

Forschungsbereich A: Metall (M) / Halbleiter (HL)

	Subtraktiv	Additiv
M	A3: ECM - Toolbox	A4: Charakterisierung und Einsatz von Mikrolaserschmelzen (MLS) in der Medizintechnik
M	A5: Prozesse zur Strukturierung von Oberflächen funktioneller Metall-Polymer-Interfaces in elektronischen Bauelementen	A8: Strukturierungsmethoden für kapillare Freiformen

Forschungsbereich B: Polymer (P) / Keramik (K)

	Subtraktiv	Additiv
P	B3: Herstellung und Charakterisierung ultra-dünner oxidischer Nanoschichten für neuartige Silizium-Solarzellenstrukturen	B2: Template-basiertes Abformen von Polymeren
K	B5: Abtragsmechanismen bei der Funkenerosion nichtleitender Keramiken	B4: Generierung von bioaktiven mikro- und nanostrukturierten Oberflächen
		B8: Mikrostrukturierung präkeramischer Polymere zur Realisierung funktionaler keramischer Dünnschichten

A3: Entwicklung einer Prozess-Toolbox zur elektrochemischen Mikrobearbeitung

Projektleiter: C. Müller

Kooperationspartner: H. Mozaffari, J. Rühle

Beantragte Promotionsstipendien: 1

Ziel des Projektes ist die Entwicklung eines „Baukastensystems“ mit dessen Hilfe mikrotechnische Anwendungen für die elektrochemische Bearbeitung (ECM) verlässlich vorhergesagt werden können.

Auf Datenbasis der bestehenden Veröffentlichungen und der gewonnenen Messdaten soll ein Baukasten für die elektrochemische Bearbeitung erstellt werden, welcher durch zuverlässige Vorhersagen kleinere Strukturen und Toleranzen ermöglicht. Dieses kann anhand von Beispielstrukturen mit den bestehenden ECM-Anlagen hergestellt und mittels verschiedener Messmethoden qualifiziert werden. Dadurch eröffnet sich für die elektrochemische Bearbeitung ein breites industrielles Anwendungsfeld.

Stand der Forschung

Mit dem ECM-Verfahren lässt sich eine breite Palette an metallischen Werkstoffen unabhängig von deren mechanischen Eigenschaften bearbeiten ohne die Materialeigenschaften wesentlich zu beeinflussen [1]. Dieses Bearbeitungsverfahren zeichnet sich durch eine hohe Bearbeitungsgeschwindigkeit unter anderem auch durch die mögliche Parallelisierung aus. Begrenzt wird die Anwendung in der Mikrotechnik durch die minimal erreichbaren Strukturgrößen. Im Gegensatz hierzu wurde gezeigt, dass auch die Mikrobearbeitung von metallischen Werkstoffen mit speziellen Verfahrensvarianten möglich ist [2, 3]. Dazu findet das sog. μ ECM-Verfahren Anwendung welches mit sehr kurzen Pulsen arbeitet. Zwar können hiermit kleine Strukturen mit Abmessungen im Bereich von 20 μ m hergestellt werden, die Bearbeitungszeit ist allerdings durch die kurze Pulslänge sehr groß.

In eigenen Arbeiten wurde die Möglichkeit aufgezeigt mit verschiedenen mikrostrukturierten Werkzeugen, u.a. Kohlenfasern und strukturierte Siliziumwerkzeuge, zu arbeiten, welche durch ihre Dimensionen in der Größe von 5-7 μ m eine deutliche Reduzierung der Strukturgrößen zu lassen [4].

Im GenMik-Graduiertenkolleg werden zurzeit die thermodynamischen und kinetischen Bedingungen im Arbeitsspalt zwischen Werkzeug und Werkstück untersucht und in einer Prozessdatenbank katalogisiert. Außerdem wird der Einfluss der Spülbedingungen auf den Strukturierungsprozess untersucht. Im Rahmen einer zweiten Arbeit wird zusätzlich der Einfluss der Oberflächenstruktur auf das thermodynamische Verhalten charakterisiert.

Projektbeschreibung und Vernetzung

Zur Überwindung der bestehenden Einschränkungen beim Einsatz der elektrochemischen Bearbeitung für die Mikrostrukturierung, ist es notwendig ein zuverlässiges Vorhersagemodell zu entwickeln, welches Dimensionen und Toleranzen planbar macht. Hierzu sollen vorhandene Prozesse auf wichtige Kernparameter, wie Arbeitsspaltbreite, Rauheit, Abtragsrate, hin untersucht werden. Die hierzu notwendigen Messmethoden stehen an der Universität Freiburg und Hochschule Furtwangen zur Verfügung. Außerdem ist es ebenfalls notwendig den Einfluss der Kornstruktur des Werkstückes auf den Prozess zu bestimmen. Dies kann in Zusammenarbeit mit der Arbeitsgruppe von Prof. Mozaffari geschehen, da diese über geeignete elektrochemische Mikromessverfahren, sowie über EDX- und XRD-Anlagen verfügt.

In einem nächsten Schritt müssen geeignete Werkzeuge generiert werden, welche ein elektrochemisches Freiformen ermöglichen, unter Berücksichtigung der optimalen

Strömungssituation. Hierzu kann auf die komplette Palette an mikrosystemtechnischen Fertigungsprozessen zurückgegriffen werden.

Ein zusätzlicher Fortschritt kann die Kombination der elektrochemischen Strukturierung (ECM) mit dem Verfahren der gepulsten elektrochemischen Bearbeitung (μ ECM) sein, um eine Steigerung der Geschwindigkeit der μ ECM bei gleichzeitiger Verbesserung der Genauigkeit der ECM zu erreichen.

Im letzten Schritt sollen die Ergebnisse in einer Prozesstollbox zusammengeführt werden, die eine Vorhersage der relevanten Parameter, wie Spannung, notwendiger Arbeitsabstand, Spülgeschwindigkeit etc., zulässt, um eine mikrostrukturierte Geometrie innerhalb der gewünschten Toleranzen zu erhalten.

Arbeitsplan

Der Arbeitsplan für das vorgeschlagene Projekt beinhaltet folgende Punkte:

- Charakterisierung der bekannten Strukturierungsprozesse
- Charakterisierung des Materialeinflusses auf den Prozess
- Kombination von ECM- und μ ECM-Verfahren zur Steigerung von Prozessgeschwindigkeit und Präzision
- Aufbau einer Prozesstoolbox zur Vorhersage von elektrochemischen Mikrostrukturierungsprozessen

Dissertationsthema:

Entwicklung einer Prozess-Toolbox zur elektrochemischen Mikrobearbeitung

Literatur

[1] R. Förster, "Untersuchung des Potentials elektrochemischer Senkbearbeitung mit oszillierender Werkzeugelektrode für Strukturierungsaufgaben der Mikrosystemtechnik," Dissertation, Univ, Göttingen, Freiburg im Breisgau, 2004.

[2] V. Kirchner, "Elektrochemische Mikrostrukturierung mit ultrakurzen Spannungspulsen," Dissertation, Freie Univ, Berlin, 2001.

