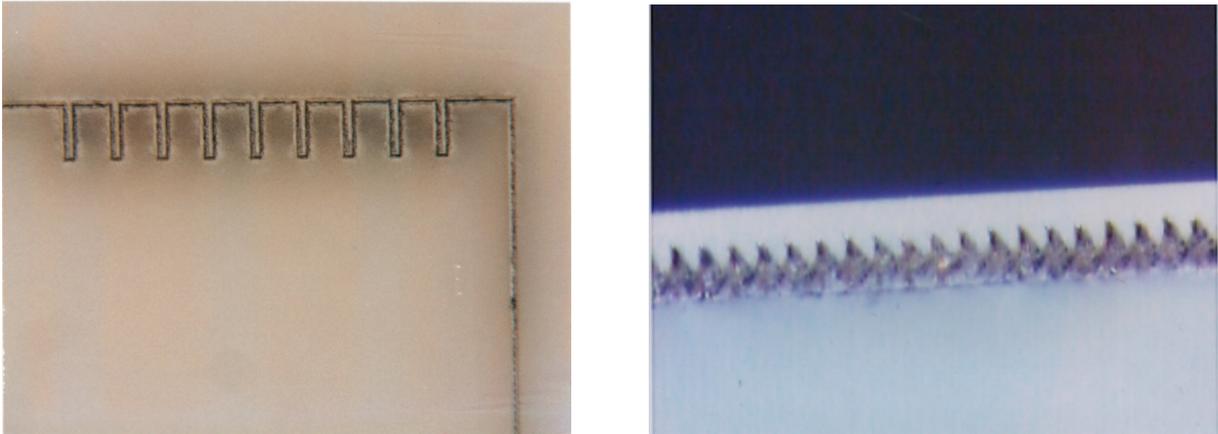


Abb. 3.5: Lichtmikroskopische Aufnahmen von der geritzten Kammstruktur (links, Stegbreite: 200 µm) und von der Bruchfläche (rechts, Substratdicke 250 µm).

Die Bruchfläche zeigt den Bereich außerhalb der Kammstruktur und zeigt daher nur eine Abtragstiefe von ca. 100 - 150 µm. Deutlich ist in Abb. 3.5 der Einfluss des Pulsabtrages („Sägezahnstruktur“) durch Sublimation zu erkennen.

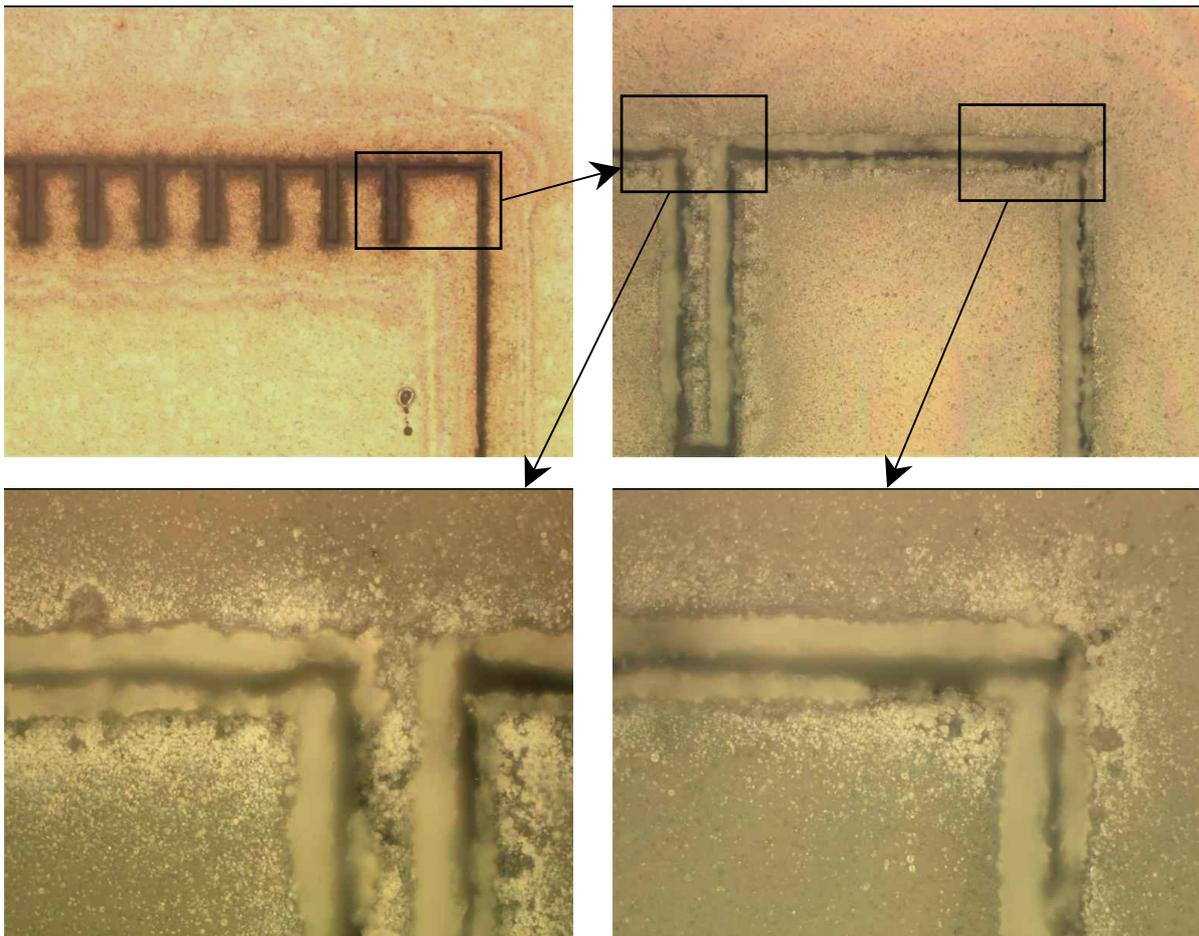


Abb. 3.6: Lichtmikroskopische Aufnahmen der geritzten Kammstruktur bei höheren Vergrößerungen (50x, 200x, 500x) mit Leica Qwin.

Im Rahmen des Projektes wurden nach Optimierung der jeweiligen lasergestützten Fertigungsschritte 115 Sensorstrukturen bearbeitet.

3.4 PVD-Beschichtung

Die Leiterbahnstrukturen aus Titan und Chrom wurden mit Hilfe des PVD-Verfahren (Magnetronspultern) hergestellt. Hierfür wurde eine Sputteranlage des Typs LEYBOLD Z 550 (Abb. 3.7) eingesetzt

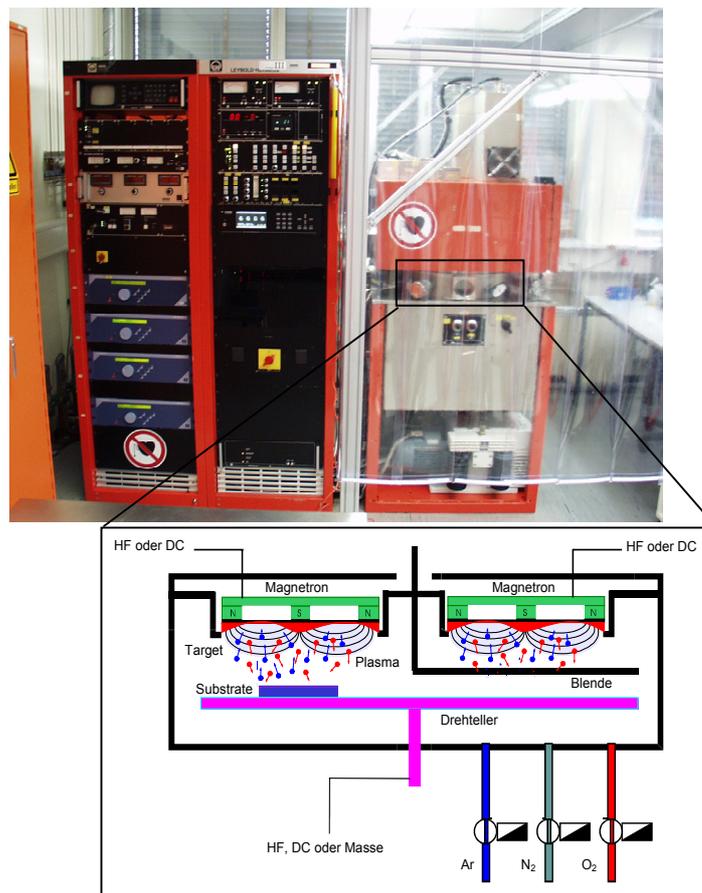


Abb. 3.7: PVD-Beschichtungsanlage des Typs LEYBOLD Z 550 am FZK/IMF I (oben) und Prinzip des Beschichtungsvorgangs (unten).

Beim Sputterprozess werden in einem Rezipienten Atome des Targets (Durchmesser 6 Zoll) durch Zerstäuben mit Argonionen (Sputtern) in die Gasphase überführt und auf einem sich darunter befindlichen Substrat (Keramik) in nahezu jeder beliebigen Schichtdicke abgeschieden. Dieser Vorgang ist ebenfalls in Abb. 3.7 (unten) schematisch dargestellt. Jedoch ist aufgrund des eingesetzten Magnetrons und der daraus folgenden Beschaffenheit des Argon-Plasmas bei stationärer Lage des Substrates keine Homogenität der Schichtdickenverteilung zu erreichen, so dass eine Dickenabnahme vom Zentrum des Substrats (Si-Wafer) nach außen in Kauf genommen werden muss. Am Beispiel einer Titan-Schicht kann man erkennen, über welchen Bereich und wie stark die Schichtdicke abnimmt (Abb. 3.8).

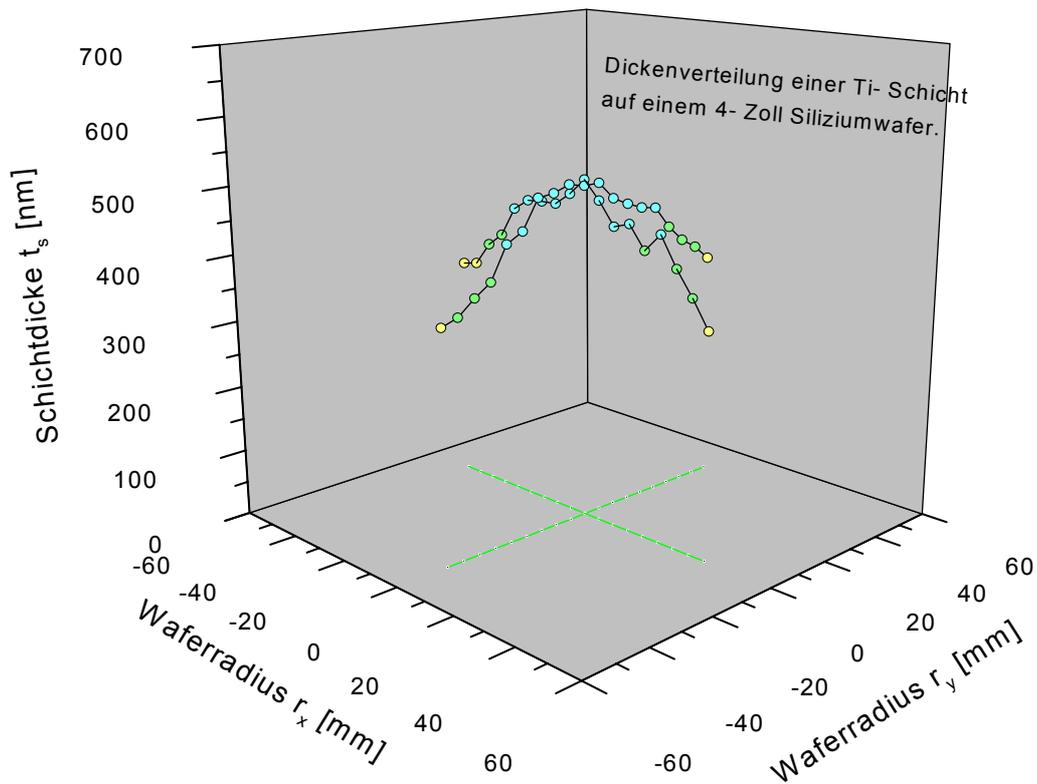


Abb. 3.8: Schichtdickenverteilung einer Ti-Schicht über einen Durchmesser von 4 Zoll.

Die Beschichtungsparameter wurden ferner so gewählt, dass in den Schichten geringe Eigenspannungen entstanden. Die Beschichtungsleistung für Titan betrug bei einem Argon-Sputterdruck von 0,5 Pa 300 W (DC) sowie für Chrom 100 W (DC) bei einem Argon-Druck von 1 Pa. Daraus resultierten Beschichtungsraten von 48,8 nm/min bzw. 24,7 nm/min. Die Schichtdicke wurde mit einem Profilometer (Tencor P-10) gemessen, das eine Auflösung von wenigen Nanometern erlaubt.

Die folgenden Abbildungen zeigen die verwendeten Targets aus Titan und Chrom, bezogen von GOODFELLOW GmbH. Die Reinheiten betragen bei Titan 99,95 % und bei Chrom 99,98 % bei einer Targetdicke von 6 mm.

Die Titanschichten unterschieden sich von den Chromschichten durch eine etwas dunklere und bräunliche Färbung, die sich bis zuletzt auch in den Leiterbahnen erhielt, so dass diese farblich leicht unterschieden werden konnten.

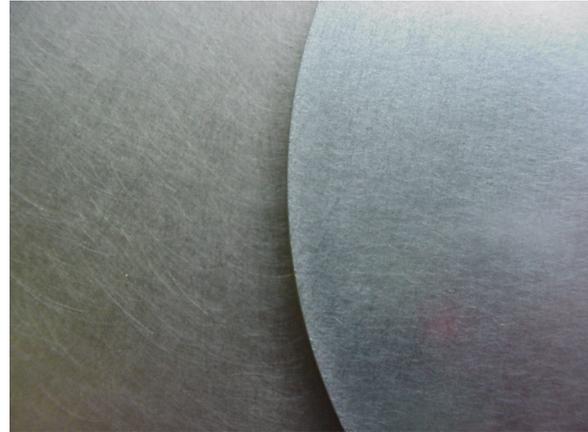
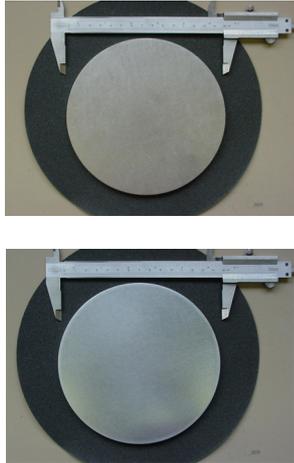


Abb. 3.9: Titan- und Chromtarget 6-Zoll

Titantarget (links), Chromtarget (rechts).

3.5 UV-Lithographie

3.5.1 Bezug der Chrommasken

Für die Strukturierung der beschichteten Substrate mittels UV-Lithographie ist das Vorhandensein entsprechender Chrommasken (die das zu strukturierende Layout beinhalten) eine notwendige Voraussetzung. Nach endgültiger Freigabe des Layouts durch das DKI wurden im FZK/IMT jeweils ein entsprechendes CAD-Layout (siehe Kap. 2.1, Abb. 2.1) für die erste und für die zweite zu strukturierende Metallschicht erstellt und in das zum Schreiben der Chrommasken entsprechende Format umgewandelt³. Zusätzlich zum Sensorlayout wurden auf den Masken außerhalb der (vor der Strukturierung mittels Laserstrahlbearbeitung zu erzeugenden) Sensoraußenkontur vier Justierkreuze aufgenommen, so dass bei der UV-Lithographie eine justierte Belichtung der zweiten Ebene gegenüber der ersten Ebene erfolgen konnte (siehe folgendes Kap. 3.5.2). Das Schreiben der beiden Positiv-Chrommasken (im folgenden Text mit Maske A für die erste Ebene und Maske B für die zweite Ebene benannt) erfolgte ebenfalls am IMT unter Verwendung eines Elektronenstrahlschreibers (EPBG 5-HR-D630; Firma LEICA). Nach dem Schreiben erfolgte die Kontrolle der beiden Chrommasken auf mögliche Schreibfehler und Löcher bzw. Unterbrechungen in der Chromstruktur (hierbei wurden keine Abweichungen von der Layoutvorgabe festgestellt) und die Freigabe der beiden Chrommasken für die Fertigung.

³ Die Bearbeitung der Layouts erfolgte im FZK/IMT mit den Losen 00969 und 0970. Die Layoutnummern hierzu sind 0637-00-A0 (für die erste Schicht) und 0637-00-B0 (für die zweite Schicht). Die zugehörigen Zeichnungsnummern sind 260232.00-08/1 (für die erste Schicht) und 260233.00-08/1 (für die zweite Schicht); Erstellung am 26.10.2000. Das CAD-Layout wurde in ein GDSII-File konvertiert und anschließend in ein IWFL-File umgesetzt.

3.5.2 Belackung, Belichtung und Entwicklung

Für die Strukturierung der Leiterbahnen auf den Keramiksubstraten wurde der Einsatz der klassischen UV-Lithographie ausgewählt, weil für dieses Verfahren am FZK/IMT die notwendigen technischen Voraussetzungen (Anlagen) und ein hohes Maß an Erfahrungen bereits zu Beginn des Projektes vorlagen, so dass hierfür nahezu keine Entwicklungsarbeiten notwendig waren⁴.

Die erste Beschichtung der titanmetallisierten Keramiksubstrate mit einem AZ-Lack (AZ4533[®], Firma CLARIANT) erfolgte auf einem Spincoater (Firma HAMATECH), siehe Abb. 3.10, wobei die Parameter so eingestellt wurden, dass eine Resistschichtdicke von $\sim 4 \mu\text{m}$ aufgeschleudert wurde. Anschließend wurde der Lack für 30 min im Umluftofen bei 90 °C getempert (und danach die aufgebraute Schicht hinsichtlich ihrer Höhe vermessen). Im nächsten Schritt erfolgte die Belichtung mittels UV-Licht bei einer Dosis von 150 mJ/cm^2 mit einem handelsüblichen Belichter (MA6; Firma KARL SÜSS) unter Verwendung der Chrommaske A. Bei dieser Belichtung musste die Chrommaske gegenüber dem Substrat so ausgerichtet werden, dass die Enden der Leiterbahnen im Sensorkopf nahe der Außenkontur bzw. in der vorgefrästen Kammstruktur platziert wurden. Nach der Belichtung mit Maske A wurde die Struktur nasschemisch in einem Sprühtwickler (Firma HAMATECH) mit 1:4 verdünntem AZ400K[®] (Firma CLARIANT) innerhalb von 2 min entwickelt. Anschließend wurde eine lichtmikroskopische Kontrolle der entwickelten Struktur in Hinblick auf Fehler und Lage durchgeführt⁵ und die Proben dann zur weiteren Bearbeitung (Ätzen der Metallschichten) an das FZK/IMF III weitergeleitet.



Abb. 3.10: Spincoater und Sprühtwickler im Reinraum des FZK/IMT.

Die Resist-Beschichtung bzw. die -Strukturierung der zweiten Metallschicht (Chrom) erfolgte analog dem o.g. Ablauf, jedoch musste hier die Chrommaske B zu den bei der ersten Beschichtung erzeugten Justierkreuzen ausgerichtet werden, so dass nach Belichtung und Entwicklung die Leiterbahnen im Sensorkopf in gewünschter Weise übereinander lagen („optimale Überlappung“). Eine derartige jus-

⁴ Die beschriebenen Arbeiten zur UV-Lithographie wurden im FZK/IMT unter Reinraumbedingungen durchgeführt.

⁵ Falls die Lage der Struktur nicht den Vorgaben entsprach, konnte die Resiststruktur mittels nasschemischem Strippen wieder vollständig entfernt und die Abfolge Belackung, Belichtung und Entwicklung wiederholt werden.

tierte Belichtung erforderte einerseits den Schutz der Justierkreuze bei der zweiten ganzflächigen PVD-Metallbeschichtung⁶. Andererseits erwies sich die justierte Belichtung als sehr zeitintensiv, da wegen des schlechten Kontrastes die Ausrichtung Chrommaske zu Substrat sehr schwierig war.

Schwierigkeiten bereiteten zu Beginn des Projektes die Größe und Stabilität der Substrate bei der Belackung und der Entwicklung. Diese beiden Fertigungsschritte erfolgen bekanntlich bei einer sehr hohen Umdrehungszahl, so dass mehrfach Substrate, bei denen die Außenkontur bereits eingebracht war und die nur wenige Sollbruchstellen enthielten, während der Belackung zerbrachen. Weiterhin wurde festgestellt, dass einige Substrate Abweichungen von den Sollmaßen (10 x 10 cm²) aufwiesen, so dass die exakte Halterung der Substrate in den Anlagen nicht gewährleistet war. Beide Probleme konnte im Verlauf des Projektes durch Optimierung der Anzahl und der Lage der Sollbruchstellen bzw. durch Absprachen mit dem Substrathersteller gelöst werden.

Ein weiteres Problem bei der UV-Lithographie lag anfangs in der relativ schlechten Oberflächenqualität (deutliche Unebenheit der Substrate, siehe auch Kap. 3.2) vor allem der 600 µm und 250 µm dicken Substrate. Da bei der UV-Belichtung ein ausreichendes Vakuum zwischen Substrat und Maske eine notwendige Voraussetzung für eine gute Strukturqualität (Erzeugung definierter Kanten) ist, kam es häufig vor, dass das angelegte Vakuum nicht den für eine optimale Belichtung bekannten Werten entsprach. Bei diesen Substraten musste dann mit Hilfslösungen, wie z.B. Abkleben gearbeitet werden. Bei den geritzten dünnen Substraten trat dieses Problem nicht auf, da diese an sich sehr flexibel (biegsame Folien) waren. Mit diesen Substraten konnte die Abfolge Belackung, Belichtung und Entwicklung am einfachsten realisiert werden.

In einigen Versuchen wurden zusätzlich dünne Polyimid (PI)-Schichten mit Dicken zwischen 3 µm bzw. 25 µm aufgebracht, um die Wärmeleitfähigkeit zwischen Thermoelement und Zirkonoxid weiter zu senken (PI: $\lambda = 0,2 \text{ W/(m K)}$ bei 20 °C). In diesem Zusammenhang sollten auch gleichzeitig erste Erfahrungen im Umgang mit Polyimid für eine mögliche Verwendung als selbsttragendes Substratmaterial gewonnen werden. Das Aufbringen der PI-Schicht auf die Keramiksubstrate erfolgte ähnlich der Resistbelackung. Zunächst wurde ein Polyimid (Probimide 7510; Firma ARCH SEMICONDUCTOR CHEMICALS GmbH) mit einer Schichtdicke von $\sim 2 \text{ µm}$ auf einem Spincoater (Firma HAMATECH) aufgeschleudert. Danach erfolgte das Trocknen für wenige Minuten bei bis zu 110°C auf einer Hotplatte. Zum Schluss wurden die Schichten für eine Stunde bei bis zu 400°C in einem Vakuumofen getempert. Für die Erzeugung dickerer PI-Schichten ($\sim 25 \text{ µm}$) wurde Probimide 7520 mit anderen Trocknungs- und Temperparametern verwendet. Die oben beschriebene Strukturierung der Metallschichten erwies sich auf den polyimidbeschichteten Substraten als einfacher, da hier ein deutlich besserer Kontrast für die Ausrichtung der Masken vorhanden war.

⁶ Dieser Schutz wurde durch Abkleben der Justierkreuze vor der Metallisierung und dem Entfernen der Klebeplättchen vor dem Belacken realisiert.

3.6 Nasschemisches Ätzen

Zunächst erfolgte am FZK/IMF III eine Literaturrecherche bezüglich nutzbarer Ätzverfahren und hinsichtlich der Entwicklung geeigneter Ätzmittel. Über die generelle Feststellung der geeigneten Ätzverfahren für das Mikrostrukturätzen [16], war es darüber hinaus notwendig, Ätzmittel zu finden, die eine Aufeinanderfolge von nasschemischen Ätzprozessen für mikrostrukturierte Metallschichten unterschiedlicher Metalle ermöglichen, ohne dass die schon vorhandene Metallstruktur angegriffen wird („Selektivätzen“). Aufgrund diesen Kriteriums war die engere Auswahl zunächst auf Nickel-Kupfer und Titan-Chrom beschränkt.

Der technisch-apparative Aufwand zur Durchführung der Ätzungen war vergleichsweise gering, jedoch durften in Gegenwart von Flusssäure keine Glasapparaturen verwendet werden, und es waren dabei die dafür üblichen aufwendigeren Sicherheitsmaßnahmen erforderlich (Abb. 3.11).



Abb. 3.11: Einrichtung Ätzplatz (zum Zeitpunkt einer Cr-Ätzung durch gelborange Ce(IV)-Lösung) am FZK/IMF III.

3.6.1 Thermoelementpaar Nickel-Kupfer

Für Nickel kommen als Ätzmittel prinzipiell alle Säuren, insbesondere Mineralsäuren in Frage. Deshalb wurden 0,5 μm dicke Ni-Sputterschichten verschiedenen Ätzversuchen bis zur völligen Auflösung mit diversen möglichen Ätzmitteln unterzogen. Erprobt wurden insbesondere:

Salzsäure: 1 molar - halbkonzentriert - konzentriert

Salpetersäure: 2 molar - konzentriert

Ni-P-Ätzlösung: halbkonzentriert – unverdünnt (Zusammensetzung s.u.)

In Salzsäure nimmt die Ätzgeschwindigkeit mit der Konzentration unter steigender Gasentwicklung zu, und es kommt mit steigender Konzentration zur Ablösung des Nickels in groben Schuppen. Mit Zapon- bzw. Nagellack geschützte Bereiche, die nicht angeätzt werden können, lösen sich dadurch

auch vom Substrat ab. Salpetersäure ätzt die Schichten dagegen ohne Gasentwicklung, aber es wurde eine relativ langsame Auflösung beobachtet. Das optimale Ätzmittel für Nickel stellt die für Chemisch-Nickel (Ni-P) entwickelte Totalätze dar, die Nickel-Schichten innerhalb weniger Sekunden vollständig auflöst und sich folgendermaßen zusammensetzt:

65 Vol-% HNO_3 konz., 17 Vol-% Eisessig, 18 Vol-% Wasser

Während des Ätzworganges wird aber Nickel unter den schmaleren maskierenden Resistflächen (Breite < 1 mm) wegen der sehr hohen Ätzrate angeätzt. Verdünnung mit Wasser reduziert hingegen die Ätzgeschwindigkeit erheblich, nicht jedoch das Unterätzen.

Deutlich erkennbar hat das Nickel den Ätzworgang nur dort überstanden, wo der Resist (hier wurde für Vorversuche Nagellack verwendet) in ausreichend breiten und dicken Streifen aufgetragen worden ist. Hierbei konnte definitiv zugeordnet werden, ob die Ablösung dünner Ni-Streifen durch Unterätzen der Resistschichten geschieht (schichtunabhängig), oder ob die Deckschicht ausreichend dick bzw. deckend war (schichtabhängig). Es ist zudem allgemein eine schwache Haftung des Nickels auf allen Substraten, insbesondere bei direkter Anströmung durch Ätz- und Spüllösungen, aufgetreten.

Für Kupfer steht mit einer ammoniakalischen Chloridlösung eine ausgereifte Ätzlösung für Ätzungen mit hohem Materialabtrag bei Raumtemperatur zur Verfügung [15]. Die Zusammensetzung ist wie folgt:

100 ml/l $\text{NH}_3(\text{aq.})$ konz., 30g/l NaClO_2 , 130 g/l Ammoniumcarbamat

Diese Kupferätzlösung übt keinerlei Nebenwirkungen auf das Nickel aus und kann daher als Selektivätze für die Kombination Ni-Cu verwendet werden, sofern die Verträglichkeit mit dem gewählten Resist und anderen Prozessmaterialien gegeben ist.

Abb. 3.12 zeigt eine Probe mit binärer Ni-Cu-Schicht auf einem Substrat, deren Cu-Oberschicht mit Nagellack in verschiedenen Abmessungen bestrichen wurde, während Abb. 3.13 den Zustand derselben Probe nach einem max. 3 s dauernden Ätzworgang wiedergibt.



Abb. 3.12: Cu-Ni-Schicht vor Selektivätzung

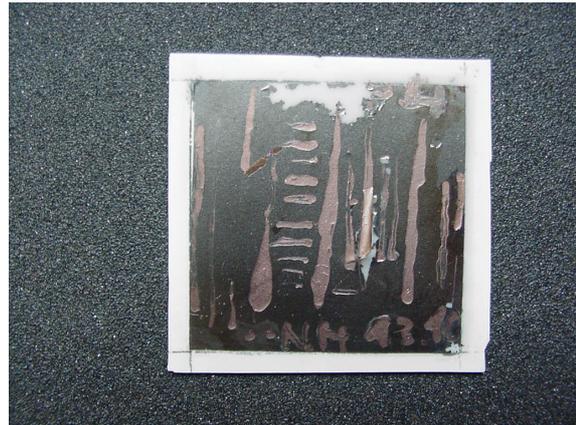


Abb. 3.13: Cu-Ni-Schicht nach Selektivätzung

Deutlich ist die sehr scharfe Abbildungstreue durch den Resist zu erkennen. Unterätzungen sind hierbei schon wegen der kurzen Ätzdauer nicht aufgetreten. Eine leichte Beschädigung der Nickelschicht kam durch Wasserspritzen wegen geringer Haftung zustande; dadurch kommt es letztlich auch zur Ablösung von auf dem Nickel aufliegenden Kupferschichten.

Wegen der sehr schwach ausgeprägten Haftung auf dem Substrat (aber auch wegen zu niedriger Thermospannungen, siehe Kap. 2.2) wurde die Kombination Nickel-Kupfer nicht weiter verfolgt, und der eindeutige Schwerpunkt wurde auf die Kombination Titan-Chrom gelegt.

3.6.2 Thermoelementpaar Titan-Chrom

Grundsätzlich weisen sowohl Titan als auch Chrom Nernst'sche elektrochemische Standardpotentiale auf (siehe Tab. 3.4.), die wesentlich unedler als die von Nickel und Kupfer sind. Damit sollte prinzipiell eine stärkere Empfindlichkeit gegenüber Ätzmitteln, insbesondere Säuren, verbunden sein.

