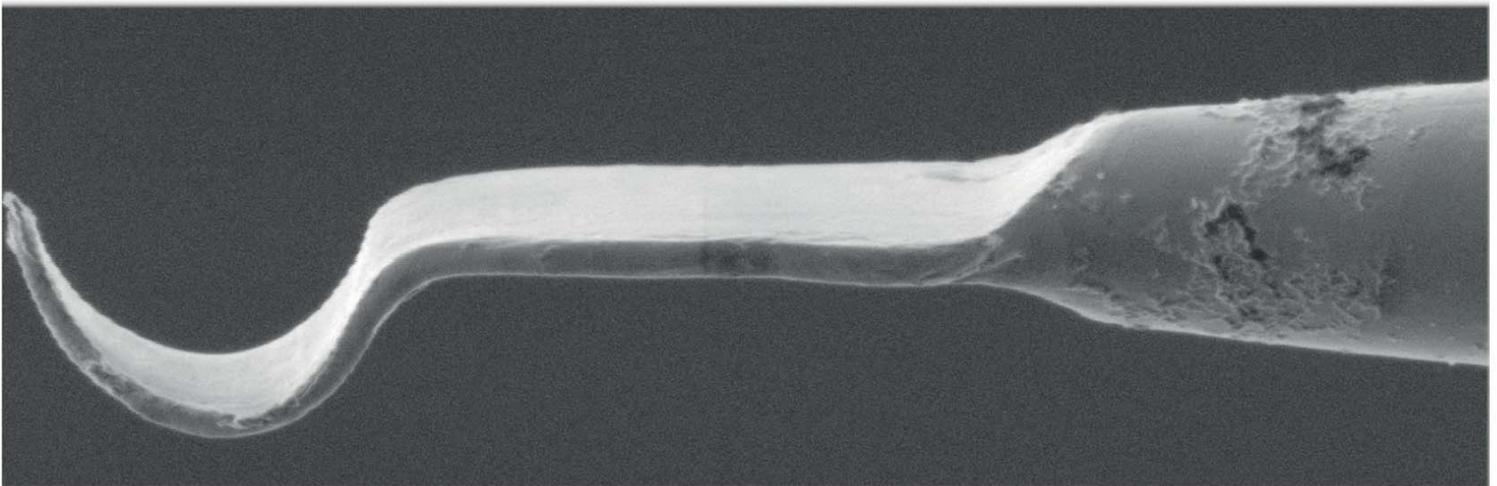
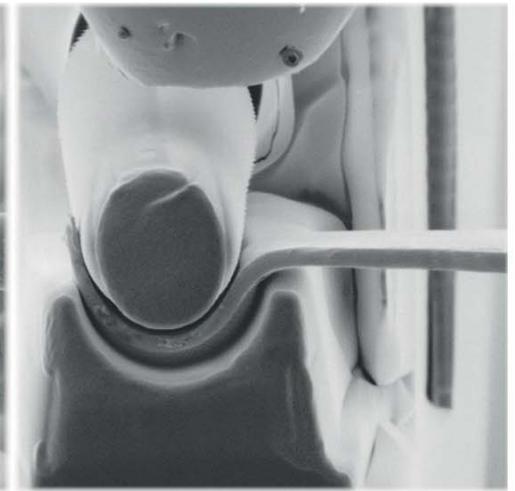
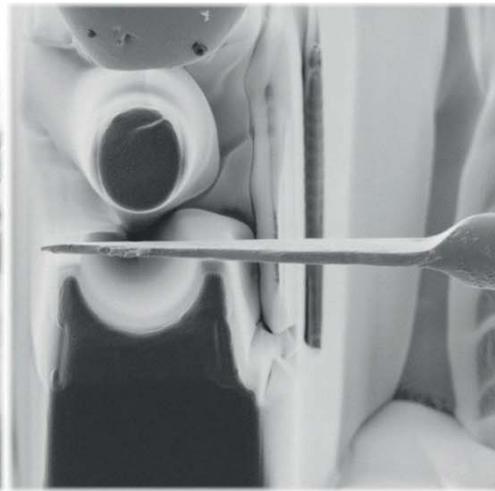
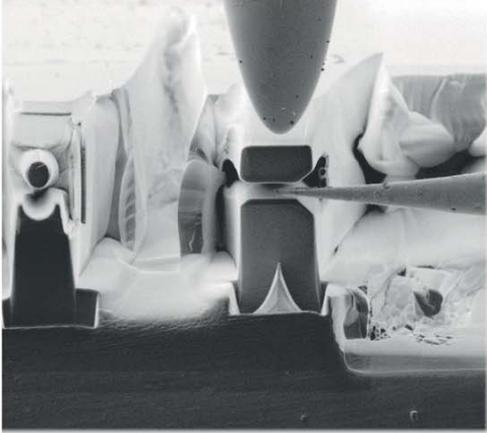
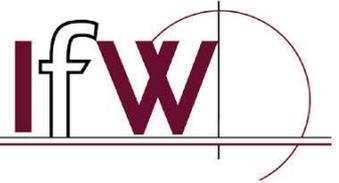




Technische
Universität
Braunschweig

Institut für Werkstoffe



Umformen metallischer Strukturen im Submikro- und Nanobereich

Andreas Landefeld



Cuvillier Verlag Göttingen
Internationaler wissenschaftlicher Fachverlag



Umformen metallischer Strukturen im Submikro- und Nanobereich





Umformen metallischer Strukturen im Submikro- und Nanobereich

Von der Fakultät für Maschinenbau
der Technischen Universität Carolo-Wilhelmina zu
Braunschweig

zur Erlangung der Würde
eines Doktor-Ingenieurs (Dr.-Ing.)

genehmigte

Dissertation

von

Andreas Landefeld

aus
Jena

eingereicht am 12.12.2014
mündliche Prüfung am 06.03.2015

Gutachter: Prof. Dr. rer. nat. Joachim Rösler
Prof. Dr. rer. nat. Georg Garnweitner

2015



Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek

Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnb.d-nb.de> abrufbar.

1. Aufl. - Göttingen : Cuvillier, 2015

Zugl.: (TU) Braunschweig, Univ., Diss., 2015

© CUVILLIER VERLAG, Göttingen 2015

Nonnenstieg 8, 37075 Göttingen

Telefon: 0551-54724-0

Telefax: 0551-54724-21

www.cuvillier.de

Alle Rechte vorbehalten. Ohne ausdrückliche Genehmigung des Verlages ist es nicht gestattet, das Buch oder Teile daraus auf fotomechanischem Weg (Fotokopie, Mikrokopie) zu vervielfältigen.

1. Auflage, 2015

Gedruckt auf umweltfreundlichem, säurefreiem Papier aus nachhaltiger Forstwirtschaft.

ISBN 978-3-95404-994-3

eISBN 978-3-7369-4994-2



Andreas Landefeld

Umformen metallischer Strukturen im Submikro- und Nanobereich

In der vorliegenden Dissertation wird die Umsetzbarkeit des Umformens von metallischen Strukturen im Submikro- und Nanobereich untersucht, das Umformen im Makroskopischen mit dem in kleinen Größenskalen verglichen und Anwendungsmöglichkeiten diskutiert. Als eines der ältesten Fertigungsverfahren ist das Umformen im Makroskopischen durch einen einfachen Aufbau sowie die Beibehaltung des stofflichen Zusammenhalts charakterisiert. Die Übertragung des Fertigungsprinzips in das Mikroskopische ist in vielen Aspekten analog zum Makroskopischen realisierbar. Die Werkzeuge des altertümlichen Schmieds, Hammer, Zange und Amboss, sind im Submikro- und Nanobereich durch von Mikromanipulatoren gesteuerte, abgeflachte Werkzeuge (Hämmer) und spitze, schmale Werkzeuge (Zangen) sowie dem Siliziumsubstrat als Analogon zum Amboss gekennzeichnet. Die physikalischen Eigenschaften beeinflussen das Fertigungsverfahren im Wesentlichen, skalieren allerdings auf unterschiedliche Weise mit abnehmender Objektgröße. Größenabhängige Besonderheiten im Submikro- und Nanobereich sind beispielsweise die vernachlässigbare Gewichtskraft und die dominanten adhäsiven Kräfte sowie eine gesteigerte Duktilität und erhöhte Festigkeit der umzuformenden Halbzeuge. Innerhalb der Versuche im Rahmen dieser Arbeit wurden Mikromanipulatoren im Rasterelektronenmikroskop eingesetzt, welche die manipulatorischen Werkzeuge und Halbzeuge im Submikrobereich steuern. Diese manipulatorischen Werkzeuge und Halbzeuge werden aus reinem Wolfram und Titan mittels eines in dieser Arbeit entwickelten elektrochemischen Prozesses bearbeitet. Weiterhin werden Werkzeuge mittels eines fokussierten Ionenstrahls in Silizium gefertigt, von denen besonders



die auf dem System eines Federbalken basierenden, rückfedern- den Umformwerkzeuge hervorzuhelben sind. Diese zeichnen sich unter anderem durch die kongruente Ausrichtung der Umformoberflachen und die hohe Druckfestigkeit von Silizium aus. Die Umsetzung der Umformverfahren orientiert sich an einer zuvor erfolgten, kritischen Auseinandersetzung mit den Umformverfahren und umfasst das Freiformen, das Gesenkformen, das Biegeumformen und das Schubumformen sowie das Zerteilen, als ein dem Umformen in vielerlei Hinsicht ahnliches Trennverfahren. Die mit dem Freiformen durch Recken erreichte kleinste Objektabmessung liegt im Bereich von 20 nm bis 30 nm. Die formfullende Abbildung von Zahnradgeometrien war mit dem Umformen von Ni_3Al -Partikel in entsprechenden Gesenkgravuren moglich. Ferner konnten stabformige Halbzeuge aus Wolfram zwischen Gesenkflachen zu einer Zahnwelle umgeformt werden. Das Biegen wurde unter anderem in Form des Gesenkbiegens eines flachen stabformigen Halbzeugs zu einer Halbkreisform demonstriert. Weiterhin zeigte das Zerteilen am Beispiel des Beißschneidens das unproblematische Trennen stabformiger Halbzeuge zwischen Schneidkeilen. Weiterfuhrende Untersuchungen werden in dieser Arbeit als Basis fur zukunftige Forschungstatigkeiten vorgestellt, alternative Umformtechniken wie das Walzen und Tiefziehen betrachtet sowie Moglichkeiten der Werkzeugoptimierung fur das Biegen und Zerteilen dargelegt. Umformverfahren sind fur mechanisch hochbeanspruchte Nano- und Mikrosystemen kunftig von groer Bedeutung, da massive, hochreine, metallische Halbzeuge individuell umgeformt werden konnen und keine Beeinflussung der chemischen Zusammensetzung erfolgt.



Andreas Landefeld

Forging of metallic structures in the submicro- and nanoscale.

This thesis deals with the possibilities of forging metallic structures in the submicro- and nanoscale, and compares these with the macroscopic scale. Furthermore, applications are discussed. As one of the oldest processing techniques in the macroscopic scale, forging is characterized by its simple setup and maintaining of substantial cohesion. The different forging techniques known in the macroscopic scale can be adapted to the microscopic scale. The tools used by blacksmiths are hammer, tong and anvil. The corresponding tools in the submicro- and nanoscale are flattened forging tools (hammer) and sharp manipulation tips (tongs), both controlled by micromanipulators, as well as a silicon substrate acting as an anvil. Manufacturing processes are influenced strongly by the physical properties, which do not always correspond to the reduction of size. Size dependent characteristics are, for example, the negligible gravity or the dominant adhesion forces as well as the increased ductility and yield strength of the forged parts. Within the scope of this thesis, micromanipulators were used in a scanning electron microscope to control the movements of the tools and the bar stock. These manipulative tools and bar stock consist of pure tungsten and titanium and were manufactured by an electrochemical process, developed in this thesis. Furthermore, different tools were manufactured in silicon by focused ion beam milling. The tools with an upper spring arm shall be emphasized in this context. These tools are unique concerning the congruent aligned forging surfaces and the high compression strength of silicon. The presented forging techniques are the result of a critical analysis of the macroscopic process and includes free forming, die forming, bend forming and shear forming, as well as dividing as



a cutting process, which is similar to forging in some regards. The smallest dimension reached (20 nm to 30 nm) was achieved using a free forming process called stretch forming. Ni₃Al-particles were forged to gear shape using suitable molds. Additionally, a toothed shaft was shaped from a tungsten bar using die forming between forging surfaces. Bending was realized through die bending of a flat bar stock to semicircular geometry. Furthermore, as an example for dividing, wedge action-cutting is presented as a simple technique for the cutting of bar stock. Additional investigations are presented in this thesis for upcoming scientific research. These include alternative forging techniques, such as rolling and deep drawing as well as techniques for the optimization of tools for bend forming and dividing. In the future, forging techniques are of importance for mechanical highly stressed nano- and microsystems because massive, metallic raw material can be shaped in a distinct way and are not influenced by their chemical composition.



Danksagung

Die vorliegende Dissertation entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Werkstoffe der Technischen Universität Braunschweig. Besonderer Dank gilt meinem Doktorvater Herrn Professor Dr. Joachim Rösler, der die Basis für diese Arbeit schaffte, für beste Rahmenbedingungen am Institut sorgte und mir eine große Freiheit in der Bearbeitung des Forschungsthemas ermöglichte. Herrn Professor Dr. Georg Garnweitner möchte ich für die Übernahme des Koreferates danken. Ebenso danke ich Herrn Priv.-Doz. Dr. Martin Bäker für die Übernahme des Prüfungsvorsitzes.

Für die schöne gemeinsame Zeit, ihre Unterstützung und das angenehme Arbeitsklima möchte ich allen aktuellen und ehemaligen Kollegen am Institut für Werkstoffe Dirk Berndzen, Jens Bernhardt, Florian Brunke, Torben Fiedler, Dr. Björn Hinze, Judith Laukart, Dr. Britta Laux, Nicolas Lippitz, Dr. Debashis Mukherji, Dr. Monica Nicolaus, Nils Rösemann, Tatiana Sazonova, Dr. Philipp Seiler, Dr. Aviral Shrot, Carsten Siemers, Prof. Dr. Hans-Rainer Sinning und Dr. Fabian Stahl danken. Weiterhin bedanke ich mich bei Ulrike Schumann, Heiko Meißner, Peter Pfeiffer und dem Werkstattteam um Dietmar Michael für die kleinen und größeren Hilfestellungen in metallografischen und technischen Fragen. Meiner Bürokollegin Michaela Necker bin ich für die entspannte Büroatmosphäre und ihre stete Hilfsbereitschaft dankbar. Hinsichtlich der experimentellen Arbeiten möchte ich besonders die Mitwirkung von Jörn Tychsen dankend hervorheben, der als studentische Hilfskraft mit großen Engagement einen wichtigen Beitrag zu dieser Arbeit leistete.



Für die in dieser Arbeit vorgestellten Untersuchungen hinsichtlich der mechanischen Eigenschaften von Ni_3Al -Partikeln danke ich Dr. Bill William Mook und Dr. Johann Michler von der Eidgenössischen Materialprüfanstalt in Thun (CH) für ihre Unterstützung. Herrn Dr. Andrej Stranz und Priv.-Doz. Dr. Erwin Peiner vom Institut für Halbleitertechnik in Braunschweig danke ich für die Bereitstellung von Werkzeuggeometrien für das Gesenkumformen.

Während der Korrekturphase unterstützten mich Dr. Tatiana Hentrich, Lisanne Wollschläger, Claas Schulitz, Susanne Scheer und Dr. Jana Schloesser, denen ich für ihre Hilfe ausgesprochen dankbar bin. Daneben gilt besonderer Dank Kuno Buchtal für die tief sinnigen und motivierenden Gespräche inmitten der Zeit der Ausarbeitung und der Fertigstellung in der Universitätsbibliothek. Für die willkommene Ablenkung beim Klettern, Parkour und Kobudo möchte ich weiterhin allen Freunden danken. Schließlich sei meinen lieben Eltern Silvia und Norbert Landefeld sowie meinen Brüdern Michael und Christoph gedankt, die mich jederzeit und in jeglicher Hinsicht unterstützt haben.