[3] R. Schuster, "Electrochemical Micromachining," Science, vol. 289, no. 5476, pp. 98–101, 2000.

[4] C. Blattert, C. Müller and H. Reinecke, "Micromachined Silicon Electrodes for Electrochemical Micromachining," 4 M 2008 Proceedings, Whittles/4M Network of Excellence, eds. S. Dimov and W. Menz, Cardiff/ UK, 2008, 153-156.

A4: Charakterisierung und Einsatz von Mikrolaserschmelzen (MLS) in der Medizintechnik

Projektleiter: H. Mozaffari

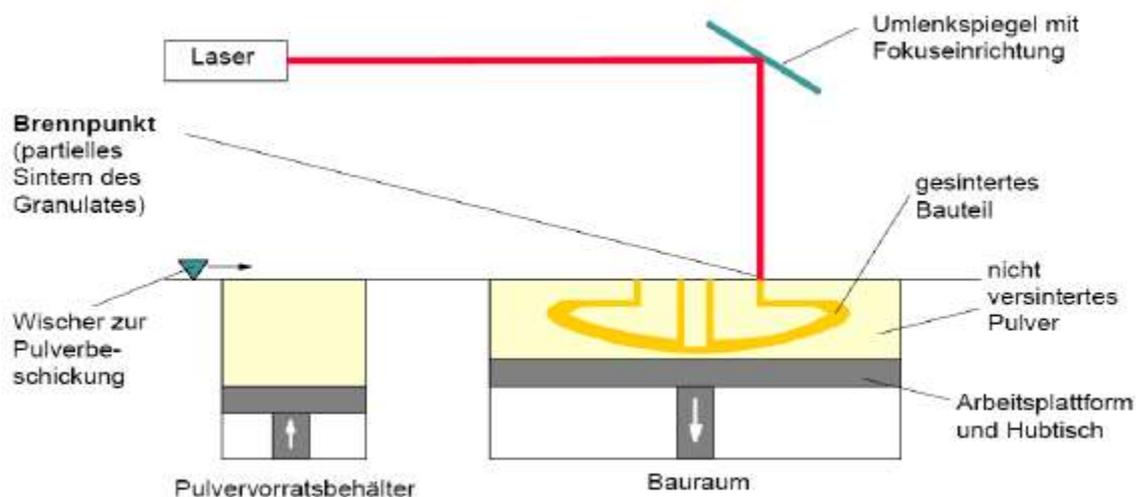
Kooperationspartner: H. Reinecke

Beantragte Promotionsstipendien: 1

Ziel des beantragten Forschungsvorhabens ist es, die Grundlagen für die Anwendung des Mikrolaserschmelzens (MLS) als Fertigungsverfahren für den Bereich Medizintechnik bereitzustellen und die damit verbundenen materialwissenschaftlichen Fragestellungen zu erforschen. Das Vorhaben soll in einem Konsortium aus Anlagenhersteller, Pulverlieferant, Komponentenanwender, Universität Freiburg sowie Hochschule Furtwangen erforscht werden.

Stand der Forschung

Laser-Prototyping wird als Fertigungsverfahren für einige Industriezweige bereits eingesetzt. Die Anwendung dieser Verfahren in der Medizintechnik ist sehr umstritten. Dies beruht zum größten Teil darauf, dass die Eigenschaften derartiger Produkte noch nicht ausreichend untersucht sind. Die Anwendung des Mikrolaserschmelzens (MLS) für die Herstellung von z. B. Mikrobauanteilen in der Medizintechnik könnte einen Wandel in der Medizintechnikbranche verursachen und vollkommen neue Gestaltungsmöglichkeiten anbieten.



Funktionsprinzip: Links der Vorratsbehälter, aus dem Pulver auf der Arbeitsplattform in einer dünnen Schicht mit einem Wischer verteilt wird. Der Laser fährt über das Pulver und verschmilzt im Brennpunkt das Material zu einem Bauteil. Durch Senken der Plattform wächst das Teil schichtweise weiter. Am Schluss wird das nicht versinterte Pulver entfernt.
Quelle: inspire irpd

Projektbeschreibung

Das Laserschmelzen vereint vier signifikante Vorteile:

1. Die Realisierung neuer Formen, wie z. B. geschwungene Kanäle oder Hinterschnitte, die spanend nicht herstellbar sind.

2. Die Integration bzw. Kombination von verschiedenen Bauteilen, wodurch Montagekosten gesenkt werden können und Produktionsabläufe optimierbar sind.
3. Einfacher Transfer von CAD-Daten auf die Maschine zur Produktion innerhalb weniger Stunden.
4. Hohe Stückzahlflexibilität durch individuelle Zusammenstellung der zu produzierenden Bauteile auf einer Trägerplatte.

Um die positiven Vorteile derartiger Prozesse in der Medizintechnik nutzen zu können, müssen die Eigenschaften der mit MLS hergestellten Produkte genauestens untersucht werden. Die Bauteileigenschaften werden verstärkt beeinflusst durch die eingesetzten Ausgangsmaterialien - sprich das Metallpulver - und die Prozessführung (hier wird nicht ein Volumenwerkstoff erhitzt, sondern nur ein Pulverpartikel). Somit ergeben sich für das Bauteil andere makroskopischen Eigenschaften. Teilweise liegen die Festigkeiten der Komponenten über denen des Volumenmaterials und beeinflussen deren Bauteilverhalten bei den Langzeitbelastungen. In diesem Projekt sollen gemeinsam mit den oben genannten Kooperationspartnern sowohl die geometrischen und topologischen Eigenschaften der hergestellten Bauteile, wie erreichbare Wanddicken und Maßgenauigkeiten, als auch die Oberflächengüte der so hergestellten Teile untersucht werden. Eine der materialwissenschaftlichen Fragen, die im Rahmen des Projektes erforscht werden müssen, ist der Einfluss des Prozesses auf das Materialverhalten während des Sintern. Vor allem können hier Seigerungserscheinungen und gebildete Karbide sowie entstandene spröde Sigma-Phasen Probleme verursachen, die das mechanische, aber auch das Korrosionsverhalten von derartigen Bauteilen stark beeinflussen.

Arbeitsplan. Der Arbeitsplan für die vorgeschlagenen Projekte beinhaltet folgende Punkte:

- Untersuchung des Materialverhaltens in Abhängigkeit von der Laserleistung
- Untersuchung des Diffusionsverhaltens der beteiligten Legierungselemente während des Sintervorgangs
- Metallkundliche Untersuchung der Bauteile (Analyse des Mikro- und Makrogefüges)
- Untersuchung der mechanischen Eigenschaften der Bauteile
- Analyse von Dichte und Porosität der Bauteile

Dissertationsthemen

- Materialentwicklung und Charakterisierung der Metallpulver für die Anwendung des MLS-Verfahrens in der Medizintechnik
- Anwendung und Optimierung des MLS-Verfahrens in der Medizintechnik

Literatur

1. Selektives Laserschmelzen für die Verarbeitung dentaler Legierungspulver. In: Quintessenz Zahntechnik 35 (2009), S. 1.112-1.125, Strietzel, R.
2. Festigkeit lasergesinterter Brückengerüste aus einer CoCr-Legierung. In: Quintessenz Zahntechnik 34 (2008), S. 140-149, Fischer, J.; Stawarczyk, B.; Trottmann, A.; Hämmerle.