Metall	Reaktion	Standardpotential E_0
Titan	$\text{Ti} \rightarrow \text{Ti}^{2+} + 2 e^-$	-1,63 V
Chrom	$\text{Cr} \rightarrow \text{Cr}^{3+} + 3 e^-$	-0,74V
Nickel	$\text{Ni} \rightarrow \text{Ni}^{2+} + 2 e^-$	-0,26 V
Kupfer	$\text{Cu} \rightarrow \text{Cu}^{2+} + 2e^-$	+0,34

Tab. 3.4: Nernst'sche Potentiale.

Titan und Chrom bilden jedoch sehr stark passivierende Oxidschichten aus, die eine hohe chemische Resistenz zur Folge haben. Nur Salzsäure als gängige Mineralsäure zeigte einen spürbaren Materialabtrag (siehe Tab. 3.5). In diesem Falle schien es darüber hinaus möglich, allein über die Temperatur der Salzsäure ein Kriterium für Selektivätzen herbeizuführen.

Ätzmittel	Temperatur	Titan	Chrom
HCl 5 M (halbkonz.)	RT	X	10 - 15 min
HCl 5 M (halbkonz.)	90°C	5 min	5 s [‡]
HCl 10 M (konz.)	RT	X	5 min
H ₂ SO ₄	RT	X	X
H ₃ PO ₄ + H ₂ SO ₄	RT	X	3 h, unvollst.
HNO ₃ (halbkonz.)	RT	X	X
HNO ₃ (konz.)	RT	X	X

[‡] Keine Auflösung von Chrom in Gegenwart von Titan.

Tab. 3.5: Ätzmittel für Titan und Chrom.

In halbverdünnter Salzsäure wird die Auflösung von Chromschichten, welche auf Titanschichten liegen, stark gehemmt; in diesem Falle muss auf konzentrierte Salzsäure zurückgegriffen werden, um Chrom aufzulösen.

An den erprobten Mustern (siehe Abb. 3.14) wurde bei Salzsäure eine hohe, schwer zu kontrollierende Tendenz zur Unterätzung festgestellt. Diese erstreckte sich bis maximal 50 µm unter die mit AZ-Lack bedeckten Flächen. Bei großen Flächen blieb das ohne größere Auswirkung auf das Strukturdesign, kleine Strukturelemente (< 50 µm wie die Leiterbahnen) hingegen werden naturgemäß damit vollständig aufgelöst. Damit war Salzsäure im engeren Sinne, d.h. mikrostrukturschonend, nicht geeignet.

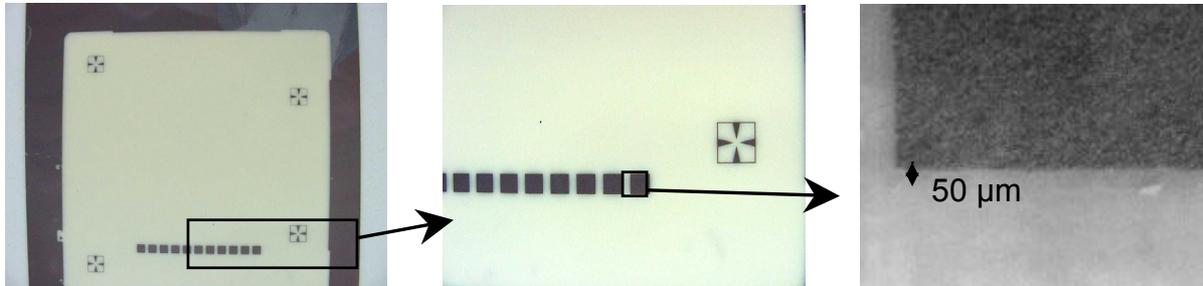


Abb. 3.14: Chrom-Struktur, geätzt mit 5 M HCl: Unterätzung vom 50 µm Breite.

Nach Literaturangaben [16] konnte letztendlich eine ideale mikrostrukturtaugliche Kombination an Ätzmitteln erstellt werden (siehe Tab. 3.6), die ebenfalls an realen und 500 nm dicken Metallschichten erprobt wurden. Bis zur vollständigen Auflösung der nicht durch AZ-Lack abgeschatteten Metallschicht waren hiermit keine Unterätzungen und somit auch keine Auflösungen 40 µm breiter Leiterbahnen feststellbar. Titan reagiert jedoch deutlich empfindlicher mit Unterätzung gegen Überschreitungen der notwendigen Ätzdauer (ab Überschreitungen von etwa 15 % der Zeit).

Die notwendige Ätzzeit konnte nicht standardmäßig festgesetzt werden, da einzig und allein die vollständige Freilegung der nicht abgeschatteten Oberfläche im Sensorbereich das notwendige Kriterium für das Ende der Ätzung darstellte. Die Sensoren wiesen selten identisches Startverhalten beim Ätzvorgang auf. Auch innerhalb eines Sensors war das Voranschreiten des Materialabtrags nicht immer gleichmäßig.

Die verwendeten Ätzparameter (Ätzzeit für 500 µm dicke Metallschichten):

Ätzmittel	Temperatur	Titan	Chrom
0,4 M Flußsäure	RT	2,5 - 3 min	X
0,4 M $\text{Ce}^{\text{IV}}(\text{NH}_4)_2(\text{NO}_3)_6$	RT	X	5 - 10 min

Tab. 3.6: Verwendete Ätzmittel für Titan und Chrom.

Es wurde insgesamt ein früheres Abätzen der Randbereiche beobachtet, wo die Schichten in aller Regel (siehe Dickenprofil in Abb. 3.8) etwas dünner waren als in der Mitte, aber häufig kam es zu stärkerem Ätzen im zentralen Bereich. Hier spielten offensichtlich örtlich unterschiedliche Benetzungen der Metallschichten mit den Lösungen und die Eigenschaften der Passivschichten eine große Rolle.

Die Ätzungen wurden erst dann für beendet angesehen, wenn im gesamten Sensorbereich keinerlei Metallschichtreste zwischen den Leiterbahnen mehr vorhanden bzw. sichtbar waren. Derartige

verbleibende Reste außerhalb des Sensormaßes konnten ohne Beachtung bleiben, da sie keinerlei Auswirkung auf die Funktionsfähigkeit des Sensors hatten.

Titan und Chrom können mit diesen Ätzmitteln auch völlig unabhängig voneinander geätzt werden, d.h., es kann sowohl Titan in Gegenwart von Chrom, wie auch Chrom in Gegenwart von Titan geätzt werden, so dass hier die Reihenfolge, anders als z.B. bei der Kombination Nickel und Kupfer oder Titan und Chrom mit Salzsäure, irrelevant ist. Es wurde standardmäßig Titan als Erstsicht aufgebracht und geätzt.

Metall	Schichtdicke d [nm]		
	250	500	1000
Titan	1,5 - 2 min	2,5 - 3 min	4,5
Chrom	1,5 - 5 min	5 - 10 min	12 - 18

Tab. 3.7: Ätzdauer t als Funktion der Dicke für Titan und Chrom.

Die Ätzrate bei Titan ist grundsätzlich höher als bei Chrom, und das auch noch bei stärker verdünnten Flusssäurelösungen. Änderungen der Schichtdicke d äußern sich in der Ätzzeit t bei Titan eher als bei Chrom in Richtung einer proportionalen Beziehung $t = f(d)$ mit $t \propto d$, was darauf hindeutet, dass die bei beiden Metallen vorhandene oxidische Passivschicht bei Chrom wesentlich stabiler ist und dadurch erheblich mehr Induktionszeit benötigt als bei Titan (siehe Tab. 3.7).

Eine gewisse Einheitlichkeit des Ätzangriffes durch Konvektion konnte mit Hilfe einer Rüttleinheit eingehalten werden (320 U/min). Für die Einhaltung möglichst einheitlicher Ätzparameter erwies sich dies als deutlich effektiver als ein ständiger Austausch von verbrauchter Ätzlösung durch unverbrauchte während des Ätzvorganges. Damit konnte zudem der Bedarf beider Ätzlösungen auf Volumina von generell 5 - 6 ml pro Ätzvorgang gesenkt werden.

Des weiteren war die Verträglichkeit der Thermoelementmetalle gegenüber den nasschemischen Ätzprozessen bei der UV-Lithographie zu berücksichtigen. Dies schloss alle Ätzschritte auf Basis mittlerer und starker Alkalien aus, da der verwendete AZ-Lack durch KOH-Lösungen angegriffen und aufgelöst wird.

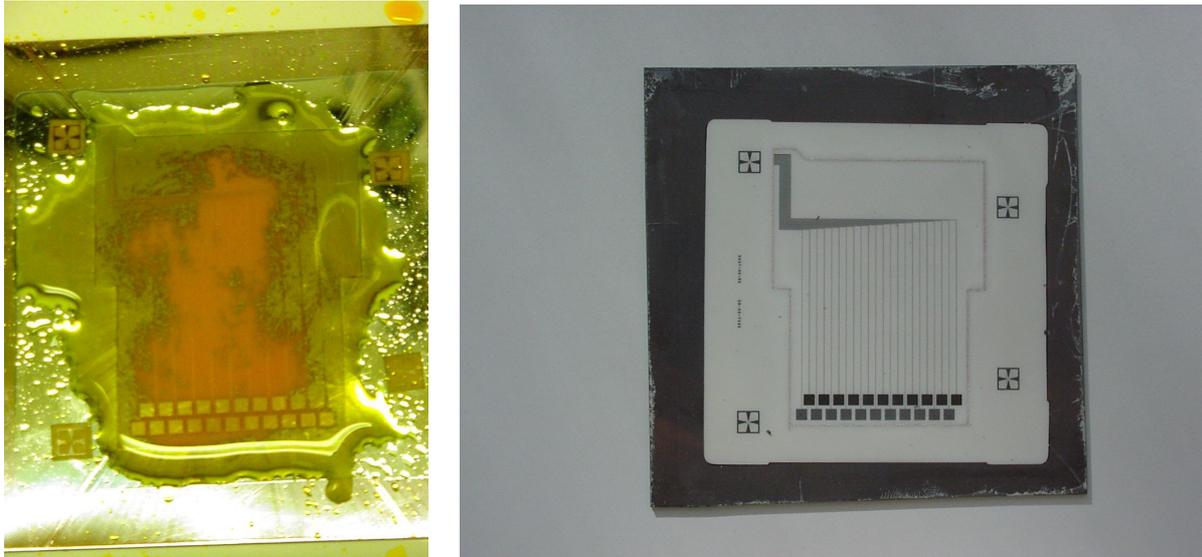


Abb. 3.15: Sensor während und nach Chromätzen in Cer(IV)-Lösung.

3.6.3 Strippen

Die nach dem Ätzen verbleibende AZ-Lackstruktur wurde durch Behandlung mit kommerzieller Stripperlösung entfernt. Dabei handelte es sich um den Stripper AZ400K[®], der zum vollständigen Entfernen des Resists hierzu unverdünnt zum Einsatz kam. Die Wafer wurden 1 min bei Raumtemperatur in die Stripperlösung eingelegt, dabei verbesserte leichtes Rühren den Abtransport der gelösten AZ-Substanz vom Substrat. Als erster Spülschritt nach dem Strippen war eine Behandlung mit frischer unverdünnter Stripperlösung notwendig, um Verdünnungsausfällung des gelösten AZ-Lacks auf der Sensoroberfläche zu vermeiden. Es folgte Spülen mit entmineralisiertem Wasser und Aceton.

3.7 Trennung des Sensors vom Substrat

Bei den ersten zehn Wafern wurde die Strukturierung der Metallschichten ohne vorheriges Laserschneiden der Substrate durchgeführt, da dieses zunächst der Prozessoptimierung diente. Bei den hier erzeugten vollständigen Messstrukturen wurde erprobt, inwieweit sich die Sensoren ohne thermische Beschädigung der Strukturen nachträglich mit Laser ausschneiden ließen. Der einzige kritische Bereich war der Messkopf selbst, da hier die Messstellen sehr dicht an der Kante positioniert sind. Es stellte sich dabei heraus, dass in Entfernungen bis zu 0,5 mm um den Schnitt herum das Metall der Leiterbahnen verdampfte und zudem mit geschmolzenem Auswurf teilweise bedeckt wurde (siehe Abb. 3.16). Damit schied diese am einfachsten durchführbare Vereinzelungsmethoden aus.

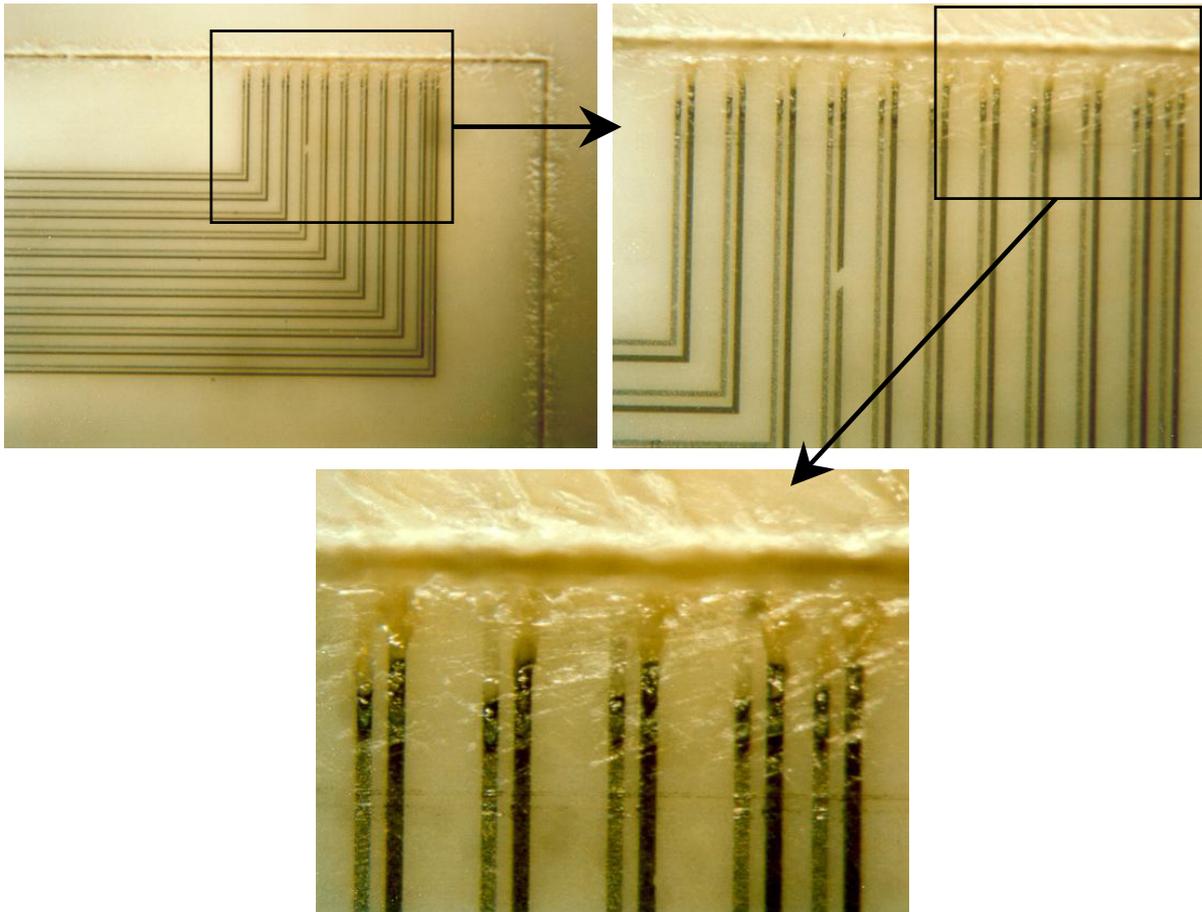


Abb. 3.16: Vollständige Titan-Chrom-Thermoelemente auf dem Substrat nach abschließender Laserformatierung.

Damit offenbarte sich, dass eine Laserformatierung nur vor dem Strukturierungsprozess und eine Vereinzelung nur danach durchführbar war.

Als Substrattyp der ersten Serien wurden die 0,6 mm dicken Sensoren durch Laser mit durchgehenden Schnitten und Sollbruchstellen vorstrukturiert, so dass die fertigen Sensoren durch vorsichtiges Herausbrechen vereinzelt werden konnten (siehe Abb. 3.17 und auch Kap. 3.1).

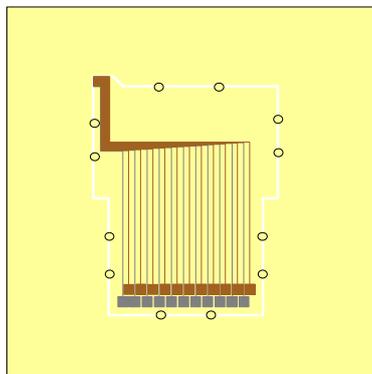


Abb. 3.17: Substrat und Sensor mit freien Schnitten; Lage von 12 Sollbruchstellen.

Die bei dieser Herstellungsvariante ca. 200 μm breiten Schnitte im Substrat erschwerten in einzelnen Fällen die Fixierung im UV-Belichtungsprozess, weil das Substrat nun nicht mehr durch Ansaugung sicher fixiert werden konnte (siehe Kap. 3.5.2).

Diese Art der Laserstrukturierung konnte bei den dünneren Substraten nicht mehr durchgeführt werden, da zum einen die Stabilität der Sollbruchstellen an sich auch bei der hohen Anzahl (d.h. 12 Sollbruchstellen) nicht mehr ausreichte, den Sensor im Substrat zu halten, und zum anderen die hohe Flexibilität der Folien nicht vollständig über die Sollbruchstellen auf den in der Mitte sitzenden Sensor übertragen wurde. Schon bei geringster Biegebelastung wurden daher die Sensoren aus dem Substrat durch Scherung unbeabsichtigt herausgebrochen (gemäß Schema Abb. 3.18).

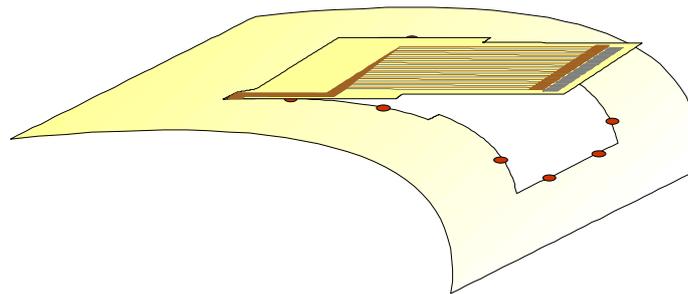


Abb. 3.18: Abscherung von vorgeschrittenen Sensoren aus dünneren Substraten.

Eine Stabilisierung von Sensor und Restsubstrat mit Klebestreifen engte die Zuverlässigkeit anderer Bearbeitungsschritte wie die UV-Belichtung erheblich ein. Lösung konnte daher nur eine kraftschlüssige Verbindung von Sensor und Restsubstrat sein, die keinerlei Scherkräfte mehr auf den Sensor wirken ließ.

Als offensichtliche Lösung wurde dafür zunächst ein nichtpermanentes Verkleben mit stabilen und vakuumdichten PMMA- bzw. ZrO_2 -Trägersubstraten mit Dicken zwischen 1 mm und 0,125 mm angesehen, was aber wegen innerer Spannungen zu teilweise drastischer Durchbiegung des Verbundes bis hin zum Bruch der dünnsten Sensoren und somit letztlich nicht zum Erfolg führte. Zudem kam es zur Auffüllung von Kavitäten in der Klebeschicht mit den Chemikalien der diversen nasschemischen Prozesse, wodurch die Handhabung und besonders die Klebewirkung beeinträchtigt wurde und auch Probleme beim Sputtern auftraten. Die Klebeschicht verkockte beim Sputtervorgang infolge der dabei auftretenden hohen Temperaturen, und die Metallschichten wiesen wegen Inkorporation organischer/kohlenstoffhaltiger Zersetzungsprodukte erhebliche Qualitätseinbußen auf.

Als optimale Lösung erwies sich das Einritzen der vollständigen Sensorbemaßung in bis zu maximal 50 % der Dicke des Substrats als vorgesehene Sollbruchlinien (siehe Abb. 3.19) und das Vereinzeln des Sensors durch Herausbrechen entlang dieser Linien erst nach dem Ende aller Prozessschritte.

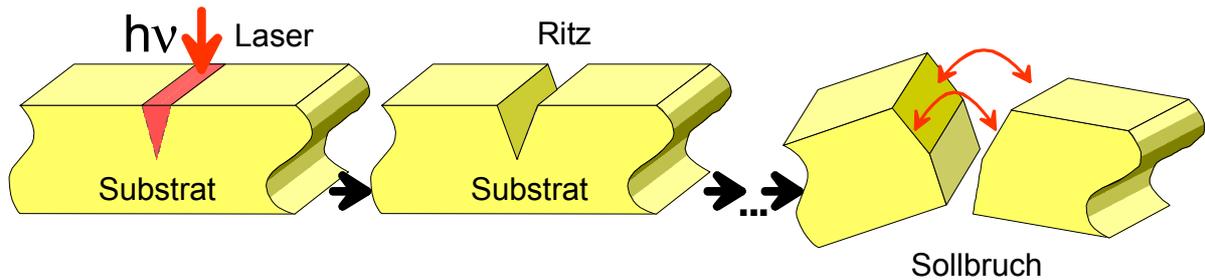


Abb. 3.19: Prinzip Vereinzelung durch Ritzen & Brechen.

Damit war einerseits das gesamte System Sensor und Substrat als Einheit stabil genug, um alle Bearbeitungsschritte zu überstehen, andererseits war die Ritzung tief genug, um den Sensor nach Ende der Prozesskette aus dem Substrat weitestgehend sicher und ohne Bruchgefahr herauslösen zu können. Mit diesem Verfahren wurde zugleich die notwendige Vakuumdichtigkeit für die UV-Belichtung wiederhergestellt. Da beim Herausbrechen der Sensoren Kantenabbrüche an den Ecken einiger Substrate auftraten, wurden der Messkopf und die mittleren Eckbereiche verstärkt geritzt (siehe Abb. 3.20), aber nicht durchgeschnitten, um auch an diesen Stellen einen sauberen Bruch zu gewährleisten.

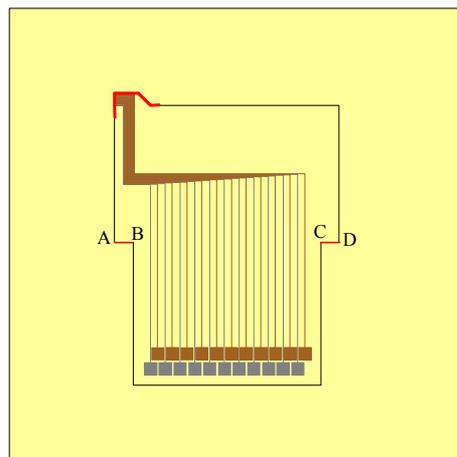


Abb. 3.20: Ritzmuster für mittlere Ritzung mit Stellen stärkerer Ritzung an sensiblen Ecken; Sensoren 101 bis 110.

3.8 Funktionsprüfung

Alle Sensoren wurden einer mehrfachen Sichtkontrolle und nach Fertigstellung per nasschemischem Selektivätzen einer ersten elektrischen Funktionsprüfung durch Widerstandsmessung unterzogen.

3.8.1 Lichtmikroskopische Prüfung

Nach jedem Bearbeitungsschritt wurde eine lichtmikroskopische Sichtkontrolle für jeden Sensor durchgeführt, um etwaige Abweichungen vom Idealzustand frühzeitig erkennen zu können.

Es wurde dazu vornehmlich ein Mikroskop des Typs M10 (max. Vergrößerung 80 x) der Firma LEICA benutzt. Stärkere Vergrößerungen bis 1000 x wurden mit Mikroskopen der Typen AMX und Qwin der Firma LEICA, die über eine Polaroid-Fotoeinheit verfügten, erzielt. Mit allen diesen Mikroskopen wurden von den bearbeiteten 120 Sensoren durchschnittlich 10 Fotos pro Sensor hergestellt (Fotoserien siehe Anhang D).

Als wichtigstes Strukturelement wurde dabei insbesondere im Kopfbereich der Zustand und die korrekte Lage der Chrom-Titan-Überlappungszonen der Messstellen überprüft (Abb. 3.21).

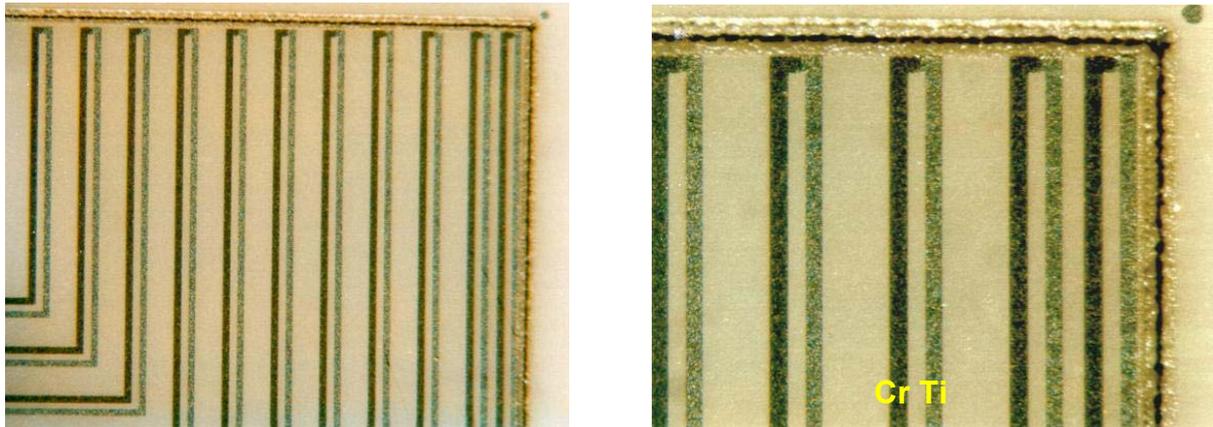


Abb. 3.21: Vollständige, ideale Überlappung von Chrom auf Titan (Sensor Nr. 084).

Leitungsbahnunterbrechungen in Form feinsten Haarrisse, die bei einigen Sensoren als Folge innerer Spannungen auftraten, sind hier erst teilweise bei äußerster optischer Vergrößerung (1000 x) als Ursache für den Ausfall von Thermoelementschleifen sichtbar geworden.

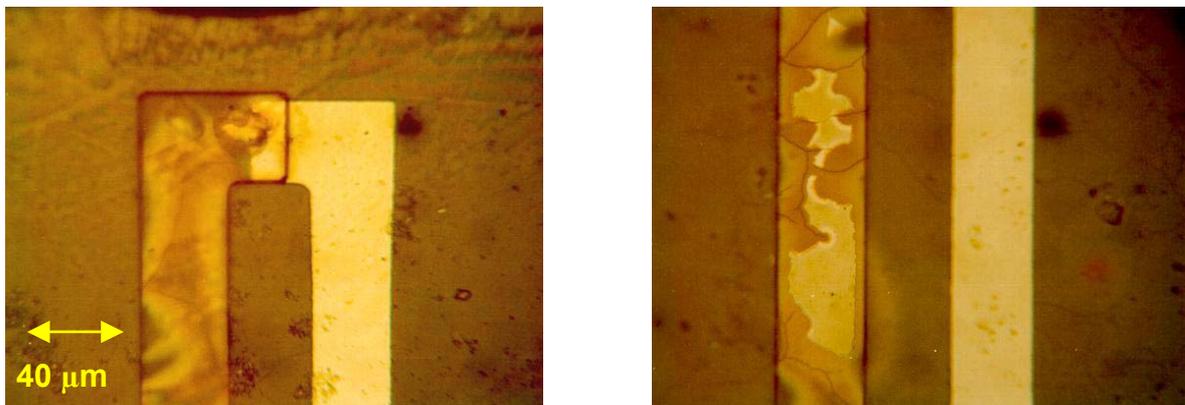


Abb. 3.22: Haarrisse in Chrom-Leiterbahn eines Thermoelements, 1000 x optisch, LEICA AMX (Sensor Nr.015).

3.8.2 Elektronenmikroskopische Prüfung (REM+EDX)

Untersuchungen der Sensoren durch Elektronenmikroskopie waren prinzipiell beabsichtigt, konnten aber einerseits wegen der Ausmaße der Substrate und der einzelnen Sensoren, andererseits wegen der für REM- und EDX-Untersuchungen notwendigen (und dann endgültigen) PVD-Beschichtung mit

Gold zur Erzielung einer integralen Leitfähigkeit auf dem Substrat/Sensor, nicht im Sinne einer Reihenuntersuchung zur Qualitätskontrolle durchgeführt werden.

Lediglich einzelne Sensoren, welche nicht für die Messungen benutzt werden sollten bzw. solche, die vorzeitig aus dem Fertigungsprozess ausschieden, konnten für derartige Untersuchungen formatiert und präpariert werden, vgl. Abb. 3.23 und 3.24.

In den REM-Aufnahmen sind bei den 500 nm dicken Schichten auch bei hoher Vergrößerung noch scharfe Ätzkanten erkennbar. Die Metallschicht gibt die Beschaffenheit der Oberfläche exakt wieder. Systematische Oberflächendefekte als Folge der Ätzwgänge sind nicht vorhanden.

Abb. 3.25 zeigt REM-Aufnahmen eines fertiggestellten Sensors mit Zahnung aus der letzten Serie der geritzten 125 μm -Substrate sowie die damit durchgeführten EDX-Analysen.

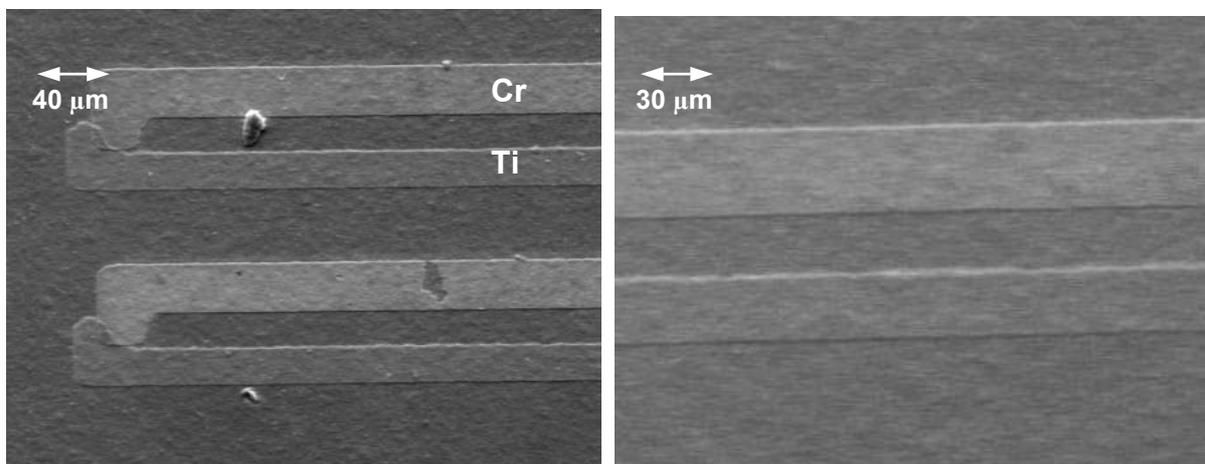


Abb. 3.23: REM-Aufnahme von Leiterbahnen: links T+4 und T+5 (Vergrößerung 274 x); rechts Leiterbahn zu T-5 (Vergrößerung 500 x).