Inhaltsverzeichnis

1	Einführung	1
2	Besonderheiten im Submikro- und Nanobereich	7
2.1	Größeneffekt	8
2.2	Mechanische Besonderheiten	17
2.3	Weitere Effekte	20
2.3.1	Kohlenstoffabscheidung	20
2.3.2	Aufladungseffekte	21
3	Fertigungsverfahren für funktionelle Strukturen	23
3.1	Fertigungsverfahren nach DIN 8580 im Submikro- und Nanobereich	25
3.1.1	Urformen	25
3.1.2	Umformen	31
3.1.3	Trennen	32
3.1.4	Fügen	34
3.1.5	Beschichten	36
3.1.6	Stoffeigenschaften ändern	40
3.2	Bewertende Betrachtung des Umformens als Fertigungsverfahren	43
3.2.1	Druckumformen	45
3.2.2	Zugdruckumformen	55
3.2.3	Zugumformen	57
3.2.4	Biegeumformen	59
3.2.5	Schubumformen	60
3.2.6	Zerteilen (Trennverfahren)	61



4 Umformen metallischer Strukturen im Submikro- und Nanobereich	65
4.1 Apparativer Aufbau	65
4.2 Verfahren zur Herstellung von Werkzeugen und Halbzugeugen	72
4.2.1 Elektrochemische Verfahren	73
4.2.2 Werkzeugherstellung mit fokussiertem Ionenstrahl	96
4.2.3 Weitere Herstellungsverfahren für Gesenkformen	111
4.3 Anwendung der Umformverfahren	113
4.3.1 Funktion der Manipulationswerkzeuge	114
4.3.2 Umformverfahren	116
5 Weiterführende Untersuchungen als Basis für künftige Forschungsthemen	147
5.1 Verfahrensvarianten und Möglichkeiten der Optimierung des Umformens	148
5.1.1 Umsetzung weiterer Umformverfahren	149
5.1.2 Funktionsintegration	166
5.1.3 Entnahme aus Gesenkformen	168
5.2 Schnittpunkte mit Fertigungsverfahren	175
6 Zusammenfassung und Ausblick	183
A Datenblätter der Mikromanipulatoren MM3A-EM	191
A.1 Freiheitsgrade und Arbeitsbereich der Mikromanipulatoren	192
A.2 Technisches Datenblatt der Mikromanipulatoren	193
B Internes Bildnummernverzeichnis	196
Literaturverzeichnis	206



1. Einführung

Baugruppen im Submikro- und Nanobereich werden für zukünftige Technologien zunehmend an Bedeutung gewinnen. Derzeit werden im Mikro- und Nanobereich schwerpunktmäßig die Herstellung schichthafter Strukturen (Sensoren, Transistoren, funktionelle Schichten etc.) sowie die Herstellung synthetischer Nanopartikel mit besonderen Eigenschaften (Katalysatoren, Optoelektronik, medizinische Diagnostik etc.) forciert. Die Herstellung und Anwendung freistehender Bauteile im Submikro- und Nanobereich ist auch aufgrund der erschwerten Umsetzung bisher kaum erforscht, obschon freistehende Bauteile markante Vorteile besitzen. Generell benötigen kleine Systeme wenig Ressourcen, sind leicht und energiesparend. Hierdurch kann ein großes Funktionsspektrum bei einer hohen Funktionsdichte ermöglicht werden. Weiterhin können Systeme mit Abmessungen im Submikro- und Nanobereich in Bereichen eingesetzt werden, in denen Mikrosysteme keinen Zugang haben. Im medizinischen Bereich können das beispielsweise kleinste Gefäße (Kapillaren) mit einem Durchmesser von $d < 5 \mu\text{m}$ sein. Nanopartikel und freistehende Strukturen sind nicht substratgebunden und können daher unabhängig vom Ort, als Pulver oder in Dispersion, vielseitig eingesetzt werden. Das Umformen ermöglicht die Strukturierung freistehender Bauteile und ist, aufgrund der universellen Werkzeuge, flexibel in der Fertigung. Für mechanische und elektrische Mikro- und Nanosysteme können somit freistehende, individuelle Bauteile hergestellt oder angepasst werden. Daneben können, abgesehen von den mechanischen und elektrischen Eigenschaften, ebenso die magnetischen und thermischen Besonderheiten von Metallen in Form freistehender Bauteile genutzt werden.

1. Einführung

Das Umformen metallischer Strukturen im Submikrometerbereich wurde erstmals von Rösler et al. [83] beschrieben. Dabei wurden kubische Ni_3Al -Partikel zu flachen Scheiben gestaucht und Umformkräfte gemessen. Im Rahmen dieser Arbeit wurde neben dem

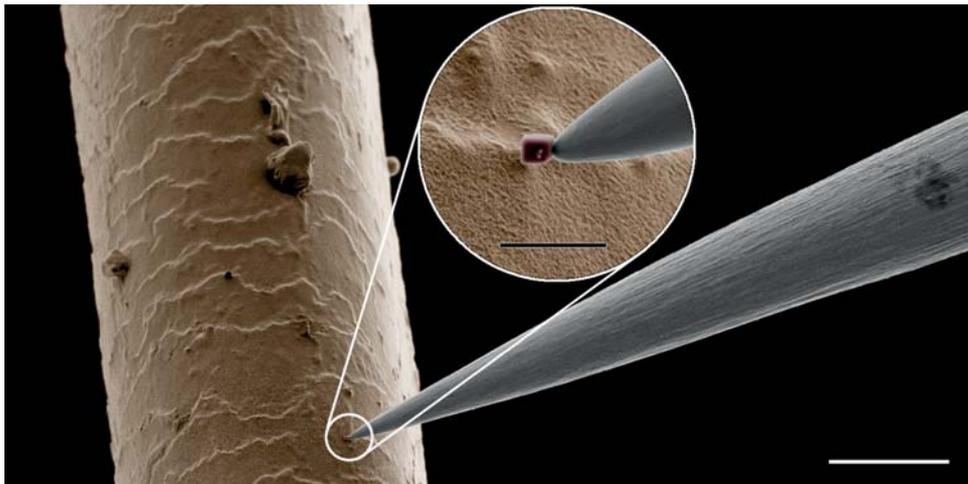


Abbildung 1.1.: Vergleich Ni_3Al -Nanopartikel – menschliches Haar. (Maßstab: Übersicht $20\ \mu\text{m}$ und Detail $1\ \mu\text{m}$)

Stauchen eine Vielzahl weiterer Umformverfahren untersucht und entwickelt. Dies ist im Besonderen auf den Einsatz optimierter und gänzlich neu gestalteter Werkzeuge zurückzuführen. In diesem Zuge sind ebenso die umzuformenden Teile (Halbzeuge) zu erwähnen, für die in dieser Arbeit eine elektrochemische Herstellungsrouten entwickelt wurde. Die hiermit erzielten stabförmigen Halbzeuge aus Wolfram und Titan wurden schließlich, mittels des Umformens, zu definierten Geometrien und ersten Bauteilen umgeformt.

Die vorliegende Arbeit beschreibt zunächst die Besonderheiten bei der Verkleinerung von Strukturen. Im Mikroskopischen skalieren physikalische und chemische Gesetzmäßigkeiten auf unterschiedliche Art. Dies äußert sich in einem zum Makroskopischen teils

gravierend verschiedenen Verhalten. In Kapitel 2 wird auf die größenabhängigen Besonderheiten eingegangen und dies an physikalischen Kräften exemplarisch erläutert. Weiterhin wird auf den mechanischen Größeneffekt an unter uniaxialem Druck beanspruchten Ni_3Al -Partikeln eingegangen und die im Rahmen dieser Arbeit erzielten Ergebnisse aufgezeigt. Weitere Phänomene wie die Kohlenstoffdeposition im Rasterelektronenmikroskop und Aufladungseffekte sowie deren Einfluss auf die Manipulation und das Umformen, werden im Anschluss diskutiert.

In Kapitel 3 wird eine Übersicht der Fertigungsverfahren gegeben und diesbezüglich aktuelle Forschungsergebnisse im Mikro- und Nanobereich eingeordnet. Dabei wird die Einteilung nach DIN 8580 mit den Fertigungsverfahren Urformen, Umformen, Fügen, Trennen, Beschichten und Stoffeigenschaften ändern verwendet. Innerhalb der jeweiligen Fertigungsverfahren wird auf verschiedene Untergruppen eingegangen und deren Anwendbarkeit und Relevanz für die Herstellung funktionaler Strukturen im Mikro- und Nanobereich diskutiert. Dieser Abschnitt soll auch Schnittpunkte der einzelnen Verfahren aufzeigen und Anregung geben, deren Eigenschaften für künftige Untersuchungen zu verknüpfen. Aus der Übersicht der Fertigungsverfahren wird das Umformen als Schwerpunkt dieser Arbeit näher betrachtet. In bewertender Weise (siehe Kapitel 3.2) werden die verschiedenen Umformverfahren vorgestellt und deren Umsetzbarkeit diskutiert. Es werden Kriterien für die Wahl und Durchführung der verschiedenen Umformtechniken definiert. Die Umformverfahren werden nach der Beanspruchungsart in Druck, Zugdruck-, Zug-, Biege- und Schubumformverfahren unterteilt. Zudem wird das Zerteilen als Trennverfahren berücksichtigt, da zahlreiche Parallelen in Aufbau und Prozessablauf zum Umformen gegeben sind. Nach einer kritischen Betrachtung eignen sich besonders die Druckumformverfahren wie das Frei- und Gesenkformen, das Biege- und



1. Einführung

Schubumformen mit geradliniger Werkzeugbewegung sowie das Zerteilen.

Der Versuchsaufbau sowie die Herstellung benötigter Werkzeuge und Halbzeuge werden im Kapitel 4.1 und 4.2 beschrieben. Die Steuerung der Umform- und Manipulationsbewegungen erfolgt unter Verwendung sog. Mikromanipulatoren in einem Rasterelektronenmikroskop. Die Piezomotoren der Mikromanipulatoren ermöglichen die Bewegung in mehrere Bewegungsachsen im Nanobereich und erlauben die Positionierung in einem großen Arbeitsbereich. In die Aufnahme der Mikromanipulatoren werden Werkzeuge und Halbzeuge in Form eines Drahtes mit einem Durchmesser $d = 0,5 \text{ mm}$ eingesetzt. Neben diesen manipulatorischen Werkzeugen und Halbzeugen werden weitere Werkzeuge hergestellt, die in Verbindung mit den manipulatorischen Werkzeugen ein großes Funktionsspektrum für das Umformen abdecken. Die Fertigung der Werkzeuge und Halbzeuge wird nach der Herstellungsart beschrieben. In einem elektrochemischen Abtragprozess im Bereich der Spitze werden alle manipulatorischen Werkzeuge und Halbzeuge in Form eines $d = 0,5 \text{ mm}$ Drahtes aus reinem Wolfram und Titan hergestellt. Freistehende kubische Ni_3Al -Halbzeuge mit einer Kantenlänge von 300 nm bis 600 nm werden ebenfalls in einem elektrochemischen Prozess hergestellt, indem die Partikel als γ' -Phase aus der Nickelbasis-Superlegierung CMSX-4 extrahiert werden. Der fokussierte Ionenstrahl ermöglicht die Herstellung verschiedener Werkzeuge aus Silizium. Daneben werden drei weitere Herstellungstechniken für Werkzeuge als Gesenkform aus Silizium erläutert.

Der Abschnitt 4.3 dieses Kapitels befasst sich mit der Anwendung der Umformverfahren im Submikro- und Nanobereich und orientiert sich an den theoretischen Vorbetrachtungen der Umformverfahren. Das Freiformen, das Gesenkformen, das Biegeumformen, das Schubumformen und das Zerteilen werden

detailliert betrachtet. Dabei werden verschiedene Werkzeuge und Techniken für das Umformen der stabförmigen Halbzeuge aus Wolfram und Titan und der Ni_3Al -Halbzeuge angewendet. Die Gestaltung des Bauteils wird für jeden Umformschritt in situ im Rasterelektronenmikroskop verfolgt, sodass die plastische Formgebung direkt überprüft und gesteuert werden kann. Am Beispiel des Freiformens werden Techniken wie das Stauchen, Anstauchen, Recken und Absetzen mit verschiedenen Werkzeugen und Halbzeugen beschrieben. Die mit dem Recken erreichte kleinste Objektabmessung liegt im Bereich von 20 nm bis 30 nm. Mit dem Gesenkformen ist die Fertigung von Zahnradgeometrien durch Umformen von Ni_3Al -Partikel formfüllend realisierbar und stabförmige Halbzeuge werden zwischen konturierten Gesenkflächen zu einer Zahnwelle umgeformt. Das Biegen wird unter anderem in Form des Gesenkbiegens an einem flachen, stabförmigen Halbzeug zu einer Halbkreisform demonstriert. Weiterhin zeigt das Fertigungsverfahren Zerteilen am Beispiel des Beißschneidens das unproblematische Trennen stabförmiger Halbzeuge.

In der vorliegenden Arbeit werden weiterführende Untersuchungen als Basis für zukünftige Forschungstätigkeiten im Kapitel 5 vorgestellt. Dabei werden Lösungen für problematische Umformtechniken diskutiert und Optimierungsmöglichkeiten verwendeter Verfahren ausgewertet. Unter anderem werden Lösungen für das Zugdruckumformverfahren Tiefziehen und Möglichkeiten der Werkzeugoptimierung für das Biegen und Zerteilen vorgestellt sowie Lösungen für die Werkstückentnahme aus Gesenkformen diskutiert. Ferner werden Schnittpunkte zwischen dem Umformen und weiteren Fertigungstechniken, wie der Bearbeitung mit dem fokussierten Ionenstrahl aufgezeigt. Im Zuge dessen werden mechanische Prinzipien wie ein Kugelgelenk oder eine Klippverbindung als Beispiele für die Kombination verschiedener Fertigungstechniken vorgestellt.



1. Einführung

Die Arbeit schließt mit einer Zusammenfassung der fundamentalen Ergebnisse und zeigt die zukünftigen Möglichkeiten des Umformens im Submikro- und Nanobereich in einem Ausblick auf.

2. Besonderheiten im Submikro- und Nanobereich

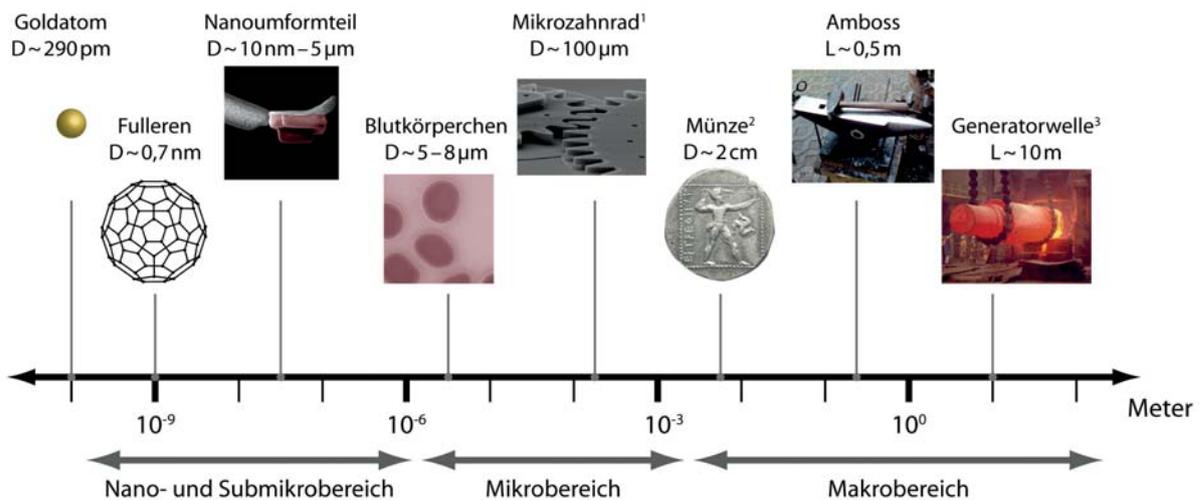


Abbildung 2.1.: Einordnung der Größenskalen. (Verwendung mit freundlicher Genehmigung von ¹Sandia National Laboratories [16], ²Roland Müller [70] und ³Hartmut Kluck [53]).

Das Verhalten von Objekten im Submikro- und Nanobereich weicht teils erheblich von den makroskopischen Eigenschaften ab. Physikalische und chemische Gesetzmäßigkeiten skalieren auf unterschiedliche Art. Dies äußert sich in einem zum Makroskopischen teils gravierend verschiedenen Verhalten. Die Definition des Nanobereichs wird zumeist für Objekte mit mindestens zwei Dimensionen in der Größenordnung von 1 nm bis 100 nm verwendet. Darüber bis unter 1 μm bezeichnet den sog. Submikrobereich. Abbildung 2.1 zeigt eine Übersicht der Größenordnungen. Teilt man beispielsweise einen Würfel von 1 cm Kantenlänge in Würfel der Kantenlänge 100 nm, so erhält man 10^{15} Würfel (siehe Vergleich

2. Besonderheiten im Submikro- und Nanobereich

Abbildung 2.2). Die Oberfläche der 100 nm Würfel liegt in ihrer Gesamtheit um das 10^{10} -fache höher, als der des 1 cm Würfels bei gleichem Volumen (Masse). Die relative Vergrößerung der Oberfläche ist folglich maßgeblich für die besonderen Eigenschaften in kleinen Größenskalen verantwortlich.

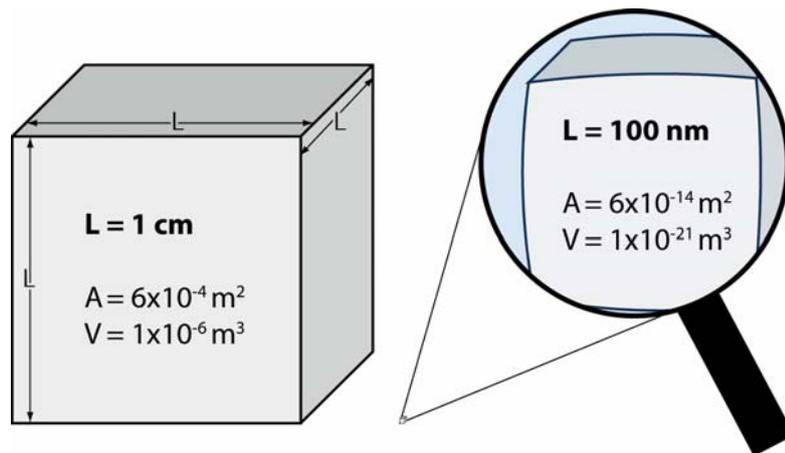


Abbildung 2.2.: Vergleich von Würfeln mit 1 cm und 100 nm Kantenlänge. 10^{15} Würfel der Kantenlänge 100 nm haben, bei gleichem Volumen (Masse) wie ein Würfel mit 1 cm Kantenlänge, eine 10^{10} -fach größere Oberfläche.

2.1. Größeneffekt

Die Bindungsart sowie die Anordnung der Atome und Moleküle zueinander bestimmen im Wesentlichen die idealen (defektfreien) Eigenschaften eines Festkörpers. Beim Blick auf die Materialeigenschaften im Makroskopischen wird deutlich, dass diese von den „idealen“ Eigenschaften oft signifikant abweichen. Festkörper sind im Makroskopischen wesentlich durch die mikroskopische Struktur definiert. In besonderem Maße werden die Eigenschaften durch sog. Gitterfehler (Defekte) sowie deren Anzahl und Verteilung im Materialvolumen bestimmt.

Am Beispiel von Metallen wird nach der Dimensionalität in null-dimensionale Defekte (Punktdefekte wie z. B. Leerstellen und

Zwischengitteratome), eindimensionale Defekte (Liniendefekte wie z. B. Schrauben- und Stufenversetzungen), zweidimensionale (Flächendefekte wie z. B. Korngrenzen) sowie dreidimensionale Defekte (Volumendefekte wie z. B. kohärente und inkohärente Ausscheidungen) unterschieden [33]. In makroskopischen Objekten ist eine Vielzahl dieser Defekte homogen verteilt. Sie bestimmen im Wesentlichen das mechanische Verhalten, indem sie interagieren und in ihrer Zahl und Ausprägung variabel sind. Nachstehend wird auf den Einfluss von Defektstrukturen wie Versetzungen und Korngrenzen in kleinskaligen Objekten eingegangen.