A5: Prozesse zur Strukturierung von Oberflächen funktioneller Metall-Polymer-Interfaces in elektronischen Bauelementen

Projektleiter: J. Wilde

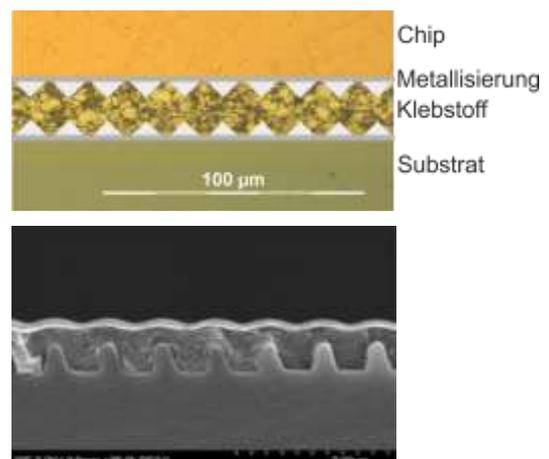
Kooperationspartner: H. Reinecke, C. Müller

Beantragte Promotionsstipendien: 1

Ziel dieses Forschungsvorhabens ist die Entwicklung einer Methode zur Mikrostrukturierung von inneren und äußeren Oberflächen von Bauteilen der Leistungselektronik, um beim Kleben thermische Polymer-Metall-Grenzflächen mit niedrigen thermischen Übergangswiderständen zu erreichen.

Stand der Forschung. Das Leitkleben ist eine Standardtechnologie bei der Montage elektronischer Halbleiterbauelemente auf Wärmesenken. Elektrisch oder thermisch hoch leitfähige Klebmaterialien haben nahezu alle Anwendungen der Mikrosystemtechnik wie Sensorik, Optik oder Mikroelektronik erschlossen [1]. Trotz intensiver Anstrengungen war es aber nicht möglich, damit Anwendungen der Leistungselektronik hoher Leistungsdichte zu erschließen. Für die derzeit verfügbaren Klebstoffe werden zwar Bulk-Leitfähigkeiten angegeben, welche nahezu den Metallen (SnAg-Lot) entsprechen, es gelingt aber nur ansatzweise, diese in realen Bauelementen auszunutzen [2]. Neuere Forschungen zeigen, dass die wesentliche Ursache Polymer-Metall-Interfaces sind, welche quasi als Dämmschichten wirken [3]. Dabei liegt die Dicke der kritischen Polymerschicht im Bereich von 1 μm . Es ist aber zu erwarten, dass durch die Eliminierung solcher Grenzschichten durchgängig metallische Wärmepfade erzeugt werden können. Das hier vorgestellte Konzept sieht dazu die Erzeugung deterministischer Wärmeleitstrukturen innerhalb der Klebstoffe und die Mikrostrukturierung der Fügepart-Oberflächen vor.

Abb. 1: Oben: Mögliches Design der strukturierten Oberflächen mit zwischenliegendem Klebspalt. Unten: Strukturierte Metallisierung einer Solarzelle. (Quelle: Fraunhofer ISE)



Projektbeschreibung und Vernetzung. In dem vorliegenden Vorhaben soll das hoch praxisrelevante Thema der elektronischen Fertigungstechnik wissenschaftlich auf der Basis der Theorie der Verbundwerkstoffe in Kombination mit modernen Generierungsverfahren von Mikrostrukturen an Bauteiloberflächen behandelt werden. Im Zentrum der beantragten Arbeiten steht die Eliminierung von Polymer-Metall-Interfaces quer zum Wärmestrom und die Erzeugung wirkungsvoller metallischer Wärmepfade. Dabei sollen die thermischen Eigenschaften durch Metallstrukturen und die Adhäsion durch Polymere generiert werden.

Wesentliche Randbedingung aller Konzepte ist die Kompatibilität zu Prozessabläufen und Qualitätsanforderungen der Mechatronik. Im Hinblick auf Interfaces sind auf Leistungsbau-elementen und Wärmesenken Oberflächenstrukturierungen herzustellen, welche beim nachfolgenden Kleben metallische Bindung an die Klebstofffüllstoffe aufbauen. Dazu erscheinen insbesondere pyramidenartige Topologien ähnlich einer Haifischhaut mit Dimensionen im Bereich von 1 bis 10 μm gut geeignet, Abb. 1. Zur Oberflächen-

strukturierung sollen die in Genmik bereits vorhandenen additiven und subtraktiven Methoden wie Elektrochemie, Galvanik, mechanische Bearbeitung, Laserstrukturierung, Photolithographie oder Prägen angewendet werden. Das Vorhaben ist daher mit einer hohen Anzahl anderer Genmik-Arbeiten eng vernetzt, da es intensiv deren Prozesstechniken nutzt. Daneben sollen durch Galvanoformung oder Prägetechnik Wärmeleitstrukturen erzeugt werden, welche einerseits bereits bei geringen Metallanteilen hohe Leitfähigkeit und andererseits hohe Flexibilität der Klebstoffe erzeugen. Auch hierfür bieten sich intensive Zusammenarbeiten, insbesondere mit IMTEK PRO an.

Arbeitsplan. Der Arbeitsplan für die vorgeschlagenen Projekte beinhaltet folgende Aspekte:

- Analyse der Beiträge von Materialien und Grenzflächen zum thermischen Übergangswiderstand in metallisch gefüllten Leitklebverbindungen.
- Modellbildung und Konzept zur inneren Strukturierung von Klebstoffschichten durch integrierte, mikrotechnisch hergestellte Wärmeleitstrukturen.
- Herstellung von Klebverbindungen mit inneren, deterministischen Wärmeleitstrukturen.
- Konzept zur Minimierung thermischer Grenzflächeneinflüsse in Polymer-Metallsystemen durch geeignete Oberflächentopologie der elektronischen Bauteile.
- Erprobung von Prozessen zur nachträglichen Strukturierung der Oberflächen von Leistungsbau-elementen und Wärmesenken im Hinblick auf lokalisierte metallische Bindung.
- Aufbau von leistungselektronischen Musterschaltungen und Erprobung der system-relevanten Eigenschaften.

Dissertationsthemen.