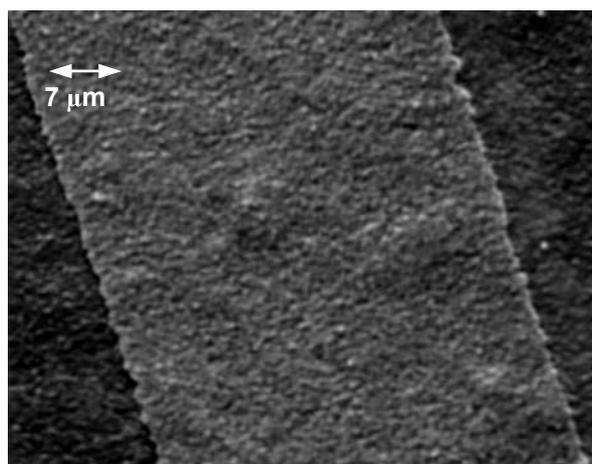


Abb. 3.24: REM-Aufnahme einer Titan-Leiterbahn (T-5 ; Vergrößerung 2400 x).

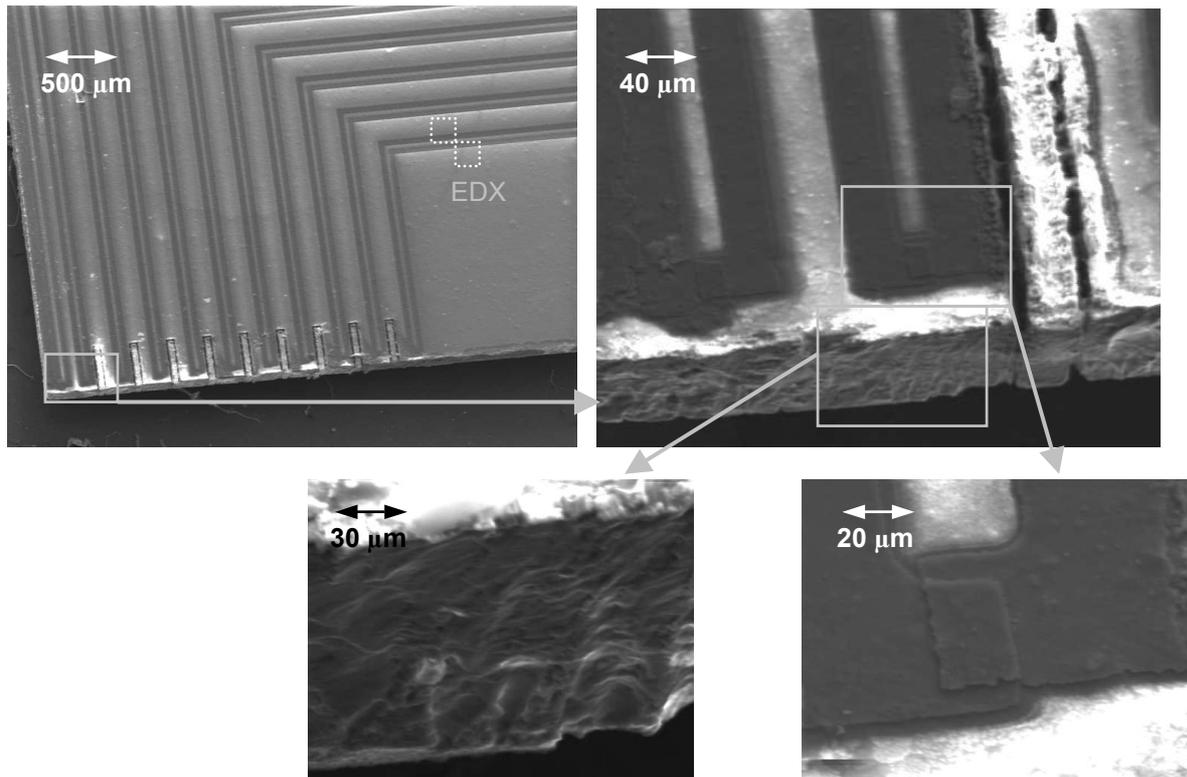


Abb. 3.25: REM-Aufnahmen eines Sensors mit Vergrößerung durch Ritzung.

An der markierten Position der Abbildung 3.25 wurden die EDX-Analysen bei hoher, d.h. 3100-facher Vergrößerung durchgeführt. Diese zeigen außer den vier zu erwartenden Elementen Ti, Cr, Zr+Y keinerlei andere, so dass die nasschemischen Schritte ohne Kontamination infolge chemischer Reaktion verlaufen sind (Abb. 3.26).

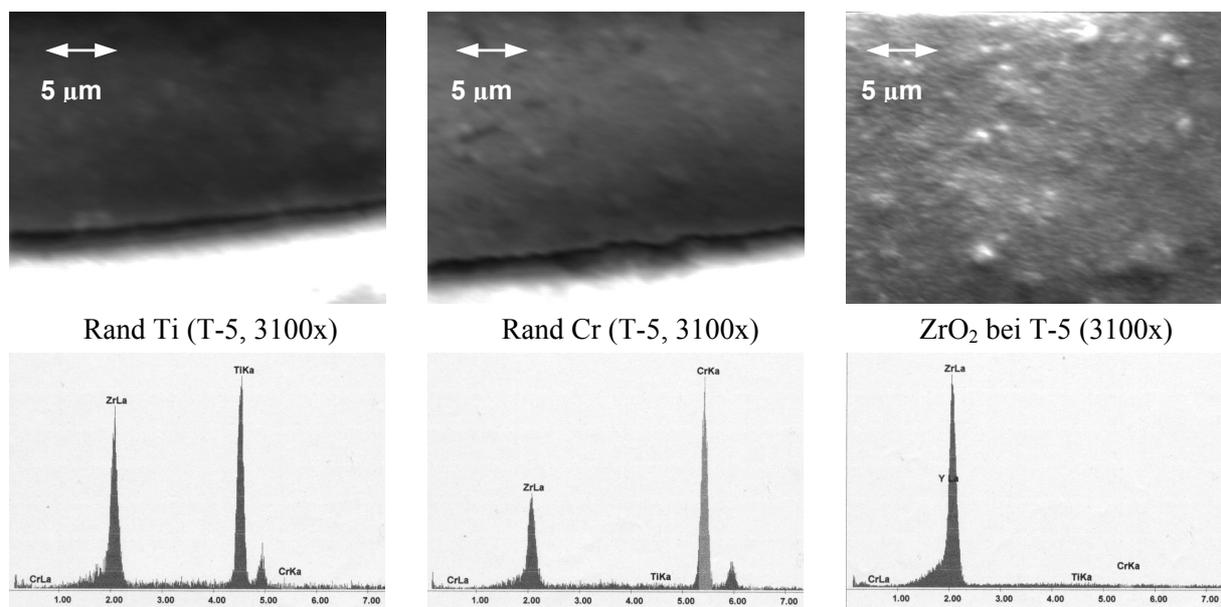


Abb. 3.26: REM- und EDX-Analysen an der Titan-Leiterbahn, Chrom-Leiterbahn und Substratoberfläche an Sensor 110.

3.8.3 Elektrische Funktionskontrolle

Die Funktionsprüfung erfolgte durch Widerstandsmessung bei Raumtemperatur mit einem 2-Punkt-Voltmeter an den beiden vorgesehenen Referenzkontaktflächen einer Thermoelementschleife. Hierbei konnte zunächst überprüft werden, ob ein elektrischer Kontakt überhaupt vorhanden war oder nicht.

Die Widerstände funktionstüchtiger Thermoelementschleifen betragen zwischen 2 k Ω und bis zu 8 k Ω aufgrund der kleinen Querschnitte von 40 μm Leiterbahnbreite und max. 1 μm Höhe, meist jedoch nur 0,5 μm , bei den gleichzeitig konstruktiv notwendigen hohen Längen einer Thermoelementschleife. Zudem wirken hier auch die oxidischen Passivschichten der Metalle Titan und Chrom als elektrische Hemmung. Bei größeren Widerständen als 8 - 12 k Ω konnte in aller Regel von einer Störung der Leiterbahn ausgegangen werden, ebenso aber auch bei zu kleinen Widerständen von deutlich unter 2 k Ω , da dann ein Kurzschluss angenommen werden konnte.

Thermoelement	Länge	R _{500 nm Dicke}	R _{1000 nm Dicke}
T-5	130 mm	5 k Ω	2,7 k Ω
T+5	192 mm	8 k Ω	5 k Ω

Tab. 3.8: Widerstände der Leiterbahnschleifen.

Bei der Widerstandsmessung werden zudem die zunehmenden Längen der Thermoelementschleifen von T-5 (unterer Messpunkt) bis T+5 (oberer Messpunkt) bemerkbar (T-5: 130,5 mm bis T+5: 192 mm; resultierendes Längenverhältnis $l_{T+5}/l_{T-5} = 1,48$). Dies spiegelt sich auch in der Zunahme des Leiterbahnwiderstandes von T-5 bis T+5 wieder, der aber etwas überproportional mit der Länge zunimmt $R_{T+5}/R_{T-5} \approx 1,6 \pm 0,4$.

Eine Leiterbahnunterbrechung äußerte sich dabei durch einen Leiterbahnwiderstand von $R = \infty \Omega$. Solche Unterbrechungen konnten zum einen durch mechanische bzw. chemische Beschädigung der Leiterbahnen, zum anderen aber auch ohne äußere Beschädigung durch geometrischen Versatz der Leitungsstrukturen verursacht werden, so dass es nicht mehr zu einer ausreichenden Überlappung im Messbereich kommt.

Andererseits kann ein gemessener Kontakt mit Leitungswiderständen im Normbereich nicht nur von einer ordnungsgemäßen Überlappung im Kopfbereich, sondern auch durch Ätzfehler verursacht werden, bei denen ein nicht geätzter Metallbereich eine Kurzschlussverbindung herstellt.

4 Einsatz der Sensoren im Spritzgießprozess

4.1 Konstruktion und Bau des Werkzeugeinsatzes

Für den Einsatz der miniaturisierten Temperatursensoren im Spritzgießprozess wurde ein am DKI vorhandenes 2-Platten-Werkzeug modifiziert. Ein neu konstruierter Werkzeugeinsatz ermöglicht eine exakte Positionierung der Sensoren im Spritzgießwerkzeug (Abb. 4.1). Zum Einlegen und zur Entnahme der Miniatursensoren kann die 2-teilige Plattenkavität des Einsatzes mit Hilfe einer Stellspindel geöffnet und geschlossen werden. Dichtungen aus Polytetrafluorethylen (PTFE) dienen zum Ausgleich von Dickenschwankungen im Substratmaterial und zur elektrischen Isolierung der Leiterbahnen. Die Thermospannungen der einzelnen Messkanäle werden über Federsonden aus Beryllium-Kupfer an den Kontaktflächen der Sensoren abgegriffen.

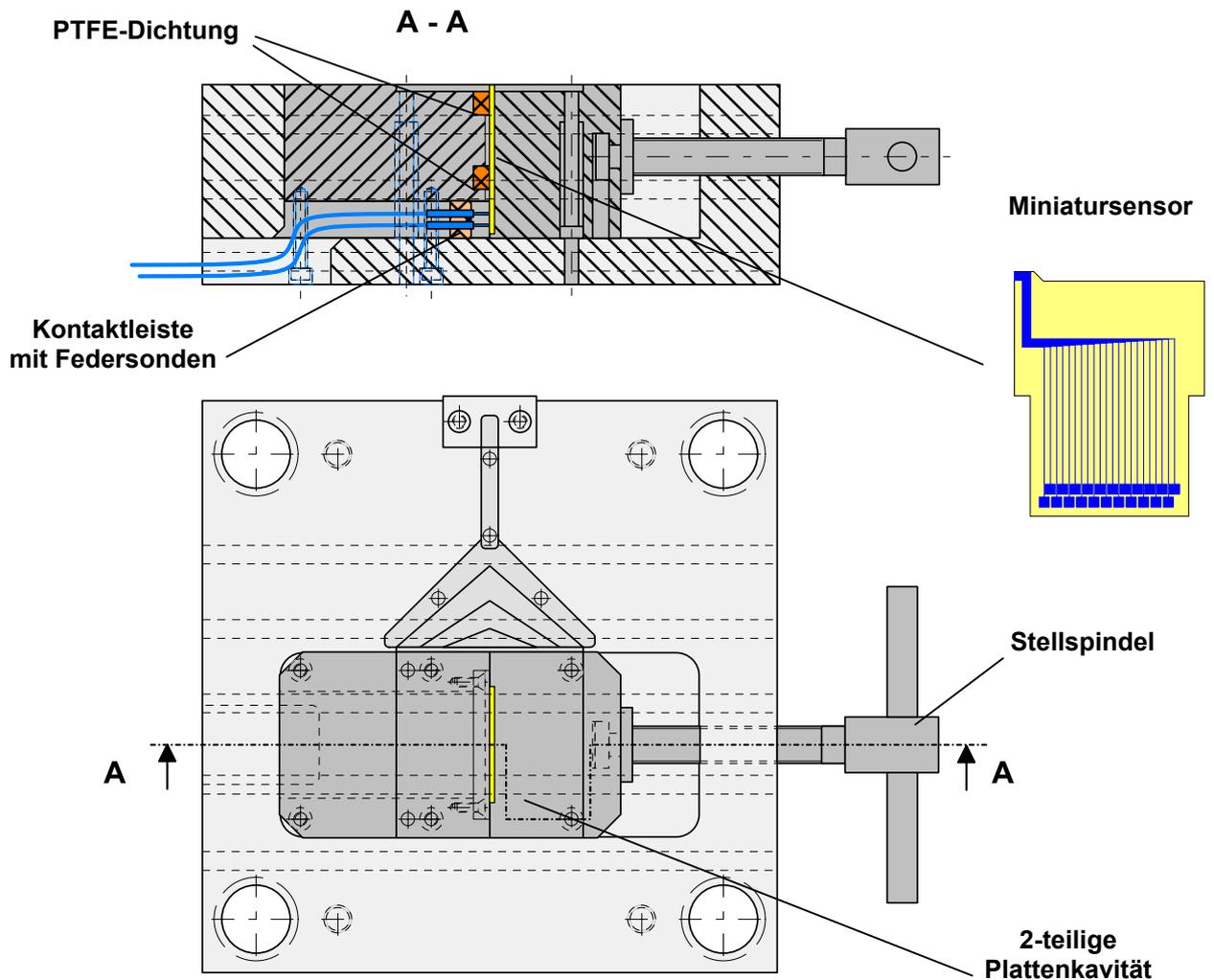


Abb. 4.1: Werkzeugeinsatz zur Aufnahme des Miniaturensors.

Mehrere Kühlkanäle ermöglichen eine gute Temperierung des Werkzeugeinsatzes. Die Kontaktstellen-temperatur der Sensoren kann mit Hilfe eines Mantelthermoelements überwacht werden.

Bei der strömungstechnischen Auslegung des Werkzeugeinsatzes war darauf zu achten, dass keine erhöhten Kräfte auf den äußerst fragilen Sensorkopf während des Füllvorgangs einwirken. Dies konnte durch ein optimiertes Angussystem erreicht werden. Abgestufte Verteiler- und Anschnittdicken führen zu einem nahezu parallelen Fließfrontenverlauf in der Plattenkavität, was durch experimentelle Füllstudien belegt wird (Abb. 4.2 und 4.3). Der Messkopf des Sensors, der in der mittleren Ebene der Kavität positioniert ist, wird daher nicht durch Querkräfte belastet.

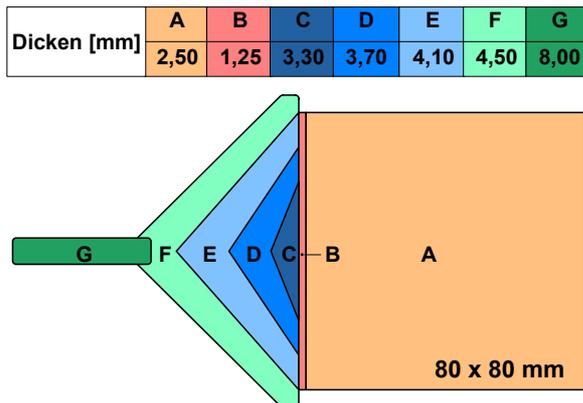


Abb. 4.2: Wanddicken im Verteiler und Anschnitt.

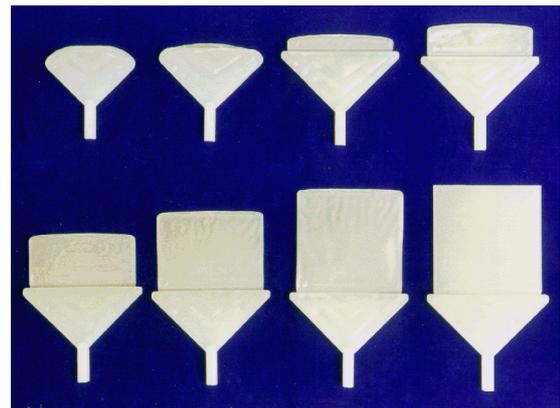


Abb. 4.3: Experimentelle Füllstudie.

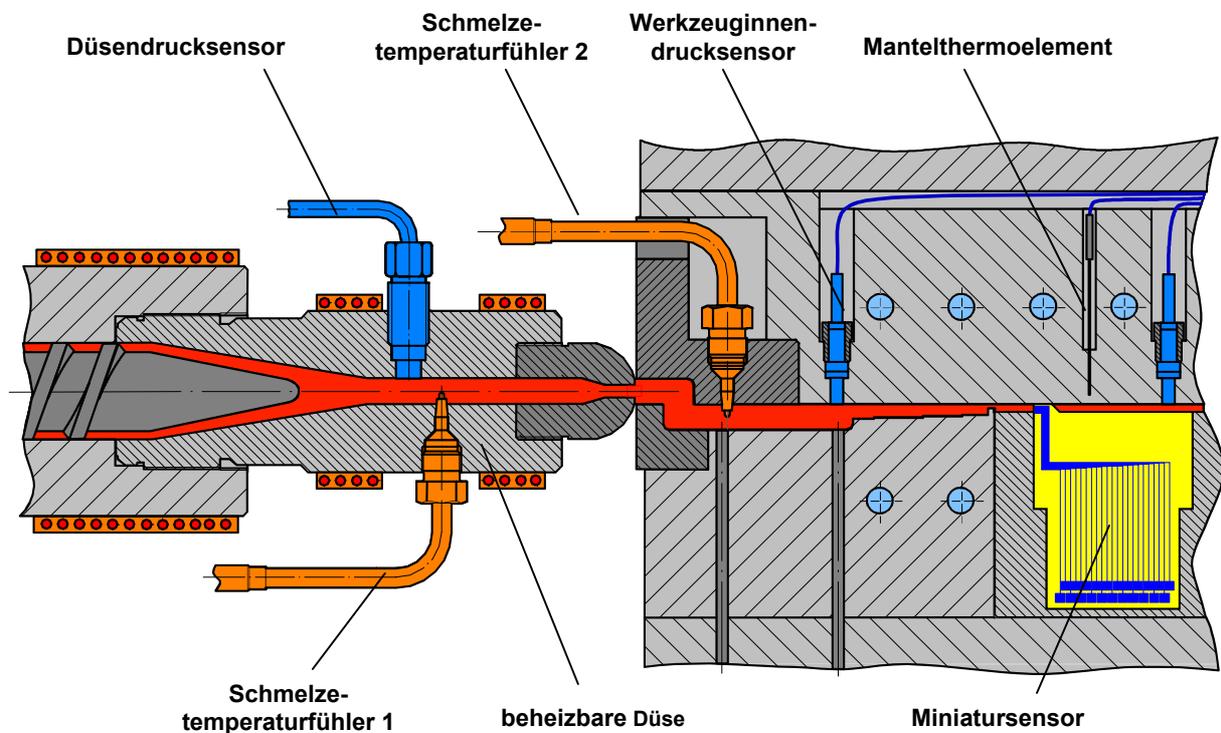


Abb. 4.4: Spritzgießwerkzeug und Düse mit Sensorik.

Zur optimalen Prozessüberwachung wurde das Spritzgießwerkzeug mit einer umfangreichen Sensorik ausgestattet (Abb. 4.4).

Mehrere Mantelthermoelemente in der düsen- und auswerferseitigen Formteilplatte ermöglichen eine genaue Kontrolle der Werkzeugtemperatur. Die Druckverläufe im Angusskanal und im Formnest können mit Hilfe von piezoelektrischen Werkzeuginnendrucksensoren ermittelt werden.

Eine neu konstruierte beheizbare Düse ermöglicht in Verbindung mit einem opto-elektronischen Drucksensor die Erfassung des Schmelzedrucks im Schneckenorraum. Die Schmelztemperatur in der Düse wird mit Hilfe eines kommerziellen Massetemperaturfühlers überwacht.

Beim Einspritzen kann es durch die bei der Kompression auftretende adiabatische Erwärmung der Schmelze und durch Friktion im engen Querschnitt des Düsenkanals zu einem Temperaturanstieg in der Polymermasse kommen. Um diese Effekte erfassen zu können, wurde ein weiterer Massetemperaturfühler im Angusskanal des Werkzeugs eingebaut.

4.2 Aufbau der Messkette

Die Messkette setzt sich zusammen aus einem miniaturisierten Temperatursensor mit je 11 Thermo-elementpaarungen aus Titan und Chrom, einer Kontaktleiste mit 22 Federsonden, einem 11-poligen Verbindungskabel und dem 11-kanaligen Messwerterfassungssystem der Firma DEWETRON. Das Messwerterfassungssystem wiederum besteht aus 11 DAQ- μ V-Differenzverstärkermodulen mit einem Eingangsspannungsbereich von 0,5 mV bis 25 mV und einem Ausgangsspannungsbereich von 0 V bis 5 V, so dass der Verstärkungsbereich zwischen 1:200 und 1:10000 liegt, sowie einem PC zur Datenerfassung.

4.3 Kalibrierung der Sensoren

4.3.1 Aufbau der Kalibriereinrichtung

Eine Temperaturmessung unter Ausnutzung des thermoelektrischen Effekts liefert zunächst nur eine elektrische Spannung. Da für die miniaturisierten Temperatursensoren keine handelsüblichen Thermo-elementpaare verwendet werden konnten, war es erforderlich, zunächst eine Sensorkalibrierung unter Einbeziehung der gesamten Messkette durchzuführen. Abb. 4.5 zeigt den Aufbau der Kalibriervorrichtung. Zur Ermittlung der resultierenden Thermospannungen wurde der Messkopf der Sensoren in ein beheiztes Ölbad mit Temperaturregelung eingetaucht. Eine temperierbare Sensorhalterung, an die die Kontaktleiste mit Federsonden angeschlossen wird, ermöglicht eine Kalibrierung bei definierten Kontaktstellentemperaturen. Mit Hilfe eines Widerstandsthermometers (Pt100) kann die Temperatur der Kontakte überwacht werden. Die Spannungssignale der einzelnen Messkanäle werden über den DEWETRON-Messverstärker transformiert und zur Auswertung in einem Rechner abgespeichert.

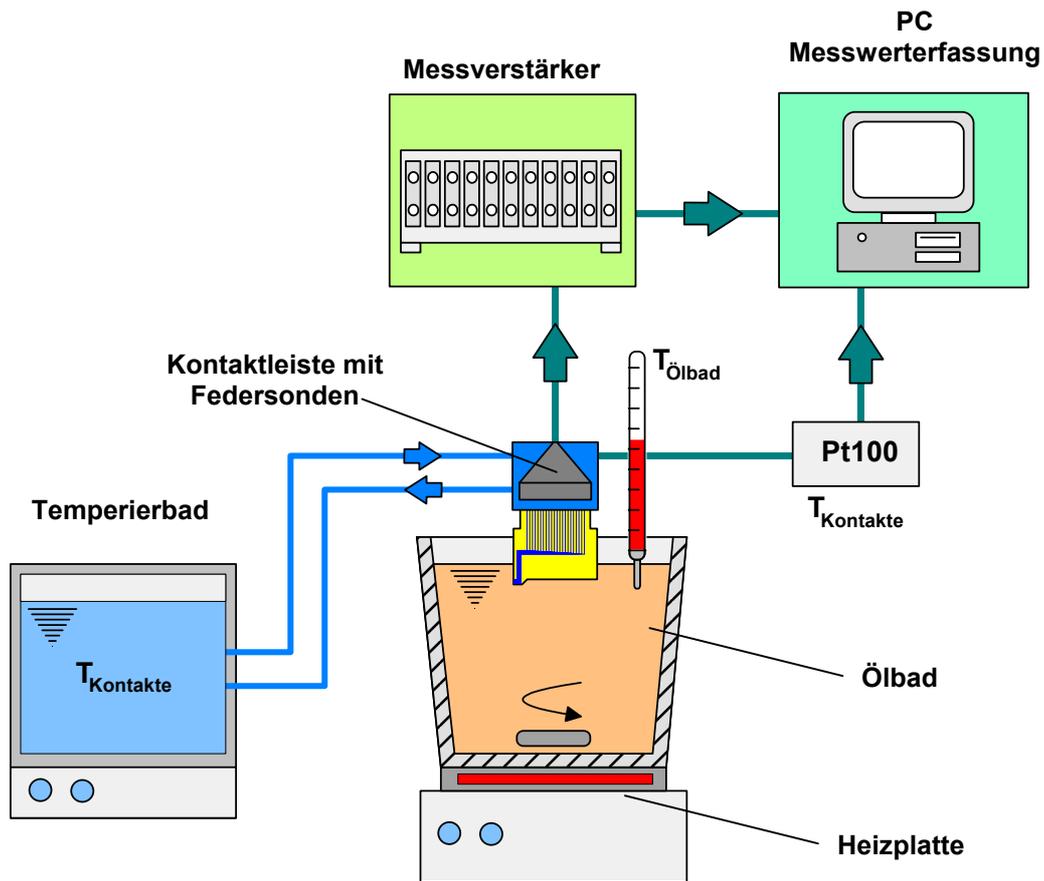


Abb. 4.5: Aufbau der Kalibriervorrichtung.

4.3.2 Messergebnisse

Um die resultierenden Thermospannungen der miniaturisierten Temperatursensoren zu ermitteln, wurde eine Kalibrierung im Ölbad bei Temperaturen von 60 bis 200 °C durchgeführt. In Abb. 4.6 sind typische Spannungsverläufe für alle Messkanäle eines Sensors dargestellt. Die differierenden Spannungsniveaus sind auf unterschiedliche Widerstände in den einzelnen Messkreisen zurückzuführen.

Einem Temperatursprung folgen die Thermoelemente im allgemeinen nicht spontan, sondern mit einer zeitlichen Verzögerung. Charakteristisch für diesen Verlauf ist der anfangs starke Anstieg der Thermospannung, der mit zunehmender Erwärmung immer geringer wird, so dass die Spannung asymptotisch gegen einen Endwert strebt. Ursache für diesen Verlauf ist der zeitlich abnehmende Temperaturgradient zwischen Messstelle und Ölbad. Je geringer die Temperaturdifferenz zwischen Sensorkopf und Umgebung ist, desto langsamer wird die Erwärmung der Messstelle erfolgen. Da das Ansprechverhalten in hohem Maße vom Wärmeübergangswiderstand zwischen Wärmeträger und Sensor bestimmt wird (konvektiver Wärmeübergang), können die bei der Ölbadkalibrierung auftretenden Ansprechzeiten nur als Anhaltswerte dienen. Messungen im Spritzgießwerkzeug zeigten aufgrund des besseren Wärmeübergangs zwischen Polymerschmelze und Sensor ein deutlich schnelleres Ansprechverhalten (siehe Kap. 5.3).

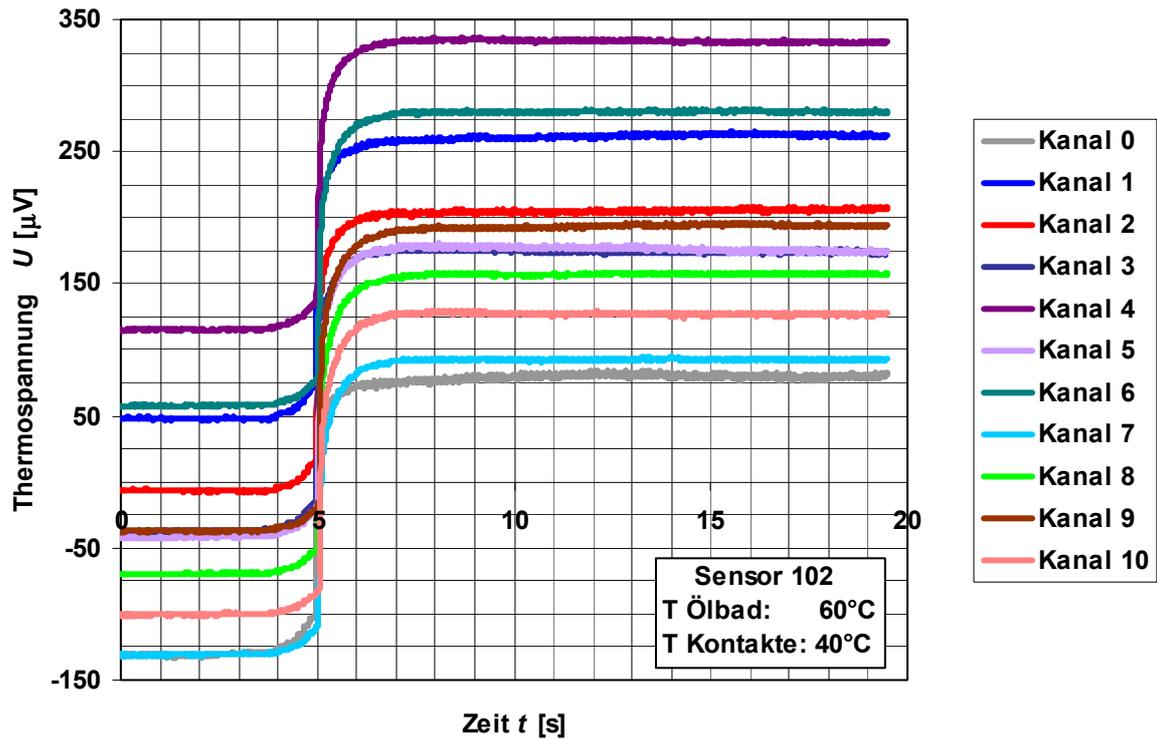


Abb. 4.6: Thermospannungen bei der Kalibrierung im Ölbad.