Generell sinkt die Wahrscheinlichkeit für vorhandene Defekte proportional mit kleiner werdendem Volumen. Folglich haben kleine Objektvolumina eine geringe Anzahl an Defekten. Die Versetzungsdichte¹ ρ wird für unverformte Metalle im Bereich von $\rho = 10^{10} \text{ m}^{-2}$ bis $\rho = 10^{12} \text{ m}^{-2}$ angegeben. Ausgehend von einer geringen Versetzungsdichte in einem Einkristall mit $\rho = 10^{10} \text{ m}^{-2}$ hat ein Würfel mit 1 cm Kantenlänge ($A = 1 \text{ cm}^2$) über den Querschnitt 10^6 Versetzungen und ein Würfel mit 100 nm Kantenlänge ($A = 10^4 \text{ nm}^2$) über den Querschnitt 10^{-4} Versetzungen. Dies ist ein Grund, weshalb kleine Objektvolumina im Submikro- und Nanobereich als nahezu versetzungsfrei angesehen werden können. Eine weitere Ursache ist durch die im Vergleich zum Volumen große Oberfläche und die daraus folgende hohe Beweglichkeit der Oberflächenatome begründet. In Untersuchungen an intermetallischen Nanopartikeln im TEM (Transmissionselektronenmikroskop) wurde ebenfalls eine defektfreie Kristallstruktur von submikro- und nanoskaligen Objekten bestätigt [68].

Betrachtet man die Kristallstruktur von Metallen, sind die mechanischen Eigenschaften innerhalb der Kristalle (Körner) stark

¹Gesamtlänge der Versetzungslinien pro Volumeneinheit ($L/V = [m/m^3] = [m^{-2}]$) oder Anzahl der Durchstoßpunkte mit der Oberfläche ($1/d^2 = [1/m^2] = [m^{-2}]$)



2. Besonderheiten im Submikro- und Nanobereich

richtungsabhängig (anisotrop). Im Fall von hoher Reinheit und geringer Defektdichte, nähern sich diese Einkristalle folglich den „idealen“ Eigenschaften an. Metalle bestehen allerdings in der Regel aus vielen, verschieden orientierten mikroskopischen Kristalliten, sie sind polykristallin. Die mechanischen Eigenschaften eines feinkristallinen Polykristalls sind im Mittel in alle Raumrichtungen gleich (isotrop), da die unterschiedlichen Eigenschaften der Kristallite über die Anzahl im Mittel gleich sind. Verkleinert man das Volumen bei gleichbleibender Korngröße bis in den Mikro- und Nanobereich, sind nur noch wenige Körner über den Querschnitt verteilt und das Verhalten kann nicht mehr als isotrop angesehen werden. Für das Umformen ist dies von Bedeutung, da sich das Verformungsverhalten und die mechanischen Kennwerte aufgrund der Mikrostruktur bei gleichem Material vom Makro- zum Nanobereich gravierend verändern [100].

Physikalische Gesetze besitzen im Nanobereich ebenso Gültigkeit wie im Makrobereich, jedoch verändert sich der Einfluss von Gesetzmäßigkeiten mit den Abmessungen von Objekten. Da eine Vielzahl von physikalischen Größen nicht direkt proportional zur Länge skaliert, folgt aus einer Größenänderung eine teils signifikante Änderung des mechanischen, elektrischen, magnetischen, thermischen, optischen sowie des chemischen Verhaltens. Im Folgenden wird das Hauptaugenmerk auf geometrische, mechanische, elektrische und elektromagnetische Phänomene geworfen. Weitere Informationen zur Skalierung von beispielsweise optischen und chemischen Gesetzmäßigkeiten sowie Effekten in Fluiden sind u. a. bei Rogers et al. [82] und Wautelet et al. [101–103] zu finden.

In kleinen Systemen haben physikalische Phänomene, die direkt mit der Oberfläche verknüpft sind eine besondere Bedeutung. Für die Würfel in Abbildung 2.2 skaliert das Verhältnis aus Oberfläche $A = 6 \cdot L^2$ und Volumen $V = L^3$ umgekehrt proportional zur Länge:



$$\text{für (a): } \frac{A}{V} = 600 \quad (\text{mit } L = 1 \text{ cm}) \quad (2.1)$$

$$\text{für (b): } \frac{A}{V} = 60 \cdot 10^6 \quad (\text{mit } L = 100 \text{ nm}) \quad (2.2)$$

Physikalische Kräfte setzen sich aus Größen zusammen, die verschiedenartig mit der Länge, der Fläche und dem Volumen skalieren. Nachfolgend wird der Größeneffekt für verschiedene Kräfte betrachtet. Dazu ist anzumerken, dass die dargestellten Verhältnisse lediglich der Orientierung dienen und das Verhalten der physikalischen Größen im Allgemeinen beschreiben. Zur Vereinfachung wurde die Annahme, den Werkstoff als Kontinuum zu betrachten, gewählt. In der Realität kann insbesondere im Nanobereich das Verhalten der physikalischen Größen signifikant von der Annahme, aufgrund des größeren Einflusses der Oberfläche, abweichen [82]. Dennoch geben die vorgestellten physikalischen Beziehungen eine grundlegende Orientierung für die Auslegung von Mikro- und Nanosystemen.

Im Schwerfeld der Erde wirkt auf jede Masse m in Verbindung mit der Fallbeschleunigung g die Gewichtskraft F_G . Gewichtskraft und Masse sind proportional. Die Masse ist wiederum proportional zum Volumen.

$$F_G = m \cdot g \quad \text{und} \quad m = \frac{V}{\rho} \quad (2.3)$$

Aus 2.3 folgt:

$$F_G \propto m \propto V \propto L^3 \quad (2.4)$$

Entsprechend ist die auf Objekte im Submikro- und Nanobereich wirkende Gewichtskraft äußerst klein und kann meist vernachlässigt werden. Kleinere Systeme besitzen im Verhältnis zum Volumen und damit zur Masse eine große Oberfläche (siehe Vergleich



2. Besonderheiten im Submikro- und Nanobereich

Abbildung 2.2). Auf Oberflächen basierende Wechselwirkungen dominieren mit kleiner werdender Objektgröße und abnehmender Distanz auf das Volumen (Masse) bezogene physikalische Größen. Die Van-der-Waals-Kraft skaliert mit der Oberfläche:

$$F_{vdW} \propto A \propto L^2 \quad (2.5)$$

Adhäsionskräfte wie die Van-der-Waals-Kraft sind bereits im Bereich unter $L = 1 \text{ mm}$ gegenüber der Gewichtskraft dominant, wenn der Abstand zweier Objekte hinreichend klein ist. Somit kann aus dem Beispiel der beiden Würfel das Verhältnis und damit der Einfluss der Van-der-Waals-Kraft gegenüber der Gewichtskraft direkt abgeleitet werden.

$$\frac{F_{vdW}}{F_G} \propto L^{-1} \quad (2.6)$$

Die Van-der-Waals-Kraft basiert auf Fluktuationen in der Aufenthaltswahrscheinlichkeit von Elektronen innerhalb der Elektronenwolke. Diese Fluktuation resultiert in einer Ladungsverteilung und damit in einer Polarisierung von Atomen. Hieraus folgt eine anziehende (oder abstoßende) Wechselwirkung zwischen gegensätzlich polarisierten Atomen, sobald der Abstand zwischen den Objekten hinreichend klein (etwa $2 - 10 \text{ nm}$) ist. Diese anziehende Wechselwirkung besitzt für den gesamten Nanobereich Gültigkeit². Aus der Van-der-Waals-Wechselwirkung ergeben sich starke

²Bei weiterer Annäherung überlappen sich die Elektronenwolken und Elektronen müssen in energetisch höhere Zustände ausweichen. Da nach dem Pauli-Prinzip nur ein Zustand von jeweils einem Elektron eingenommen wird (pro Orbital maximal zwei Elektronen mit verschiedenem Spin), kommt es zur Erhöhung der Gesamtenergie und damit zur Abstoßung. Dies gilt für sehr geringe Abstände und ist insbesondere für quantenmechanische Betrachtungen von Bedeutung.

Kräfte für Objekte im Submikro- und Nanobereich, die einerseits die Handhabung der Objekte erleichtern (z.B. müssen Ni_3Al -Nanoteilchen für eine Manipulation lediglich mit einer Manipulationsnadel berührt werden), andererseits das Lösen des adhäsiven Kontaktes erschweren. Problematisch wird die Manipulation insbesondere dann, wenn die Kontaktfläche zwischen Objekt und Substrat größer ist als zwischen Objekt und dem Manipulationswerkzeug. Folglich kann das Objekt durch das Werkzeug, allein auf Basis adhäsiver Kräfte, nicht manipuliert werden. Im Rahmen dieser Arbeit war die Problematik besonders beim Umformen in Gesenkformen präsent (siehe Kapitel 4.3.2 auf Seite 131). Da die Ausprägung der Van-der-Waals-Wechselwirkung materialabhängig ist, beeinflusst ebenso die Werkstoffpaarung die wirkenden Kräfte. Eine weitere Adhäsionskraft, die Casimir-Kraft, kann bei geringen Objektabständen und großen Objektflächen beobachtet werden. Der Casimir-Effekt basiert auf der Quantisierung des elektrischen Feldes [103] und wurde erstmals im Vakuum zwischen parallelen Platten bei geringem Abstand im Nanometerbereich nachgewiesen. Bei Dalvit et al. [17] werden aktuelle Ergebnisse auf dem Forschungsgebiet vorgestellt und mögliche Anwendungen als nächste Generation hochempfindlicher Kraftmessensoren diskutiert.

Die Reibungskräfte sind im Makroskopischen primär von der Gewichtskraft abhängig. Im Mikroskopischen bestimmen im Wesentlichen Adhäsionskräfte die Reibungskräfte F_R zwischen Objekten.

$$F_R \propto L^2 \quad (2.7)$$

Demzufolge skaliert die Reibungskraft wie die Van-der-Waals-Kraft mit der Fläche und gewinnt mit kleiner werdender Objektgröße (großes Fläche- zu Volumenverhältnis) an Einfluss [102]. Dieser Zusammenhang ist für die Auslegung von mechanischen



2. Besonderheiten im Submikro- und Nanobereich

Antrieben im Submikro- und Nanobereich von Bedeutung. Zwischen sich bewegenden Objekten im Submikro- und Nanobereich sind die Reibungskräfte durch die adhäsiven Kräfte bestimmt. Die Federkraft F_F ist von der Auslenkung der Feder abhängig. Für die Federkraft besteht ein proportionaler Zusammenhang zur Auslenkung (Längenänderung) ΔL .

$$F_F \propto \Delta L \quad (2.8)$$

Daher sind z. B. Kraftmessungen basierend auf Prinzip des Biegebalkens (Cantilever) im Mikro- und Nanobereich umsetzbar und Stand der Technik [82]. Die Frequenz einer Feder verhält sich wie folgt:

$$f_F \propto L^{-3/2} \quad (2.9)$$

Die elektrische Leitfähigkeit wird durch die Anzahl an Defekten im Materialvolumen charakterisiert. Mit kleiner werdendem Volumen, reduziert sich die Wahrscheinlichkeit für innere Fehler und es ändern sich folglich die elektrischen Eigenschaften. Ein weiterer Einfluss ist durch die geometriebezogene Abhängigkeit der elektrischen Eigenschaften gegeben. Der elektrische Widerstand R ist materialabhängig und skaliert bei konstanten spezifischen Widerstand ρ_{el} des elektrischen Leiters proportional mit L/A [82, 102]:

$$R = \rho_{el} \cdot \frac{L}{A} \propto L^{-1} \quad (2.10)$$

Der elektrische Widerstand erhöht sich folglich mit dem Verkleinern der Objektabmessungen [82]. Entsprechend verhält sich bei konstanter Spannung U die Stromstärke I umgekehrt proportional zum elektrischen Widerstand.



$$I = \frac{U}{R} \propto L \quad (2.11)$$

Die Kraft, welche elektrische Ladungen auf den sie umgebenden Raum ausüben, wird als elektrische Feldstärke bezeichnet. Zwischen zwei Punkten skaliert die elektrische Feldstärke bei konstanter Spannung umgekehrt proportional mit dem Abstand.

$$E_{el} = \frac{U}{L} \propto L^{-1} \quad (2.12)$$

Das magnetische Feld B einer mit dem Strom I durchflossenen Zylinderspule mit der Windungszahl N verhält sich proportional zur Länge L , da $I \propto L^2$ gilt³. Die Permeabilität μ ist materialabhängig [102].

$$B = \mu \cdot \frac{N}{L} \cdot I \propto L \quad (2.13)$$

Die magnetische Feldenergie E_{mag} ist durch das Volumen V des felderfüllten Raums charakterisiert.

$$E_{mag} = \frac{B^2 \cdot V}{2\mu_0} \propto L^5 \quad (2.14)$$

Die gespeicherte Energie im Magnetfeld sinkt für kleine Objekte folglich drastisch.

Die thermischen Besonderheiten von Objekten im Submikro- und Nanobereich sind primär mit der Oberfläche verknüpft, da die Wärmeleitung Q_L , die Konvektion Q_K und die Wärmestrahlung Q_S ebenfalls direkt mit der Oberfläche in Zusammenhang stehen.

³Der Ansatz $I \propto L^2$ gilt unter der Annahme, dass die Stromdichte in dem Leiterdraht der Spule konstant gehalten werden kann und sich lediglich die Abmessungen und die Stromstärke reduzieren [103].



2. Besonderheiten im Submikro- und Nanobereich

$$Q_L \propto Q_K \propto Q_S \propto L^2 \quad (2.15)$$

Die erforderliche Wärmeenergie E_{th} für die Erwärmung von Objekten skaliert mit deren Volumen (Masse) [82].

$$E_{th} \propto V \quad (2.16)$$

Insgesamt wird für kleine Systeme ein geringer Betrag an Wärmeenergie benötigt, andererseits können sie aufgrund des kleinen Volumens nur eine kleine Wärmemenge speichern, welche über die große Oberfläche durch Wärmeleitung, Konvektion und Wärmestrahlung schnell wieder abgeben werden kann.

Ebenfalls größenabhängig ist die Schmelztemperatur eines Stoffes. Dieser Zusammenhang wird als thermischer Größeneffekt bezeichnet und ist für eine Vielzahl von nanoskaligen Materialien experimentell nachgewiesen worden. Bestimmend für die Schmelztemperatur sind die kohäsiven Kräfte. Mit kleiner werdendem Volumen und größer werdender, bezogener Oberfläche, erhöht sich die Anzahl der Atome mit hoher Beweglichkeit an der Oberfläche relativ zur Gesamtzahl der Atome. Dies wird besonders in der Schmelzpunkterniedrigung bei Partikelgrößen von < 20 nm deutlich [9,40]. Eine Übersicht für Nanostrukturen aus Gold, Blei, Zinn und Indium ist bei Qi [81] sowie Safaei et al. [85] zu finden. Dort werden experimentelle Messungen der Schmelztemperatur über die Strukturgröße mit theoretischen Berechnungen verglichen. Im Kapitel 3.1.4 auf Seite 34 wird der thermische Größeneffekt am Beispiel vom Fügen durch Löten an einem praktischen Beispiel beschrieben.

2.2. Mechanische Besonderheiten

Als weitere Besonderheit für den kleinskaligen Bereich soll der mechanische Größeneffekt am Beispiel von Ni_3Al -Partikeln vorgestellt werden. Die Partikel wurden im Rahmen dieser Arbeit als Halbzeuge für das Umformen verwendet. Die Herstellung, Zusammensetzung und Verwendung wird im Kapitel 4.2.1 auf Seite 91 detailliert behandelt.