- Herstellung und Modellierung deterministischer metallischer Mikrostrukturen zur Integration in thermische Hochleistungsklebstoffe
- Strukturierung metallischer Bauelementoberflächen und Modellierung thermischer Widerstände in leistungselektronischen Systemen

Literatur

1. Gesang, T.; Schäfer, H.; Wilde, J.: Kleben in der Elektronik – Forschungsbedarf und Marktpotentiale. DVS-Bericht 257, Düsseldorf, DVS-Verlag, 2009, ISBN 978-3-87155-259-5
2. J. Ocklenburg, J.; Rastjagaev, E.; Wilde, J.: Investigation of modern electrically conductive adhesives for die-attachment in power electronics applications." Proc. ECTC 2013, IEEE 2013.
3. Kleemeier M.: Bedeutung der Füge-teiloberflächen für die Wärmeleitung von Klebeverbindungen. Abschlussbericht AiF-IGF-Vorhaben 15.675 N, IFAM – Fraunhofer Institut für Fertigungstechnik und angewandte Materialforschung, 2010.

A8: Strukturierungsmethoden für kapillare Freiformen

Projektleiter: U. Mescheder

Kooperationspartner: H. Reinecke, Rühle, J. Wilde

Beantragte Promotionsstipendien: 1

In dem beantragten Forschungsvorhaben sollen neuartige, mit planarer Technologie kompatible Strukturierungsmethoden zur Erzeugung kapillarer Freiformen entwickelt und untersucht werden. Ein besonderes Augenmerk soll dabei auf die Untersuchung der Erzeugbarkeit solcher Kapillarstrukturen in Materialien gelegt werden, die direkt in typischen mikrofluidischen Anwendungen genutzt werden können.

Stand der Forschung. Die Oberflächenmikromechanik mit der sogenannten Opferschichttechnik hat sich zur Erzeugung beweglicher Strukturelemente in planarer Technik etabliert. [1,2]. Die Formenvielfalt ist hierbei allerdings begrenzt und beschränkt sich auf zungenartige (Biegebalken für Beschleunigungssensoren oder Gyroskope) und membranartige (dünne Platten für Drucksensoren oder Mikrofone) Strukturelemente. Ein Ansatz zur Erzeugung hermetisch abgeschlossener Kavitäten über eine bei sehr hohen Temperaturen (1000°C) initiierte, selbstorganisierte Strukturumwandlung in einem zuvor über einen Anodisierungsschritt erzeugtem porösen Material wurde in [3] vorgestellt. Ein anderer Forschungsansatz verwendet zwar elektrochemische Anodisierung, benötigt allerdings keinen Hochtemperaturschritt zur Ausformung der einige Mikrometer unter der Oberfläche entstehenden kapillaren Strukturen [4, 5]. Neben diesen subtraktiven Strukturierungstechniken sind jüngst auch additive, elektrochemische Techniken zur Erzeugung solcher Strukturen untersucht worden [6].

Auch wenn die Realisierbarkeit vergrabener, kanalartiger Strukturen in planarer Technik grundsätzlich gezeigt wurde, so besteht noch Forschungsbedarf zum Verständnis der grundlegenden Prinzipien, die insbesondere die Steuerbarkeit der kapillaren Freiformoberfläche und v.a. die im Hinblick auf die Verwendung solcher Kapillarstrukturen äußerst wichtigen Oberflächeneigenschaften bestimmen. Eine weitere Forschungsfrage ist die Dichtigkeit der Strukturen (in [3] wird z.B. eine zusätzliche Schicht benötigt, die dann als eigentliche Membran fungiert und die Dichtigkeit gewährleistet).

Projektbeschreibung und Vernetzung. In diesem Projekt sollen sowohl additive wie subtraktive, mit konventioneller Planartechnik kompatible Strukturierungsmechanismen für kanalartige, hermetisch geschlossene Kanalstrukturen untersucht werden. Bei den subtraktiven Methoden soll insbesondere ausgehend von einem Verfahren zur 3D-Freiformherstellung die Übertragbarkeit auf vergrabene, kapillare Strukturen erforscht werden. Hierzu sind komplexe Modelle zu den elektrochemischen Vorgängen (Stromprofile, Diffusion, elektrochemische Reaktionskinetik gegebenenfalls Abtransport von Reaktionsprodukten über Diffusion) und hierauf abgestimmte experimentelle Untersuchungen erforderlich. Für die bisher noch nicht gezeigte Erzeugung von Freiformoberflächen ist insbesondere das Verständnis über den kritischen, stromabhängige

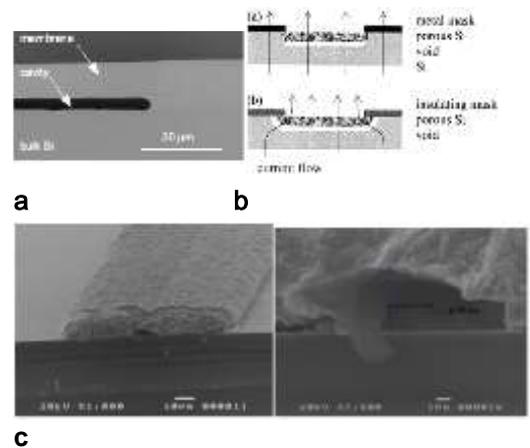


Abb. 1: Beispiele für kapillarartige Freiformoberflächen, a: Kavität als Referenzdruckkammer für Drucksensor, hergestellt durch thermisch induzierte Umwandlungsprozesse im verwendeten porösen Silizium [3], b: vergrabene Strukturen durch elektrochemisches Ätzen (hier im „polishing-mode“) [4], c: additiv erzeugte Kanalstruktur in Cu [6]

Übergangs von einem Electro-Polishing-Mode zu einem Mode, bei dem die Generierung von porösen Strukturen dominiert, von prinzipieller Bedeutung.

Im Bereich der additiven Verfahren über die elektro-chemische Abscheidung (Electro-plating) ist die Beschreibung (Modellierung/Simulation und experimentelle Validierung) und dann gezielte Einstellung der lateralen und vertikalen Wachstumsraten erforderlich, um dieses Verfahren zur Erzeugung vergrabener Kanalstrukturen anwendbar zu machen.

Eine Kombination subtraktiver und additiver Verfahren beruht auf der Gray-Scale-Lithographie in Verknüpfung mit speziellen Oberflächenaktivierungsverfahren, die Phasentrennung belichteter und unbelichteter Bereich in den hierbei verwendeten photolithographisch strukturierbaren Polymeren (bevorzugt auf Silikonbasis) ermöglichen.

Neben den Strukturierungsverfahren selbst müssen auch materialspezifische Fragen erforscht werden, insbesondere die Materialkenndaten (mechanische Eigenschaften, Diffusions- und fluidische Eigenschaften) auf der Mikroskala.

Die Arbeiten sind in Zusammenarbeit mit den Arbeitsgruppen **H. Reinecke** (elektrochemische Prozesse) und **J. Rühle** (Oberflächenaktivierung) sowie **J. Wilde** (mechanische Charakterisierung und Zuverlässigkeit der Kapillarstrukturen) vorgesehen.