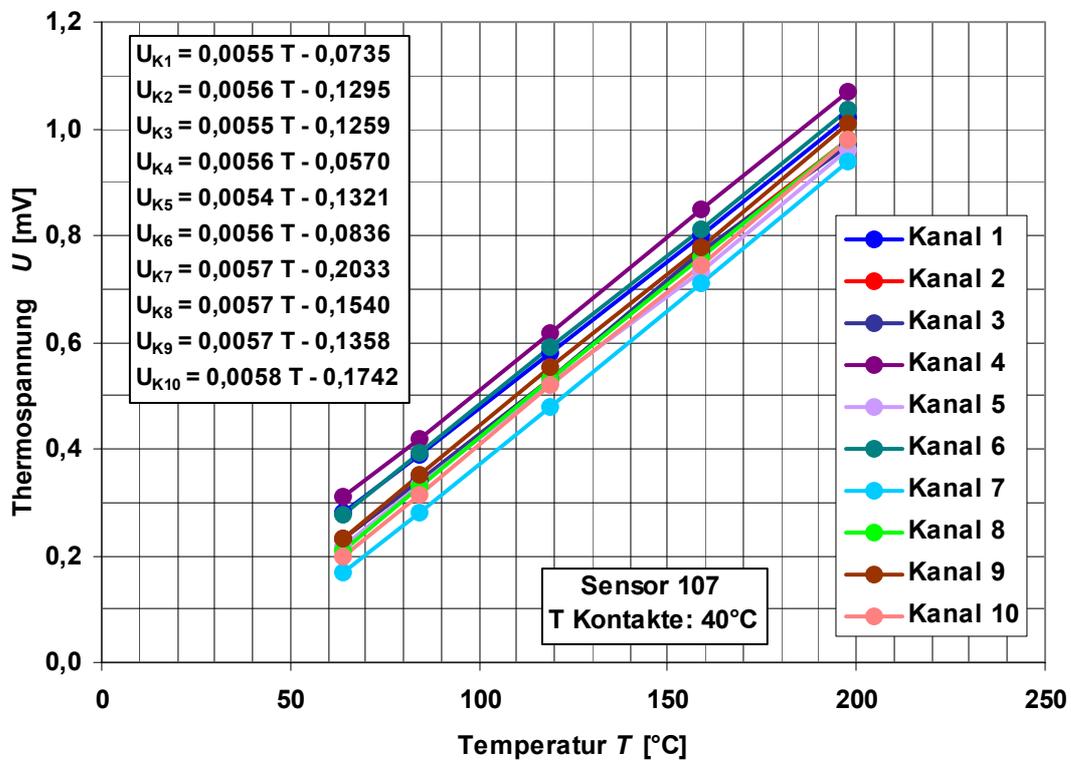


Abb. 4.7: Kalibrierkennlinien.

In Abb. 4.7 sind beispielhaft die Ergebnisse der Ölbadkalibrierung für alle Messkanäle eines ausgewählten Sensors aufgezeigt. Die Kalibrierkennlinien zeigen im untersuchten Temperaturbereich eine zu- meist lineare Abhängigkeit der Thermospannung von der Temperatur.

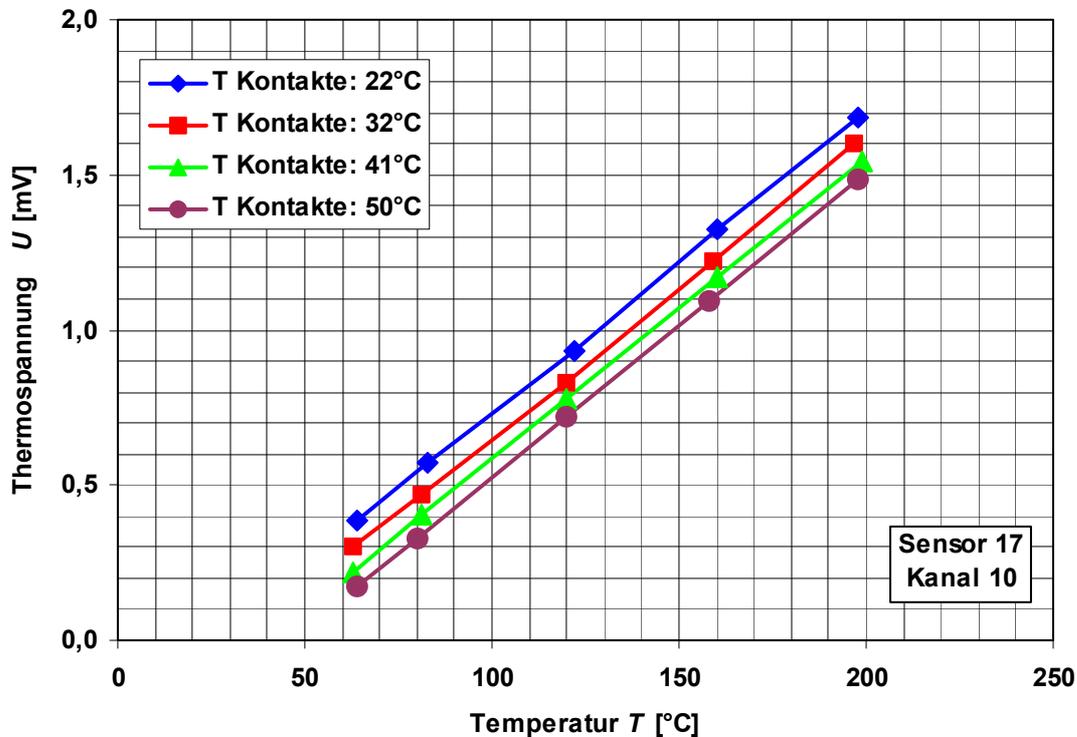


Abb. 4.8: Einfluss der Kontaktstellentemperatur auf die resultierenden Thermospannungen.

Die aus Federsonden bestehende Kontaktstelle zum Abgreifen der Thermospannung bildet ein weiteres Thermoelement in der Messkette. Eine Veränderung der Kontaktstellentemperatur hat daher einen erheblichen Einfluss auf die Messergebnisse. In der vorliegenden Messkette führt eine Temperaturerhöhung im Bereich der Kontakte zu einer Verringerung der resultierenden Thermospannung (Abb. 4.8).

Für den Einsatz der Sensoren im Spritzgießprozess wurde eine Werkzeugtemperatur von 40 °C ausgewählt. Bei der Kalibrierung wurde daher die Kontaktstellentemperatur ebenfalls auf diesen Wert eingestellt.

Um den Einfluss unterschiedlicher Substrat- und Leiterbahndicken auf die resultierende Thermospannung zu untersuchen, wurden Voruntersuchungen an verschiedenen Sensorvarianten durchgeführt. Hierfür wurden Sensoren mit Substratdicken von 600, 250 und 125 µm hergestellt. Die Dicken der Leiterbahnen wurden im Bereich von 250 bis 1000 nm variiert. Ferner wurden Sensoren mit Isolierschlitzten zwischen den Messstellen und ungeschlitzte Sensoren untersucht. Auf einige Sensoren wurde zudem eine bis zu 25 µm dicke Polyimidschicht zwischen Leiterbahnen und Substrat aufgebracht. Die wesentlich geringere Wärmeleitfähigkeit von Polyimid ($\lambda \approx 0,17 \text{ W/(m K)}$) gegenüber Zirkonoxid ($\lambda \approx 3,3 \text{ W/(m K)}$) sollte zu einer besseren thermischen Isolierung der Leiterbahnstrukturen führen.

Die Ergebnisse dieser Voruntersuchungen zur Optimierung der miniaturisierten Temperatursensoren lassen sich wie folgt zusammenfassen:

- Eine Reduzierung der Substratdicke führte zu kürzeren Ansprechzeiten.
- Mit zunehmender Leiterbahndicke erhöhte sich die Thermospannung.
- Schlitze zwischen den Thermoelement-Messstellen hatten keinen erkennbaren Einfluss auf die im Ölbad gemessenen Thermospannungsverläufe.
- Eine dünne Polyimidtrennschicht zwischen Leiterbahnen und Substrat führte bei der Kalibrierung nicht zu kürzeren Ansprechzeiten.
- Die Spannungssignale der mit Polyimid beschichteten Sensoren waren oftmals von Störungen (Rauschen) überlagert, was eine exakte Kalibrierung erschwerte.

Die aus den Voruntersuchungen gewonnenen Erkenntnisse führten zu folgenden Schlussfolgerungen für die weitere Sensorherstellung:

- Zur Realisierung kurzer Ansprechzeiten wurden möglichst geringe Sensordicken unter Berücksichtigung der kommerziell erhältlichen Substratabmessungen und einer ausreichenden mechanischen Stabilität im Spritzgießprozess gewählt.
- Zur Minimierung von Kalibrier- und Messfehlern wurden hohe Thermospannungen und somit große Leiterbahndicken angestrebt.
- Auf eine Isolierschicht aus Polyimid wurde zunächst verzichtet.

4.3.3 Vorerwärmung der Leiterbahnen

Über die im Antrag formulierten Aufgaben hinaus sollte die Möglichkeit zur Vorerwärmung der Thermoelemente im Sensorkopf auf Temperaturen im Bereich der Verarbeitungs- bzw. Schmelzetemperaturen durch einen Stromfluss durch die Leiterbahnen selbst vor der Messung der Thermospannung untersucht werden. Dieser Versuch sollte der Klärung der Fragen dienen, ob durch die Vorerwärmung eine Verkürzung der Ansprechzeit der Sensoren erreicht werden kann und ob Aussagen zur Beeinflussung der einzelnen Messstellen durch Wärmeleitung zwischen ihnen getroffen werden können.

Hierzu wurde das in Abb. 4.9 skizzierte Versuchsschema mit den folgenden Geräten verwendet: ein Netzteil (Konstanter), eine Überwachung der Kontaktstellentemperatur bestehend aus Pt100 und entsprechendem Messgerät, ein Miniatur-Drahtthermoelement Typ K (Ni-CrNi) mit Messgerät Typ „Testo945“ und die DEWETRON-Messwerterfassung.

Am Netzteil (Konstanter) wurde eine Spannung mit einer Genauigkeit von 0,05 % eingestellt. Der nach dem Ohm'schen Gesetz resultierende Stromfluss durch das Thermoelement wurde mit einer Genauigkeit von 0,5 % gemessen wie auch die Temperatur an der Kontaktstelle und die Temperatur am Thermoelement im Bereich des Messkopfs. In Abb. 4.10 ist beispielhaft das Ergebnis für Sensor 038 (Leiterbahndicken von 250 µm) dargestellt. Bei einer Spannung von 60 V und damit einer elektrischen Leistung von etwa 0,3 W erwärmt sich die Thermoelementspitze nur um 20 K. Höhere Spannungen würden benötigt, um speziell bei den späteren, optimierten Sensoren mit größeren Leiterbahndicken

höhere Temperaturen zu erzeugen. Wegen der notwendigen Sicherheitsvorkehrungen bei Verwendung von Spannungen außerhalb des Niederspannungsbereichs wurde die Sensorerwärmung durch einen Stromfluss daher nicht weiter verfolgt.

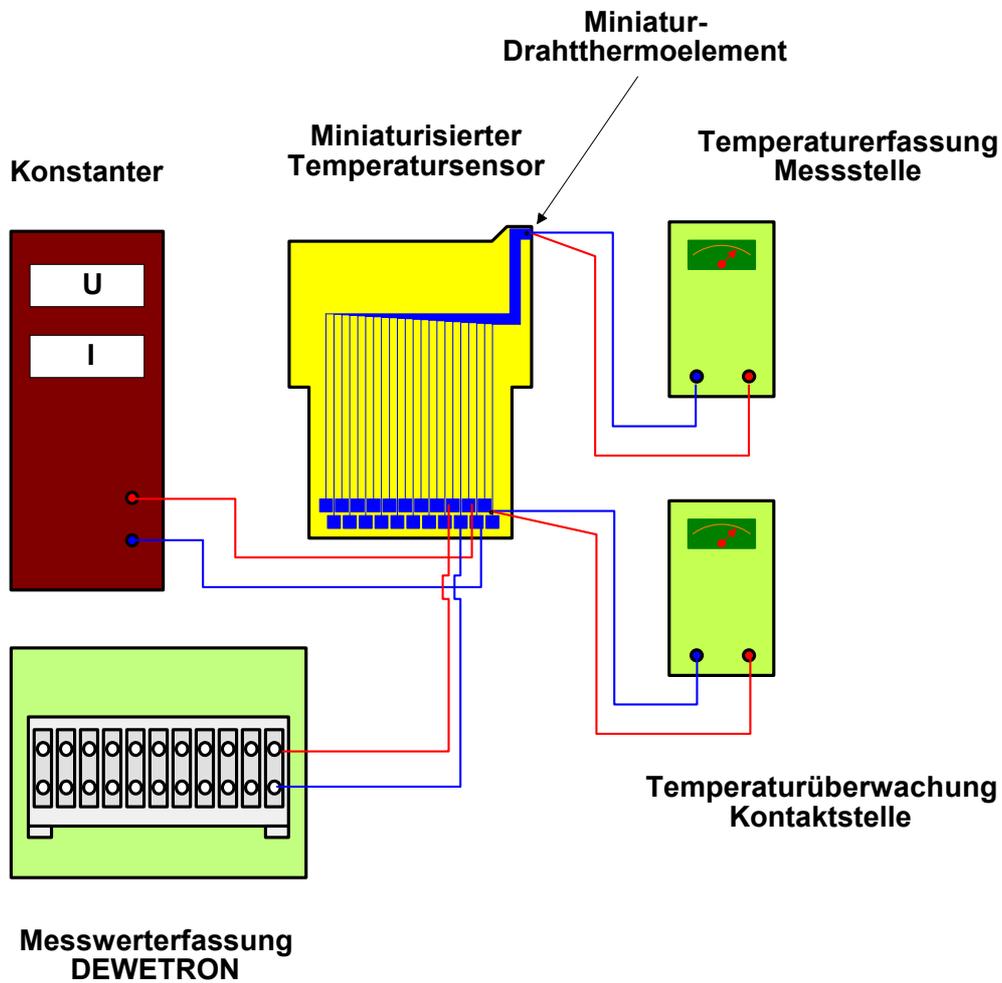


Abb. 4.9: Versuchsaufbau zur Vorerwärmung der Leiterbahnen.

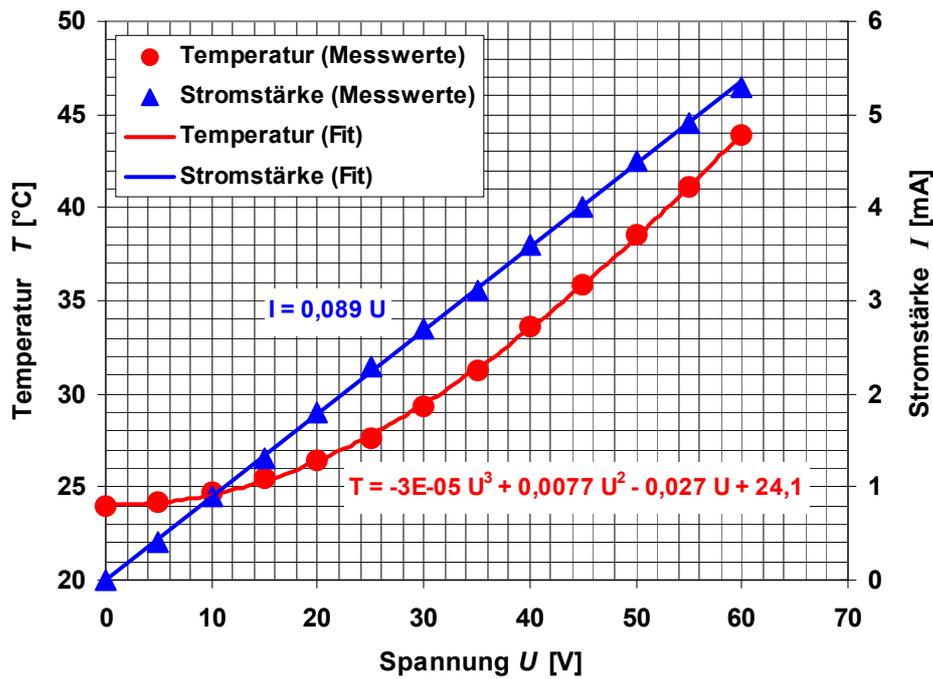


Abb. 4.10: Messstellentemperatur und Stromstärke in Abhängigkeit von der anliegenden Spannung.

Die Kontaktstellentemperatur war bei diesem Versuch im Rahmen der Messgenauigkeit nicht erhöht, ebenso wenig wurde bei der geringen umgesetzten Leistung von 0,3 W eine Erhöhung der Thermospannung an den anderen Kanälen bzw. Thermoelementen des Sensors beobachtet. Daher konnte dieser Versuchsaufbau nicht wie gehofft zur Bestimmung der Wärmeleitung zwischen den Messstellen eingesetzt werden.

5 Spritzgießversuche

5.1 Versuchsaufbau und Prozessüberwachung

Die Versuche zur Ermittlung der Temperaturverteilung in der Kavität eines Spritzgießformteils wurden auf einer Zweikomponenten-Spritzgießmaschine durchgeführt. In Abb. 5.1 ist der Aufbau der gesamten Anlage dargestellt.

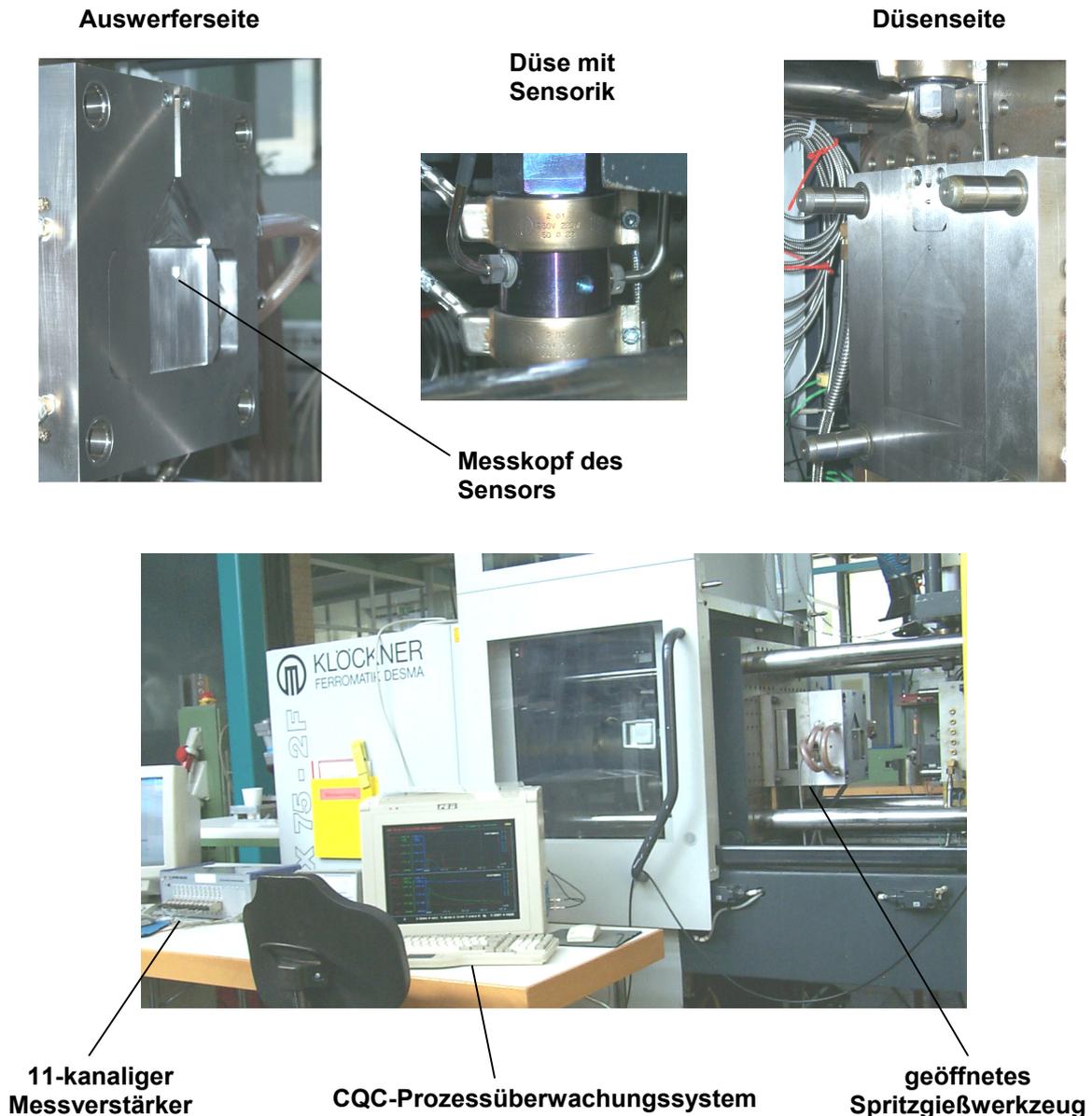


Abb. 5.1: Versuchsaufbau im Technikum des DKI.

Da der Sensoreinsatz über ein in der Trennebene des Werkzeugs liegendes Angussystem gefüllt wird, kam die vertikale Plastifiziereinheit der Maschine zum Einsatz. Zur Aufzeichnung der Thermospannungen wurde die bei der Sensorkalibrierung eingesetzte Messkette angeschlossen. Die prozessrelevanten Maschinen- und Verfahrensparameter konnten mit Hilfe eines Prozessüberwachungssystems

kontrolliert und analysiert werden. Als Beispiel hierfür sind in den Abb. 5.2 und 5.3 typische Druck- und Temperaturverläufe wiedergegeben, die in der Düse und im Formnest des Werkzeugs gemessen wurden.

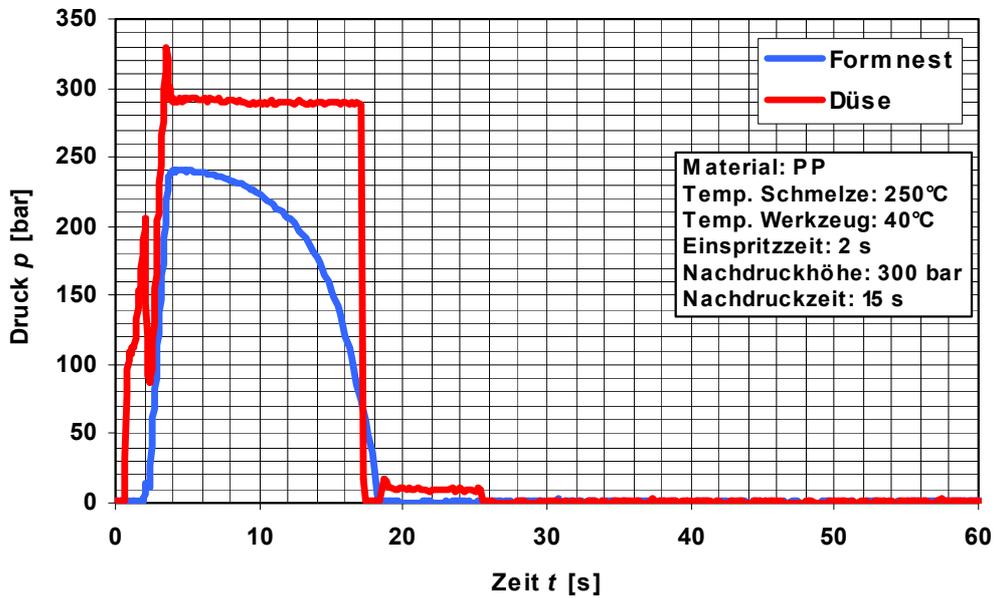


Abb. 5.2: Druckverläufe in der Düse und im Formnest.

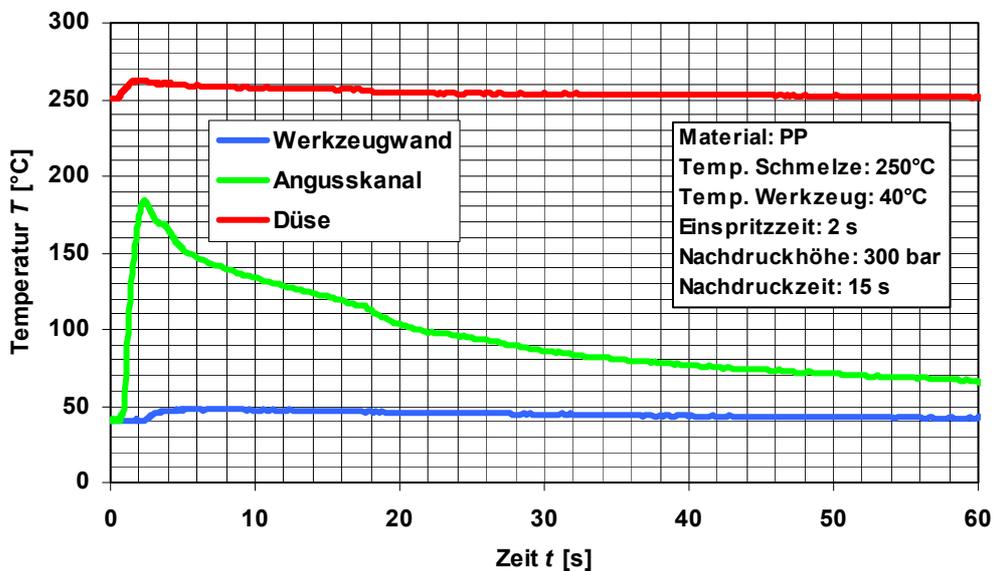


Abb. 5.3: Temperaturverläufe in der Düse und im Werkzeug.

Die mit einem Werkzeuginnendrucksensor ermittelte Druckkurve im Formnest liefert Aufschlüsse über das Einfrierverhalten des Formteils und die wirksame Nachdruckzeit. Über den Fließweg der Schmelze von der Düse bis zum Formnest hinweg kommt es zu einem deutlichen Druckverlust.

Die kommerziellen Massetemperaturfühler lieferten nur in der beheizten Düse aussagekräftige Messergebnisse. Aufgrund von Kompressions- und Friktionseinflüssen kommt es bei den vorgegebenen Verfahrensparametern an der Düsenmessstelle zu einer Temperaturerhöhung von ca. 10 °C. Die Kurvenverläufe in Abb. 5.3 zeigen, dass eine vergleichende Messung der Schmelztemperatur im Angusskanal des auf 40 °C temperierten Werkzeugs nicht möglich war. Als Ursache hierfür ist das träge Ansprechverhalten des massereichen Temperaturfühlers und der hohe Temperaturgradient zwischen Fühler und Polymerschmelze zu nennen.

5.2 Referenzsensor

5.2.1 Aufbau und Einsatz des Referenzsensors

Parallel zur Entwicklung der miniaturisierten Temperatursensoren wurde ein Entwurf für einen Referenzsensor erstellt, der auf kommerziell erhältlichen Miniatur-Drahtthermoelementen basiert. Diese fast masselosen Drahtthermoelemente zeichnen sich durch ein sehr schnelles Ansprechverhalten aus und eignen sich daher gut für orts- und zeitaufgelöste Temperaturmessungen.

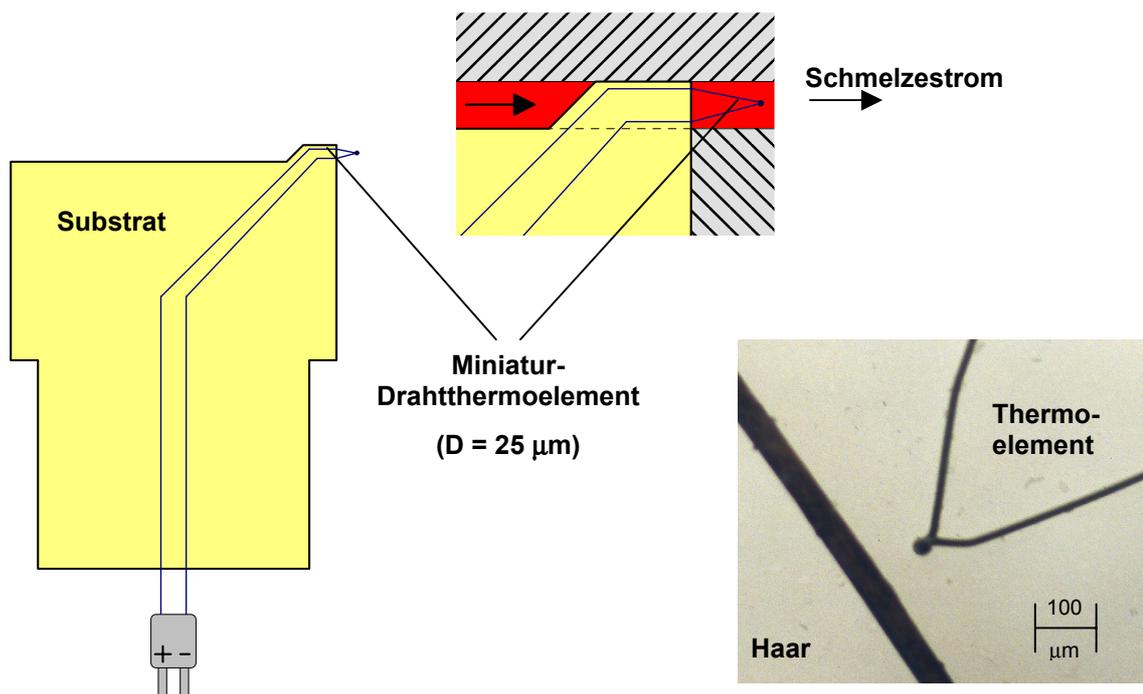


Abb. 5.4: Aufbau und Lage des Referenzsensors.