Generell wird eine Größenabhängigkeit des Elastizitätsmoduls beobachtet. Bei Amodeo et al. [1] wird für einkristalline, kubische Ni_3Al -Partikel mit einer Größe von 11 nm und 25 nm in der $\{100\}$ -Ebene der Elastizitätsmodul mit $E_{\langle 100 \rangle}(11 \text{ nm}) = 80 \text{ GPa}$ und $E_{\langle 100 \rangle}(25 \text{ nm}) = 86,7 \text{ GPa}$ angegeben. Diese simulativ ermittelten Werte liegen deutlich niedriger als für makroskopisches Ni_3Al mit $E_{\langle 100 \rangle} = 114,1 \text{ GPa}$ [1, 64]. Der Größeneffekt wird in Verbindung mit Dehnungen im Inneren des Objektvolumens, die aus Oberflächenspannungen folgen, erklärt. Die Dehnungen im Inneren beeinflussen das elastische Materialverhalten durch Überlagerung. Im Rahmen dieser Arbeit wurde das mechanische Verhalten unter uniaxialer Druckbeanspruchung an solitären Ni_3Al -Partikeln untersucht. Mit einem PicoIndenter[®] von Hysitron[®] und einer abgeflachten Diamantspitze wurden die kubischen Partikel mit Kantenlängen zwischen 300–600 nm auf einem Si-Substrat umgeformt. Der Versuchsaufbau und Ablauf ist im Detail bei Landefeld et al. [56] erläutert. In Abbildung 2.3 ist der Verlauf der in diesen Versuchen bestimmten Fließspannung über der wahren Dehnung, gemessen an sechs Partikeln aufgetragen. Nach einem Bereich des elastischen Materialverhaltens verformte sich das Teilchen mit hoher Dehnung. Dabei war die Ausbildung einer Vielzahl paralleler Gleitlinien auf dem verformten Partikel zu erkennen. Diese Linien entsprechen Kristallebenen, die parallel zur dichtest gepackten $\{111\}$ -Ebene liegen. Die Dehngrenze ist mit über 3000 MPa wesentlich höher als für makroskopisches Ni_3Al . Das Verformungs-

2. Besonderheiten im Submikro- und Nanobereich

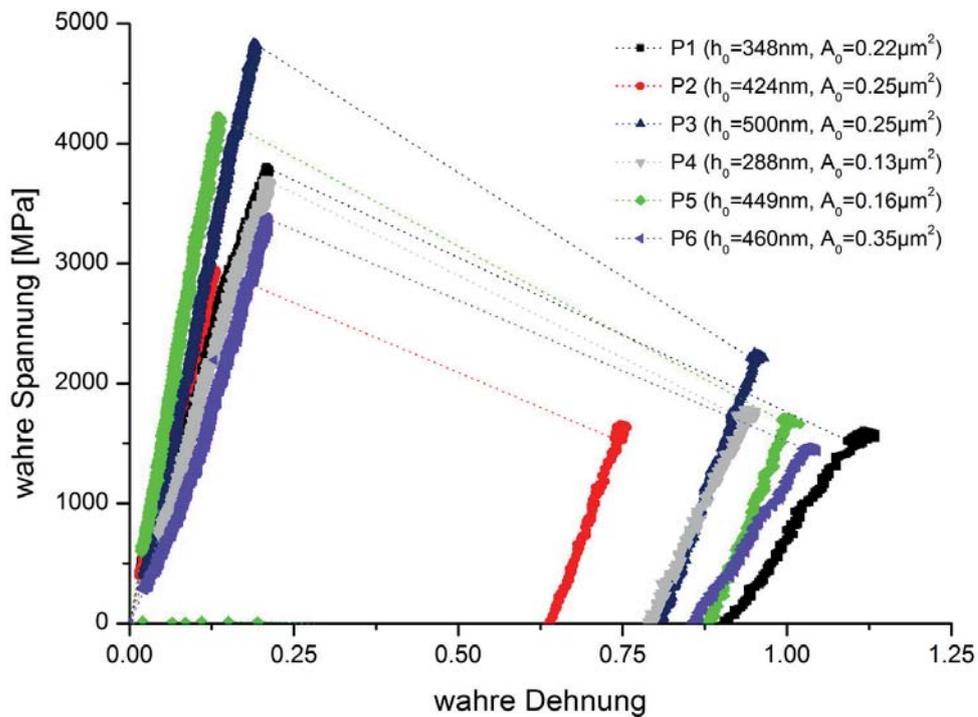


Abbildung 2.3.: Wahre Spannung – wahre Dehnung Kurvenverläufe für γ' -Partikel (nach [56]).

verhalten kann anhand der gemessenen Daten und des visuellen Eindrucks wie folgt erklärt werden. Nach Erreichen einer kritischen Spannung werden lokal im Bereich einer Spannungsspitze (Rauheit, nichtplanarer Andruck etc.) Versetzungen initiiert, die sich auf $\{111\}$ -Ebenen durch das gesamte Volumen bis zur Oberfläche bewegen. Daraus folgt ein stufenförmiges Abgleiten. Mit der veränderten Oberfläche ändert sich der Spannungszustand und eine Vielzahl weiterer Versetzungen bewegen sich durch den Kristall. Nach dieser initialen Verformung mit hohen Dehnungen (Dehnungssprung) stoppt der Vorgang, sobald die Versetzungsbewegung entlang der $\{111\}$ -Ebene erschwert ist. Danach steigt die Spannung, bis die Aktivierung weniger günstiger Kristallorientie-

rungen möglich ist. Bei Amodeo et al. [1] wird das mechanische Verhalten mit der atomistischen Simulation durch Bildung einer sog. pseudo-twin structure (Quasizwillingsbildung) als initialer Schritt der plastischen Verformung der Ni₃Al-Partikel beschrieben und als Erklärung für den Dehnungssprung gegeben.

Ein größenabhängiges mechanisches Verhalten ist ebenso in zahlreichen Versuchen an sog. Micro- und Nanopillars (Mikro- und Nanosäulen) nachgewiesen. Diese säulenartigen Strukturen können in nahezu jedem beliebigen Feststoff mithilfe des fokussierten Ionenstrahls generiert werden. Bei Uchic et al. [98] werden beispielsweise verschiedene Größenpopulationen von Mikrosäulen innerhalb eines Kornes eines metallischen Polykristalls generiert, die demzufolge einkristallin sind. In diesen und vergleichbaren Versuchen wurde eine deutliche Tendenz zu steigenden Fließspannungen mit abnehmenden Objektquerschnitt festgestellt. Die von Frick et al. [32] im uniaxialen Druckversuch ermittelten Fließspannungen für $d = 200$ nm Ni-Mikrosäulen sind mit etwa 1,6 GPa deutlich höher als die Fließspannung für $d = 2$ μ m Säulen mit etwa 400 MPa. Die Höhe der Fließspannung ist dabei umgekehrt proportional und wird beispielsweise für Nickel mit $\sigma \propto d^{-0,69}$ bei [32] und $\sigma \propto d^{-0,6}$ bei [98] angegeben. Die in dieser Arbeit beobachteten hohen Dehnungen, nach Erreichen der Fließspannung, wurden in Versuchen an Mikrosäulen hingegen als kleinere sprunghafte Dehnungsereignisse festgestellt⁴. Für defektfreie Gold-Einkristalle wurde bei Mook et al. [66] und Mordehai et al. [67] ein vergleichbares Verhalten zu den im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Ni₃Al-Partikeln festgestellt.

⁴Dabei ist anzumerken, dass die Säulen im Gegensatz zu den freistehenden Ni₃Al-Partikeln mit dem Substrat verbunden sind und dass die Herstellung mittels fokussierten Ionenstrahl Einfluss auf das mechanische Verhalten hat, da die Gitterstruktur im Randbereich gestört wird. Der Einfluss des fokussierten Ionenstrahls auf die mechanische Verhalten wird u. a. von Maaß et al. [60] an Ni₃Al-Partikeln veranschaulicht.



Im Hinblick auf das Formgeben durch Umformen kombinieren Ni_3Al -Partikel enorme Festigkeit mit hoher Duktilität und bieten ein großes Potential für die Herstellung von mechanisch belastbaren Strukturen.

2.3. Weitere Effekte

2.3.1. Kohlenstoffabscheidung

Während der bildgebenden Untersuchung am Rasterelektronenmikroskop kann bei häufigem Abtasten eines Bereiches zumeist eine Verschlechterung der Bildqualität festgestellt werden. Grund hierfür ist die schichtartige Abscheidung von Kohlenstoffverbindungen. Der Effekt wird in diesem Zusammenhang auch als Kohlenstoffkontamination bezeichnet. Das Bild wird zunehmend kontrastarm, verschwommen und dunkel. Hohe Beschleunigungsspannungen und große Blenden begünstigen den Effekt. Ursächlich ist u. a. die im Vakuum der Probenkammer vorhandene Restatmosphäre. Diese enthält Kohlenwasserstoffverbindungen, welche durch die Wechselwirkung des energiereichen Elektronenstrahls mit der Probenoberfläche aufgespalten werden [65]. Insbesondere die Sekundärelektronen sind mit Energien von etwa 10 eV für die Aufspaltung der organischen Verbindungen verantwortlich [54]. Auch mit Kohlenwasserstoffverbindungen kontaminierte Probenoberflächen sowie die Kammerwände und die Oberflächen der Detektoren im Innenraum unterstützen den Effekt. Die Kohlenstoffverbindungen scheiden sich im Abtastbereich des Elektronenstrahls ab. Der Effekt kann durch saubere Probenoberflächen, ein hohes Vakuum und mithilfe von Kühlfallen begrenzt werden. Für die Manipulation von Objekten im Submikro- und Nanobereich können allerdings auch Vorteile aus der elektronenstrahlinduzierten Kohlenstoffdeposition (engl. electron beam induced deposition (EBID) of carbon) abgeleitet werden. Das Abschei-

den von Schichten ist in kleinen Bereichen gezielt möglich. Hierzu wird der abtastende Elektronenstrahl auf einen kleinen Bereich beschränkt. Die abgeschiedenen, haftenden Schichten können Kräfte übertragen und so unterstützend wirken. Im Rahmen dieser Arbeit wurden mehrfach Kohlenstoffschichten in einem begrenzten Areal zwischen Manipulatorspitze und Objekt abgeschieden. Diese Schichten können Zugkräfte aufnehmen und so beispielsweise die Entnahme aus Gesenkformen erleichtern (siehe Kapitel 4.3.2 auf Seite 131).

2.3.2. Aufladungseffekte

Im Rasterelektronenmikroskop wird die Objekt Oberfläche zeilenförmig vom Elektronenstrahl abgetastet. Dabei wechselwirken die Elektronen abhängig vom Auftreffwinkel mit den abgetasteten Objekten. Je nach Größe, Material und Kontaktierung variiert der Elektronentransport auch innerhalb und zwischen Objekten. Ist der Elektronenfluss behindert, entstehen Ladungsunterschiede, die zu abstoßenden oder anziehenden Reaktionen zwischen den Objekten führen.

Isolierende Oberflächenschichten beeinflussen den Ladungsträgeraustausch negativ. Neben oxidativen Schichten können auch organische Verbindungen anhaften. Organische Schichten haben ihre Ursache in der Herstellung oder der Reinigung (z. B. mit Ethanol). Auch die im vorigen Abschnitt erwähnte Kohlenstoffabscheidung in Verbindung mit dem Elektronenstrahl führt zur Bildung von deckenden Schichten. Tastet der bildgebende Elektronenstrahl über Objekte, können die Elektronen an diesen Schichten nur schlecht abgeleitet werden. Gegenüber gut leitenden Objekten (Manipulatorspitze) weisen die Strukturen einen Ladungsunterschied auf. Zusätzlich sind besonders freistehende Objekte mit Abmessungen im Submikro- und Nanobereich aufgrund ihrer verschwindend geringen Masse von elektrostatischen Kräften, als



2. Besonderheiten im Submikro- und Nanobereich

Folge der Ladungsdifferenzen, beeinflussbar. Im Rahmen dieser Arbeit wurden Ladungsunterschiede zwischen freistehenden Ni₃Al-Partikeln auf einem Si-Substrat und einem aufwendigen Versuchsaufbau mit mehreren Manipulations- und Umformwerkzeugen beobachtet. Bei Annäherung des Manipulationswerkzeugs veränderten die Partikel ihre Position, bewegten sich spontan an die Seitenflächen des Manipulationswerkzeugs oder konnten nicht mehr aufgefunden werden. Die Partikeloberfläche ist auch hier von einer isolierenden Schicht bedeckt. Der Elektronentransport vom Partikel in das Substrat ist durch die isolierende Schicht behindert. Manipulations- und Umformwerkzeuge können dagegen Elektronen sehr gut über ihre relative Größe und den Kontakt zum Probenstück ableiten. Bei Annäherung zwischen Werkzeug und Partikel kommt es daher bei ungünstiger Orientierung zu Wechselwirkungen, die sich in der Positionsänderung der Partikel äußern.

Der negative Einfluss der Ladungsunterschiede konnte weitgehend reduziert werden. Dazu wurde in dieser Arbeit auf eine gleichmäßig flächige Kontaktierung des Siliziumsubstrats mit Leitsilber geachtet. Die Manipulation auf dem Substrat wurde nach Möglichkeit lediglich mit einem Manipulator ausgeführt. Die Übergabe eines Partikels zwischen zwei Manipulatorspitzen erfolgte im Abstand von $> 100 \mu\text{m}$ zum Substrat, um Wechselwirkungen mit diesem zu vermeiden. Weiterhin wurde während der Gesamtheit der Versuche bei einer Beschleunigungsspannung des Elektronenstrahls von 5 keV gearbeitet.

3. Fertigungsverfahren für funktionelle Strukturen

Die Skalierung von Fertigungsprozessen und die Generierung neuer Fertigungsstrategien sind entscheidend, wenn Herstellungsverfahren für funktionelle Strukturen im Submikro- und Nanobereich entwickelt werden. Durch den enormen Aufschwung in der Halbleiterindustrie und der damit verbundenen rasanten Entwicklung von mechanisch-elektrischen Mikrosystemen (MEMS) wurde dieser Prozess stark forciert. Die Fertigung ist in diesem Bereich stark an der Beschichtungstechnologie orientiert. Hier wurden vielfältige Techniken weiterentwickelt, die von flächenhaften Strukturen bis hin zu schichtweise erstellten räumlichen Bauelementen reichen.

Die Herstellung freistehender Strukturen im Submikro- und Nanobereich findet bisher weniger Beachtung. Gründe hierfür sind u. a. die ungleich schwierigere Prozesssteuerung sowie die reproduzierbare Herstellung von hochwertigen und homogenen Strukturen. Auch sind mögliche Anwendungsfelder teilweise noch nicht ausreichend definiert. Charakteristische Vorzüge von freistehenden Strukturen im Makroskopischen, sind eine hohe Beweglichkeit mit mehreren Freiheitsgraden, die Positionierbarkeit und die Transfermöglichkeit sowie eine große Wirkfläche, die aus der vergrößerten Oberfläche der dreidimensionalen Struktur folgt. Vermeintliche Anwendungsfelder z. B. in der Medizin erschließen sich erst allmählich, was zum einen im sukzessiven Erkennen der Möglichkeiten und zum anderen in der Unsicherheit im Abschätzen der Risiken begründet ist. Ein aktueller Forschungsschwerpunkt der Biotechnologie und Medizin ist die Funktionalisierung



3. Fertigungsverfahren für funktionelle Strukturen

von Nanopartikeln. Auf Basis von Liposomen, Polymeren und anorganischen Stoffen können diese für den Wirkstofftransport als sog. Nanocarrier, als Kontrastmittel für die Bildgebung oder für die thermische Behandlung eingesetzt werden [5]. Bei anorganischen Partikeln handelt es sich hauptsächlich um sphärische Nanopartikel oder Nanodrähte und Nanoröhren, die synthetisiert wurden. Am Beispiel von mehrwandigen Kohlenstoffnanoröhren werden erste Ansätze für Bewegungen im Nanobereich realisiert [13]. Dennoch sind komplizierte Geometrien und Bewegungen insgesamt kaum erforscht.

Mit der Einteilung in Fertigungsverfahren wird eine übersichtliche Darstellung der Fertigungstechniken gegeben. Nach DIN 8580 [19] wird in sechs Hauptgruppen unterteilt (siehe Abbildung 3.1). Unter den Hauptgruppen gibt es Überschneidungen, die aus der Kombination der Verfahren folgt. Unterteilt werden die Fertigungsverfahren in das Generieren einer Ausgangsform aus formlosem Stoff (Urformen), das Ändern der Form (Umformen, Trennen, Fügen, Beschichten) und das Ändern der Stoffeigenschaften. Diese Verfahren sind, insbesondere für die Fertigung im Makroskopischen, von Relevanz. Die Fertigungsverfahren sind primär als *top down*-Techniken definiert und zumeist bereits im apparativen Aufbau in ihrer Miniaturisierung limitiert. Auch begrenzen die im vorhergehenden Kapitel 2 auf Seite 7 beschriebenen physikalischen Einflüsse ein uneingeschränktes Herunterskalieren der Fertigungsverfahren. Im Folgenden werden Fertigungstechniken im Submikro- und Nanobereich vorgestellt und in die Darstellungsweise der Makroskopischen Fertigungsverfahren nach DIN 8580 eingeordnet.

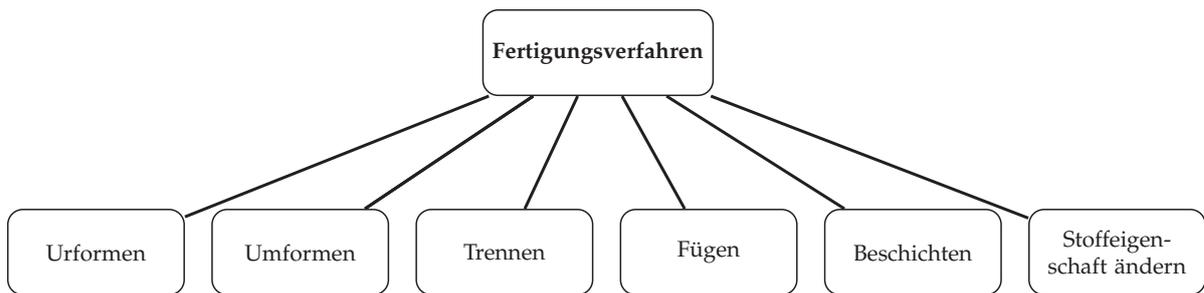


Abbildung 3.1.: Hauptgruppen der Fertigungsverfahren nach DIN 8580 [19].

3.1. Fertigungsverfahren nach DIN 8580 im Submikro- und Nanobereich

Aus Gründen der Übersichtlichkeit kann nicht auf alle Untergruppen der einzelnen Fertigungsverfahren der DIN 8580 eingegangen werden. In diesem Kapitel soll deshalb die Eignung der einzelnen Fertigungsverfahren für den Submikro- und Nanobereich exemplarisch an ausgewählten Beispielen erörtert werden. Wie im Makroskopischen gibt es auch hier wiederholt Überschneidungen. Dennoch sollte diese Darstellungsweise einen systematischen Überblick über die Verfahren geben und eine sichere Einordnung und Bewertung der im Rahmen dieser Arbeit betrachteten Hauptthematik, das Umformen, erlauben.

3.1.1. Urformen

Das Urformen umfasst definitionsgemäß die Verbindung von formlosen Stoff zu einem festen, geometrisch bestimmten Objekt. Der formlose Stoff, kann dabei fester, flüssiger oder gasförmigen Natur sein oder in einem Übergangszustand vorliegen [19]. Im Makroskopischen sind insbesondere das Gießen, das Sintern, die Gasphasenabscheidung und das elektrolytische Abscheiden stellvertretend für das Urformen. Auch generative Fertigungsver-



3. Fertigungsverfahren für funktionelle Strukturen

fahren wie z. B. das Rapid Prototyping können dem Urformen zugeordnet werden¹.