Arbeitsplan:

- Ermittlung der Prozess- und Designparameter für subtraktive elektro-chemische Verfahren zur Erzeugung von hermetisch dichten Kanalstrukturen
- Untersuchung der Morphologie und der Materialeigenschaften der Kanalstrukturen (incl. der einbettenden Umgebung)
- Integration von Verfahren zum gezielten Zugang zu den vergrabenen Kanalstrukturen
- Ermittlung der Prozess- und Designparameter für additive elektro-chemische Verfahren zur Erzeugung von geöffneten/hermetisch dichten Kanalstrukturen
- Untersuchung der Materialeigenschaften der additiv hergestellten Strukturen (insbesondere Dichtigkeit)
- Prozessentwicklung für Kanalstrukturen in Polymeren (Grayscale-Lithographie, Synthese von photoempfindlichen Silikonen, Oberflächenaktivierung zur Ausbildung einer definierten Phasentrennung im Polymer (belichtet/unbelichtet).
- Materialuntersuchungen (mechanische und thermische Stabilität, Langzeitverhalten)

Dissertationsthemen

- Subtraktive und additive elektro-chemische Strukturierungsverfahren zur Erzeugung von Kavitäten

In der weiteren Ausgestaltung des Promotionskollegs sind weitere Promotionsvorhaben in diesem Themenfeld geplant:

- Grayscale-basierte Strukturierungsverfahren von vergrabenen Kanalstrukturen in Polymeren

Literatur

- [1] Bustillo, J.M.; Howe, R.T.; Muller, R.S. *Surface micromachining for microelectromechanical systems*, Proceedings of the IEEE, Vol.86, Iss.8, Aug 1998, Pages:1552-1574.
- [2] U. Mescheder. *Mikrosystemtechnik: Konzepte und Anwendungen*, Stuttgart: Teubner-Verlag, 2. überarbeitete und ergänzte Auflage, 2004,
- [3] Armbruster, S. et al *A novel micromachining process for the fabrication of monocrystalline Si-membranes using porous silicon*, Proceedings Transducers 2003, Boston, 246-249 Vol. 1
- [4] G. Lammel, P. Renaud *Free-standing, mobile 3D microstructures of porous silicon*, Sensors and Actuators A: Physical , Volume 85, Issues 1–3, 25 August 2000, Pages 356–360

- [5] U. Mescheder, A. Kovacs: *Surface Micromachining Process for C-Si as Active Material*, Digest of Technical Papers of the Transducers '01, Eurosensors XV, Munich, Germany, June 2001, p. 218-221
- [6] Lohith Pemmansani, Frederico Lima, Ulrich Mescheder, Hochschule Furtwangen, September 2013, unveröffentlichte Daten

B2: Templat-basiertes Abformen von Polymeren

Projektleiter: J. Ruhe und H. Reinecke

Kooperationspartner: U. Mescheder

Beantragte Promotionsstipendien: 2

In diesem Forschungsvorhaben sollen die Bedingungen fur die Herstellung von mit Hilfe von Templaten abgeformten Polymermikro- und Nanostrukturen untersucht werden. Dabei sollen Oberflachen mit extrem ungewohnlichen Benetzungseigenschaften generiert werden, d.h. Strukturen mit sehr starker Modulation der Kontaktlinie. Dies sind insbesondere haar- oder pilzartige Strukturen bei denen ein starker Hinterschnitt der Strukturen vorhanden ist.

Stand der Forschung. Die Abformung von Templaten ist eine der wichtigsten Methoden zur Herstellung von Mikro- und Nanostrukturen aus Polymer. Beispiele hierfür ist die Abformung von lochartigen Strukturen in Metall und Silizium oder auch membranartigen Strukturen in Polymeren (ion track etched membranes). Hierbei sind vielfach interessante Formgebungen beschrieben worden, wobei jedoch oft eine stark empirische Beschreibung vorherrscht (1-4).

Projektbeschreibung und Vernetzung Erster Schritt des Abformungsprozesses ist das Einstromen des Polymeren in die porenartige Struktur durch Kapillarwirkung oder durch Druck. Dabei ist von entscheidender Bedeutung ob es sich um offene oder geschlossene Strukturen auf der dem Polymer abgewandten Seite handelt. Die Adhasion an der Grenzflache bedingt die Starke der Haftung der Strukturen am Templat. Um ein gutes Trennen zu ermoglichen werden oft Antihafschichten aufgebracht. Ist die Haftung sehr stark, so kommt es beim Trennen der erwarmten Polymerschicht vom Templat zu einem kalten Fluss. Dies kann zu starkem Verformen der Strukturen fuhren und es kommt zur Ausbildung von stark elongierten Strukturen. Die Bildung der Strukturen als Funktion der physikalischen Parameter soll ermittelt werden und die erhaltenen Mikro- und Nanostrukturen anschlieend photochemisch fixiert werden (5). Bei saulenartige Strukturen mit hohem Aspektverhaltnis soll ein starker Temperaturgradient eingestellt werden, der zu einem partiellen Aufschmelzen am Ende und einer Verformung fuhrt, so dass auf diese Weise pilzartige Strukturen erhalten werden sollen.

Dieses neue Projekt soll in enger Zusammenarbeit der beiden Antragsteller **Ruhe** und **Reinecke** erfolgen durchgefuhrt werden. Kooperatiert werden soll insbesondere mit den Gruppen Wilde und **Mescheder**.

Arbeitsplan. Der Arbeitsplan fur die vorgeschlagenen Projekte beinhaltet folgende Punkte:

- Simulationsrechnungen
- Mechanische und thermische Eigenschaften der Materialien
- Abpragen der Strukturen: Einfluss von Temperatur, Druck, Grenzflachenenergie, Herstellung von haar- und pilzartigen Strukturen

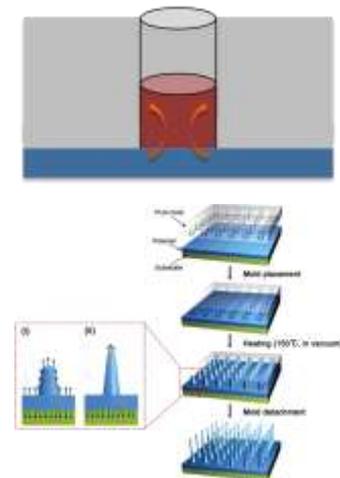


Abb. 1: Templat-induzierte Abformung von Polymeren gefolgt von Verformung unterhalb der Schmelztemperatur (4).

- Photochemische Fixierung der Schichten
- Messen der Benetzungseigenschaften gegenüber Wasser und Ölen .