In Abb. 5.4 wird der Aufbau des Referenzsensors sowie die Positionierung der Thermoelement-Messstelle in der Werkzeugkavität veranschaulicht. Der Sensor besteht aus einem 25 µm dicken Drahtthermoelement, das auf ein 0,25 mm starkes Substrat aufgeklebt wurde. Als Substratmaterial wurde eine organisch gebundene Wärmedämmplatte mit geringer Wärmeleitfähigkeit

($\lambda \approx 0,3 \text{ W/(m K)}$) verwendet. Das Drahtthermoelement wurde so positioniert, dass sich die Temperaturmessstelle in einem Abstand von ca. 3 mm vom Substratkopf befindet. Auf diese Weise konnten störende Einflüsse des Substratkörpers auf die Temperaturmessung beim Spritzgießen weitestgehend vermieden werden. Die Messstelle des Referenzsensors befindet sich ca. 15 mm vor dem Fließwegende der Plattenkavität.

Beim Spritzgießen wird die Spitze des Thermoelements in der erstarrenden Schmelze eingebettet. Nach der Entnahme des Formteils aus dem Werkzeug konnte die genaue Lage der Messstelle lichtmikroskopisch ermittelt werden.

5.2.2 Messergebnisse

Die Temperaturmessungen mit dem Referenzsensor wurden an einem unverstärkten Polypropylen (PP) durchgeführt. Abb. 5.5 zeigt Temperaturverläufe, die in verschiedenen Schichten des Formteils während der Einspritz-, Nachdruck- und Abkühlphase ermittelt wurden.

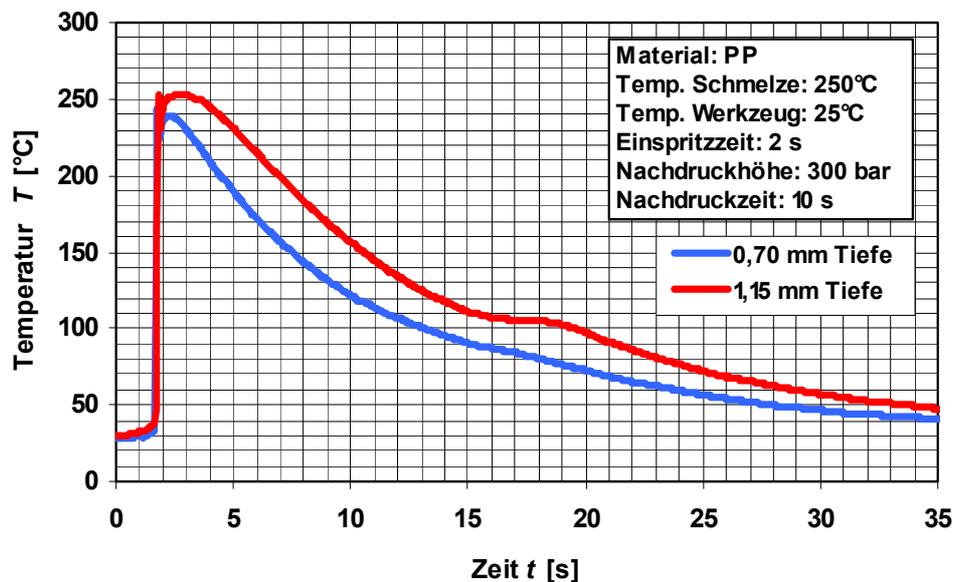


Abb. 5.5: Temperaturmessung mit dem Referenzsensor.

Beim Einspritzen wird die Luft in der Kavität des Werkzeugs komprimiert und verdrängt. Durch die starke Kompression und die damit verbundene Erwärmung der Luft kommt es zu einem messbaren Temperaturanstieg in der Werkzeugkavität. Die Schmelzefront erreicht die Messstelle des Sensors nach 1,8 s. Durch das schnelle Ansprechverhalten des Referenzsensors wird eine exakte Erfassung der Massetemperatur in der Einspritzphase ermöglicht. Der kurzzeitige Temperaturabfall gegen Ende der Füllphase ist auf einen Bindenahtteffekt hinter dem Substratkopf zurückzuführen. Zu Beginn der Nachdruckphase steigt die Temperatur aufgrund des besseren Wärmeübergangs und nachströmender Schmelze wieder an. Im weiteren Verlauf der Nachdruck- und Abkühlphase kommt es in den mittleren Schichten zu einer Verzögerung des Temperaturabfalls durch freiwerdende Kristallisationswärme.

5.3 Miniaturisiertes Sensorarray

5.3.1 Einfluss der Substratdicke

Die Temperaturmessungen mit den miniaturisierten Sensorarrays wurden zunächst an einem unverstärkten Polypropylen durchgeführt. Die Messzone der Sensoren liegt 12 mm hinter dem Filmanschnitt in der Plattenkavität. Bei den Spritzgießversuchen kamen Sensorarrays mit Substratdicken von 600, 250 und 125 µm zum Einsatz. In Abb. 5.6 sind Messergebnisse eines 600 µm dicken Sensors dargestellt. Bei einer Einspritzzeit von 2 s erreicht die Schmelzefront den Sensorkopf nach 1,2 s. Die in der Plastifiziereinheit eingestellte Schmelzetemperatur von 250 °C konnte jedoch bei der Temperaturmessung nicht erfasst werden. Aufgrund der relativ großen Substratdicke weist der Sensor ein zu träges Ansprechverhalten auf. Ein Vergleich der in verschiedenen Schichttiefen gemessenen Temperaturverläufe zeigt ein extrem asymmetrisches Temperaturprofil im Bereich der Messstelle. Hierfür sind insbesondere die massiven, 5 mm breiten Dichtungen aus Polytetrafluorethylen verantwortlich, die den Wärmeübergang in den auswerferseitigen Werkzeugeinsatz behindern.

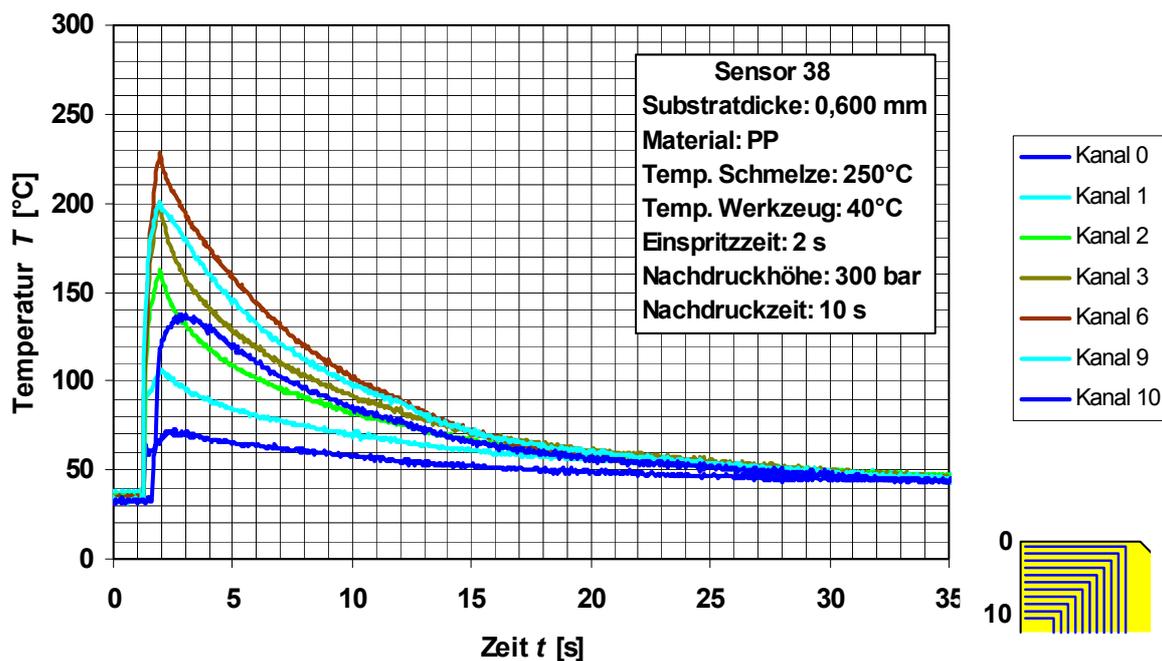


Abb. 5.6: Temperaturmessung mit dem miniaturisierten Sensorarray (600 µm Substratdicke).

Für die weiteren Untersuchungen mit dünneren Substraten wurden daher Änderungen am Werkzeugeinsatz vorgenommen. Um einen gleichmäßigen Wärmeübergang in beide Werkzeughälften zu gewährleisten, wurden die PTFE-Dichtungen durch eine nur 0,1 mm starke Folie aus Polypropylen ersetzt.

Im optimierten Werkzeugeinsatz wurden Sensorarrays mit 250 und 125 µm Substratdicke eingesetzt. Auch diese extrem dünnwandigen Sensoren verfügten über eine ausreichende mechanische Stabilität, um den beim Spritzgießen auftretenden Belastungen standzuhalten. Durch die Verringerung der Substratdicken konnte eine wesentliche Verbesserung des Ansprechverhaltens erreicht werden (Abb. 5.7 und 5.8). Die mit den 125 µm dicken Sensoren im Verlauf der Einspritzphase gemessenen maximalen Temperaturwerte lagen zum Teil deutlich über der eingestellten Massetemperatur. Dieser Effekt ist vor allem auf Friktionserwärmung zurückzuführen, die in der Düse aber auch am Messkopf selbst auftreten kann. Am Ende der Nachdruckphase weisen die Temperaturkurven einen deutlichen Knick auf, der vermutlich auf einer Änderung des Wärmeübergangs zwischen Messstelle und umgebender Polymermasse beruht.

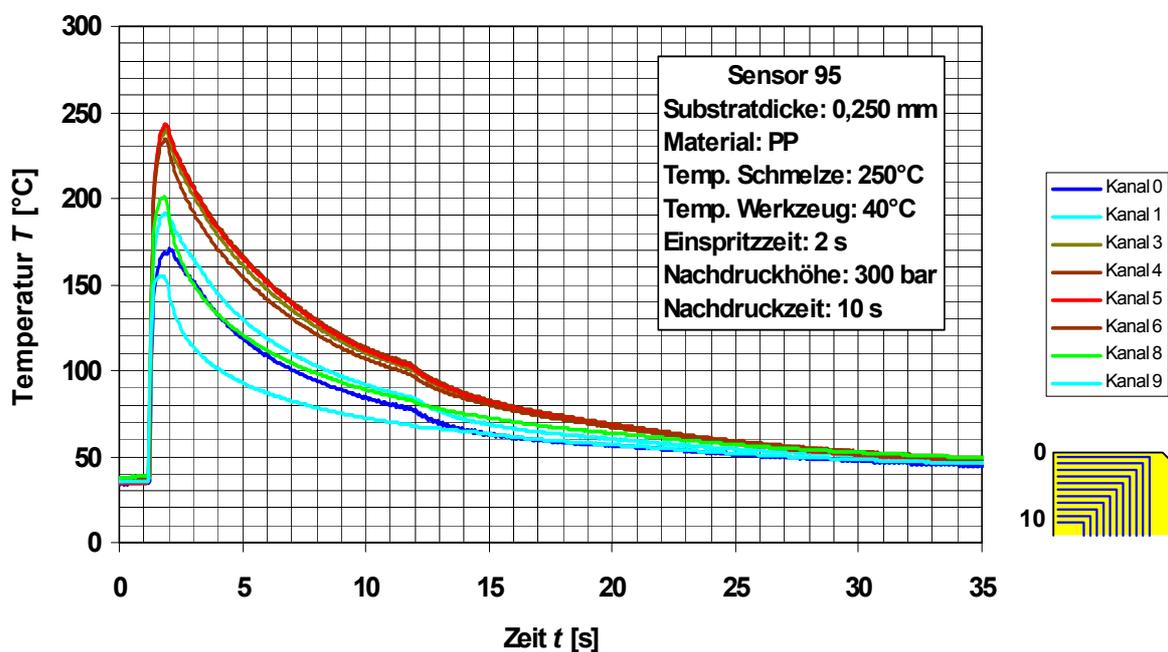


Abb. 5.7: Temperaturmessung mit dem miniaturisierten Sensorarray (250 µm Substratdicke).

Im Vergleich mit Messergebnissen des Referenzsensors zeigen die mit den miniaturisierten Sensorarrays ermittelten Temperaturverläufe in der Nachdruck- und Abkühlphase einen schnelleren Temperaturabfall. Die im optimierten Werkzeugeinsatz gemessenen Temperaturprofile weisen eine geringere, aber noch immer deutlich erkennbare Asymmetrie auf. Dies kann nach der Umgestaltung des Werkzeugeinsatzes nicht mehr auf unterschiedliche Wärmeübergänge zurückgeführt werden. Offensichtlich kommt es zu einem Wärmeableitfehler durch die unterschiedlichen Leiterbahnlängen im Bereich des Sensorkopfes. Um diesen Wärmeableitfehler systematisch zu untersuchen, müssten die parallel zur Werkzeugwand in Richtung der Isothermen aufgetragenen Leiterbahnen gezielt verlängert werden. Dies erfordert jedoch die aufwendige Herstellung neuer Chrommasken, was innerhalb des zeitlichen Projektrahmens nicht mehr realisiert werden konnte.

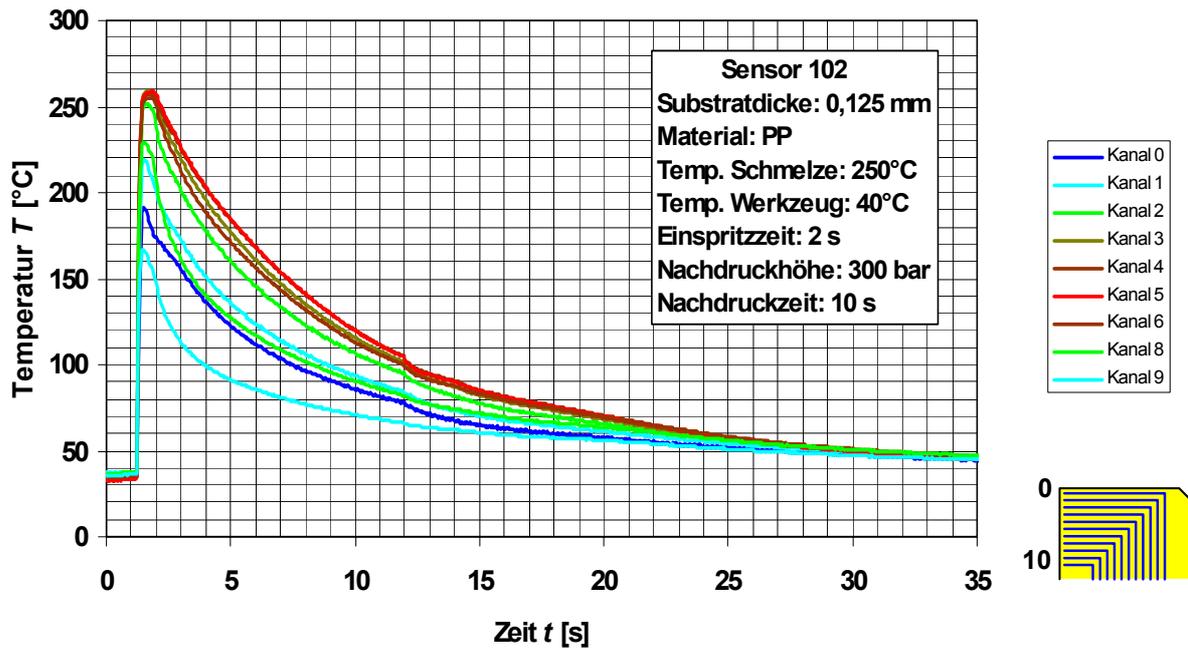


Abb. 5.8: Temperaturmessung mit dem miniaturisierten Sensorarray (125 μm Substratdicke).

5.3.2 Variation von Verfahrensparametern

Mit den 125 μm dicken Sensorarrays, die sich durch ein sehr schnelles Ansprechverhalten auszeichnen, wurde der Einfluss unterschiedlicher Verfahrensparametern auf die Temperaturverteilung in der Kavität untersucht. Zunächst wurde die Einspritzzeit durch eine stufenweise Erhöhung der Einspritzgeschwindigkeit variiert. In Abb. 5.9 sind Ergebnisse dieser Messungen für einen ausgewählten Kanal eines Sensors dargestellt. Bei längeren Einspritzzeiten kommt es aufgrund erhöhter Wärmeabfuhr ins Werkzeug schon in der Füllphase zu einer deutlichen Abkühlung der Schmelze. Das Umschalten auf Nachdruck ist im Kurvenverlauf durch einen kurzzeitigen Temperatursprung erkennbar. Auch die Variation der Nachdruckhöhe und -zeit wirkt sich in einer starken Änderungen der Temperaturverteilung aus (Abb. 5.10). Eine schlechte Nachdruckversorgung durch kurze Nachdruckzeiten und geringe Nachdruckhöhen führt naturgemäß zu einer schnelleren Abkühlung des Formteils.

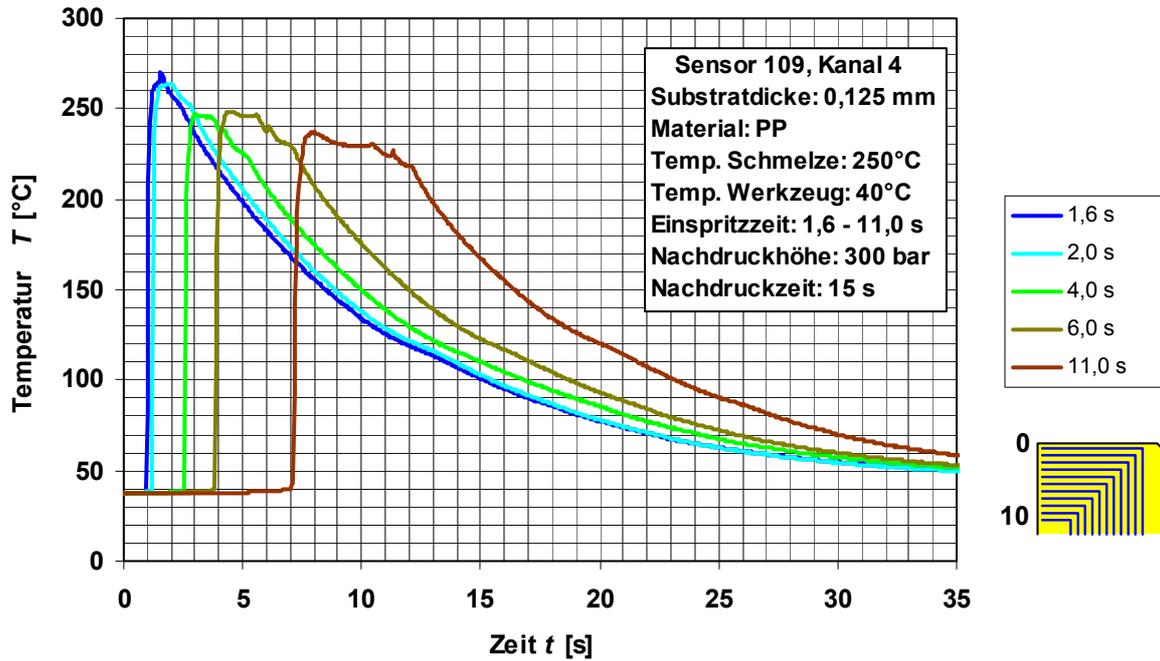


Abb. 5.9: Temperaturmessung bei verschiedenen Einspritzzeiten.

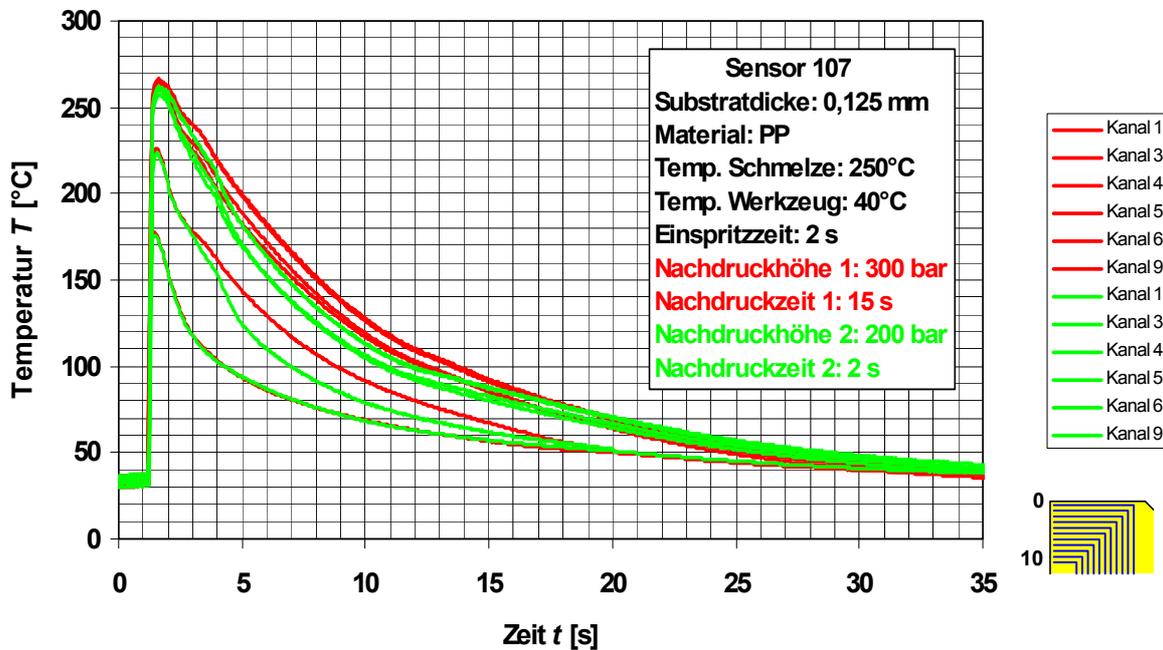


Abb. 5.10: Temperaturmessung bei verschiedenen Nachdruckzeiten und -höhen.

5.3.3 Temperaturmessung an faserverstärkten Polymeren

Bei den Spritzgießversuchen mit den miniaturisierten Sensorarrays kam neben unverstärktem PP auch ein Polypropylen mit 30 Gewichtsprozent Glasfaseranteil (PP-GF30) zum Einsatz. In der Füll- und Nachdruckphase wird der Messkopf des Sensors durch den hohen Glasfaseranteil im Polymeren einer verstärkten Belastung ausgesetzt. Dennoch erwiesen sich die 125 µm dicken Sensoren auch bei diesen Untersuchungen als mechanisch stabil.

In Abb. 5.11 sind Temperaturverläufe gegenübergestellt, die bei gleichen Verfahrensparametern im faserverstärkten und im unverstärkten Polymeren gemessen wurden. Durch die im Vergleich zur Polymermatrix höhere Wärmeleitfähigkeit der Glasfaser ($\lambda_{\text{Glas}} \approx 0,8 \text{ W/(m K)}$, $\lambda_{\text{PP}} \approx 0,2 \text{ W/(m K)}$) kommt es im verstärkten Material zu einer schnelleren Abkühlung.

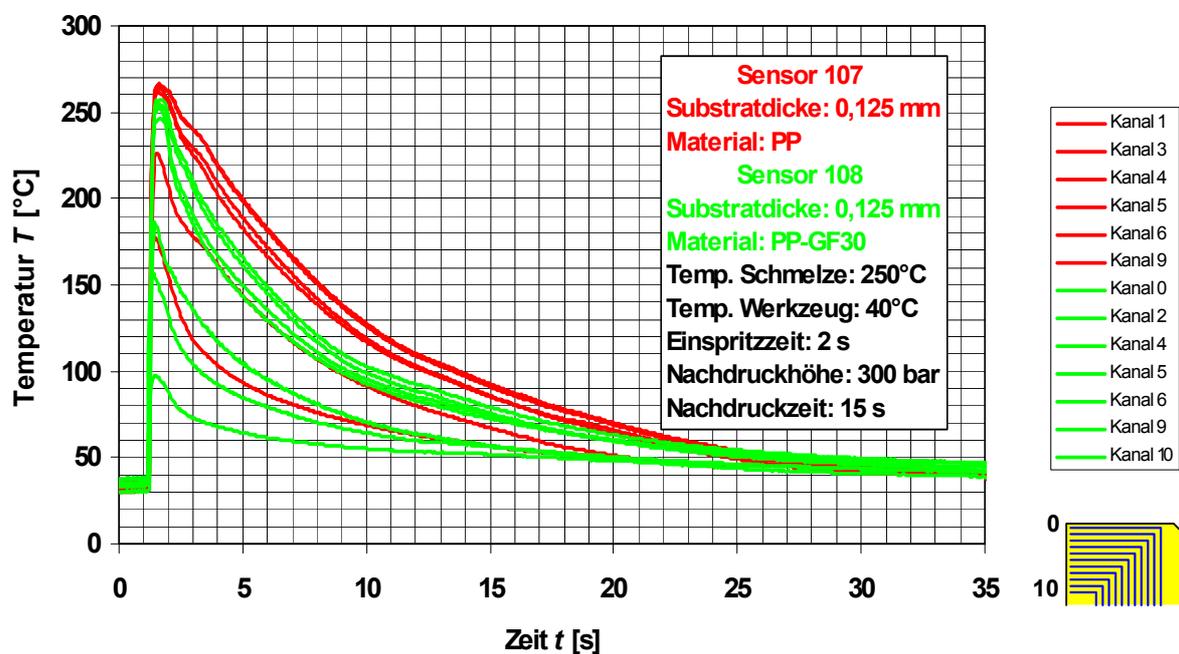


Abb. 5.11: Temperaturmessung an faserverstärktem Polypropylen (PP-GF30).

5.3.4 Standzeiten der Sensoren

Bei den Spritzgießversuchen zeichneten sich die miniaturisierten Sensorarrays auch bei geringen Substratdicken durch eine gute mechanische Stabilität aus. Nach Ablauf eines Messzyklus konnte der Kunststoffprobekörper durch langsames Entformen vom Messkopf des Sensors abgezogen werden. Die gute Haftung der Leiterbahnstrukturen auf dem keramischen Substratkörper aus Zirkonoxid ermöglichte eine Temperaturmessung über mehrere Spritzgießzyklen hinweg.

Ein Versagen des Sensors trat in der Regel erst nach ca. 5 bis 10 Messungen auf. Ursache hierfür war zumeist eine Rissbildung im Substratkörper, die von den Ecken der seitlichen Auflageflächen ausging (Abb. 5.12). An diesen Stellen kommt es im Substrat durch die hohen Druckkräfte, die insbesondere zu Beginn der Nachdruckphase auf den Sensor einwirken, zu starken Spannungen. Durch eine Änderung der Sensorgeometrie könnte dieses Problem beseitigt werden.

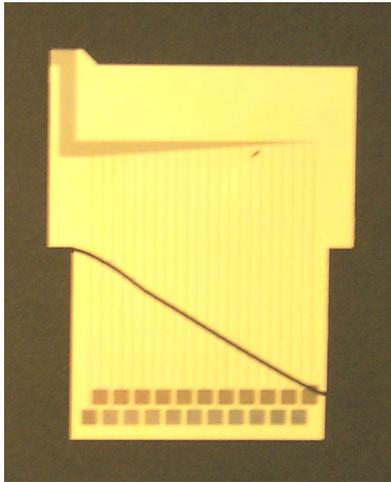


Abb. 5.12: Bruchbild des Sensors.

5.3.5 Fehleranalyse

Drei Effekte beeinflussen die Temperaturmessung mit jedem Sensor: Erstens ist die Ansprechzeit eine Funktion der thermischen Masse des Sensors, also seiner Masse und seiner Wärmekapazität. Zweitens kann die Wärmeleitung entlang des Sensors zu Wärmeableitfehler führen. Letzteres verdeutlicht Abb. 5.3, in der die mit einem Mantelthermoelement gemessene Schmelzetemperatur im Angusskanal dargestellt ist, wobei der Metallmantel des Thermoelements in engem thermischen Kontakt mit dem um ca. 200 K kälteren Werkzeugstahl ist. Zudem ist Drittens bei jeder Bilanzierung des Wärmeausbaus der Wärmeübergang zwischen zwei Medien eine entscheidende Größe.

Thermische Masse

Zu Beginn des Projekts wurde bereits die Keramik mit der kleinsten Wärmekapazität bei gleichzeitig ausreichenden mechanischen Kennwerten ausgewählt, vgl. Kap. 2.2. Durch Minimieren der Dicke des Sensorsubstrats auf 0,125 mm konnte, wie in Kap. 5.3.1 ausgeführt, die thermische Masse soweit reduziert werden, dass das Ansprechverhalten des Sensor so gut ist, dass die schnelle Temperaturänderung beim Einspritzen und sogar die Erwärmung der Schmelze auf Grund von Friktion mit hoher Genauigkeit detektiert werden können.

Es sollte betont werden, dass der Sensor trotz der Verringerung der Dicke mechanisch so stabil ist, dass er nach Durchführen einer Messreihe - oft mehr als 10 Schüsse - seine Eigenschaften nicht geändert hatte.

Wärmeleitung

Der Einfluss der Wärmeleitung ist bei dem entwickelten Miniatorsensor anhand der Asymmetrie des Temperaturprofils über die Dicke der Kavität zu beobachten. Bei der anfänglichen Verwendung von 5 mm starken PTFE-Dichtungen am Sensor wurde der Wärmefluss von der direkt am Sensor befindlichen Schmelze in den kälteren Werkzeugstahl behindert. Gleichzeitig floss vermehrt Wärme durch das etwa 10 mal besser als Kunststoff leitende Sensorsubstrat in die auswerferseitige Werkzeughälfte.

Durch Minimieren der Dicken von Substrat und Dichtung, vgl. Kap. 5.3.1, gelang es, den Wärmeableitfehler zu minimieren. Das in Abb. 5.13 dargestellte Temperaturprofil ist wesentlich symmetrischer als vorherige, hier nicht gezeigte. Dass die Temperaturen an der auswerferseitigen Werkzeughälfte (entspricht Kanal 10) bei gleichen Zeiten immer geringer sind als die an der auswerferabgewandten Werkzeughälfte (entspricht Kanal 0), zeigt, dass der Nettowärmefluss in die auswerferseitige Werkzeughälfte größer ist. Dies bedeutet, dass die Dichtungen das gemessene Temperaturprofil weniger beeinflussen als die Wärmeleitung entlang des Sensors. Um den Wärmefluss entlang der um einen Faktor 100 besser als Zirkonoxid leitenden metallischen Leiterbahnen der Thermoelemente zu vermeiden, wurden diese schon beim ersten Sensorlayout möglichst lang entlang der Isothermen, sprich parallel zur Werkzeugwand, geführt. Welcher Beitrag, der durch die Leiterbahnen oder der durch das Substrat, überwiegt, konnte letztlich nicht entschieden werden.