Eine Vielzahl von Faktoren, die im Makroskopischen geringen Einfluss haben, ist bei der Miniaturisierung des Gießens von Metallen von großer Bedeutung. Im Folgenden werden wichtige Faktoren genannt und der derzeitige Stand aufgezeigt. Die Gießbarkeit ist u. a. von der Oberflächenspannung der Schmelze, den Dimensionen der Form, der Reaktivität der Schmelze mit Form und Atmosphäre sowie von der Wärmeausdehnung und dem Schrumpfverhalten abhängig. Mit kleiner werdender Größe der Gießformdetails wird der hierfür nachteilige Einfluss der Oberflächenspannung erheblich und verschlechtert bzw. verhindert die Formfüllung. Hohe Temperaturen sowie das große Oberfläche- zu Volumenverhältnis der Schmelze und des Gießzeugnisses begünstigen die Reaktivität mit den Kontaktflächen und der Atmosphäre. Dies schränkt die Materialwahl ein und erfordert eine Prozessführung in Schutzatmosphäre oder Vakuum. Ebenso kann die Wärmeausdehnung aufgrund der großen Volumendifferenz von Gießform und Formdetail (Gießvolumen) nur schwer kalkuliert werden, was zu inhomogener Formfüllung und Geometrieabweichung führt. Weiterhin ist die Herstellung von geeigneten Gießformen mit Details im Submikro- und Nanobereich im Vergleich zur konventionellen Werkzeugfertigung aufwendig. Es müssen beispielsweise hohe Temperaturen, Trennbarkeit von Form und Gussteil sowie Wärmeausdehnung und geringe Oberflächenrauheit berücksichtigt und aufeinander abgestimmt werden. Eine Darstellung der Besonderheiten, Möglichkeiten und Grenzen des Gießens von Metallen ist bei Baumeister et al. [7] sowie bei Yang et al. [106] gegeben. Das Gießen offenbart Vorzüge gegenüber anderen Verfahren im Millimeter- und Mikrometerbereich, wenn Metalle mit Keramiken kraft- und formschlüssig

¹Generative Fertigungsverfahren unterscheiden sich primär dadurch, dass keine Werkzeugformen zur Abbildung der Objektkontur benötigt werden.

verbunden werden sollen [7,10]. Dies entspricht einem kombinierten Urform- und Fügeverfahren und ist wie das Gießen derzeit auf Strukturen um 100 μm limitiert [7, 15]. Die Anwendung des Gießens von Metallen im Submikro- und Nanobereich erscheint unter Berücksichtigung der genannten Einflüsse und Einschränkungen nicht zweckmäßig oder gar realisierbar. Strukturen auf Basis von Polymeren konnten hingegen mit dem sog. Spritzgießen im Submikro- und Nanobereich realisiert werden. Zhang et al. [107] demonstrierten Strukturen im Bereich einiger 100 nm aus einem HDPE-Polymer. Dieses wurde über einen Spritzgießprozess in ein mit fokussierten Ionenstrahl strukturierten amorphen Metallsubstrat (BMG - engl. bulk metallic glass) abgeformt. Das Haupteinsatzgebiet ist vielmehr die oberflächliche Texturierung, als die Realisierung hoher Aspektverhältnisse und die Herstellung freistehender Strukturen. Der Schwerpunkt dieser Arbeit liegt auf mechanisch beanspruchbaren Strukturen, insbesondere Metallen. Daher soll hierauf nicht weiter eingegangen werden.

Auch das Sintern im klassischen Sinne ist derzeit auf die Anwendung im Millimeter- und Mikrometerbereich limitiert. Gründe hierfür sind die Partikelgröße der Pulver und die Herstellung der Presslinge über einen Spritzgießprozess. Bei Baumeister et al. [6] und Piotter et al. [79] wird die Herstellung von Bauteilen im Mikrometerbereich gezeigt. Wie beim Gießen begrenzt hier die Formfüllung die Skalierung für eine Anwendung im Submikro- und Nanobereich. Für Objekte im Submikro- und Nanobereich sollten die erforderlichen Pulverpartikel um etwa eine Größenordnung kleiner sein. Dagegen spricht, dass Agglomerationen mit kleiner werdender Partikelgröße immer wahrscheinlicher werden. Pulver mit Partikeln kleiner als 500 nm beginnen stark zu agglomerieren [46]. Eine gleichmäßige Verarbeitung von „Nanopulver“ wäre damit nicht gegeben. Könnte man Spritzgießformen in der Größenordnung herstellen, so würden sich die Presslinge



3. Fertigungsverfahren für funktionelle Strukturen

aufgrund der großen Oberfläche und der dominanten adhäsiven Kräfte nicht oder nur teilweise aus der Pressform entnehmen lassen, da sie in diesem Zustand (Grünling) noch nicht ausgehärtet sind. Im Bereich der Oberflächenstrukturierung wird bei Son et al. [91] ein Verfahren zur Herstellung von metallischen Strukturen auf Polymeren im Submikrobereich vorgestellt. Diese sind, besonders für leitfähige Strukturen auf transparenten und flexiblen Polymersubstraten, von Bedeutung. Eine Dispersion mit 5 nm Silbernanopartikeln wird auf ein Polymersubstrat aufgebracht und mit einem Femtosekundenlaser lokal erhitzt. Aufgrund der größenabhängigen Schmelztemperatur sintern die Partikel im Temperaturbereich von 100 °C bis 200 °C, sodass das Polymersubstrat nicht beschädigt wird. Linienförmige metallische Strukturen mit einer minimalen Breite von 780 nm konnten so auf dem Polymer appliziert werden.

Die Gasphasenabscheidung auf Oberflächen wird in der Hauptgruppe Beschichten in Kapitel 3.1.5 auf Seite 36 diskutiert. Dagegen eignet sich die Gasphasenabscheidung in Verbindung mit energiereichen Elektronen und Ionen im Elektronenmikroskop für die Herstellung räumlicher, quasi freistehender Strukturen. Da keine Form für die Abbildung erforderlich ist, kann von einem generativen Verfahren gesprochen werden. Es wird beispielsweise ein DualBeamTM-Rasterelektronenmikroskop² oder ein Transmissionselektronenmikroskop (TEM) mit einem Präkursor-Gas ausgestattet, das über eine feine Hohnadel zwischen Strahl und Substrat eingeleitet wird. Der energiereiche Strahl und besonders die als Folge aus der Substratoberfläche emittierten energiearmen Sekundärelektronen um etwa 10 eV bewirken, dass sich die che-

²Ein Mikroskop das sowohl eine Elektronenquelle als auch eine Ionenquelle bereitstellt. Elektronenstrahl als auch Ionenstrahl werden fokussiert und rastern die Oberfläche ab und können sowohl zur Bildgebung, als auch für die Gasphasenabscheidung verwendet werden.

mische Bindung des Gases aufspaltet, nicht flüchtige Bestandteile abscheiden und flüchtige Bestandteile über das Vakuumsystem abgepumpt werden [54]. Die Verfahren mit Elektronenstrahl werden FEBID (engl. focused electron beam induced deposition) und mit Ionenstrahl FIBID (focused ion beam induced deposition) abgekürzt. Die Gestaltung von räumlichen Strukturen ist durch die exakte Strahlsteuerung mit Einstellung der Parameter für Abtastart (serpentinenförmig, zeilenweise), Geschwindigkeit (Verweilzeit = dwelltime d_W), Stromstärke und Energie in einem Arbeitsgang innerhalb des Mikroskops mit hoher Genauigkeit möglich. Bei Fernández-Pacheco et al. [29] wird die Herstellung von magnetischen Nanodrähten aus Kobalt mit 40 – 100 nm Durchmesser und Aspektverhältnis von 1:100 gezeigt. Die Strukturen wurden mit einem fokussierten Elektronenstrahl erzeugt. Ein Nachteil dieser Verfahren ist, dass die abgeschiedenen Strukturen in ihrer Zusammensetzung inhomogen sind. Im Fall von metallischen Präkursor-Gasen wird ein hoher Anteil an nichtmetallischen Komponenten mit abgeschieden. Zusätzlich kommt es bei der Verwendung eines fokussierten Ionenstrahls zur Implantation von Ga^+ -Ionen und einer Beeinflussung durch Sputterprozesse. Typische Eigenschaften von Metallen wie hohe Festigkeit oder Leitfähigkeit können folglich nicht erreicht werden.

Galvanoformen ist das elektrochemische Abscheiden von Metallen an Formen oder auf strukturierte Substrate. Es wird auch in Verbindung mit den Begriffen Elektrodeposition oder Elektroplattieren verwendet. Dabei werden Metallionen über einen Elektrolyt unter einer angelegten Spannung auf der Form abgeschieden. Grundsätzlich eignet sich dieses Verfahren für die Abbildung von Strukturen im Submikro- und Nanobereich, wenn die Negativformen entsprechend feine Details aufweisen. Daher ist es eng mit Techniken wie der Lithographie oder Prägeverfahren wie dem Imprinting verknüpft, welche die entsprechenden



3. Fertigungsverfahren für funktionelle Strukturen

Formen liefern. Es können sowohl Oberflächen strukturiert oder räumliche Strukturen hergestellt werden. Für räumliche Strukturen werden z. B. Lithographie und Elektrodeposition abwechselnd ausgeführt. Zwischen den Schritten wird die Oberfläche, mechanisch durch Polieren oder mittels Ionenabtragen, eingeebnet. Nach vollständigen Entfernen des Photoresists verbleibt eine dreidimensionale metallische Struktur. Das Verfahren ist wie die Lithographie für die mikro- und nanoskalige Strukturierung von großen Oberflächen prädestiniert. Ein besonderer Vorteil ist die nicht richtungsabhängige Abscheidung, d.h. auch hinterschnittene Bereiche können beschichtet werden. Nachteilig ist die geringe Flexibilität und die aufwändige Herstellung in Verbindung mit weiteren Techniken, die sich aber bei großen Flächen auszahlt (siehe Abschnitt Beschichten) [11,37,89].

Ein generatives Fertigungsverfahren (FEBID, FIBID) wurde in Verbindung mit der Gasphasenabscheidung beschrieben. Ein weiteres Verfahren, das räumliche Strukturen im Submikro- und Nanobereich abbilden kann, ist die Mikro Stereolithographie (MSL) in Verbindung mit der 2PP-Technik (engl. Two-photon polymerization – Zwei-Photon-Polymerisation). Allgemein wird bei MSL-Verfahren ein flüssiges Photopolymer unter Einwirkung einer energiereichen Lichtquelle (UV, Laser) an definierten Stellen ausgehärtet. Die Polymerisation ist dabei an der Oberfläche lokalisiert. Danach wird der ausgehärtete Bereich im flüssigen Polymer abgesenkt und erneut bestrahlt. Daraus ergibt sich ein schichtweiser Aufbau. Die Detailgröße und Oberflächenqualität ist durch den Strahl und dessen Energieverteilung gekennzeichnet. Bei dem 2PP-Prozess wird die Polymerisationsreaktion durch zwei Photonen getriggert. Mit femtosekunden Lasern können im 2PP-Prozess Strukturen unterhalb der Beugungsgrenze des Laserlichts durch Polymerisation abgebildet werden. Der Laser kann dabei innerhalb des transparenten flüssigen Polymers fokussiert werden und durch Änderung

der Fokusslage dreidimensionale Strukturen mit Details um die 100 nm abbilden [75,99,104].

Mit Verfahren wie dem selektiven Lasersintern (SLS - engl. selective laser sintering) und dem selektiven Laserschmelzen (SLM - selective laser melting) können auch metallische und keramische Materialien verarbeitet werden. Beide Verfahren sind jedoch durch die Partikelgröße und Laserwirkzone derzeit mit einer Auflösung im Bereich einiger 10 μm auf den Mikrobereich limitiert.

3.1.2. Umformen

Das Umformen (DIN 8582) ist ein Formänderungsverfahren unter Beibehaltung des Volumens. Als Fertigungsverfahren für die Herstellung von freistehenden Strukturen im Submikro- und Nanobereich galt diesem bisher wenig Aufmerksamkeit. Von Saotome et al. [86] und Kumar et al. [55] wird das Prägen (Nanoimprinting) von amorphen Metallsubstraten sog. bulk metallic glasses (BMG) beschrieben. Bei Guo et al. [36] wird ein ähnlicher Prägeprozess für die Strukturierung von Polymersubstraten im Bereich von 10 nm beschrieben. Diese Umformverfahren gehören zur Untergruppe des Prägens, sind aber weniger für die Strukturierung freistehender Strukturen, als für die flächige Konturierung geeignet. Bei Vollertsen et al. [100] wird das Umformen im Millimeter und Mikrometerbereich realisiert und die Grenzen durch die Korngröße, die zunehmende Anisotropie und die Reibung zwischen Werkzeug und Umformteil definiert. Diese und weitere Einflüsse sind größenabhängig und führen zur Abnahme der Formgenauigkeit mit abnehmender Objektgröße [100]. Die Versuche orientieren sich apparativ stark an den Maschinen und Werkzeugen des makroskopischen Umformens, was das Skalieren hin zum Nanobereich gleichfalls begrenzt. Die hierdurch abgebildeten kleinsten Details liegen im Bereich einiger 10 μm . In Umformversuchen mit Mikromanipulatoren zeigten Rösler et al. [83] die Realisierbar-



keit des Verfahrens auch im Submikrobereich. Hier wurden würfelförmige Einkristalle der intermetallischen Verbindung Ni_3Al zu einfachen Geometrien wie flachen Scheiben gestaucht und das Einformen in Gesenkformen diskutiert. Hierauf aufbauend wurden in der vorliegenden Arbeit Verfahren und Werkzeuge entwickelt um komplexere Geometrien zu realisieren sowie die Möglichkeiten und die Grenzen des Umformens als Fertigungsverfahren im Submikro- und Nanobereich auszuloten. Das Umformen im Submikro- und Nanobereich wird in Kapitel 4.3 auf Seite 113 ausführlich diskutiert.

3.1.3. Trennen

Die dritte Hauptgruppe umfasst alle abtragenden Fertigungsverfahren. Die Formgebung wird durch Stoffabtrag herbeigeführt. In der Untergruppe ist das Zerteilen aufgeführt, was mitunter auch den Umformverfahren zugeordnet bzw. mit diesem prozesstechnisch leicht kombiniert werden kann. Es handelt sich nicht um ein spanabhebendes Verfahren, es wird lediglich ein fester Körper „zerteilt“. Aufgrund der Konformität mit dem Umformen und der Relevanz im Rahmen dieser Arbeit wird es in Kapitel 3.2.6 auf Seite 61 detailliert beschrieben. Bei Landefeld und Rösler [58] ist das Beißschneiden als ein Zerteilverfahren in Verbindung mit weiteren Umformverfahren beschrieben. Insgesamt galt dem Zerteilen als Fertigungsverfahren im Submikro- und Nanobereich bisher wenig Beachtung.

Das Trennen durch Spanen mit geometrisch bestimmter oder unbestimmter Schneidenform ist auf den Submikro- und Nanobereich nur sehr eingeschränkt projizierbar. Zwar können mit Poliermitteln und feinen Poliersuspensionen auch Oberflächen mit Rauheiten im Nanobereich erzielt werden, die Herstellung einzelner feiner Strukturen ist auf diesem Weg jedoch nicht möglich.

Die Verwendung von Dreh- und Fräsprozessen und der damit verbundenen Rotationsbewegung der Werkzeuge ist mit der erforderlichen Genauigkeit im Submikro- und Nanobereich nicht praktikabel. Das makroskopische Verfahren Stoßen ist, ähnlich dem mikroskopischen „scratch test“, durch eine lineare Werkzeugbewegung charakterisiert und daher leicht anwendbar. Dabei bewegt sich eine oder mehrere Schneiden mit einer definierten Eindringtiefe über die Oberfläche. Von Nowag [74] wird die Spanbildung im Mikrometerbereich an Ti 15-3 und Alloy 625 untersucht. Bei [27, 44] wird das Spanen am Beispiel von Silizium gezeigt. Mit einem Diamantwerkzeug werden bei Fang et al. [27] grabenförmige Strukturen ($< 1 \mu\text{m}$) auf einer Länge von 6,5 km in dotiertes Silizium eingebracht. Die Dotierung verbessert die Schnitteigenschaften des Siliziums. Für die Strukturierung von großen Oberflächen mit einfachen Formen ist dieses Verfahren vorteilhaft und eine Alternative zu anderen Verfahren der Oberflächenbearbeitung wie Imprinting oder Lithographie. Augenscheinlich ist jedoch auch, dass durch den Trennprozess umliegende Bereiche stark verformt werden. Diese inhomogenen Bereiche, die oft durch einen Grat an den Schnittträgern auffallen, dürften in einer Vielzahl von Anwendungen unerwünscht sein.

Ein weiteres Teilgebiet des Trennens ist das Abtragen. Dieses wird wiederum in das thermische, chemische und elektrochemische Abtragen untergliedert. Zu den thermischen Verfahren gehören u. a. das funkenerosive Abtragen und das Abtragen mit Laserstrahl. Das funkenerosive Abtragen ermöglicht die Abbildung von Konturen im Bereich einiger Mikrometer. Der Vorteil ist, dass eine große Zahl verschiedener Materialien, insbesondere extrem harte Materialien wie Wolframcarbid, bearbeitet werden können. Bei Benilov et al. [8] wird dies mit einer Pt-Ir-Elektrode an einem Silizium-Substrat in Form einer rechteckigen $250 \mu\text{m} \times 250 \mu\text{m}$ Kontur mit zentraler $\approx 1 \mu\text{m}$ Säule demonstriert. Laser bieten sich

als leistungsstarkes Trennverfahren im Mikrobereich an, sind aber aufgrund der Wellenlänge des verwendeten Lichts nicht für den Submikro- und Nanobereich geeignet. Der Elektronenstrahl kann hingegen als das Pendant im Nanobereich betrachtet werden. Im Transmissionselektronenmikroskop wurde von Fischbein et al. [31] das Trennen von nanoskaligen (1 – 20 nm) Graphenschichten demonstriert. Die Schnittbreiten betragen dabei lediglich wenige Nanometer.

Chemische Abtragverfahren sind für die Strukturierung im Mikro- und Nanobereich in Verbindungen mit lithographisch erstellten Masken sowie für den selektiven Materialabtrag von z. B. Kompositmaterialien oder mehrphasigen Materialien bedeutsam. Ein typisches Beispiel ist das anisotrope Ätzen von Halbleiterstrukturen in Silizium mit Kaliumhydroxid (KOH). Mithilfe geeigneter Passivierung durch Oxidation, Beschichtung oder Änderung der Stoffeigenschaften (z. B. Ionenimplantation) werden lediglich ungeschützte Bereiche chemisch abgetragen.