Dissertationsthema

Herstellung von Polymermikrostrukturen durch Templat-abgeformte Strukturen

Literatur

1. N. Stutzmann, T. A. Tervoort, K. Bastiaansen, P. Smith, *Nature* 2000, 407, 613-616.
2. C. Kim, P. E. Burrows, S. R. Forrest, *Science*, 2000, 288, 831-833.
3. J. H. Choi, D. Kim, P. J. Yoo, P. J. Lee, P. J., *Adv. Mater.* 2005, 17, 166-167.
4. H.E. Jeong, S.H. Lee, K.Y. Suh, *Nano Lett.* 2006, 16, 1508-1513.
5. R. Toomey, D. Freidank and J. Rühle, *Macromolecules* 2004, 37, 882-887

B3: Herstellung und Charakterisierung ultra-dünner oxidischer Nanoschichten für neuartige Silizium-Solarzellenstrukturen

Projektleiter: L. Reindl

Kooperationspartner: C. Müller, H. Reinecke

Beantragte Promotionsstipendien: 1

Es geht hier insbesondere um das Verständnis des **Wachstums** und der elektronischen Eigenschaften von Oxidschichten auf c-Si im Bereich 1-3 nm Dicke, die mit verschiedensten Verfahren (nasschemisch bis Hochtemperatur-CVD) hergestellt werden. Insbesondere die kritische Größe der Pinhole-Dichte kann bislang nur unzureichend gemessen werden. Elektrische Eigenschaften sind wegen Tunnelns von Elektronen mit klassischen Methoden (z.B. C-V) bislang nur sehr schwer bis gar nicht zu bestimmen. Die Schichten sind relevant für ladungsträgerselektive MIS-Kontakte und für sogenannte „passivierte Kontakte“ in klassischen p-n-basierten Silizium-Solarzellen.

B4: Generierung von bioaktiven mikro- und nanostrukturierten Oberflächen

Projektleiterin: K. Lienkamp

Kooperationspartner: J. Rühle, C. Müller

Beantragte Promotionsstipendien: 1

Aufbauend auf den Erfahrungen und Ergebnissen des vorangegangenen Projekts (Kapitel 5.2.5 bzw. Abb. 1) sollen mithilfe von Kolloidlithographie, Stempellithographie und Dip-Pen-Nanolithographie (DPN) bioaktive mikro- und nanostrukturierte Oberflächen erzeugt werden.

Stand der Forschung: Bei der Kolloid-Lithographie werden kolloide Teilchen durch Selbstorganisation in einem zwei-dimensionalen Array angeordnet, der als lithographische Maske dient.¹ Bei der Mikrostampel-Lithographie hingegen wird durch einen Stempel das gewünschte Muster mit Dimensionen $\geq 0.1 \mu\text{m}$ gedruckt.^{2,3} Bei der DPN werden mit einer präzisionsgesteuerten, in eine chemische Substanz („Tinte“) getauchten Spitze die gewünschten Strukturen direkt geschrieben.⁴ Über den Einfluss von Mikro- und Nanostrukturen auf biologische Systeme ist relativ wenig bekannt. Insbesondere das Adhäsionsverhalten von Proteinen, Bakterien und anderen Mikroorganismen lässt sich aber durch Mikro- und Nanostrukturen beeinflussen.⁵ Dadurch kann die

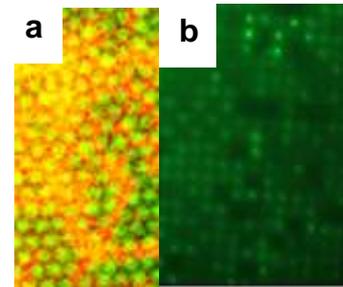


Abb. 1. Durch Kolloidlithographie (a, Bildbreite entspricht ca. $10 \mu\text{m}$) bzw. Mikrostampel-Lithographie (b, Punkt-zu-Punkt-Abstand = $4 \mu\text{m}$) von uns erzeugte Nanostrukturen aus dem Vorgängerprojekt.

Entstehung von Biofilmen verhindert werden, was technisch z.B. bei der Wasseraufbereitung bedeutsam ist.

Projektbeschreibung und Vernetzung: Um optimale Beschichtungen zu entwickeln, die Biofilmbildung verhindern können, muss zunächst der Einfluss der Größe von Mikrostrukturen auf die Adhäsion von Biomolekülen und Mikroorganismen verstanden werden. Dazu sollen von uns durch Kolloid- und Stempellithographie nahezu defektfreie Modell-Oberflächen mit Strukturen in verschiedenen Größenordnungen ($10 \mu\text{m}$ - $0.05 \mu\text{m}$) erzeugt werden, die bei der Interaktion mit biologischen Systemen relevant sind. Mit DPN sollen Proben mit mikro- und nanoskaligen Gradienten geschrieben werden. Die so erhaltenen Proben sollen durch orthogonale chemische Reaktionen mit antimikrobiellen und biobelag-verhindernden Polymeren funktionalisiert werden. Auf diesen Substraten soll das Adhäsionsverhalten von Proteinen, Bakterien und Mikroorganismen untersucht werden.

Die mikrostrukturierten Stempel sollen in Kooperation mit **C. Müller** erzeugt werden, die Oberflächencharakterisierung erfolgt in Kooperation mit **J. Rühle**.

Arbeitsplan.

- Herstellung von defektarmen mikrostrukturierten Polymeroberflächen durch Kolloid- und Stempellithographie;
- Herstellung von Mikrostrukturgradienten durch DPN;
- Charakterisierung der Oberflächen u.a. mittels Rasterkraftmikroskopie, Kelvin-Probe-Force Mikroskopy, Fluoreszenzmikroskopie;
- Untersuchung des Adhäsionsverhaltens von Biomolekülen und Mikroorganismen durch Oberflächenplasmonenresonanz-Spektroskopie;
- biologische Assays (u.a. Live-Dead Stain) auf den erzeugten Mikrostrukturen.

Dissertationsthema.

1. Interaktion von bioaktiven mikro- und nanostrukturierten Oberflächen mit Biomolekülen und Mikroorganismen.

In der weiteren Ausgestaltung des Promotionskollegs könnte man daran denken weitere Promotionsvorhaben zu folgendem Thema zu planen:

2. Generierung von dreidimensionalen bioaktiven Mikro- und Nanostrukturen durch Zweiphotonenlithographie.

Literatur.

1. S.-M. Yang, S. G. Jang, D-G. Choi, S. Kim, H. K. Yu *Small* **2006**, *2*, 458-475
2. B. D. Gates, Q. Xu, M. Stewart, D. Ryan, C. G. Willson, G. M. Whitesides *Chem. Rev.* **2005**, *105*, 1171-1196
3. A. Perl, D. N. Reinhoudt, J. Huskens *Adv. Mater.* **2009**, *21*, 2257-2268
4. R. D. Piner, J. Zhu, F. Xu, S. Hong, C. A. Mirkin, *Science*, 1999, *29*, 661-663.
5. S. Krishnan, C. J. Weinman, C. K. Ober, *J. Mat. Chem.* **2008**, *18*, 3405-3413.

B5: Abtragsmechanismen bei der Funkenerosion nichtleitender Keramiken

Projektleiter: H. Reinecke

Kooperationspartner: J. Wilde

Beantragte Promotionsstipendien: 1

Das Ziel des Forschungsvorhabens ist die Charakterisierung der Funkenerosion von nichtleitenden Keramiken anhand der Materialeigenschaften unterschiedlicher keramischer Werkstoffe. Auf den aktuellen Arbeiten aufbauend soll der Einfluss der Materialeigenschaften unterschiedlicher keramischer Werkstoffe auf den funkenerosiven Abtragsprozess untersucht werden. Hierzu sollen keramische Werkstoffe entwickelt und charakterisiert werden. Zur Charakterisierung der soll ein spezieller Versuchsstand entwickelt und aufgebaut werden.