Diese Überlegungen gaben aber Anlass zu der versuchten Vorerwärmung der Thermoelemente durch eine Stromheizung vor der eigentlichen Messung, vgl. Kap. 4.3.3.

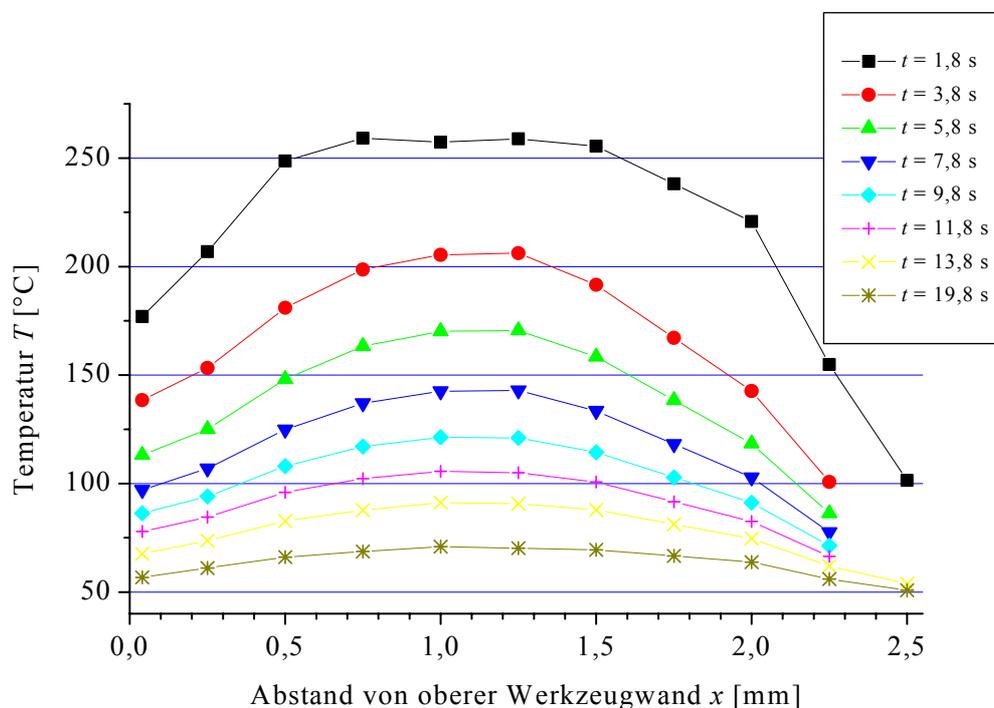


Abb. 5.13: Temperaturprofil in der Kavität bei verschiedenen Zeiten gemessen mit einem 0,125 mm dicken Sensor (Sensor 102).

Wärmeübergang

Der Einfluss des Wärmeübergangs von der Schmelze bzw. im weiteren zeitlichen Verlauf vom festen Kunststoff auf den Sensor wird deutlich beim Abschalten des Nachdrucks, siehe Abb. 5.7 und 5.8, und bei dem in Abb. 5.10 dargestellten Vergleich zweier Messungen bei verschiedenen Nachdruckhöhen und -zeiten. Offensichtlich ist der Wärmeübergang druckabhängig und verringert sich mit geringerem Druck in der Schmelze.

Dieser Effekt tritt immer auf, z. B. auch zwischen Kunststoff(-schmelze) und Werkzeugwand, und kann durch den Entwurf eines Sensors nicht umgangen werden.

Es wurde der bestmöglich Wärmeübergang bei diesem Sensor realisiert, indem auf Schutzschichten über den Thermoelementen verzichtet wurde.

6 Simulationsrechnungen

6.1 Einfluss von Stoffwertvariationen auf die Schwindungsberechnung

In der kunststoffverarbeitenden Industrie werden in zunehmendem Maße Simulationsprogramme eingesetzt, um die Entwicklungszeiten von neuen Spritzgießformteilen zu verkürzen. Mit diesen Programmen kann der gesamte Prozessverlauf von der Füll- über die Nachdruckphase bis hin zu Schwindung und Verzug des auf Raumtemperatur abgekühlten Formteils berechnet werden. Vor allem bei der Schwindungs- und Verzugssimulation besteht jedoch noch ein erhebliches Entwicklungspotenzial, um die für eine exakte Auslegung der Werkzeugabmessungen notwendige Genauigkeit zu erreichen. Eine wesentliche Ursache hierfür kann in unzureichenden oder fehlerhaften rheologischen und thermischen Stoffwerten und Stoffwertfunktionen liegen.

Ungenauere Materialdatensätze können auf

- Messfehler bei der experimentellen Bestimmung der Stoffwerte,
- Approximationsfehler bei der numerischen Anpassung von Stoffwertfunktionen,
- Verfahrensfehler durch Stoffwertmessungen bei nicht spritzgießtypischen Bedingungen (z.B. zu niedrigen Abkühlgeschwindigkeiten)
- oder eine stark vereinfachte Berücksichtigung des Werkstoffverhaltens (z.B. gemittelte Stoffwertkonstanten) zurückgeführt werden.

Stoffwert	Datenbankangabe	Stufenhöhe	Prozessparameter
Wärmeleitfähigkeit	0,207 W/(m K)	± 10 %	Massetemperatur: 250 °C
Temperaturleitfähigkeit	0,087 mm ² /s	± 30 %	Werkzeugtemperatur: 60 °C
Fließgrenztemperatur	204,8 °C	± 10 %	Einspritzzeit: 1,2 s
Viskositätsdaten	Carreau-Ansatz	± 10 % P1-Koeffizient	Nachdruckhöhe: 740 bar
pvT-Daten	IKV-Ansatz	± 25 °C; ± 0,05 cm ³ /g	Nachdruckzeit: 15 s

Tab. 6.1: Linearer statistischer Versuchsplan (Material: Valox 325).

Stoffwerteinfluss auf die Schwindungs- und Verzugsberechnung.

Der Einfluss ungenauer Stoffwerte auf die Schwindungs- und Verzugsberechnung wurde im Vorfeld des Projekts an einem kastenförmigen Bauteil aus Polybutylenterephthalat (PBT) untersucht. In Abb. 6.1 ist der berechnete Fließfrontverlauf in diesem Formteil dargestellt. Die Untersuchungen wurden mit Hilfe der statistischen Versuchsplanung durchgeführt, um möglichst viele Stoffwerte bei minimiertem Rechenaufwand einzubeziehen. Die Stufenhöhen des linearen Versuchsplans orientieren sich an den maximal zu erwartenden Fehlern der Stoffwerte (Tab. 6.1).

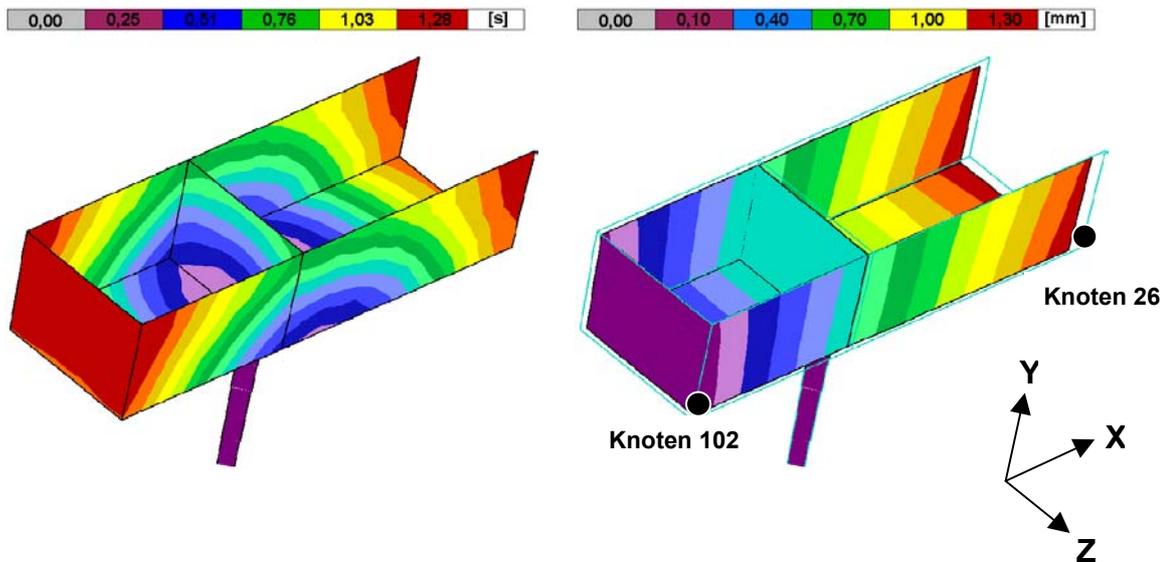


Abb. 6.1: Berechneter Fließfrontverlauf (CADMOULD).

Abb. 6.2: Berechnete Längenänderung in X-Richtung (Vergrößerungsfaktor 4).

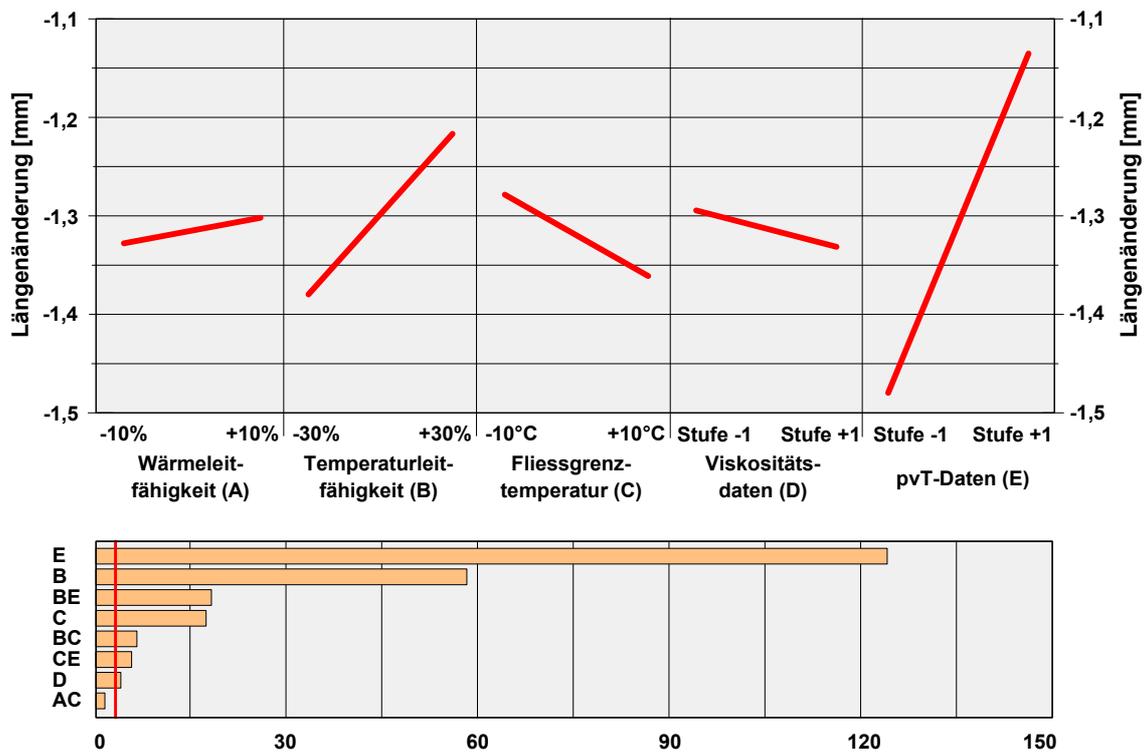


Abb. 6.3: Einflüsse verschiedener Stoffwerte auf die berechnete Längenänderung des Kastens.

Um Stoffwerteeinflüsse auf die Simulationsergebnisse näher zu betrachten, wurde die mit unterschiedlichen Materialdatensätzen berechnete Längenänderung des Kastens ausgewertet. Als Ergebnis der Schwindungs- und Verzugsberechnung ist in Abb. 6.2 ein Vergleich der Originalgeometrie mit der verformten Geometrie des Bauteils dargestellt. Eine mit dem Statistikprogramm STATGRAPHICS durchgeführte Analyse der Stoffwerteeinflüsse verdeutlicht den überragenden Einfluss der pVT-Daten auf die Schwindungsberechnung (Abb. 6.3). Abweichungen im abkühlratenabhängigen Kristallisati-

onsbereich wirken sich erheblich auf die Simulationsergebnisse aus. Da diese Stoffdaten in Hochdruckdilatometern nur bei geringen und daher nicht spritzgießtypischen Abkühlgeschwindigkeiten ermittelt werden, können sie ein großes Fehlerpotenzial aufweisen. Aber auch die Temperaturleitfähigkeit und die Fließgrenztemperatur haben einen signifikanten Einfluss auf berechnete Schwindungswerte.

6.2 Berechnung der Temperaturleitfähigkeiten

6.2.1 Messungen unter Laborbedingungen

In der Fourier'schen Wärmeleitungsgleichung können die drei Materialwerte Wärmekapazität c_p , Wärmeleitfähigkeit λ und Dichte ρ bzw. spezifisches Volumen ν zur Temperaturleitfähigkeit α zusammengefasst werden, wenn die Wärmeleitfähigkeit räumlich konstant ist:

$$a = \frac{\lambda}{\rho c_p} \equiv a_{Labor}$$

Die Konstanz der Wärmeleitfähigkeit darf vorausgesetzt werden, da sich bei den hier verwendeten Kühlgeschwindigkeiten in den betrachteten Probenvolumina keine messbaren Temperaturgradienten ausbilden. Die einzelnen Materialdaten wurden beim isobaren Abkühlen aus der Schmelze ($T = 250 \text{ °C}$) mit einer konstanten Abkühlgeschwindigkeit gemessen. Die Parameter sind in Tab. 6.2 zusammengefasst.

Materialwert	Wärmekapazität	Wärmeleitfähigkeit	Spezifisches Volumen
Einheit	J/(g K)	W/(K m)	g/cm ³
Druck in MPa	0,1	20, 40, 80	20, 40, 80, 120, 160, 200
Kühlgeschwindigkeit in K/min	10	5 zwischen den Tempera- turen, an denen iso- therm gemessen wird	2,5
Probenmasse in g	ca. 0,01	ca. 3,3	ca. 0,7

Tab. 6.2: Parameter bei der Ermittlung der thermischen Stoffwerte.

Die aus den gemessenen Stoffwerten berechneten Temperaturleitfähigkeiten sind in Abb. 6.4 dargestellt. In einem Intervall von 600 bar ändert sich die Temperaturleitfähigkeit in der Schmelze kaum, um bei der Kristallisation merklich und im semikristallinen Festkörper beim fortschreitenden Abkühlen druckabhängig weiter anzusteigen.

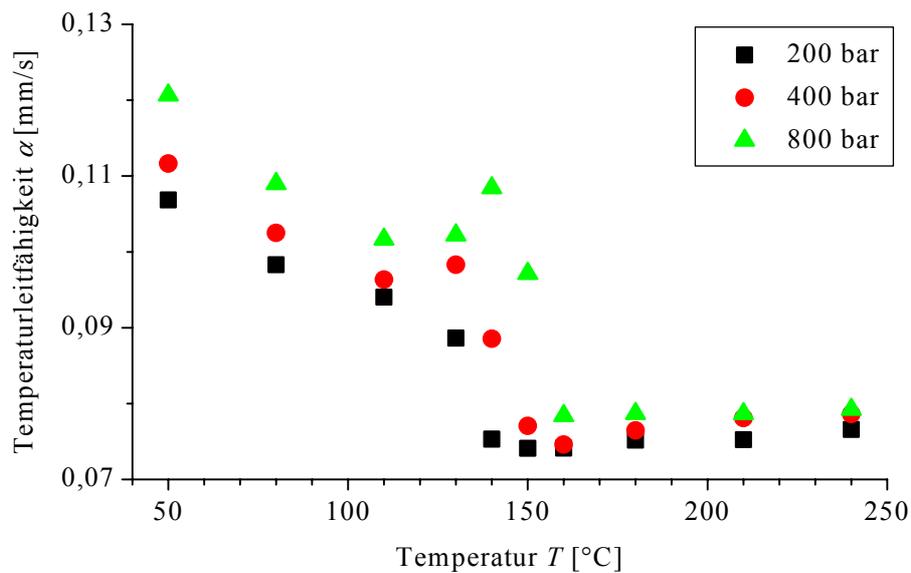


Abb. 6.4: Temperaturleitfähigkeit von Polypropylen berechnet aus unter Laborbedingungen gemessener Wärmekapazität, Wärmeleitfähigkeit und spezifischem Volumen.

6.2.2 Messungen im Spritzgießwerkzeug

Aus den im Spritzgießwerkzeug als Funktion von Ort und Zeit gemessenen Temperaturen wurden die lokalen Temperaturleitfähigkeiten als Funktion der Zeit oder als Funktion der lokalen Temperatur nach der folgenden Gleichung berechnet:

$$a_{\text{Spritzgieß}} = \frac{\left(\frac{\partial T}{\partial t} \right)}{\left(\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} \right)}$$

Die Gleichung basiert auf der Fourier'schen Wärmeleitungsgleichung, die die Änderung der Wärmemenge in einem Volumen mit der Differenz der Wärmeflüsse in das und aus dem Volumen verknüpft und weitere Effekte wie die Kristallisation vernachlässigt, und gilt streng nur für eine räumlich konstante Wärmeleitfähigkeit. Da die Fourier'sche Wärmeleitungsgleichung zumindest in der aktuellen kommerziellen Version von CADMOULD zur Berechnung der Temperaturen verwendet wird, wird unbenommen der mathematischen Einschränkung (Konstanz der Wärmeleitfähigkeit) die Berechnung wie geschildert durchgeführt, denn es sollen die in das Programm einzugebenden bzw. dort verwendeten Parameter überprüft werden.

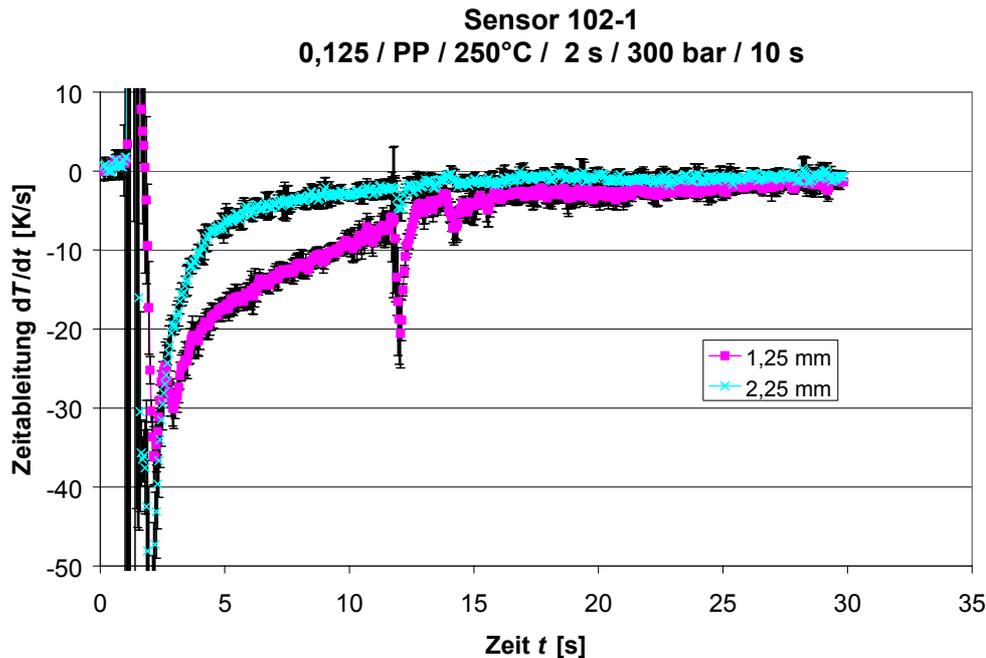


Abb. 6.5: Zeitableitung der mit dem Sensor 102 gemessenen Temperaturen.

Die Ableitung nach der Zeit und die zweite Ableitung nach dem Ort wurden durch Differenzenquotienten angenähert. Abb. 6.5 zeigt die Zeitableitung und ihre statistischen Abweichungen exemplarisch für Kanal 5 in der Mitte des Sensors (1,25 mm) und Kanal 9 am Rand bei 2,25 mm für Sensor 102 (Substratdicke: 0,125 mm, Material: Polypropylen, Massetemperatur: 250 °C, Einspritzzeit: 2 s, Nachdruck: 300 bar, Nachdruckzeit: 10 s). Drei Beobachtungen sind charakteristisch für alle Zeitableitungen: Erstens sind die Ableitung und ihre Fehler groß, wenn die Temperatur nach etwa 1 s stark ansteigt und dann zunächst wieder stark abfällt, zweitens zeigt sich das Abschalten des Nachdrucks nach 12 s und die damit verbundene Verringerung des Wärmetransfers von der Schmelze auf den Sensor deutlich in der Ableitung und drittens liegen die Messwerte nach etwa 17 s in der Größenordnung der Messgenauigkeit.

Wie Abb. 6.6 entnommen werden kann, sind die zweite Ortsableitung und ihr Fehler zu Beginn des Spritzgießzyklus insbesondere am Rand der Kavität (2,25 mm) groß. Die aus beiden Größen berechnete Temperaturleitfähigkeit wird daher sinnvoll nur wie in Abb. 6.7 in dem Bereich dargestellt, in dem ihre Genauigkeit hinreichend groß ist. Aufgetragen ist die Temperaturleitfähigkeit des Kunststoffes an einer Stelle bzw. für einen Kanal über der Temperatur an diesem. Beobachtet wird, dass die Temperaturleitfähigkeiten in der Mitte der Kavität größer sind als an den Rändern und dass die Temperaturleitfähigkeiten mit sich verringernder Temperatur sinkt. Die Ungenauigkeit im gezeigten Temperaturbereich beträgt für die Thermoelemente nahe der oberen Werkzeugwand (0,04 mm bis zu 0,5 mm) weniger als 15 % des berechneten Werts und in der Mitte des Sensors sowie an der unteren Werkzeugwand (0,75 mm bis zu 2,25 mm) weniger als 6,5 %. Dies ist auf die dort geringeren Fehler der Ableitungen und diese wiederum auf die dort weniger stark variierenden Temperaturen zurückzuführen. Die für

andere Sensoren und Spritzgießversuche berechneten Temperaturleitfähigkeiten liegen in derselben Größenordnung hinsichtlich der Werte, ihrer Ungenauigkeiten und der relevanten Temperaturbereiche.

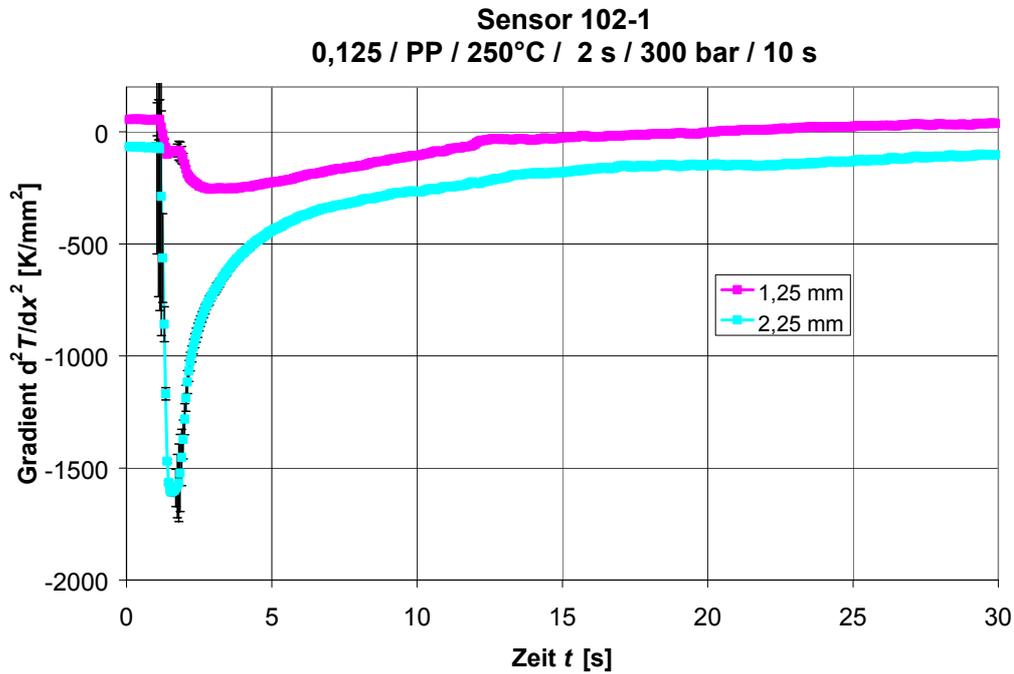


Abb. 6.6: Zweite Ortsableitung der mit dem Sensor 102 gemessenen Temperaturen.

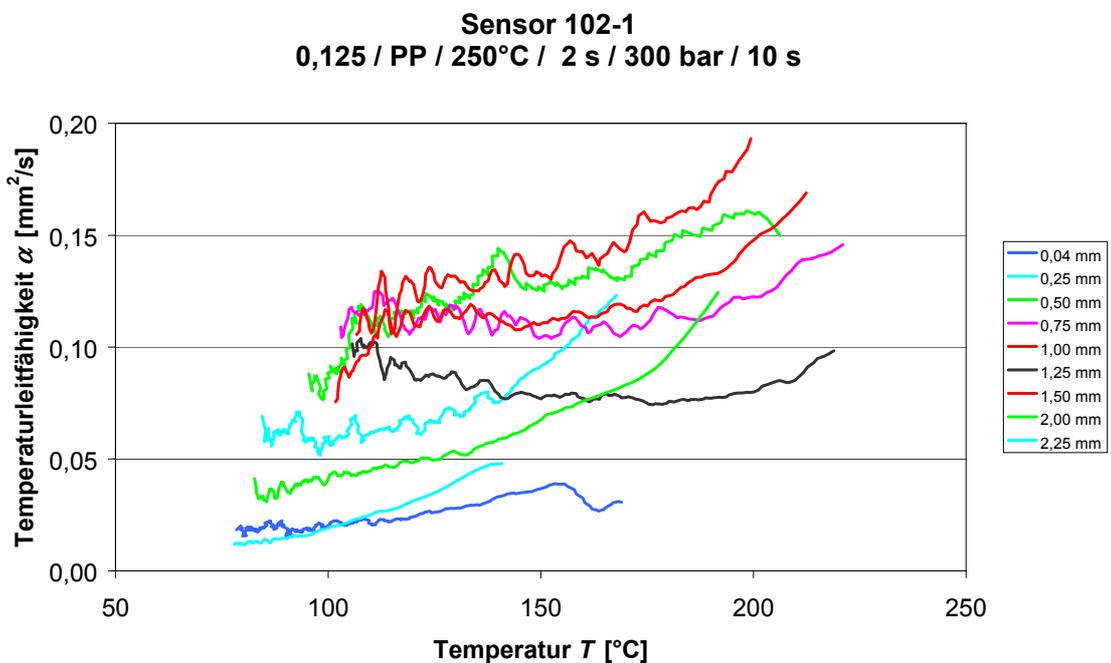


Abb. 6.7: Temperaturleitfähigkeit berechnet aus der mit Sensor 102 gemessenen Temperaturverteilung.

6.3 Rechnungen mit korrigierten Temperaturleitfähigkeiten

Das Schwindungs- und Verzugsverhalten von Spritzgießformteilen wird durch eine Vielzahl von Einzelfaktoren beeinflusst. Material, Formteilgeometrie, Anschnittlage und Anschnittart sowie verschiedene Verfahrensparameter führen zu unterschiedlichen Schwindungswerten im Formteil, die bei der Werkzeugauslegung berücksichtigt werden müssen.

Um den Einfluss verschiedener Prozessparameter auf die Schwindung eines spritzgegossenen Formteils zu untersuchen, wurden Plattenprobekörper mit den Grundabmessungen $80 \times 80 \times 1,8 \text{ mm}^3$ unter Variation von Nachdruckhöhe und Werkzeugtemperatur hergestellt (Abb. 6.8). Anschließend wurde die Längenänderung der Platte gemessen und mit berechneten Schwindungswerten verglichen.

In die kommerzielle Version des Programms CADMOULD fließt die Temperaturleitfähigkeit der Formmasse nur als Materialkonstante ein. Daher konnten bei der Schwindungssimulation die aus der Temperaturverteilung in der Kavität berechneten Temperaturleitfähigkeiten nur als gemittelte Stoffgrößen berücksichtigt werden (Tab. 6.3).

Als Ergebnis der Schwindungsanalyse sind in Abb. 6.9 berechnete und gemessene Längenänderungen des Plattenprobekörpers gegenübergestellt. Dabei zeigt sich für die Mehrzahl der Versuchsvarianten eine erhebliche Abweichung zwischen Simulation und Messergebnis. In der Abkühlphase bewirkt die Erhöhung des Nachdrucks eine bessere Kompensation der Volumenschwindung, was zu einer deutlich verringerten Formteilschwindung führt. Dieser Effekt konnte jedoch in den Berechnungen nur unzureichend wiedergegeben werden. Auch die Variation der Temperaturleitfähigkeit führte zu keiner signifikanten Verbesserung der Simulationsergebnisse.

Versuch	Nachdruckhöhe [bar]	Werkzeugtemperatur [°C]	Werkzeug: Platte; D = 1,8 mm	
			Material: Vestolen P7000 (PP)	
11	300	40	Schmelzetemperatur: 240°C	
12	700	40	Einspritzzeit:	1,4 s
13	300	80	Nachdruckzeit:	60 s
14	700	80	Restkühlzeit:	15 s

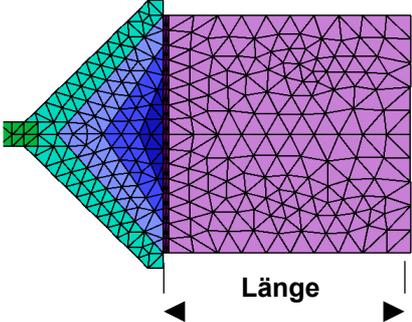


Abb. 6.8: Versuchsplan zum Einfluss verschiedener Verfahrensparameter auf die Längenänderung einer Platte.