Verfahren auf Basis von elektrochemischen Prozessen haben sich für die Herstellung von Tastnadeln im Nanobereich als geeignet bewiesen. Diese Tastnadeln, oft aus Wolfram, werden u. a. für die Rastersondenmikroskopie [14], für die Manipulation von Nanoobjekten [48,57] oder für die Mikrohärteprüfung von Polymeren [34] verwendet. Bei Landefeld und Rösler [57] und im Kapitel 4.2.1 auf Seite 73 wird am Beispiel eigener Untersuchungen die Vorgehensweise für die Herstellung von Manipulationswerkzeugen aus Wolfram und Titan gezeigt.

3.1.4. Fügen

Die DIN 8593-0 definiert das Fügen als dauerhaftes Verbinden oder Zusammenführen von zwei oder mehreren geometrisch definierten festen Stoffen. Dabei kann ein formloser Stoff als Hilfsmittel eingesetzt werden [24]. Das Fügen wird oft mit anderen Ferti-

gungsverfahren in Kombination angewandt, da es häufig lediglich die Verbindung zwischen bereits vorgeformten Teilen herstellt. Im Submikro- und Nanobereich können weitverbreitete Verfahren des Makroskopischen nicht oder nur eingeschränkt realisiert werden. Das Zusammensetzen (DIN 8593-1) von Bauteilen gestaltet sich in kleinen Größenskalen aufgrund der dominanten Adhäsionskräfte ungleich schwieriger. Die erforderlichen Fertigungstoleranzen von Passungen liegen mindestens eine Größenordnung niedriger, als die Abmessungen der eigentlichen Objekte. Bauteiloberflächen mit Genauigkeit im Nano- und Subnanobereich sind bisher schwer zu gewährleisten.

Auch für das Fertigungsverfahren Fügen wurden Möglichkeiten untersucht, Vorzüge aus den Oberflächenkräften zu ermitteln. Abseits der klassischen Fügeverbindungen des Maschinenbaus wurden u. a. bei [41] verschiedene Aspekte der Selbstorganisation am Beispiel von Nanopartikeln beschrieben. Aus einer Dispersion heraus können sich diese zu Strukturen anordnen, die für funktionelle Schichten z. B. Magnetbänder und Farbfilter zur Anwendung kommen. Bestimmend für die Selbstanordnung sind Potentialunterschiede der Partikel untereinander und in Bezug auf das Substrat. Beispielsweise können sich Partikel entsprechend ihres hydrophoben oder hydrophilen Charakters oder unterschiedlicher Ladung in bestimmter, geordneter Art und Weise zueinander oder zum Substrat anordnen.

An- und Einpressverbindungen (DIN 8593-3) lassen sich grundsätzlich auch im Submikro- und Nanobereich realisieren, sind jedoch durch einen hohen Fertigungsaufwand aufgrund der oben genannten Problematik der Fertigungstoleranzen, gekennzeichnet. Im Kapitel 5.2 auf Seite 175 wird ein im Rahmen dieser Arbeit gefertigtes Bauteil in Form einer elastischen Klemme gezeigt und mögliche Anwendungen als Klippverbindung diskutiert.

3. Fertigungsverfahren für funktionelle Strukturen

Das Fügen durch Löten (DIN 8593-7) wird von Novikov und Nowotnick [73] am Beispiel von dünnen Schichten gezeigt. Eine zwischen 10–100 nm messende Schicht aus Zinn wurde im PVD-Verfahren auf dem Substrat appliziert. Darüber wurde eine 2–10 nm messende Si_3N_4 Sauerstoff-Barriereschicht und anschließend die zu kontaktierende Schicht aus Gold abgeschieden. Die Schmelztemperatur wurde im Fall der 10 nm messenden Zinnschicht aufgrund des thermischen Größeneffektes um etwa 120 °C niedriger als im Makroskopischen gemessen. Es konnte eine qualitative Lötverbindung aus Zinn und Gold hergestellt werden.

Das Fügen durch Schweißen wird bei Hu et al. [42] an Gold Nanopartikeln ($\bar{d} = 15$ nm) untersucht. Mittels nanosekunden- und femtosekunden gepulsten Lasern konnte das Aufschmelzen im Kontaktbereich der Partikel beeinflusst werden. Gold Nanopartikel schmelzen komplett auf und verbinden sich im Kontaktbereich, wenn der Laser im Bereich von Nanosekunden gepulst wurde. Traf der Laser mit einer Pulsrate von 100 fs auf die Nanopartikel, wurde lediglich ein Aufschmelzen im Randbereich beobachtet. Ursächlich hierfür werden die vergleichsweise geringen Bindungskräfte der Oberflächenatome und die zu geringe Zeit für die Wärmeleitung durch das Partikelvolumen genannt [42]. Prinzipiell lassen sich mit dieser Technik Objekte lokal in den Kontaktbereichen stoffschlüssig verbinden. Gegebenenfalls nachteilig sind die thermische Beeinflussung sowie die Veränderung der Geometrie.

3.1.5. Beschichten

Das Beschichten zeichnet sich durch den Auftrag einer fest haftenden Schicht auf einem Werkstück aus. Der Zustand des Schichtmaterials ist vor der Beschichtung formlos. Damit umfasst das Beschichten zu einem Großteil Techniken der Urformverfahren sowie das Beschichten durch Fügen (Löten und Schweißen) [19].

Im Allgemeinen bringen Beschichtungen bestimmte Eigenschaften mit, die der Grundwerkstoff nicht besitzt oder unzureichend erfüllt. So kann mit vergleichsweise dünnen Schichten gezielt auf z. B. optische, magnetische, thermische, mechanische und korrosive Eigenschaften Einfluss genommen werden, ohne die Eigenschaften des Grundwerkstoffs signifikant zu verändern. Die folgenden Beschichtungsverfahren umfassen eine Auswahl der im Submikro- und Nanobereich üblichen. Darüber hinaus gibt es eine große Anzahl an weiteren Verfahren und Verfahrenskombinationen.

Beschichten aus dem flüssigen Zustand ist bisher nur in Verbindung mit lithographischen Techniken, dem Beschichten durch Aufsprühen, bekannt. Auf das rotierende Substrat (oftmals Si-Wafer) wird ein photoaktives Polymer (Photoresist) aufgesprüht und durch die Fliehkraft gleichmäßig mit definierter Dicke auf diesem verteilt. Bei Pabo et al. [78] wird ein Prozess beschrieben, der für die Herstellung von mechanisch-elektrischen Mikrosystemen (MEMS) via Lithographie grundlegend ist. Dagegen sind Verfahren auf Basis metallischer Stoffe wie das Schmelztauchen in der Literatur bisher unerwähnt. Ursächlich sind u. a. die großen Schichtdicken aufgrund der Benetzung, die hohen Temperaturen und die daraus resultierende hohe Reaktivität der Schmelze. Die Restriktionen des Gießens (Urformen) sind für das Schmelztauchen gleichfalls gültig.

Das thermische Spritzen von Pulvern ist als Beschichtungsverfahren wie das Sintern (Urformen) durch die Partikelgröße der Pulver limitiert. Pulver mit Partikelgrößen kleiner als 500 nm neigen zum agglomerieren und verhindern ein gleichmäßiges Beschichten [46]. Die Suspension nanoskaliger Partikel in geeigneten Flüssigkeiten schafft hier Abhilfe.



3. Fertigungsverfahren für funktionelle Strukturen

Das Beschichten durch Löten ist im Vergleich zur Gasphasenabscheidung oder Elektrodeposition ungleich aufwendiger. Es geht dem eigentlichen Lötprozess immer ein Verfahren voraus (z. B. PVD, CVD, Elektrodeposition). Wie im vorhergehenden Abschnitt Fügen beschrieben sind dünne Schichten mit metallischen Lötten realisierbar. Bei Novikov und Nowotnick [73] wird zunächst eine einige Nanometer messende Metallschicht (Lot) im PVD-Verfahren (engl. physical vapour deposition – physikalische Gasphasenabscheidung) abgeschieden und durch eine Schutzschicht vor Oxidation geschützt. Bei erhöhter Temperatur schmilzt das Lot und benetzt das Substrat.

Aus dem gas- oder dampfförmigen Zustand wird ein Großteil funktioneller Schichten hergestellt. Das Abscheiden von harten (Härtewerte < 40 GPa) und superharten (Härtewerte > 40 GPa) Verschleißschutzschichten wird schon seit den 1970er Jahren untersucht. Die Kombination von dünnen Verschleißschutzschichten (einige 10 nm) zu mehrlagigen Schichtsystemen mittels PVD-Verfahren ist bei Kaulfuß und Zimmer [45] beschrieben. Durch die Mehrlagigkeit können u. a. größere Schichtdicken und eine höhere Risswachstumstoleranz realisiert sowie Eigenspannungen reduziert werden. Innerhalb der Untersuchungen galt es das Defektwachstum, die Eigenspannungen und Geometrieeffekte zu berücksichtigen. Bestehend aus einem Nanolagensystem konnte eine siliziumdotierte AlCrN/TiN-Schicht homogen und defektfrei abgeschieden werden. Die Kombination aus geringem Elastizitätsmodul (≈ 320 GPa) und hoher Härte (≈ 30 GPa) wirkt sich günstig auf die Verschleißbeständigkeit aus.

Die flächige Abscheidung von einzelnen Atomlagen ist mit dem sog. ALD-Verfahren (engl. atomic layer deposition – Atomlagenabscheidung) möglich. Dabei handelt es sich um eine Variante des CVD-Verfahrens (engl. chemical vapour deposition – chemische Gasphasenabscheidung). Bei der ALD reagiert im ersten Schritt

ein Präkursor-Gas durch Chemisorption lediglich mit dem Substrat, nicht aber mit sich selbst. Folglich wird die Oberfläche einlagig beschichtet. Im nächsten Schritt wird das Restgas entfernt und ein zweites Präkursor-Gas eingelassen, was mit der vorigen Lage reagiert, aber wiederum nicht mit sich selbst. Der Prozess wird wiederholt, bis die gewünschte Schichtdicke erreicht ist. Es lassen sich auf diese Weise Schichten mit definierter Dicke und hoher Reinheit aufbauen. Nachteilig ist, dass es keinen intrinsischen Kontrollmechanismus gibt, die Beschichtung also nicht auf definierte Bereiche begrenzt werden kann. Bei Mackus et al. [61] wird eine Verfahrenskombination aus EBID (engl. electron beam induced deposition – elektronenstrahlinduzierte Abscheidung) und ALD für die gezielte Abscheidung von Platinschichten für elektrische Bauteile vorgestellt. Bei der EBID aktiviert der Elektronenstrahl einen gasförmigen Präkursor und scheidet die nicht flüchtige Komponente auf dem Substrat ab. Der Prozess kann mithilfe des Elektronenstrahls präzise gesteuert werden, allerdings ist die Homogenität und Reinheit der durch EBID generierten Schicht hinsichtlich mechanischer und elektrischer Anforderungen ungenügend. Daher wurde bei [61] lediglich eine wenige Nanometer messende Keimstruktur mittels EBID abgeschieden, auf der sich im zweiten Schritt das ALD-Verfahren lokalisierte. Es konnten so hochreine punktförmige Pt-Strukturen im Bereich $< 10\text{ nm}$ appliziert werden.

Eine weitere Möglichkeit wird durch die Beschichtung aus dem ionisierten Zustand gegeben. Hierbei wird wiederum in galvanische und chemische Prozesse unterschieden. Das galvanische Beschichten, in der Mikrotechnik auch als Elektrodeposition oder Elektroplattieren bezeichnet, beruht auf dem Prinzip des Ionentransports zwischen Metallen über einen flüssigen Elektrolyt. Es zeichnet sich durch eine hohe Abscheiderate von metallischen Schichten und vergleichsweise geringe Prozesskosten aus. Nachteilig ist die Ab-



hängigkeit von metallischen Substraten. Es können Schichten im Nanobereich realisiert werden. Die Hauptanwendung des Verfahrens liegt aufgrund der hohen Abscheiderate allerdings im Mikro- und Submikrobereich. Stromlose, also rein chemische Prozesse benötigen zumeist eine Keimschicht, die z. B. mit PVD-Verfahren erzeugt wird. Bei Osaka et al. [76] werden 20–60 nm dünne NiB-Barrierschichten auf einem SiO₂-Substrat stromlos abgeschieden.

3.1.6. Stoffeigenschaften ändern

Dieses Verfahren setzt eine irgendwie geartete feste Gestalt des zu bearbeitenden Objekts voraus und beeinflusst lediglich dessen stoffliche Eigenschaften. Die stoffliche Veränderung findet im submikroskopischen bis atomaren Bereich statt. Das Verfahren steht in der Regel nicht alleine, sondern wird zumeist in Verbindung mit formgebenden Verfahren wie dem Urformen, Umformen, Trennen, Fügen und Beschichten angewendet.

Das Wärmebehandeln ist das Ändern der Stoffeigenschaft infolge thermischer Exposition. Beispielsweise lässt sich die stoffliche Verteilung in Materialien durch Wärmezufuhr ändern. Exemplarisch sei dies an der Nickelbasis-Superlegierung CMSX-4 erläutert (siehe auch Kapitel 4.2.1 auf Seite 91). Nach der mehrstufigen Standardwärmebehandlung [38] ergibt sich eine zweiphasige Gefügestruktur mit einer regelmäßig und homogen verteilten zweiten Ausscheidungsphase [69]. Diese als γ' bezeichnete Phase ist würfelförmig mit einer Kantenlänge von 300 nm bis 600 nm. Die Wärmebehandlung kann auch insofern angepasst werden, dass sich sphärische γ' -Partikel in der Größenordnung von 10 nm bis 50 nm in der Matrix ausscheiden. Die beiden Phasen sind in ihrer stofflichen Zusammensetzung und Bindung verschieden. Daher lässt sich in Verbindung mit einer elektrochemischen Phasenextraktion die γ' -Phase separieren. Es verbleiben somit nano- bzw.

submikroskalige freistehende Objekte. Allgemein erlauben Wärmebehandlungen die Änderung von mechanischen, elektrischen, magnetischen, optischen und chemischen Eigenschaften. Einerseits können so Eigenschaftsänderungen an kleine Strukturen mit einer thermischen Behandlung vorgenommen werden, andererseits können kleine Strukturen wie die zuvor exemplarisch beschriebenen Ausbildung der γ' -Phase hergestellt werden.

Thermomechanische Verfahren werden wie die Wärmebehandlung für die Verbesserung bestimmter Materialeigenschaften angewendet. Durch die überlagerte mechanische und thermische Behandlung können Gefügestrukturen eingestellt werden, die auf anderem Wege nicht möglich sind. Bei Prokoshkin et al. [80] wird am Beispiel der Kombination aus Kaltverformung und Auslagerung einer TiNi-Legierung das Realisieren besonders feinkörniger Gefügestrukturen erörtert. Die Verformung wurde durch Kaltwalzen bis auf Umformgrade von $|\varphi| = 1,9$ eingestellt. Nach einem Auslagerungsschritt bei $400\text{ }^\circ\text{C}$ wurden günstige Materialeigenschaften aus Dehnung und hoher Festigkeit bei einer Korngröße von im Mittel 50 nm bis 80 nm erreicht.

Das Bestrahlen als weiteres Verfahren setzt energiereiche Strahlung voraus. Dabei kommen u. a. Gammastrahlung, UV-Strahlung und Elektronenstrahlen zur Anwendung. Im Bereich der Mikro- und Nanotechnologie haben sich zudem Ionenstrahlverfahren für die gezielte Implantation von Fremdatomen (Dotierung) weit entwickelt. In der Halbleiterindustrie wird diese Technik bereits seit langem für die gezielte Änderung der elektrischen Leitfähigkeit in Verbindung mit Silizium angewendet. Bei Bangert et al. [3] wird erstmals die Implantation von Stickstoff- und Boratomen in Graphen gezeigt. Hierdurch könnten Halbleiter künftig deutlich miniaturisiert werden. Wie im Kapitel 3.1.3 auf Seite 32 gezeigt, kann die Implantationen mit Atomen auch Fertigungsprozesse wie das Spanen positiv beeinflussen.



3. Fertigungsverfahren für funktionelle Strukturen

Insbesondere durch die Halbleitertechnik und Mikrotechnik haben sich vielfältige Techniken zur Oberflächenstrukturierung entwickelt, die auf der Änderung der Stoffeigenschaften beruhen. Ein Großteil dieser Techniken basiert auf Silizium als Substratmaterial. Ausgehend von dem ersten integrierten Schaltkreis auf einem Chip hat sich die Anzahl der Transistoren pro Chip bis heute auf knapp drei Milliarden erhöht [43]. Für Mikroprozessoren und damit leistungsstarke Computersysteme ist die Silizium-Halbleitertechnologie von fundamentaler Bedeutung. Derzeit werden kleinste Strukturen unter 100 nm mithilfe der Immersionslithographie oder Licht im extremen UV-Bereich hergestellt. Auch metallische Schichten, Keramiken und Polymere werden je nach Anwendung, oft auch in Kombination, eingesetzt.

Für die Strukturierung von Silizium Substraten haben sich lithographische Methoden hervorgetan, da sie großtechnisch mit hoher Genauigkeit und Auflösung anwendbar sind und das Wissen um diese Strukturierungstechnik umfassend und weit verbreitet ist. Im Allgemeinen wird ein Photopolymer auf das Substrat aufgetragen. Dieses wird mit energiereicher Strahlung (z. B. UV-Licht, Elektronenstrahl) in ausgewählten Bereichen durch eine Maske oder abtrasternd belichtet. Dadurch ändern sich die Stoffeigenschaften des Polymers, welches in Folge selektiv chemisch aufgelöst wird. Hieran schließt sich beispielsweise ein nasschemisches Ätzen an, wobei die ungeschützten Bereiche des Siliziums strukturiert werden. Durch weitgehende Automatisierung können mit vergleichsweise geringem Aufwand beliebige Strukturen in Silizium abgebildet werden. Dabei reicht die Auflösung der Strukturen bei Verwendung von Elektronenstrahlen als Schreibmedium bis in den unteren Nanometerbereich. Bei Manfrinato et al. [63] wurden in einem Rastertransmissionselektronenmikroskop kleinste Strukturabstände von etwa 2 nm erreicht.