Stand der Technik:

Technische Keramiken kommen aufgrund ihrer herausragenden mechanischen und thermischen Eigenschaften immer häufiger zum Einsatz. Durch diese Eigenschaften sind keramische Werkstoffe jedoch auch schwieriger mit konventionellen Strukturierungsverfahren zu bearbeiten. Die Funkenerosion ermöglicht die Strukturierung von Materialien unabhängig ihrer mechanischen Eigenschaften. Da dieses Verfahren auf dem Materialabtrag durch elektrische Entladungen zwischen Werkzeug und Werkstück basiert, ist die elektrische Leitfähigkeit dieser eine zwingende Voraussetzung. Um diese Voraussetzung zu erfüllen wird der Prozess modifiziert. Hierzu wird eine leitfähige Hilfselektrode eingesetzt [1]. Durch die auf die Keramik aufgebrachte Hilfselektrode kann der Prozess starten und auch nach Durchdringen dieser fortgeführt werden (Abb. 1). Grund hierfür sind Zersetzungsprozesse des eingesetzten Dielektrikums, die zu einer dünnen leitfähigen Kohlenstoffschicht auf der Keramikoberfläche führen. Durch diese intrinsische Hilfselektrode wird die Leitfähigkeit im gesamten Prozessverlauf aufrechterhalten und ermöglicht eine kontinuierliche Bearbeitung nichtleitender Keramiken.

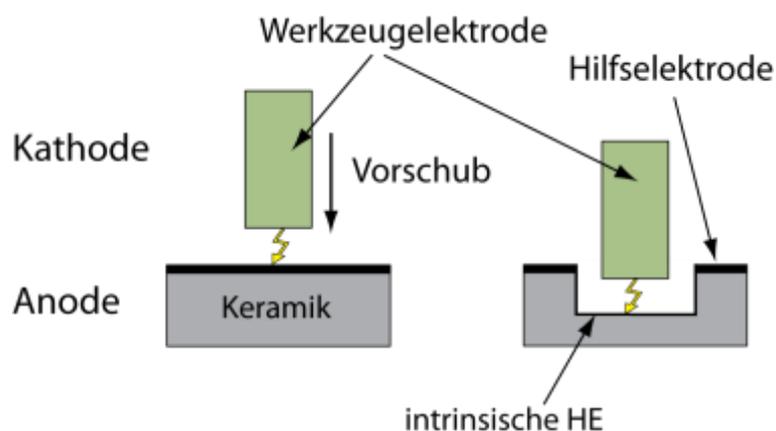


Abb. 1: Schematische Darstellung der Funkenerosion von nichtleitenden Keramiken mit einer Hilfselektrode.

Die funkenerosive Bearbeitung nichtleitender Keramiken ist Teil des Promotionskollegs GenMik. Die Oxidkeramik Zirkoniumdioxid (ZrO_2) sowie die nichoxidischen Keramiken Siliziumnitrid (Si_3N_4) und Siliziumcarbid (SiC) wurden erfolgreich mittels Senkerosion bearbeitet. Zudem wurden Untersuchungen zu den vorliegenden Abtragsmechanismen sowie zur intrinsischen Hilfselektrode angestellt [2]. Durch Einsatz statistischer

Versuchsplanung wurde der Einfluss der elektrischen Maschinenparameter bei der Senkerosion von SiC untersucht und anhand dieser Ergebnisse optimiert [3]. Mithilfe einer Mikrofunkenerosionsanlage wurde das funkenerosive Fräsen von SiC realisiert, wobei 3D Mikrostrukturen mit hohen Aspektverhältnissen bis zu 30 sowie minimale Strukturgrößen von $10\ \mu\text{m}$ erreicht wurden [4]. Zum besseren Prozessverständnis wurden erste Simulationsmodelle des funkenerosiven Bearbeitens nichtleitender Keramiken erarbeitet [5].

Projektbeschreibung und Vernetzung:

Die bisherigen Arbeiten zur Funkenerosion von nichtleitenden Keramiken wurden mit Proben großer kommerzieller Keramikhersteller durchgeführt. Es handelt sich also um Standardwerkstoffe die zu Versuchszwecken funkenerosiv bearbeitet wurden. Zudem sind die erreichbaren Abtragsraten sehr gering und liegen um Größenordnungen unter den Abtragsraten bei der Funkenerosion von Metallen. Da alle Werkzeug- und Maschinenseitigen Optimierungen zur Verbesserung der Abtragsrate ausgeschöpft sind, ist der nächste logische Schritt eine Anpassung der keramischen Werkstoffe. Dabei sollen zunächst umfangreiche Untersuchungen zum Einfluss unterschiedlicher Materialeigenschaften wie z.B. Korngrößenverteilung, Porosität, Dotierstoffe etc angestellt werden. Die benötigten keramischen Werkstoffe mit diesen unterschiedlichen Eigenschaften können in Kooperation mit dem Lehrstuhl für Werkstoffprozesstechnik (WPT) am IMTEK hergestellt werden. Um ein tieferes Prozessverständnis für die vorliegenden Abtragsmechanismen zu erhalten ist es erforderlich kleinstmögliche Materialabträge zu erhalten, wie dies in Einzelentladungsversuchen für metallische Werkstoffe der Fall ist. Mit industriellen Erodiermaschinen ist dies nicht möglich. Daher ist die Entwicklung eines eigenen Versuchsstands, der diskrete Entladungen ermöglicht, unerlässlich. Mithilfe dieses Versuchsstandes können die notwendigen Untersuchungen zum Abtragsmechanismus durchgeführt werden, die wichtige Daten für die Charakterisierung der hergestellten keramischen Werkstoffe liefern. Diese Ergebnisse können zudem in weiterführenden Arbeiten für die Simulation der Funkenerosion von nichtleitenden keramischen Werkstoffen herangezogen werden. Ziel ist die Entwicklung spezieller keramischer Werkstoffe die höhere Abtragsraten bei der Funkenerosion ermöglichen ohne Einbußen anderer Eigenschaften.

Arbeitsplan:

Der Arbeitsplan für die vorgeschlagenen Projekte beinhaltet folgende Punkte:

- Herstellung nichtleitender Keramiken mit unterschiedlichen Gefügeeigenschaften
- Aufbau eines Versuchsstands zur Analyse des Abtragsmechanismus bei der Funkenerosion nichtleitender Keramiken
- Entwicklung von keramischen Werkstoffen, speziell zur Strukturierung durch Funkenerosion geeignet

Dissertationsthema:

- Abtragsmechanismen bei der Funkenerosion nichtleitender Keramiken

Literatur:

- [1] Hösel T, Müller C, Reinecke H (2009) Spark erosive structuring of electrically nonconducting zirconia with an assisting electrode. CIRP Journal of Manufacturing Science Technology, 4:357-361.