Stoffwert	CADMOULD-Koeffizienten	
Viskosität	P1 = 1386,45 Pa s P2 = 0,0269 s P3 = 0,7798	T0 = 240,0°C Ts = 8,35°C
Wärmeleitfähigkeit	0,20 W/m/°C	
Temperaturleitfähigkeit	0,075 mm ² /s ±0,025 mm ² /s	
Fließgrenztemperatur	150°C	
pvT-Daten	PS1 = 3,575717 x 10 ⁴ bar cm ³ /g PS2 = 1,155234 x 10 ⁰ bar cm ³ /g/°C PS3 = 1,387768 x 10 ³ bar PS4 = 3,104413 x 10 ⁴ bar PK1 = 129,34°C PK2 = 0,0217 1/bar	PF1 = 3,619976 x 10 ⁴ bar cm ³ /g PF2 = -1,260658 x 10 ¹ bar cm ³ /g/°C PF3 = -5,927896 x 10 ⁴ bar PF4 = 3,257435 x 10 ⁴ bar PF5 = 5,042551 x 10 ⁻⁷ cm ³ /g PF6 = Y 9,547758 x 10 ⁻² 1/°C PF7 = 2Y,439328 x 10 ⁻³ 1/bar
Elastizitätsmodul	E0 = 1680,83 MPa E1 = -22,0913 MPa/°C	E2 = 0,07985 MPa/°C ² E3 = -0,00004 MPa/°C ³
Querkontraktionszahl	N0 = 0,34567 N1 = 0,00189 1/°C	N2 = 0,0 1/°C ² N3 = 0,0 1/°C ³
Wärmeausdehnungs- koeffizient	K0 = 0,0 1/°C K1 = PF1 K2 = PF2 K3 = PF3	K4 = PF4 K5 = PF5 K6 = PF6 K7 = PF7

Tab. 6.3: Stoffdaten für die Spritzgießsimulation mit CADMOULD 6.1;
Material: Vestolen P7000 (PP).

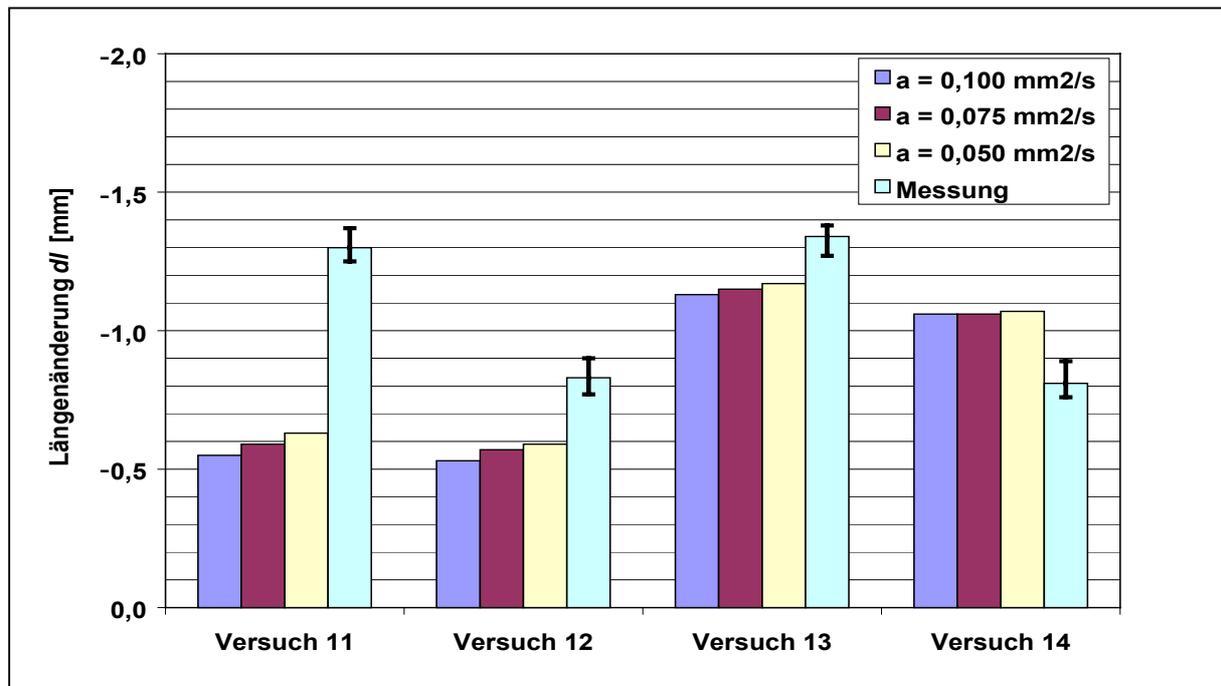


Abb. 6.9: Einfluss der Temperaturleitfähigkeit auf die berechnete Längenänderung einer Platte.

7 Schlussfolgerungen und KmU-Relevanz

Die Messungen an den Sensoren in einem eigens hergestellten Spritzgießwerkzeug zeigen, dass die Konzeption des Sensors den Anforderungen gerecht wird. Es ist auf diese Weise erstmals eine große Anzahl reproduzierbarer Messungen mit einem auf einem Thermoelementarray basierenden Sensor in diesen Abmessungen (> 10 Messstellen, Metallschichtdicken $< 1 \mu\text{m}$) erfolgreich durchgeführt worden. Zudem konnten diese Sensoren auch beim Spritzgießen von glasfaserverstärktem Kunststoff erstmals sicher mehrfach hintereinander verwendet werden. Aus den mit hoher örtlicher und zeitlicher Auflösung gemessenen Temperaturen konnte erstmals die Temperaturleitfähigkeit des Kunststoffs in der Kavität eines Spritzgießwerkzeugs während des Prozesses berechnet werden.

Die Ziele dieses Projekts sind weitestgehend erreicht worden trotz erheblicher, nicht absehbarer Probleme, die bei der Ausarbeitung einzelner Prozessschritte und deren Kombination miteinander auftraten oder in den nicht wesentlich variierbaren Vorgaben, den Herstellungsverfahren und vor allem der Materialproblematik (mechanische Stabilität, Kombination verschiedener Materialien) begründet waren. Bei der Optimierung einzelner Schritte zur Herstellung der Sensoren wurden wesentliche neue materialwissenschaftliche Erkenntnisse gewonnen.

Im Zuge verschiedener Veröffentlichungen und Konferenzen konnte daher ein allgemein reges Interesse von Firmen und Forschungseinrichtungen an diesem Projekt festgestellt werden. Die kleinen Unternehmen, die Spritzgießsimulationsprogramme entwickeln und vertreiben, begrüßen sehr die nun erstmals gegebene Möglichkeit zur reproduzierbaren, orts- und zeitaufgelösten Temperaturmessung in der Kavität und damit zur Validierung ihrer Programme.

Kleine und mittelständische Sensor- und Messtechnikhersteller aus Deutschland und der Schweiz haben den durch diese Arbeiten ausgelösten Impuls sehr begrüßt und das Projekt mit Interesse verfolgt. Ihnen stehen nun neue material- und prozessbezogene Kenntnisse für die Neu- und Weiterentwicklung ihrer Produkte zur Verfügung.

Auch die kleinen und mittelständischen Unternehmen der Kunststoffverarbeitung profitieren von den hier erarbeiteten Ergebnissen, die ihnen mittel- und langfristig neue Messmethoden und damit eine verbesserte Prozessführung an die Hand geben und kurzfristig zu einem vertieften Prozessverständnis und damit einem Zuwachs an Know-how führen können.

Die Gruppe der Hersteller von Messgeräten für die Kunststoffverarbeitung soll im Nachlauf gezielt angesprochen werden, um auch sie an den Ergebnissen teilhaben zu lassen. In dieser Branche kann momentan die erste Umsetzung der hochpräzisen Temperatursensoren erwartet werden.

Zur Ausarbeitung und Lösung der trotz des Projekts verbleibenden und durch dieses Projekt neu eröffneten Fragestellungen bei der Temperaturmessung in der Kavität von Spritzgießwerkzeugen und darüber hinaus in Verarbeitungsmaschinen für die Kunststofftechnik sind sicher weitere Arbeiten erstrebenswert.

8 Literaturverzeichnis

- [1] R. Bluhm
Verbesserte Temperaturkontrolle beim Spritzgießen
Dissertation, RWTH Aachen (1996)
- [2] Z. Ding and J. E. Spruiell
An Experimental Method for Studying Non-Isothermal Crystallization of Polymers at Very High Cooling Rates
J. Polym. Sci.: Part B: Polym. Phys. 34 (1996), 2783-2804
- [3] N. N.
Vorausberechnung der präzisen Werkzeugkontur beim Spritzgießen
BMBF-Abschlussbericht 03 N 5018, DKI Darmstadt (2001)
- [4] M. Moneke, J. Amberg, M. Bastian, I. Alig
New Solidification Models for the Simulation of the Injection Molding Process
ANTEC (2001), 720-724
- [5] M. Moneke
Die Kristallisation von verstärkten Thermoplasten während der schnellen Abkühlung und unter Druck
Dissertation, Technische Universität Darmstadt (2001)
- [6] V. Brucato, V. La Carrubba, S. Piccarolo, G. Titomanlio
Polymer Solidification under Pressure and High Cooling Rates
Intern. Polym. Proc. XV(1) (2000), 103-110
- [7] F. Manero, W. I. Patterson, M. R. Kamal
Cavity Temperature Profile Measurement During Injection Moulding
ANTEC (1997), 577
- [8] H. Yokoi, Y. Murata, H. Tsukakoshi
Measurement of Melt Temperature Profiles during Filling and Packing Processes using a New Integrated Thermocouple Sensor
ANTEC (1992), 1875
- [9] A. Krämer
Entwicklung eines miniaturisierten Temperatursensors
Unveröffentlichte Diplomarbeit am IKV Aachen (1991)
- [10] M. Cremer
Sensor zur Messung von Temperaturprofilen im Düsenbereich von Plastifizieraggregaten und in Extrusionswerkzeugen und Verfahren zur Optimierung der Maschineneinstellung
DE 4129979 A1, Deutsches Patentamt, 19.05.93
- [11] W. Wegener
Weiterentwicklung eines miniaturisierten Temperatursensors zur Messung von Temperaturprofilen im Spritzgießwerkzeug
Unveröffentlichte Diplomarbeit am IKV Aachen (1992)
- [12] R. Bluhm
Entwicklung eines miniaturisierten Temperatursensors zur Bestimmung von Temperaturprofilen in Spritzgießwerkzeugen und zur Stoffwertermittlung
AIF-Abschlußbericht, Nr. 9532, Aachen (1996)

- [13] W. Pfleging, T. Hanemann, M. Torge, W. Bernauer
Rapid Fabrication and Replication of Metal, Ceramic and Plastic Mold Inserts for Application in Microsystem Technologies
Journal of Mechanical Engineering Science (19.08.02), accepted for publication in
- [14] T. Hanemann, W. Pfleging, J. Haußelt, K.-H. Zum Gahr
Laser Micromachining & Light Induced Reaction Molding as Suitable Process Sequence for the rapid Fabrication of Microcomponents
Microsystem Technologies 7 (2002), 209-214
- [15] G. Schanz, M. Guttman, E. Walch, J. Konys
Selektivätzen von Kupfer und Messing zur Entformung von Nickel- und Nickel-Phosphor-Mikrobauteilen
37. Jahrestagung der Deutschen Gesellschaft für Galvano- und Oberflächentechnik e.V., Aachen, 1997
- [16] M. Köhler
Ätzverfahren für die Mikrotechnik
Wiley-VCH, Weinheim (1998)

Anhang A: Zeit- und Arbeitsplan

		1. Jahr				2. Jahr			
		I	II	III	IV	I	II	III	IV
Designvorgabe / Festlegung eines fertigungsgerechten Designs	DKI / FZK	■	■						
Versuche zur Substratauswahl	DKI / IMT	■	■	■					
Erstellung der Substrate / Formatkompatibilität	IMT		■	■					
Versuche zur Auswahl geeigneter Thermoelementpaarungen	DKI / IMF III	■	■	■					
Versuche zum Ätzen der gewählten Thermoelementpaarungen	IMF III	■	■	■	■	■			
Herstellung der Chrommasken und der ersten Sensoren	FZK		■	■	■				
Konstruktion des Werkzeugeinsatzes	DKI	■	■	■		■	■		
Bau der Versuchswerkzeugeinsätze	DKI		■	■	■		■	■	
Aufbau der Messkette	DKI	■	■	■	■				
Kalibrierung der Sensoren	DKI			■	■	■	■	■	
Spritzgießversuche mit ersten Sensoren	DKI				■	■	■	■	
Vorgabe und Festlegung verbessertes Design	DKI / FZK				■	■	■	■	
Erstellung evtl. weiterer Masken	IMT					■	■	■	
Fertigung weiterer Sensoren	FZK					■	■	■	■
Simulationsrechnungen mit CADMOULD	DKI		■	■	■				
Spritzgießversuche mit weiteren Sensoren	DKI					■	■	■	■
Fehleranalyse	DKI				■	■	■	■	■
Berechnung der Temperaturleitfähigkeiten	DKI						■	■	■
Simulationsrechnungen mit korrigierten Temperaturleitfähigk.	DKI							■	■
Präsentation der Ergebnisse	FZK / DKI				■	■	■	■	■
Berichte	FZK / DKI				■	■	■	■	■

Tab. A.1: Arbeits- und Zeitplan.

Anhang B: Veröffentlichungen in diesem Projekt

Die im Rahmen dieses Projekts erarbeiteten Ergebnisse wurden durch Artikel in Fachzeitschriften, Vorträge auf internationalen Tagungen bzw. Vorträge bei interessierten Forschungseinrichtungen und Firmen veröffentlicht. Diese sind im Folgenden aufgeführt. Zudem wurde der Sensor als Exponat zusammen mit einem erklärenden Poster auf dem Stand des Deutschen Kunststoff-Instituts auf der K 2001 einem großen, internationalen Fachpublikum vorgestellt.

Veröffentlichungen:

- [1] M. Moneke, J. Amberg, M. Bastian, N. Holstein, M. Guttman, K. Seemann, W. Pflöging
Qualitätskontrolle beim Spritzgießen - Orts- und zeitaufgelöste Temperaturmessung in der Kavität eines Spritzgießwerkzeugs
Werkstoffe in der Fertigung 5 (2001), 30-31
- [2] M. Guttman, N. Holstein, W. Pflöging, K. Seemann, J. Amberg, M. Moneke
Miniaturisierte Thermoelementarrays für die Spritzgießsimulation
in Dresdner Beiträge zur Sensorik, Band 16, „Sensoren im Fokus neuer Anwendungen“, Hrsg. J. P. Baselt, G. Gerlach, w.e.b. Universitätsverlag Dresden (2001), 153-157
- [3] M. Moneke
Stoffwerte für die Spritzgießsimulation - Ermittlung thermischer und mechanischer Materialdaten
in: Das Spritzgießwerkzeug, die Spritzgießverpackung: Tagung Baden-Baden 20.-21. März 2002 / Internationale Jahrestagung Spritzgießen 2002, Hrsg.: VDI-Gesellschaft Kunststofftechnik, VDI-Verlag Düsseldorf 2002
- [4] M. Moneke, J. Amberg, N. Holstein, M. Guttman, K. Seemann, W. Pflöging
Miniaturized Sensor for the Measurement of Temperatures in a Mold Cavity
ANTEC (2002), 446-450
- [5] *Temperatursensor für die Spritzgießtechnik*
Industrieforum Mikrofertigungstechnik des Forschungszentrum Karlsruhe
FIF-Newsletter Nr. 15 Oktober (2002), 5

Vorträge und Poster:

- [6] N. Holstein, M. Guttman, W. Pflöging, K. Seemann, M. Moneke, J. Amberg
Experimentelle Bestimmung thermischer Material- und Prozessdaten für die Spritzgießsimulation unter Verbesserung der Messtechnik
5. Dresdner Sensor-Symposium, 10.-12. Dezember 2001, Dresden; Poster D.05, Tagungshandbuch S. 98-99
- [7] *Qualitätskontrolle beim Spritzgießen - Miniaturisierter Temperatursensor*
Poster auf dem Messestand des Deutschen Kunststoff-Instituts während der K 2001, Düsseldorf (2001)

- [8] M. Moneke
Stoffwerte für die Spritzgießsimulation - Ermittlung thermischer und mechanischer Materialdaten
Internationale Jahrestagung Spritzgießen, Baden-Baden, 20.-21. März 2002
- [9] J. Amberg, M. Moneke, N. Holstein, M. Guttman, K. Seemann, U. Köhler
Entwicklung eines Miniatursensors zur Messung der Schmelztemperatur beim Spritzgießen
DKI-Kuratoriums-Sitzung, Darmstadt, 12. April 2002
- [10] M. Moneke, J. Amberg, M. Bastian, I. Alig
Miniaturized Sensor for the Measurement of Temperatures in a Mold Cavity
ANTEC 2002, San Francisco, 6.-9. Mai 2002
- [11] M. Moneke
Beschreibung der Kristallisation und Stoffwerte für die Spritzgießsimulation
Institut für Polymerforschung, Dresden, 8. Oktober 2002

Veröffentlichungen in Vorbereitung:

- [12] M. Moneke, J. Amberg, N. Holstein, M. Guttman, W. Pflöging, K. Seemann
Application of a new Sensor for the Measurement of the Temperature Distribution in Mould Cavities
Polymer Testing, in Vorbereitung
- [13] N. Holstein, M. Guttman, W. Pflöging, K. Seemann, M. Moneke, J. Amberg
Development of A New Sensor for the Measurement of the Temperature Distribution in Mould Cavities
Microsystem Technologies, in Vorbereitung

Anhang C: Listen der produzierten Sensoren

Index-Nr.			Nachweis Einsatznummer, Erstbeschichtung, Verbleib
If. P- Nummer	Lieferung	Nr. in der Lieferung	
1	I=600µm	1	DKI 001 LN 01047-01 ; Cr500, unterätzt => DKI 004 LN 010971-01 ;Cr487, nachtr. Laserung 16.8.01, an DKI 22.10.01
2	I	2	DKI 002 LN 01047-02 ; Cr462, unterätzt => DKI 008 LN 01139-02 ; Ti500, an DKI 8.8.01, an DKI 22.10.01
3	I	3	DKI 003 LN 01047-03I ; Cr497 auf Ti161, => SBS oZ 3.5.01., DKI 018 LN 01286-01 , Abbruch 6.6.01 nach Ti-Versatz
4	I	4	Zuschneiden Endmaße IMF I, an DKI
5	I	5	Zuschneiden Endmaße IMF I, an DKI
6	I	6	Sollbruchstellen oZ 3.5.01 DKI 015^I , defekt nach Laser, keine LN
7	I	7	DKI 005 LN 01097-02 ; Ti539, unterätzt, => DKI 010 LN 01138-02 , Ti500, freigeätzt 26.6.01, IMF3
8	I	8	DKI 006 LN 01097-03 ; Ti490, unterätzt, => DKI 007 LN 01139-01 ;Ti500
9	I	9	Rand beschädigt, Muster Sollbruchstellen, an DKI
10	I	10	DKI 009 LN 01138-01 , Ti500, Ätzversuche, freigeätzt 26.6.01, Zuschnitt Musterthermoelemente an HB7.8.02
11	IIa=600	1	DKI 011 LN 01203-01 , Ti500 Oberseite, Ätzversuche, freigeätzt, IMF III
12	IIa	2	DKI 012 LN 01203-02 , Ti500 Unterseite, Ätzversuche, freigeätzt, IMF III
13	IIa	3	DKI 013 LN 01204-01 , Cr500 Oberseite, Ätzversuche, freigeätzt 26.6.01,
14	IIa	4	DKI 014 LN 01204-02 , Cr500 Unterseite, Ätzversuche, Zuschnitt für REM
15	IIa	5	Test Sollbruchstellen mZ, defekt nach Laser, Ti500, Versatz Cr, fertig, Anschauungsobjekt bei DSS, IMF III
16	IIa	6	SBS oZ,22.6.01, Ersatz für 6-I-6, daher DKI 015^{II} keine LN, Abbruch nach Cr+AZ1, IMF III
17	IIb=600	1	SBS oZ, 3.5.01; DKI 021 keine LN , Ti250, Ti+Cr+PI, defekt nach Laser bei Transport
18	IIb	2	SBS mZ, 3.5.01; DKI 016 LN 01285-01 , Ti500, Abbruch wg. Ti-Versatz 6.6.01
19	IIb	3	SBS mZ, 3.5.01; DKI 017 LN 01285-02 , Ti500, an DKI 8.8.01
20	IIb	4	SBS mZ, 3.5.01; DKI 019 LN 01286-02 , Ti250, an DKI 8.8.011

Tab. C.1: Liste der produzierten Sensoren.

Index-Nr.			Nachweis Einsatznummer, Erstbeschichtung, Verbleib
If. P- Nummer	Lieferung	Nr. in der Lieferung	
21	III=600	1	SBS <i>mZ</i> , 3.5.01; DKI 020 LN 01286-03 , Ti250+PI, gelöste Cr-LB
22	III	2	SBS <i>mZ</i> , 3.5.01; DKI 023 LN 01293-02 , Ti250, Ti+Cr+PI, Abbruch nach Cr wg. QV, freigeätzt
23	III	3	SBS <i>mZ</i> , 3.5.01; DKI 022 LN 01293-01 , Ti250, Ti+Cr+PI, an DKI 8.8.01
24	III	4	SBS <i>mZ</i> , 3.5.01; PI2+Ti500, DKI 024 LN 01294-01 ; defekt AZ-Cr
25	III	5	SBS <i>mZ</i> , 3.5.01; PI2+Ti500, DKI 025 LN 01294-02 , an DKI 8.8.01
26	III	6	SBS <i>mZ</i> , 3.5.01; PI2+Ti250; DKI 026 LN 01294-03 ; defekt
27	III	7	SBS <i>mZ^{II}</i> , 22.6.01, PI2+Ti250; DKI 027 LN 01336-01 ; Risse Cr auf PI 9.9.01, Cr 7.11.01, an DKI 5.12.01,
28	III	8	SBS <i>mZ^{II}</i> , 22.6.01, PI2+Ti250; DKI 028 LN 01336-02 ; Risse Cr auf PI 9.9.01, Cr neu 7.11.01, an DKI 5.12.01,
29	III	9	SBS <i>mZ^{II}</i> , 22.6.01, PI2+Ti250; DKI 029 LN 01336-03 ; Risse Cr auf PI 9.9.01, Cr neu 7.11.01, an DKI 5.12.01,
30	III	10	SBS <i>mZ^{II}</i> , 22.6.01, PI2+Ti250; DKI 030 LN 01336-04 ; Risse Cr auf PI 9.9.01, Cr neu 7.11.01, an DKI 5.12.01,
31	III	11	SBS <i>mZ^{II}</i> , 22.6.01, PI2+Ti250; DKI 031 LN 01336-05 ; Risse Cr auf PI 9.9.01, Cr neu 7.11.01, an DKI 5.12.01,
32	III	12	SBS <i>mZ^{II}</i> , 22.6.01, PI2+Ti250; DKI 032 LN 01336-06 ; Risse Cr auf PI 9.9.01, Cr neu 7.11.01, an DKI 5.12.01,
33	III	13	SBS <i>mZ^{II}</i> , 2.8.01, PI2+Ti250; DKI 033 LN 01433-01 , Ablösung PI, neu Ti500 ohne PI, 12.10.01, an DKI 5.12.01
34	III	14	SBS <i>mZ^{II}</i> , 2.8.01, PI2+Ti250; DKI 034 LN 01433-02 , Ablösung PI, neu Ti500 ohne PI, 12.10.01, an DKI 5.12.01
35	III	15	SBS <i>mZ^{II}</i> , 2.8.01, PI2+Ti250; DKI 035 LN 01433-03 , Bruch Rand nach Ti, freigeätzt
36	III	16	SBS <i>mZ^{II}</i> , 2.8.01, PI2+Ti250; DKI 036 LN 01434-01 , Ablösung PI, neu Ti250 ohne PI, 12.10.01, Besch. Rahmen bei Ti
37	III	17	SBS <i>mZ^{II}</i> , 2.8.01, PI2+Ti250; DKI 037 LN 01434-02 , Ablösung PI, neu Ti250 ohne PI, 12.10.01,
38	III	18	SBS <i>mZ^{II}</i> , 2.8.01, PI2+Ti250; DKI 038 LN 01434-0 , PI auf Cr, neu Ti200 ohne PI, 12.10.01, DKI 5.12.01
39	III	19	SBS <i>oZ</i> , 19.9.01, PI2+Ti250; DKI 039 LN 01505-01 , an DKI 5.12.01
40	III	20	SBS <i>oZ</i> , 19.9.01, PI2+Ti250; DKI 040 LN 01505-02 , an DKI 5.12.01

Tab. C.2: Liste der produzierten Sensoren (Fortsetzung).

Index-Nr.			Nachweis Einsatznummer, Erstbeschichtung, Verbleib
If. P- Nummer	Lieferung	Nr. in der Lieferung	
41	IV	1	SBS oZ, 19.9.01, PI2+Ti500; DKI 041 LN 01505-03 , an DKI 5.12.01
42	IV	2	SBS oZ, 19.9.01, PI2+Ti500; DKI 042 LN 01505-04 , Cr optimiert auf PI, an DKI 5.12.01
43	IV	3	SBS oZ; 19.9.01, PI2+Ti500 DKI 043 LN 01505-01 , Cr optimiert auf PI, an DKI 5.12.01
44	IV	4	SBS oZ, 19.9.01, PI25+Ti500; DKI 044 LN 01506-01 , Cr optimiert auf PI, an DKI 5.12.01
45	IV	5	SBS oZ; 19.9.01, PI25+Ti250; DKI 045 LN 01506-02 Cr optimiert auf PI, an DKI 5.12.01
46	IV	6	SBS oZ, 19.9.01, PI25+Ti250; DKI 046 LN 01506-03 , Cr optimiert auf PI, an DKI 5.12.01
47	IV	7	SBS oZ, 19.9.01, PI25+Ti250; DKI 047 LN 01506-04 , Cr optimiert auf PI, an DKI 5.12.01
48	IV	8	SBS oZ, 19.9.01, PI25+Ti200; DKI 048 LN 01506-05 , Cr optimiert auf PI, an DKI 5.12.01
49	IV	9	SBS mZ ^{II} , 3.12.01; Ti500; DKI 049 keine LN, fertig 8.4.02 IMT
50	IV	10	SBS mZ ^{II} , 3.12.01; Ti500; DKI 050 keine LN, fertig 8.4.02 IMF3
51	V=250	1	SBS oZ; 13.11.01; Ti500; DKI 051 keine LN, defekt bei Klebeversuch auf PMMA bei AZ1
52	V	2	SBS oZ; 13.11.01; Ti500; DKI 052 keine LN Sensor defekt
53	V	3	SBS oZ; 13.11.01; Ti500; DKI 053 LN 01575-01 , defekt
54	V	4	SBS oZ; 13.11.01; Ti500; DKI 054 LN 01575-02 , Rahmen defekt, freigeätzt
55	V	5	SBS oZ; 13.11.01; Ti500; DKI 055 LN 01575-03 , defekt
56	V	6	SBS oZ; 13.11.01; Ti500; DKI 056 LN 01575-04 , defekt
57	V	7	SBS mZ ^{II} , 3.12.01; Ti500; DKI 057 keine LN, defekt
58	V	8	SBS mZ ^{II} , 3.12.01; Ti500; DKI 058 keine LN, defekt
59	V	9	SBS mZ ^{II} , 3.12.01; Ti500; DKI 059 LN 01575-05 ,Rahmen defekt
60	V	10	SBS mZ ^{II} , 3.12.01; Ti500; DKI 060 LN 01575-06 , Rahmen defekt

Tab. C.3: Liste der produzierten Sensoren (Fortsetzung).

Index-Nr.			Nachweis Einsatznummer, Erstbeschichtung, Verbleib
If. P- Nummer	Lieferung	Nr. in der Lieferung	
61	VI=125	1	Test SBS mZ^{III} (12SBS); 19.12.01; DKI 061 keine LN.
62	VI	2	Unterlegwafer für 0,25mm-Kavität 7.1.02, an DKI
63	VI	3	SBS mZ^{III} 28.1.02, Test für DKI, an DKI
64	VI	4	Nicht bearbeitet, da Serie SBS mZ^{III} 28.1.02 storniert 30.1.02; Substrat vorhanden, IMF III
65	VI	5	Nicht bearbeitet, da Serie SBS mZ^{III} 28.1.02 storniert 30.1.02; Substrat vorhanden, IMF III
66	VI	6	Nicht bearbeitet, da Serie SBS mZ^{III} 28.1.02 storniert 30.1.02; Substrat vorhanden, IMF III
67	VI	7	Nicht bearbeitet, da Serie SBS mZ^{III} 28.1.02 storniert 30.1.02; Substrat vorhanden, IMF III
68	VI	8	SBS mZ^{III} , Ti500 28.1.01; DKI 068 keine LN, defekt nach Ende bei Ablösung, gelöste LB
69	VI	9	SBS mZ^{III} , Ti500 28.1.02; DKI 069 keine LN, defekt nach Ti-Ätze, Zuschnitt Unterlegwafer, an DKI 7.01
70	VI	10	SBS mZ^{III} , Ti500 28.1.02; DKI 070 keine LN, defekt nach Ende bei Ablösung, gelöste LB
71	VI	11	SBS mZ^{III} , Ti1000 28.1.02; DKI 071 keine LN, gelöste LB, zu Unterlegwafer geschnitten, an DKI 7.01
72	VI	12	SBS mZ^{III} , Ti1000 28.1.02; DKI 072 , defekt nach Ende bei Ablösung, gelöste LB
73	VI	13	Kleb-Unterlage für DKI 068 28.1.01, danach Zuschnitt Unterlegwafer, an DKI 7.01
74	VI	14	Kleb-Unterlage für DKI 069 28.1.01, danach Zuschnitt Unterlegwafer, an DKI 7.01
75	VI	15	Kleb-Unterlage für DKI 070 28.1.01, defekt bei Ablösen
76	VI	16	Kleb-Unterlage für DKI 071 28.1.01, defekt bei Ablösen
77	VI	17	Kleb-Unterlage für DKI 072 28.1.01, ganz, IMF III
78	VI	18	Geritzt 8.4.01; Ti500 keine DKI- und LN (als P64 gelaufen!); fertig, Versatz Cr-Maske, Bruchtest, IMT
79	VI	19	Geritzt 8.4.01; Ti500; keine DKI- und LN, an DKI 29.5.02
80	VI	20	Test Ritzung oZ 26.3.02; an DKI 12.4.02

Tab. C.4: Liste der produzierten Sensoren (Fortsetzung).