3.2. **Bewertende Betrachtung des Umformens als Fertigungsverfahren**

Im Bereich der makroskopischen Umformtechnik besteht ein umfangreiches Wissen hinsichtlich Prozesssteuerung, Werkzeugeinsatz und Umformmaterialien. Das Umformen hat eine lange Tradition, die bis in die Bronzezeit vor etwa 4000 Jahren zurückreicht. Seitdem hat es eine exponentielle Entwicklung erfahren. Zur Zeit der Industrialisierung verlief die Entwicklung von Fallhämmern mit bis zu 108 t Bärgewicht (1885 Terni) bis hin zu immer größeren Werkstücken und Maschinen wie die 65.000 t Schmiedepresse (1977) in Issoire, Puy de Dôme in Frankreich [18]. Derzeit können die größten Gesenkpresse n z. B. bei Alcoa Forging & Extrusions, Cleveland/Ohio Presskräfte bis 450 MN aufbringen. Freiformpressen erzeugen Presskräfte bis zu 180 MN. Das Freiformen umfasst die apparativ einfachsten, aber höchst effektiven Umformtechniken. Stahlblockabgüsse bis zu 435 t werden in der Regel zunächst durch das Freiformschmieden homogenisiert (Reduzierung von Seigerungen, Verschweißung von Rissen und Lunkern etc.) und zu Generatorwellen [53] ausgeschmiedet oder als Halbzeug für weitere Umformverfahren zur Verfügung gestellt. Die Gestaltung von großen Bauteilen ist in der Steigerung durch die Umformkräfte limitiert. Dies gilt besonders für komplexe Umformteile mit großen Oberflächen. Hier werden große Flächenkräfte für das Umformen benötigt. Daher sind komplexe oder blechförmige Werkstücke in der Regel kleinere Bauteile. Durch Verfahren wie z. B. das Gesenkformen oder Tiefziehen können schrittweise mit hoher Geschwindigkeit komplexe Bauteilgeometrien wie Kfz-Achsschenkel oder Ölwannen hergestellt werden. Da hierfür wenige Einzelschritte erforderlich sind, eignen sich diese Umformverfahren besonders für die Fertigung großer Stückzahlen.



3. Fertigungsverfahren für funktionelle Strukturen

Was das Umformen im besonderen Maße gegenüber anderen Verfahren herausstellt ist, dass mit simplen Werkzeugen vielfältige Formen realisiert werden können. Das Umformen ist ein formgebendes Fertigungsverfahren. Zur Formgebung muss kein Material entfernt (Trennen) oder hinzugefügt (Fügen) werden. Das Volumen des Ausgangsmaterials bleibt somit erhalten und wird lediglich umverteilt. Der Materialfluss lässt sich dementsprechend beeinflussen und in beanspruchungsgerechten Bauteilen umsetzen. Physikalische, chemische und geometrische Besonderheiten des Submikro- und Nanobereichs limitieren eine große Anzahl an Fertigungsverfahren, die im Makroskopischen üblich sind (z. B. Gießen, Spanen und Schweißen). Insbesondere Verfahren, die sich durch einen simplen Aufbau und einfache Bewegungsabläufe auszeichnen, besitzen prinzipiell Potential für die Anwendung in kleinen Größenskalen. Am Beispiel des Umformverfahrens Freiformen bewegen sich im einfachsten Fall zwei ebene Stauchbahnen linear aufeinander zu. Das dazwischen befindliche Halbzeug wird infolge gestaucht. Bewegen sich die Stauchbahnen auseinander und wird das Halbzeug mit einem Manipulationswerkzeug umorientiert, kann das Halbzeug im nächsten Schritt in einer weiteren Dimension bearbeitet werden. Demnach genügen prinzipiell zwei Stauchbahnen und ein Manipulationswerkzeug, um freistehende Geometrien in mehreren Umformschritten zu gestalten. Eine anschauliche Analogie ist das Schmieden von Hand wie man es z. B. von mittelalterlichen Märkten kennt. Die Stauchbahnen entsprechen hier dem Hammer und dem Amboss. Zwischen diesen beiden bewegt der Schmied das mit einer Zange gehaltene Werkstück. Durch geschickte Bewegung des Werkstücks und Variation der Schlagkraft des Hammers kann der Schmied vielgestaltig auf das Ergebnis einwirken.

Dieses Beispiel stellt einen kleinen Teil der nach DIN 8582 [20] unter dem Begriff Umformen definierten Techniken dar. Es eignet sich aber eben aufgrund des schlichten Aufbaus für das Umformen im Submikro- und Nanobereich, wie im Kapitel 3.2.1 auf der

nächsten Seite noch gezeigt wird. Das Umformen untergliedert sich im Makroskopischen in fünf Untergruppen die nach Art der Richtung der Beanspruchung systematisiert sind. Eine Übersicht ist auf Abbildung 3.2 zu sehen. Für die Anwendung im Submikro- und Nanobereich wurden im Rahmen dieser Arbeit die grün hinterlegten Untergruppen sowie das Zerteilen³ im Experiment untersucht (siehe Kapitel 4.3 auf Seite 113). Die blau hinterlegten Felder kennzeichnen Verfahren, die sich nur bedingt eignen oder für weitere Untersuchungen von Bedeutung sind. Die Auswahl wurde bezüglich Komplexität und apparativer Möglichkeiten festgelegt. Hierbei soll die Eignung weiterer Verfahren nicht ausgeschlossen werden. Im Folgenden werden die Untergruppen erläutert und die Eignung als Verfahren für den Submikro- und Nanobereich diskutiert.

3.2.1. Druckumformen

Unter dem Begriff Druckumformen werden nach DIN 8583-1 alle Verfahren verstanden mit denen ein fester Körper durch primär ein- oder mehrachsige Druckbeanspruchung plastisch umgeformt wird [21]. Im Folgenden sollen die Verfahren beschrieben und in ihrer Umsetzbarkeit im Submikro- und Nanobereich eingeschätzt werden.

Walzen Das Walzen (DIN 8583-2) ermöglicht die Herstellung von Bauteilen mit großen Aspektverhältnis. Zwischen gegenläufig rotierenden Walzen wird ein Werkstück geführt und auf den Querschnitt, der Walzspalthöhe reduziert. Der Volumenerhaltung entsprechend erfolgt abhängig vom Durchmesser der Walzen und der Walzspalthöhe, neben der Querschnittsabnahme eine Längung

³Das Zerteilen (DIN 8588) gehört zur Hauptgruppe des Trennens, kann aber oft aufgrund der Prozessähnlichkeit leicht in Umformprozesse integriert werden. Es handelt sich um ein spanloses Fertigungsverfahren [97].

3. Fertigungsverfahren für funktionelle Strukturen

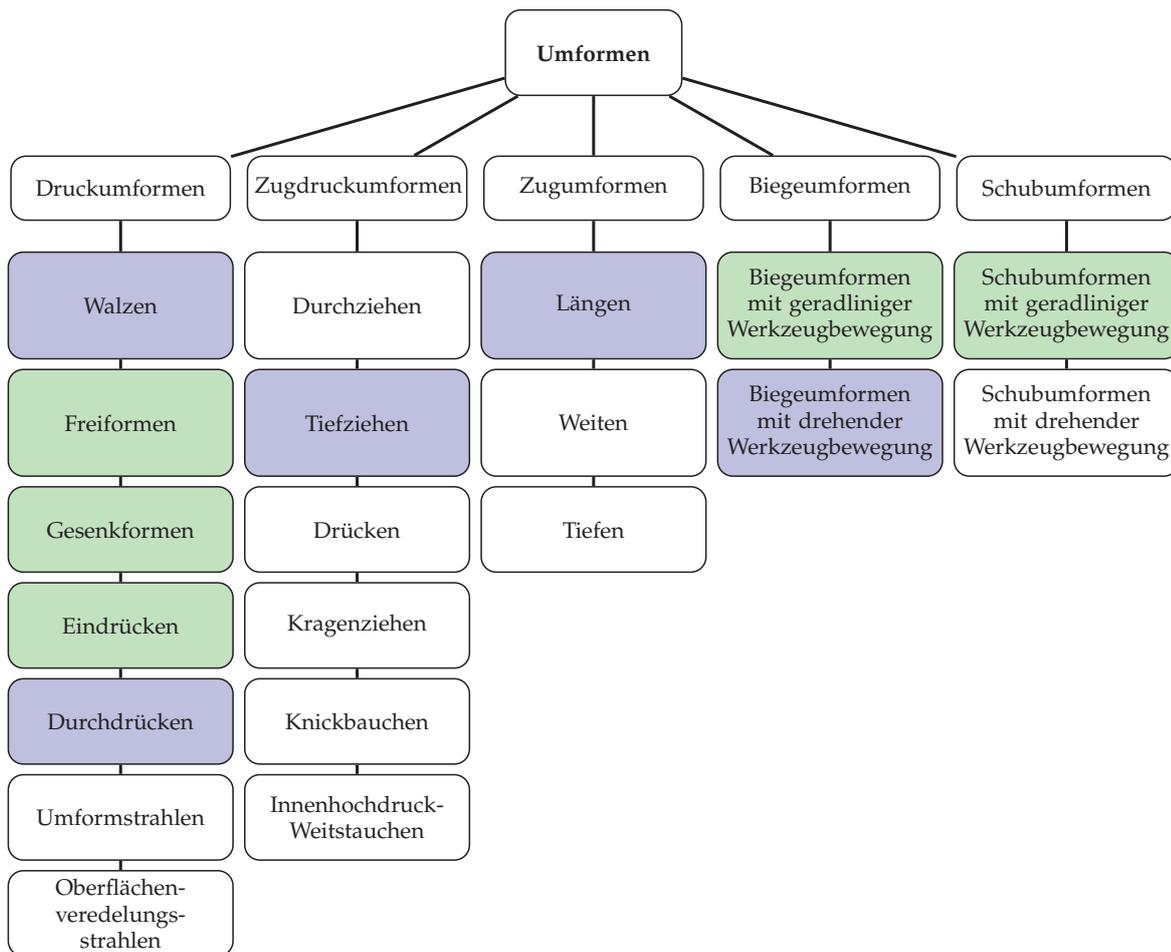


Abbildung 3.2.: Untergruppen des Umformens nach DIN 8580.

und Breitung des Werkstücks. Als Verfahren für die Anwendung im Submikro- und Nanobereich kann es nicht vollständig umgesetzt werden, da eine drehende Bewegung von Werkzeugen (Walzen) mit der erforderlichen Präzision bisher nicht realisiert werden konnte. In Kapitel 5.1.1 auf Seite 149 wird eine in dieser Arbeit entwickelte Verfahrensvariante des Walzens vorgestellt.

Freiformen Nach DIN 8583-3 umfasst das Freiformen Umformverfahren mit Werkzeugen (Umformsattel, Stauchbahn), die nicht oder nur zum bestimmten Teil die Gestalt des Werkstücks enthalten [22]. Sie sind durch eine einfache Relativbewegung zwischen

Werkstück und Werkzeug gekennzeichnet. Der einfache Aufbau ermöglicht eine große Formvielfalt und lässt eine flexible Gestaltung zu. Andererseits muss zumeist stufenweise, in mehreren Schritten umgeformt werden, wenn komplexere Bauteile herzustellen sind. Die universelle Gestaltungsvielfalt wird folglich mit einem Mehr an Manipulations- und Umformaufwand erkauft.

Die Verfahrensbezeichnung Stauchen wird verwendet, wenn das gesamte Werkstück über seinen Querschnitt umgeformt wird. Dabei sollte ein Aspektverhältnis von 2,5:1 nicht überschritten werden, da die Gefahr des Ausknickens besteht. Auf Abbildung 3.3 wird das Stauchen eines Zylinders gezeigt. Nach der Volumenerhaltung nimmt der Werkstückumfang mit Abnahme der Höhe zu. Für die Umformgrade von zylindrischen Rohteilen gilt:

$$\varphi_h = \ln \frac{h_1}{h_0}, \quad \varphi_r = \ln \frac{r_1}{r_0}, \quad \varphi_t = \ln \frac{2\pi r_1}{2\pi r_0} \quad (3.1)$$

In Summe sind die einzelnen Umformgrade entsprechend der Volumenerhaltung gleich null:

$$\varphi_h + \varphi_r + \varphi_t = 0 \quad (3.2)$$

Die Reibung in den Kontaktflächen zwischen den Stauchbahnen und dem Werkstück führt zu einem inhomogenen Materialfluss. Es wird ein tonnenförmiges Ausbauchen beobachtet [92]. In Folge der dominanten Adhäsionskräfte im Submikro- und Nanobereich ist dies ein kritischer Punkt. Im Kapitel 4.3 auf Seite 113 wird das Stauchen mithilfe von experimentellen Ergebnissen ausgewertet. Stauchen kann für die Herstellung von flachen Scheiben aus freistehenden Nanopartikeln eingesetzt werden. Der Aufbau des Verfahrens ist simpel und damit leicht umzusetzen. Dünne Scheiben können als Ausgangsmaterial für die weitere Konturierung verwendet werden. Auch die Herstellung von TEM-Proben mittels Stauchen könnte für die Werkstoffanalytik von Interesse sein.

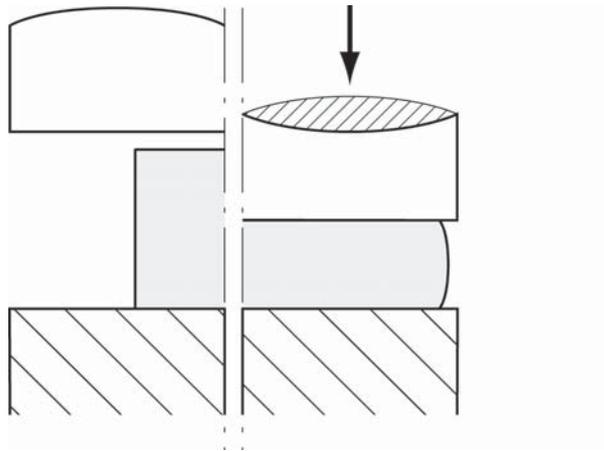


Abbildung 3.3.: Freiformen durch Stauchen

Gelingt es, noch weiter reduzierte Materialquerschnitte durch Umformen herzustellen (derzeit ≈ 20 nm, siehe 4.3.2 auf Seite 117), könnten diese ebenso als mechanisch belastbare, elektronentransparente Trägerschichten für Analysen eingesetzt werden.

Wird im Gegensatz zum Stauchen lediglich ein Teil des Werkstücks umgeformt wird das Verfahren als Recken bezeichnet. Im Prinzip wird beim Recken eine Abfolge mehrerer kleiner Stauchvorgänge in verschiedenen Bereichen der Werkstückoberfläche nacheinander ausgeführt. Dabei kommen ebenfalls relativ simple Werkzeugformen zur Anwendung. Das Werkstück wird zwischen den Umformflächen (Sattelflächen) mithilfe eines Manipulators bewegt, sodass das Umformen in mehreren Achsen erfolgen kann. Abbildung 3.4 zeigt eine Auswahl verschiedener Sattelformen.

Es kann damit zum einen die Form des stabförmigen Werkstücks z. B. Vierkant- zu Kreisquerschnitt und zum anderen die Abmessung eingestellt werden. Beim Recken wird die Volumenkonstanz für das Umformen von rechteckigen Werkstückquerschnitten wie folgt angegeben:

$$l_0 \cdot b_0 \cdot h_0 = l_1 \cdot b_1 \cdot h_1 \quad (3.3)$$

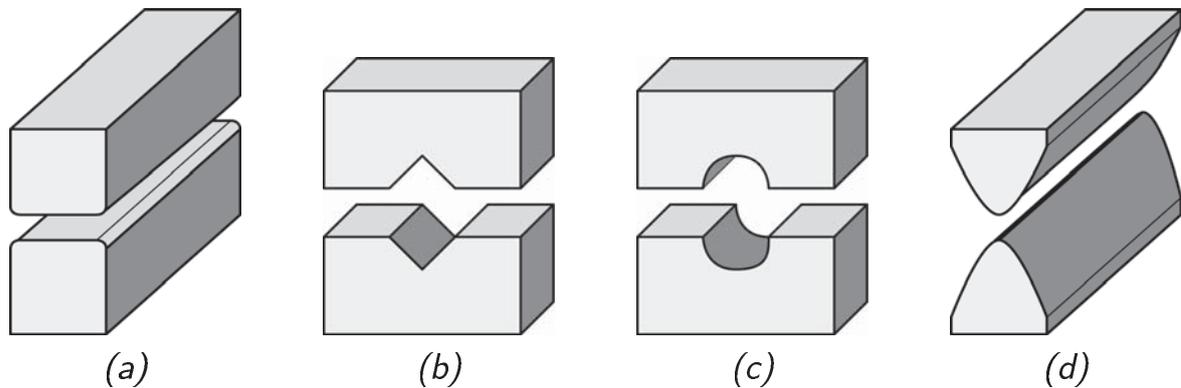


Abbildung 3.4.: Verschiedene Sattelformen des Reckens. (a) Flachsattel, (b) Spitzsattel, (c) Rundsattel und (d) Ballsattel.

Die Umformgrade in die verschiedenen Achsen berechnen sich dann wie folgt:

$$\varphi_h = \ln \frac{h_1}{h_0}, \quad \varphi_b = \ln \frac{b_1}{b_0}, \quad \varphi_l = \ln \frac{l_1}{l_0} \quad (3.4)$$

Die Sattelbreite hat beim Umformen bedeutenden Einfluss auf den Materialfluss in Längsrichtung und in die Breite. Abbildung 3.5 (a) zeigt die geometrischen Verhältnisse des Umformens zwischen ebenen Sattelflächen und Abbildung 3.5 (b) veranschaulicht den Einfluss der Sattelbreite auf die Längung und Breitung für verschiedene Höhenänderungen [93].