- [2] Ojha N, Hösel T, Müller C, Reinecke H (2012) Characterization of the Conductive Layer Formed during (μ)-Electric Discharge Machining of Non-Conductive Ceramics. *Materials Science and Technology (MS&T)* 2012, 423-428
- [3] Ojha, N., Mueller, C. & Reinecke, H. Parametric Analysis of μ -Electric Discharge Machining of non-conductive Si_3N_4 . *Appl. Mech. Mater.* 564, 560–565 (2014).
- [4] Zeller, F., Ojha, N., Müller, C. & Reinecke, H. Electrical Discharge Milling of Silicon Carbide with Different Electrical Conductivity. *Key Eng. Mater.* 611-612, 677–684 (2014).
- [5] Ojha, N., Zeller, F., Mueller, C. & Reinecke, H. Study on the Effect of Tool Polarity and Tool Rotation during EDM of Non-conductive Ceramics. *Adv. Mater. Res. Vols.* 944, 2127–2133 (2014).

B8: Mikrostrukturierung präkeramischer Polymere zur Realisierung funktionaler keramischer Dünnschichten

Projektleiter: T. Hanemann

Kooperationspartner: H. Reinecke, C. Müller, J. Rühle

Beantragte Promotionsstipendien: 1

Ziel des beantragten Forschungsvorhabens ist es, unter Verwendung der Sol-Gel-Technologie in Kombination mit UV-Lithographie funktionale mikrostrukturierte keramische Schichten mit piezo- und/oder ferroelektrischen Eigenschaften zu realisieren.

Stand der Forschung. Mikrostrukturierte keramische Funktionsschichten mit piezo- oder ferroelektrischen Eigenschaften werden i. Allg. über verschiedene Varianten des Foliengießens oder des Siebdrucks unter Verwendung geeigneter Schlicker, d.h. Dispersionen von feinskaligem Keramikpulver in einem Lösungsmittel, realisiert [1,2]. Die Qualität der keramischen Schicht wird stark durch die Partikelgröße und die Partikelgrößenverteilung bestimmt. Qualitativ bessere Schichten lassen sich über partikelfreie Systeme erzielen, beispielsweise über eine Sol-Gel-Synthese unter Ausnutzung metallorganischer Precursoren [3]. In der ersten Phase des Projektes konnte eine im Vergleich zum Stand der Literatur vereinfachte Prozesskette zur Realisierung sehr dünner Schichten aus ferroelektrischer Keramik entwickelt und somit die prinzipielle Eignung des Verfahrens gezeigt werden [4,5].

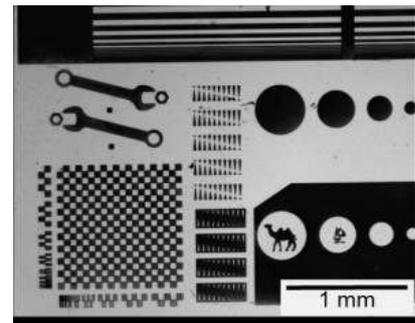


Abb. 1: UV-Lithographisch hergestellte Teststruktur aus einem PZT-Sol (Grünschicht).

Projektbeschreibung und Vernetzung. Die in der ersten Phase entwickelte Prozesskette hat ihre grundsätzliche Eignung zur Realisierung mikrostrukturierter defektfreier keramischer Dünnschichten anhand zweier Beispiele (Blei-Zirkonat-Titanat, PZT; Blei-Strontium-Titanat, PST) gezeigt. Allerdings sind die bisher erreichten defektfreien Schichtdicken, welche für eine Anwendung, z.B. als Aktor- oder als Kondensatormaterial mit hoher Permittivität, notwendig sind, mit 50 nm deutlich zu gering. Daher muss im Fortsetzungsantrag der Fokus auf die Erzielung von deutlich höheren Schichtdicken bis 10 μm gelegt werden. Dies kann nur durch eine signifikante Erhöhung der keramischen Ausbeute nach der Pyrolyse und somit durch einen größeren Anteil der präkeramischen Anteile im Ausgangsol erreicht werden. Dies bedeutet, dass an allen Einzelprozessen der Prozesskette, beginnend mit der Solsynthese, Modifizierungen bzw. Neuentwicklungen vorgenommen werden müssen.

Ergänzend soll als neue alternative Mikrostrukturierungsmethode das InkJet-Drucken von Solen untersucht werden. Damit würde eine Freiformmethode als neues Mikrostrukturierungsverfahren zur Realisierung keramischer Funktionselemente etabliert werden.

Die Wahl geeigneter photopolymerisierbarer Monomere und die systematische Ermittlung der Polymerisationsparameter soll in enger Kooperation mit dem Lehrstuhl Chemie und Physik von Grenzflächen (**Rühle**) erfolgen. Eine enge Zusammenarbeit ist hinsichtlich der UV-Lithographie mit dem Lehrstuhl Prozesstechnik (**Reinecke, Müller**) geplant.

Arbeitsplan. Der Arbeitsplan für das vorgeschlagene Projekt beinhaltet folgende Punkte:

- Modifizierte Solsynthese mit erhöhtem präkeramischem Anteil
- Wahl geeigneter Monomere für die UV-Lithographie
- Ermittlung optimierter Parameter zur Schichtherstellung

- UV-Lithographische Strukturierung geeigneter Solschichten
- Ermittlung optimierter Pyrolyseparameter zur Realisierung defektfreier Funktionsschichten (Schichtdicken bis 10 µm)
- Dielektrische Charakterisierung der Funktionsschichten
- Validierung des InkJet-Druckens als alternative Mikrostrukturierungsmethode von keramischen Solen.

Dissertationsthema

- Mikrostrukturierung präkeramischer Polymere zur Realisierung funktionaler keramischer Dünnschichten

Literatur

1. P. Muralt; Ferroelectric thin films for micro-sensors and actuators: a review; Journal of Micromechanics and Microengineering; vol. 10; pp. 136-146, **2000**.
2. S.R. Anton, H.A. Sodano; A review of power harvesting using piezoelectric materials (2003-2006); Smart Materials and Structures; vol. 16; pp. R1-R21, **2007**.
3. T. Kololuoma, J. Hiltunen, M. Tuomikoski, J. Lappalainen, J. Rantala, Y. Sidorin, A. Tervonen (Eds.); Directly UV-photopatternable PLZT thin films prepared with the sol-gel technique; Integrated Optics: Devices, Materials, and Technologies VIII; vol. 5355; pp. 33-39, **2004**.
4. M. Benkler, T. Hanemann, Ferroelectric thin film fabrication by direct UV-lithography, Microsystem Technologies, (**2013**), eingereicht zur Veröffentlichung.
5. M. Benkler, F. Paul, T. Hanemann, Herstellung ferroelektrischer Dünnschichten mittels direkter UV-Lithografie, Mikrosystemtechnik Kongress, 14.-16.10.**2013**, Aachen, DE, pp 309-312.