Index-Nr.			Nachweis Einsatznummer, Erstbeschichtung, Verbleib
If. P- Nummer	Lieferung	Nr. in der Lieferung	
81	VII=250	1	RmZ Test für DKI, an DKI 12.4.02
82	VII	2	RoZ Test für DKI, an DKI 12.4.02
83	VII	3	Defekt vor Laser
84	VII	4	RoZ 18.4.02; Ti500, DKI 084 LN 01767-01 ; an DKI 1.7.02; LB-Auflösung Ti Reko
85	VII	5	RoZ 18.4.02; Ti500, DKI 085 LN 01767-02 ; an DKI 1.7.02; LB-Auflösung Ti
86	VII	6	RoZ 18.4.02; Ti500, DKI 086 LN 01767-03 ; an DKI 1.7.02
87	VII	7	RoZ 18.4.02; Ti500, DKI 087 LN 01767-04 ; an DKI 1.7.02
88	VII	8	RoZ 18.4.02; Ti500, DKI 088 LN 01767-05 ; MV Cr 28.6.01, Reko, an DKI 25.7.02;
89	VII	9	RmZ 18.4.02; Ti500, DKI 089 LN 01767-06 ; an DKI 1.7.02;
90	VII	10	RmZ 18.4.02; Ti500, DKI 090 LN 01767-07 ; an DKI 1.7.02
91	VII	11	RmZ 18.4.02; Ti500, DKI 091 LN 01767-08 ; MV Cr 28.6.01, Reko, an DKI 25.07.02
92	VII	12	RoZ 18.4.02; Ti1000, DKI 092 LN 01768-01 ; MV Cr 28.6.01, Reko, an DKI 25.07.02
93	VII	13	RoZ 18.4.02; Ti1000, DKI 093 LN 01768-02 ; MV Cr 28.6.01, Reko, an DKI 25.07.02
94	VII	14	RoZ 18.4.02; Ti1000, DKI 094 LN 01768-03 ; MV Cr 28.6.01, Reko, an DKI 25.07.02
95	VII	15	RoZ 18.4.02; Ti1000, DKI 095 LN 01768-04 ; an DKI 9.07.02
96	VII	16	RmZ 18.4.02; Ti1000, DKI 096 LN 01768-05 ; an DKI 9.07.02
97	VII	17	RmZ, 18.4.02; Ti1000, DKI 097 LN 01767-06 ; MV Cr 28.6.01, Reko,; an DKI 9.07.02
98	VII	18	RmZ 18.4.02; Ti500, DKI 098 LN 01767-09 ; an DKI 11.07.02
99	VII	19	RmZ 18.4.02; Ti500, DKI 099 LN 01768-10 ; an DKI 11.07.02
100	VII	20	Defekt vor Laser

Tab. C.5: Liste der produzierten Sensoren (Fortsetzung).

Index-Nr.			Nachweis Einsatznummer, Erstbeschichtung, Verbleib
If. P- Nummer	Lieferung	Nr. in der Lieferung	
101	VIII=125	1	RoZ 13.5.02; Ti500, DKI 101 LN 01797-01 ; an DKI 11.7.02
102	VIII	2	RoZ 13.5.02; Ti500, DKI 102 LN 01797-02 ; an DKI 11.7.02
103	VIII	3	RoZ 13.5.02; Ti500, DKI 103 LN 01797-03 ; an DKI 11.7.02
104	VIII	4	RoZ 13.5.02; Ti500, DKI 104 LN 01797-04 ; an DKI 11.7.02
105	VIII	5	RmZ 13.5.02; Ti500, DKI 105 LN 01797-05 ; an DKI 11.7.02
106	VIII	6	RmZ 13.5.02; Ti500, DKI 106 LN 01797-06 ; an DKI 11.7.02
107	VIII	7	RoZ 13.5.02; Ti1000, DKI 107 LN 01797-01 ; an DKI 18.7.02
108	VIII	8	RoZ 13.5.02; Ti1000, DKI 108 LN 01799-02 an DKI 18.7.02
109	VIII	9	RmZ 13.5.02; Ti1000, DKI 109 LN 01799-03 an DKI 18.7.02
110	VIII	10	RmZ 13.5.02; Ti1000, DKI 110 LN 01799-04 ; fertig & defekt nach Ende
111	VIII	11	RoZ-K5 13.5.02; Ti500, DKI 111 LN 01798-01 ; an DKI 18.7.02
112	VIII	12	RoZ-K5 13.5.02; Ti500, DKI 112 LN 01798-02 ; an DKI 25.7.02, LB-Auflösung Cr Reko
113	VIII	13	RoZ-K5 13.5.02; Ti500, DKI 113 LN 01798-03 ; an DKI 25.7.02
114	VIII	14	RoZ-K5 13.5.02; Ti500, DKI 114 LN 01798-04 ; an DKI 18.7.02
115	VIII	15	RmZ-K5 13.5.02; Ti500, DKI 115 LN 01798-05 ; an DKI 18.7.02
116	VIII	16	RmZ-K5 13.5.02; Ti500, DKI 116 LN 01798-06 ; an DKI 22.7.02
117	VIII	17	RoZ-K5 13.5.02; Ti1000, DKI 117 LN 01800-01 ; IMF3
118	VIII	18	RoZ-K5 13.5.02; Ti1000, DKI 118 LN 01800-02 ; an DKI 22.7.02
119	VIII	19	RmZ-K5 13.5.02; Ti1000, DKI 119 LN 01800-03 ; an DKI 22.7.02
120	VIII	20	RmZ-K5 13.5.02; Ti1000, DKI 120 LN 01800-04 ; an DKI 22.7.02

Tab. C.6: Liste der produzierten Sensoren (Fortsetzung).

Erläuterungen:

LB:	Leiterbahn
LN:	Losnummer
MV:	Maskenversatz
mZ:	mit Zahnung = mit Schlitzen zur Wärmeisolierung
oZ:	ohne Zahnung
PI:	Polyimid
Reko:	Rekonstruktion bzw. Wiederverwendung und Wiederholung ab jeweiligem Stadium
RmZ:	Ritzung mit Zahnung
RmZ-K5:	Ritzung mit Zahnung für 5mm-Kavität
RoZ:	Ritzung ohne Zahnung
QV:	unzulässige Querverbindung
SBS:	Sollbruchstellen (8Stück)
SBS <i>mZ^{II}</i> :	8 Sollbruchstellen, optimierte Schlitze
SBS <i>mZ^{III}</i> :	12 Sollbruchstellen

Am IMF III vorhandene ganze leere Substrate, entsprechende laufende Wafer-Nr.:

0,6 mm: 10, 11,12

0,125 mm: 64, 65, 66, 67, 73,77

Geschnittene Wafer leer/entleert, nach laufender Wafer-Nr.:

0,6 mm: 3, 16, 18, 23, 35

0,25 mm: 54

Geschnittene Wafer unfertig, nach laufender Wafer-Nr.:

0,6 mm: 16, 36

0,25 mm: 57,58

Geschnittene Wafer fertig, nach laufender Wafer-Nr.:

0,6 mm: 50

0,125 mm: 117

Anhang D: Bilder der Sensoren

Sensor ohne Zahnung (Strukturierung per Formabtrag, 125 μm -Wafer)

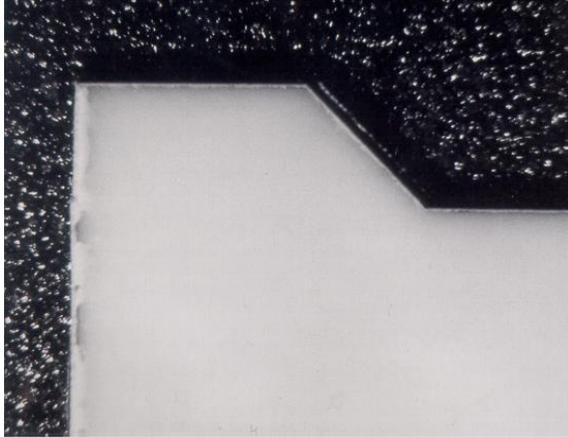


Abb. D.1: Sensor leer (geschnitten, Muster P04).



Titanschicht 500 nm (101).

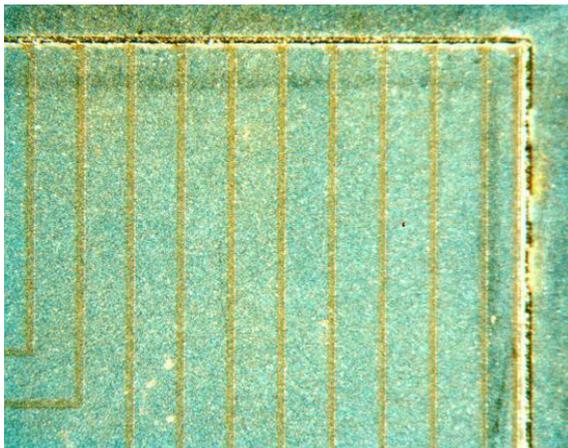
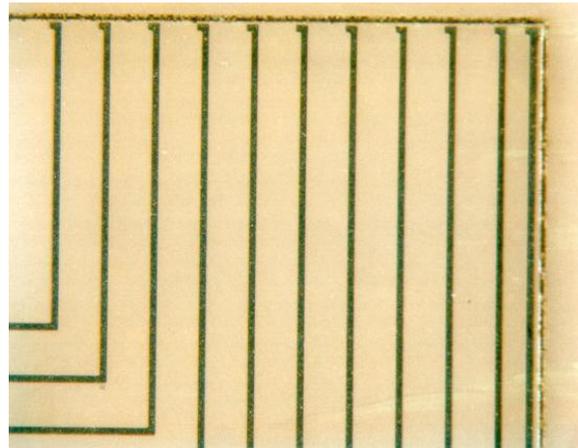


Abb. D.2: AZ-Lack 1 auf Titan (101).



Titan geätzt (101).

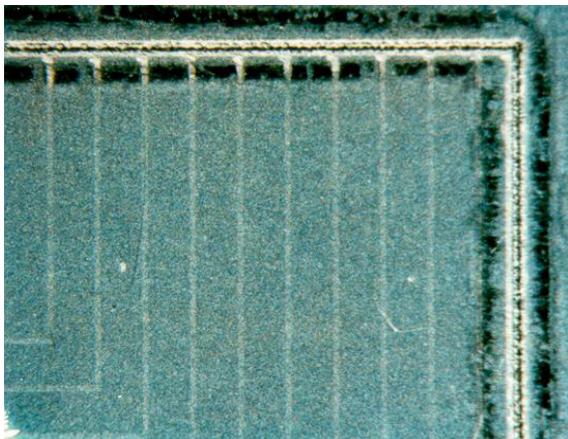
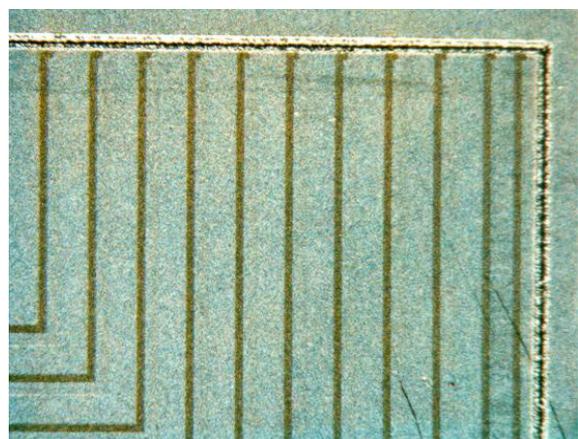


Abb. D.3: Chromschicht auf Titan-Struktur (092).



AZ-Lack 2 auf Chromschicht (084).

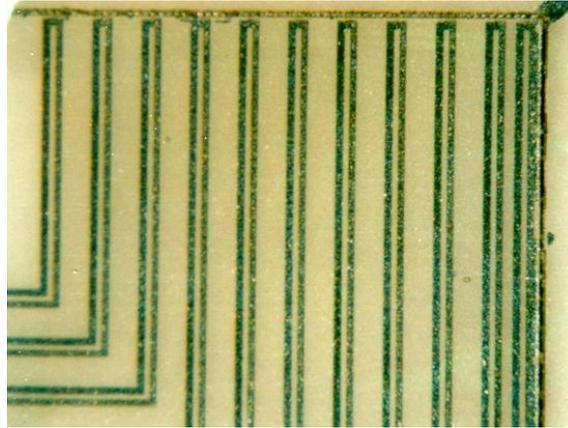


Abb. D.4: Sensor nach Chrom-Ätzung, vor Vereinzelung.

Sensor mit Zahnung (Strukturierung per Formabtrag, 125 μm -Wafer)

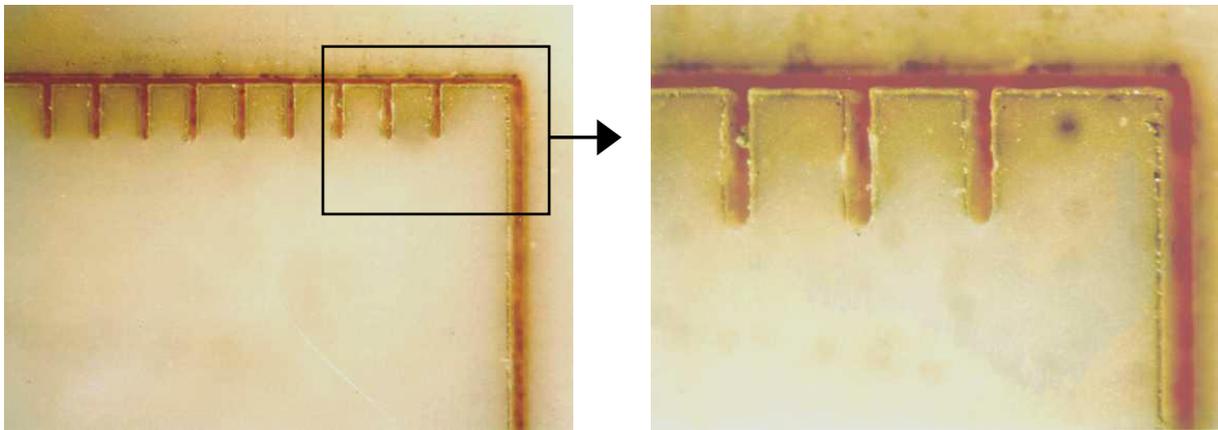


Abb. D.5: Unbehandelter und mit Kammstruktur versehener Sensor (Sensor 069);
links: Orte der Messstellen T-4 bis T+5, rechts: Vergrößerung auf T+3 bis T+5.

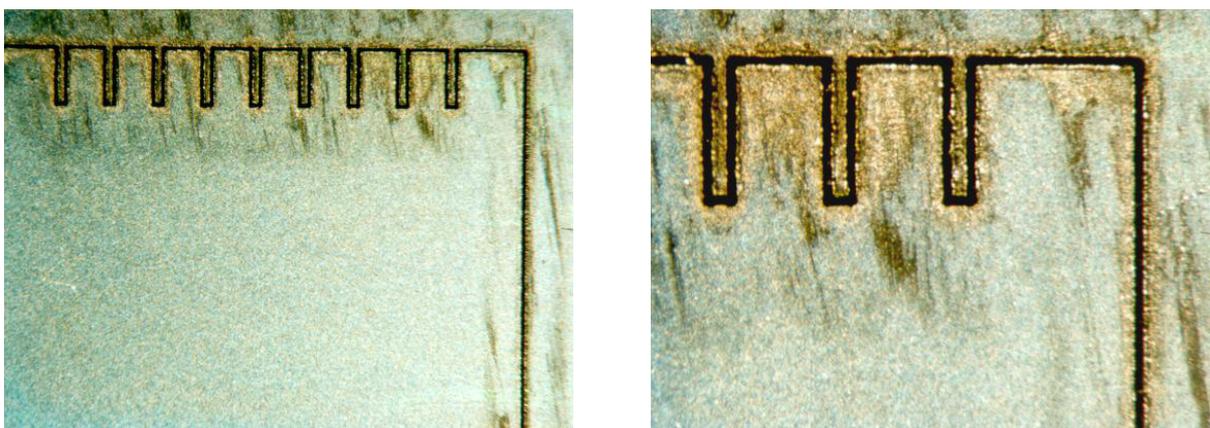


Abb. D.6: Beschichtung mit Titan (Sensor 079);
links: Orte der Messstellen T-4 bis T+5, rechts: Vergrößerung auf T+3 bis T+5.

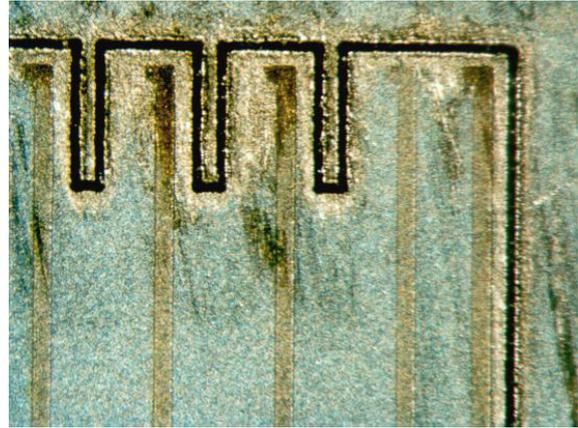
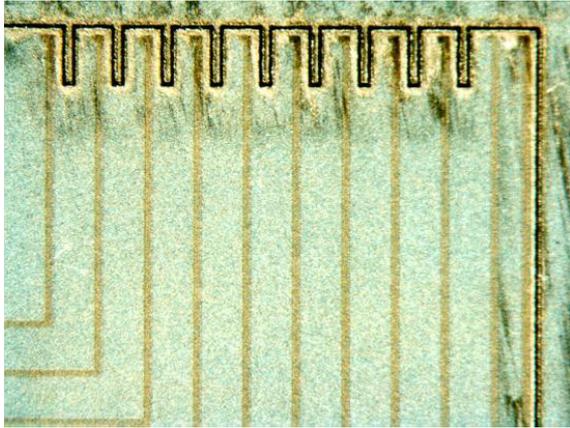


Abb. D.7: Beschichtung mit AZ-Lack 1 auf Titan (Sensor 105);
links: Orte der Messstellen T-4 bis T+5, rechts: Vergrößerung auf T+3 bis T+5.

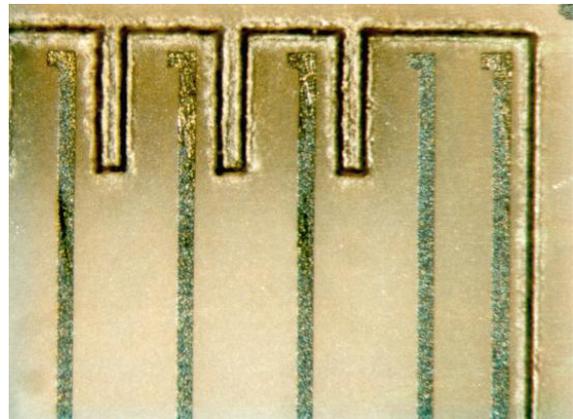
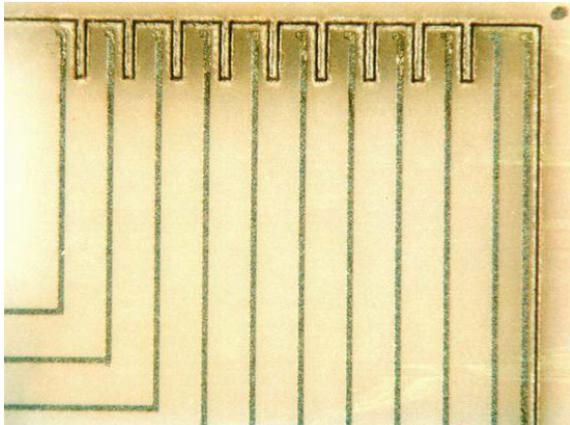


Abb. D.8: Geätzte Titanschicht (Sensor 105);
links: Orte der Messstellen T-4 bis T+5, rechts: Vergrößerung auf T+3 bis T+5.

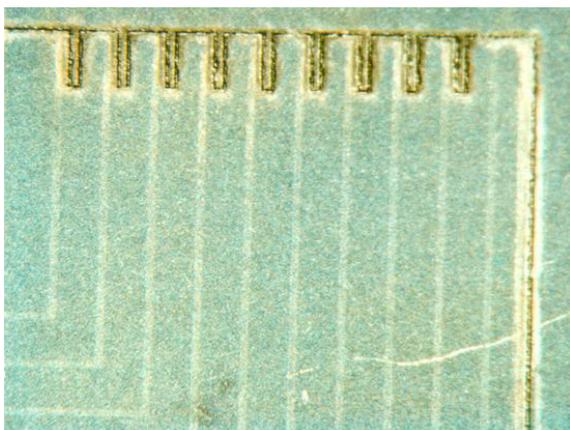


Abb. D.9: Chrom-Schicht auf Titan-Struktur (Sensor 079);
links: Orte der Messstellen T-4 bis T+5, rechts: Vergrößerung auf T+3 bis T+5.

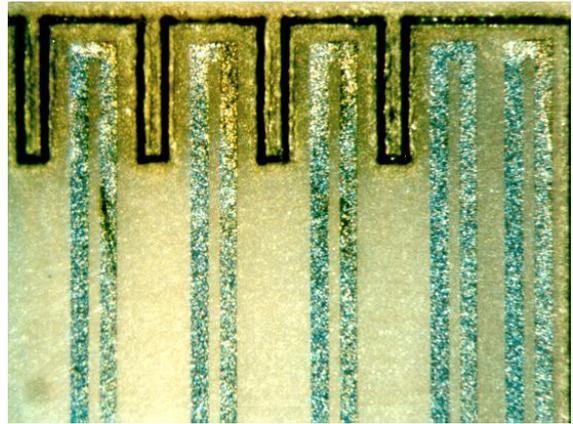
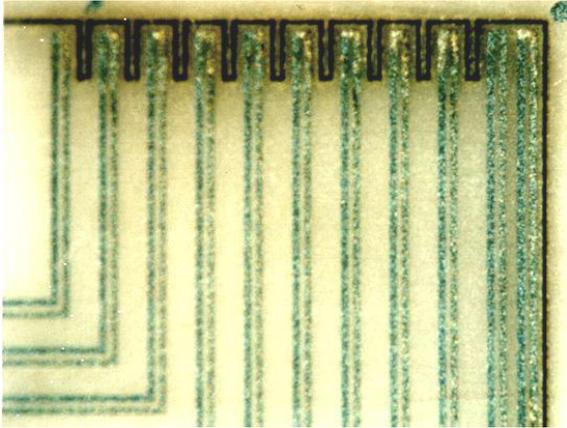


Abb. D.10: Fertiggestellter Sensor (Sensor 105);
links: Orte der Messstellen T-4 bis T+5, rechts: Vergrößerung auf T+3 bis T+5.

Polyimidbeschichtung und Verzahnung (0,6 mm-Wafer)

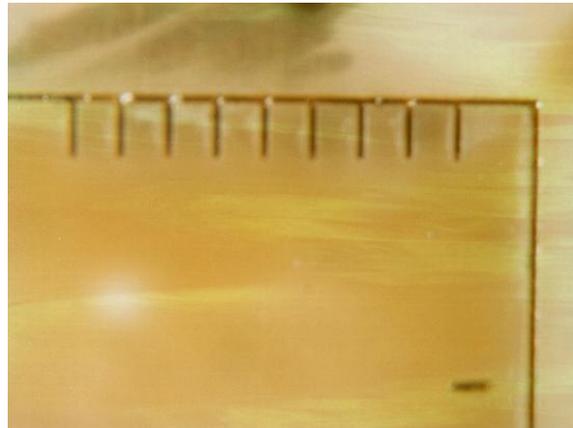
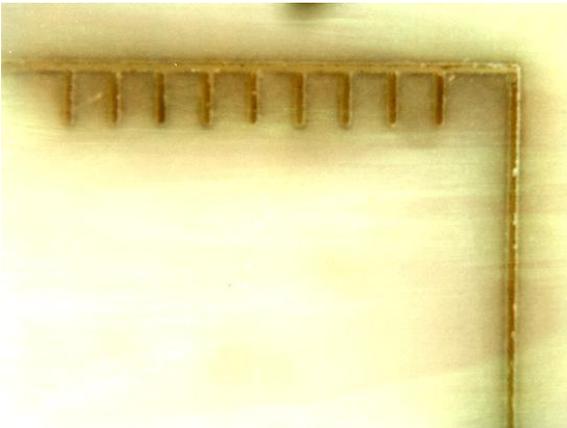
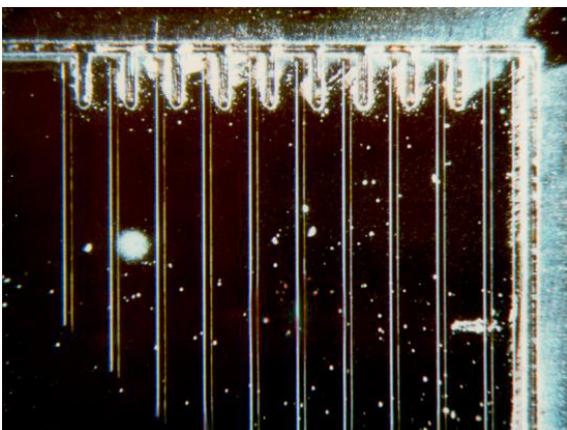
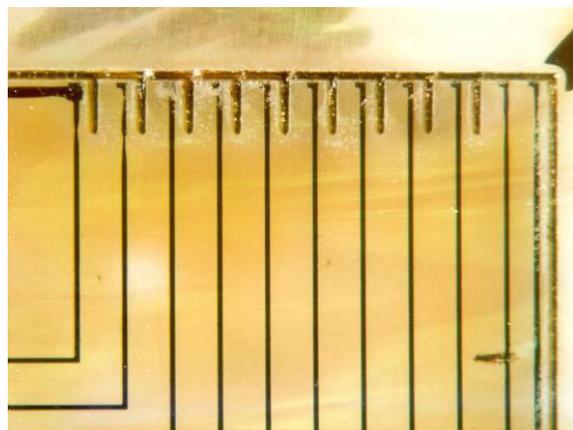


Abb. D.11: Verzahntes Substrat leer (034)

Polyimidschicht von 2 µm Dicke auf Keramiksubstrat (Sensor 034).



AZ-Lack1 auf Titanschicht 250 nm (035)



Titan geätzt (035)

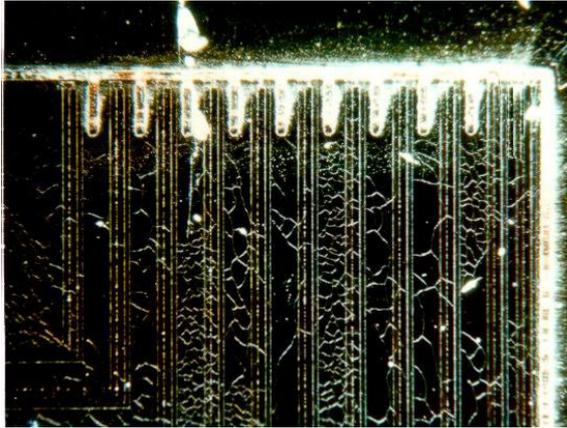
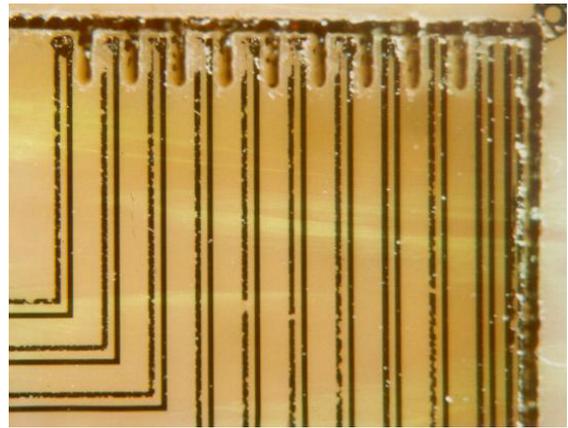


Abb. D.12: AZ-Lack 2 auf Chrom (Sensor 25)



Chrom geätzt (Sensor 30)

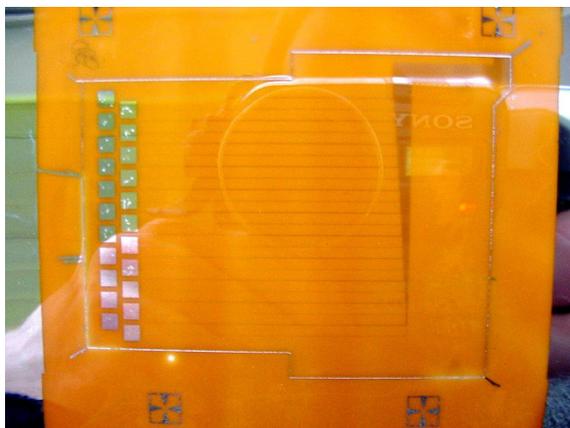


Abb. D.13: Polyimidschicht von 25 µm Dicke. Sensor 048 nach Fertigstellung.

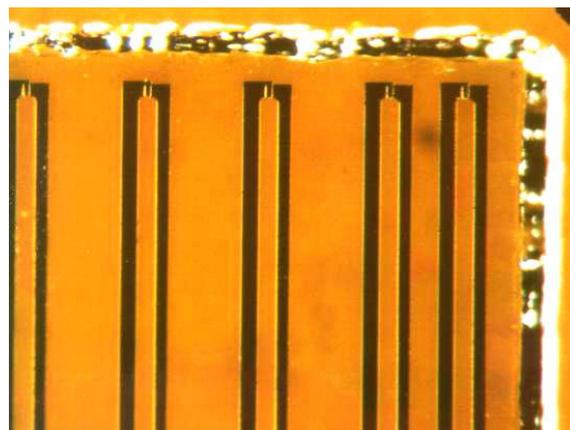
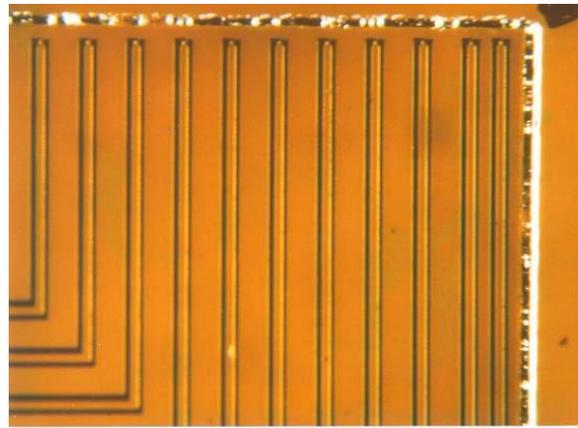


Abb. D.14: Detail von Sensor 048 nach Fertigstellung.