Demnach ist die Tendenz zur Längung l_1 des Werkstücks groß, wenn das sog. Bissverhältnis s_{B0}/b_0 (Verhältnis aus Sattelbreite und Ausgangshöhe) klein ist. Andererseits erzielt man vermehrt eine Breitung, wenn das Bissverhältnis groß ist. Das Bissverhältnis wird in der Literatur als Quotient aus der Sattelbreite s_{B0} und Ausgangsbreite b_0 sowie als Quotient aus der Sattelbreite s_{B0} und Ausgangshöhe h_0 angegeben. Da jeweils ein rechteckiger Querschnitt betrachtet wird, ist es unerheblich, ob die Sattelbreite auf die Ausgangsbreite oder -höhe bezogen wird. Tabelle 3.1 zeigt den Ein-

3. Fertigungsverfahren für funktionelle Strukturen

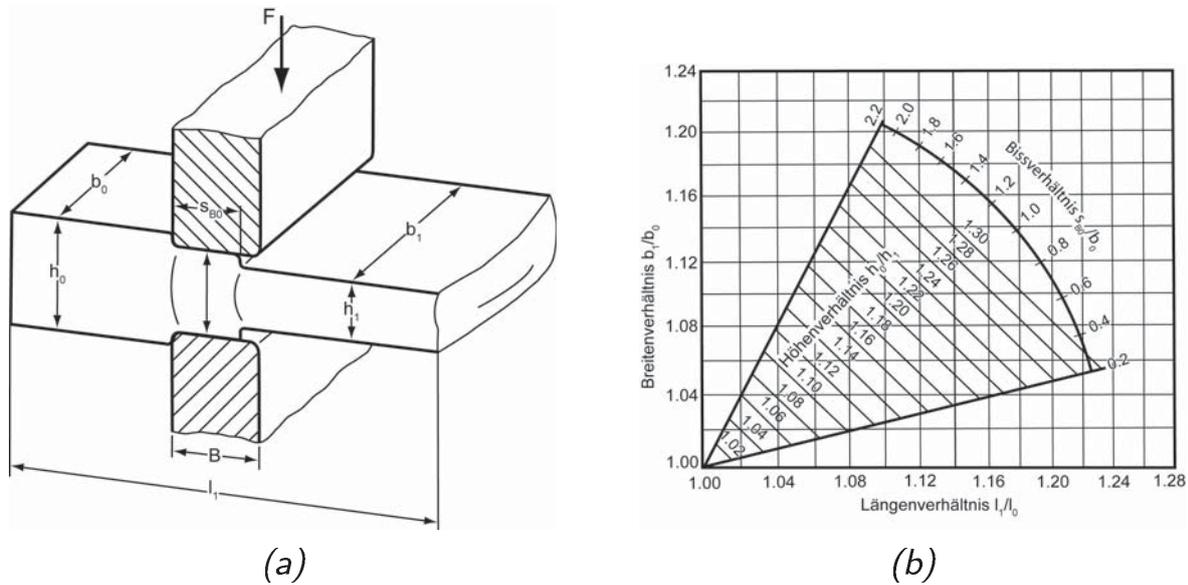


Abbildung 3.5.: Geometrische Verhältnisse beim Recken (a) und Einfluss der Sattelbreite auf die Längung und Breite beim Umformen (b). Nach Spur und Stöferle [93].

fluss des Bissverhältnisses s_{B0}/h_0 . Für makroskopische Umformprozesse wurde 1959 von Tomlinson und Stringer eine mathematische Beziehung aus experimentell ermittelten Daten in Gleichung 3.5 umgesetzt [92]. Die Beziehung zwischen Längung und Breite ist materialabhängig. Die Gleichung wird im Makroskopischen deshalb lediglich als Richtwert verwendet.

$$\frac{b_1}{b_0} = \left(\frac{h_0}{h_1} \right) \left[0,14 + 0,36 \cdot \left(\frac{s_B}{h_0} \right) - 0,054 \cdot \left(\frac{s_B}{h_0} \right)^2 \right] \quad (3.5)$$

Neben dem Einfluss auf den Grad der Längung und Breite wirkt sich das Bissverhältnis s_{B0}/h_0 ebenso auf den Stofffluss im Material unterschiedlich aus. In der Umformtechnik wird dies als Formänderung bezeichnet. Tabelle 3.1 zeigt u. a. den Einfluss des Bissverhältnisses, die Formänderung und die Verteilung der Formänderung für kleine und große Bissverhältnisse. Um eine homogene Verteilung der lokalen Formänderung auch mit großer Bissbrei-

3.2. Bewertende Betrachtung des Umformens als Fertigungsverfahren

Tabelle 3.1.: Einfluss des Bissverhältnisses (nach Spur et al. [92])

s_{B0}/h_0	Vorteile	Nachteile
klein	<ul style="list-style-type: none"> - homogene Verteilung der lokalen Formänderung im Kern - Streckung des Werkstücks - geringerer Kraftbedarf pro Umformschritt 	<ul style="list-style-type: none"> - geringe lokale Formänderung (Durchschmiedung) im Kern - größere Anzahl an Umformschritten, erhöhte Beanspruchung durch Sattelradius - erhöhtes Risiko von Überlappungen - erhöhtes Risiko von Zugspannungen im Kern
groß	<ul style="list-style-type: none"> - große lokale Formänderung (Durchschmiedung) im Kern - geringe Anzahl an Umformschritten 	<ul style="list-style-type: none"> - inhomogene Verteilung der lokalen Formänderung im Kern - höherer Kraftbedarf pro Umformschritt - Breitung des Werkstücks

te zu erzielen, kann der Umformsattel nach jedem Durchgang um die Hälfte seine Breite versetzt (Bissversatz) ausgerichtet werden. Das Umformen mit Bissversatz ergibt so eine gleichmäßige Formänderung im Werkstück. Die Berechnung der Breitung und Längung ergibt sich aus aufeinander bezogenen geometrischen Größen. Folglich haben die hier vorgestellten Berechnungsgrundlagen für das Umformen im Submikro- und Nanobereich ebenso Gültigkeit wie im Makroskopischen. Das Recken wird durch die Wahl verschiedener Sattelformen auf die gewünschte Richtung der Formänderung und Geometrie des Werkstücks abgestimmt. Die typische Form für das Längen ist auf Abbildung 3.6 (a) gezeigt. Für die primäre Längenänderung werden Ballsättel (siehe Abbildung 3.4 (d)) mit noch deutlich reduzierter Bissbreite verwendet. Eine weitere Variante des Reckens ist das Absetzen (siehe Abbildung 3.6 (b)). Dabei wird der untere Sattel durch eine ebene Fläche er-

3. Fertigungsverfahren für funktionelle Strukturen

setzt, auf dem das Werkstück aufliegt und im Wesentlichen durch den oberen Umformsattel konturiert wird. Das Absetzen wird im Makroskopischen u. a. als Verfahren zur Herstellung von Wellenschultern angewandt.

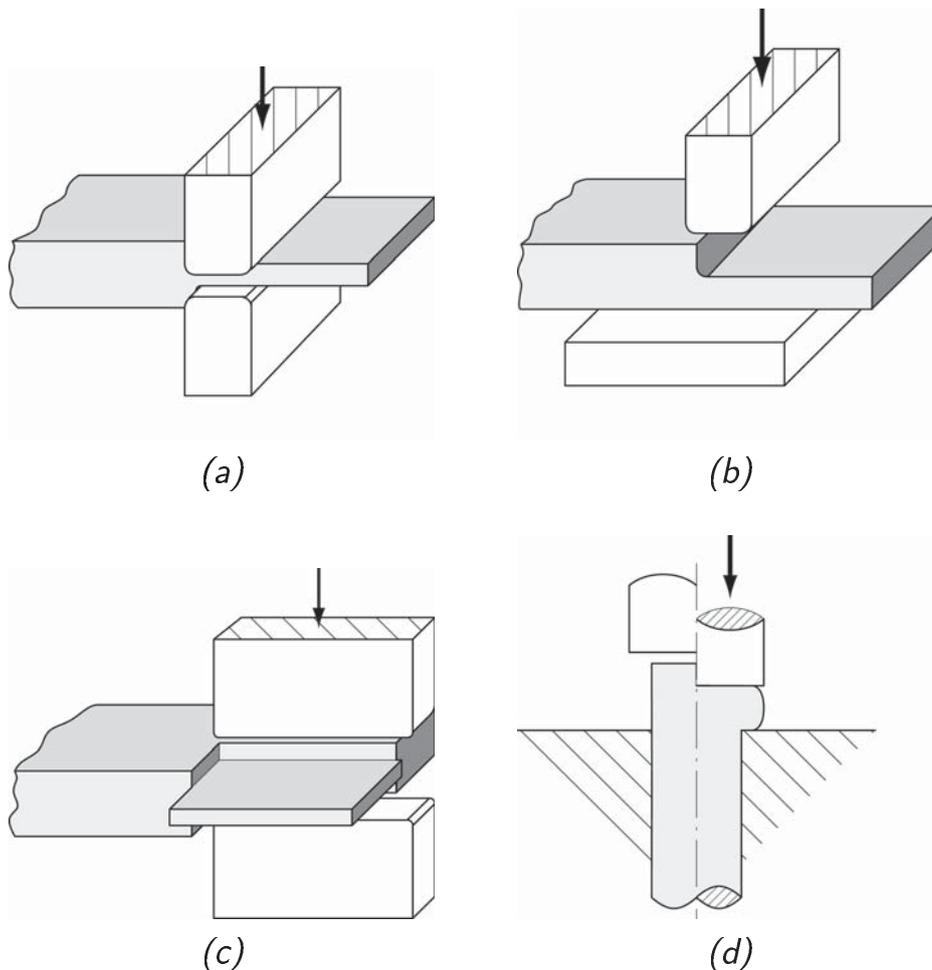


Abbildung 3.6.: Varianten des Reckens: Längen (a) Absetzen (b), Breiten (c) und Anstauchen (d).

Wird das beim Recken gezeigte Bissverhältnis sehr groß gewählt, indem der Sattel um 90° gedreht und das Werkstück partiell umgeformt wird, spricht man vom Breiten. Es dient hauptsächlich der Verbreiterung des Werkstücks in definierten Bereichen. Abbildung 3.6 (c) zeigt das Verfahren schematisch.

Für die stoffliche Anhäufung wird das Anstauchen eingesetzt. Dabei wird das Werkstück lokal gestaucht und im Querschnitt verdickt (siehe Abbildung 3.6 (d)). Im Makroskopischen werden die zu stauchenden Bereiche erwärmt. Somit lokalisiert sich die Verformung auf diesen Bereich. Im Submikro- und Nanobereich ist dies nicht möglich, jedoch kann der Umformbereich durch eine Einspannung lokalisiert werden. Allerdings sind die Möglichkeiten dadurch merklich eingeschränkt. In Kapitel 4.3.2 auf Seite 119 wird das Anstauchen an einem Wolfram Werkstück gezeigt.

Gesenkformen Unter dem Begriff Gesenkformen (DIN 8583-4) ist das Druckumformen zwischen Stauchbahnen definiert, wobei diese das Werkstück wie auf Abbildung 3.7 (a) ganz oder zum großen Teil auf Abbildung 3.7 (b) im Gesenk umschließen [23]. Das Werkstück nimmt die Gestalt der Innenform des Gesenks an. Die Gestaltung der Gesenkformen oder Gravuren ist im Vergleich zu den ebenen Stauchbahnen des Freiformens deutlich aufwändiger. Im Submikro- und Nanobereich kommt dies besonders zum Tragen, da die Details der Gesenkgravuren oft deutlich kleiner sind, als das umzuformende Halbzeug. Zudem wird im Submikro- und Nanobereich die Entnahme von freistehenden Werkstücken aus der Gesenkform erschwert oder sogar unmöglich, wenn es zu einem großen Teil in die Kavität eingeformt wurde. Da hier die Manipulation einschließlich der Entnahme auf Adhäsionskräften basiert, ist eine ausreichend große Kontaktfläche zum Werkstück erforderlich, um die adhäsive Verbindung zur Gesenkform nach dem Umformvorgang zu lösen. Die Entnahme kann zusätzlich erleichtert werden, wenn neben einer großen Kontaktfläche, Kohlenstoff im Kontaktbereich zwischen Werkstück und Manipulationswerkzeug abgeschieden wird (siehe Kapitel 2.3.1 auf Seite 20). Umschließt die Gesenkform nicht das ganze Werkstück (Abbil-

3. Fertigungsverfahren für funktionelle Strukturen

dung 3.7 (b)) wie am Beispiel der stabförmigen Halbzeuge (siehe Kapitel 4.3.2 auf Seite 137), ist die Entnahme begünstigt. Lediglich im Bereich großer Querschnittsunterschiede könnten sich feine Strukturen lokal aufgrund der Adhäsion plastisch verformen.

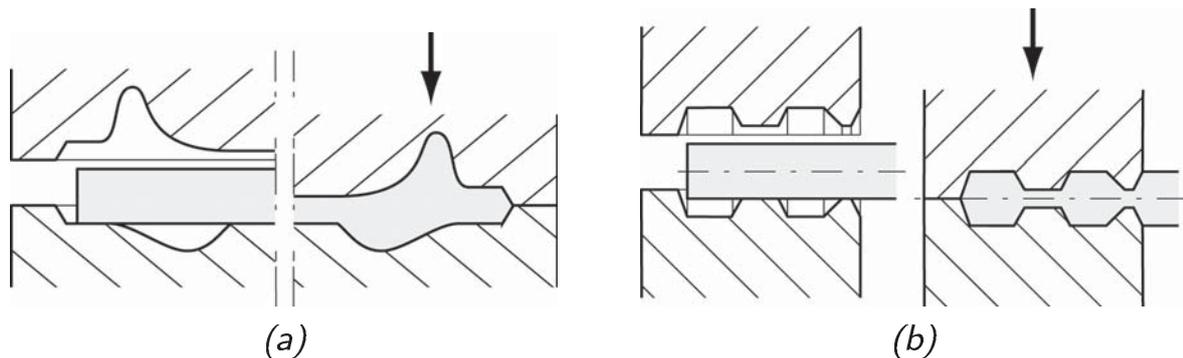


Abbildung 3.7.: Gesenkformen mit gänzlich umschließender Form (a) und zum großen Teil umschließender Form (b).

Eindrücken Das Eindrücken (DIN 8583-5) ist auch unter dem Namen Prägen bekannt. Hier sind ebenfalls die in Kapitel 3.1.2 auf Seite 31 beschriebenen Prägeverfahren (Nanoimprinting) einzuordnen (siehe [36,55,86]). Das Werkstück wird lokal, zumeist oberflächennah, plastisch verformt. Für die Oberflächenstrukturierung im Submikro- und Nanobereich stellt das Eindrücken ein praktisches Fertigungsverfahren dar. Die in Kapitel 4.2.2 auf Seite 100 beschriebenen rückfedernden Umformwerkzeuge eignen sich ebenso für die Strukturierung durch Eindrücken.

Durchdrücken Das Durchdrücken ist als Verfahren in seiner Einfachheit für die Anwendung im Submikro- und Nanobereich geeignet, ist aber aufgrund der großen Kontaktfläche und der daraus folgenden starken Adhäsion nur begrenzt umsetzbar.



Strahlverfahren Das Umformstrahlen und Oberflächen-Veredelungsstrahlen sind im Submikro- und Nanobereich nicht praktikabel. Für beide Verfahren wird ein Strahlgut benötigt, das durch eine Düse auf das Umformhalbzeug geleitet wird. Die hierfür notwendigen Partikel müssen ähnlich wie beim Sintern mindestens eine Größenordnung kleiner sein, als das umzuformende Halbzeug. Partikel in diesem Bereich neigen stark zur Agglomeration. Zudem ist die Masse dieser Partikel so klein, dass konventionelle Förderungstechniken keine ausreichende Partikelgeschwindigkeit gewährleisten.

3.2.2. Zugdruckumformen

Das Realisieren des Zugdruckumformens ist im Submikro- und Nanobereich durch große Wirkflächen und den daraus folgenden hohen adhäsiven Kräften, dem komplizierten Aufbau und dem damit verbundenen hohen Aufwand in der Anwendbarkeit begrenzt. Neben dem für die Drahtherstellung angewandten Durchziehen, sind Verfahren des Zugdruckumformens hauptsächlich für die Verarbeitung von dünnen, blechförmigen Werkstücken geeignet. Bei dem Blechumformen berühren sich große Oberflächen, die gegeneinander verschoben werden. Für den Submikro- und Nanobereich bedeutet dies, dass hohe adhäsive Kräfte aus den großflächig interagierenden Bereichen resultieren. Die Fließgrenze des dünnen Werkstückquerschnitts kann lokal dabei leicht überschritten werden, was das Umformen limitiert.

Rotatorische Bewegungen wie sie für das Durchziehen in Form einer Trommel beim Drahtziehen oder in Form von Walzen beim Walzziehen verwendet werden kommen im Submikro- und Nanobereich nicht zur Anwendung, da eine drehende Bewegung von Werkzeugen mit der erforderlichen Präzision bisher nicht verwirklicht werden konnte. Damit erübrigt sich der Einsatz des Umformens durch Drücken, welches an ein rotierendes Drückfut-



3. Fertigungsverfahren für funktionelle Strukturen

ter gekoppelt ist. Das Aufbringen von Zugkräften ist eine weitere Problematik im Submikro- und Nanobereich. Im Gegensatz zum Druckumformen muss beispielsweise beim Durchziehen ein Kontakt zwischen Werkstück und Manipulationswerkzeug hergestellt werden, dessen Zusammenhalt die Fließgrenze des Werkstücks übersteigt. Greifersysteme sind vergleichsweise groß und unflexibel. Kraft- und formschlüssige Verbindungen sind in der Fertigung aufwendig. Sie setzen eine Bearbeitung des Werkstücks passend zur Aufnahme des Werkzeugs voraus. Der apparative Aufwand, sprich die Komplexität der Werkzeuge und deren Bewegung, ist für das Zugdruckumformen entscheidend höher, als beim Druckumformen. Häufig sind zusätzliche Niederhalter und kleine Werkzeugtoleranzen gefordert. Mit dem begrenzten Wirkradius der Mikromanipulatoren kann eine kombinierte Bewegung wie sie z. B. beim Tiefziehen für den Niederhalter und Tiefziehstempel benötigt wird nicht bewerkstelligt werden⁴. Auf Versuche und Ideen zur Realisierung des Tiefziehens sei im Kapitel 5.1.1 auf Seite 152 verwiesen. Das Tiefziehen ohne Niederhalter wird auf Abbildung 3.8 gezeigt. In dieser Konfiguration können allerdings nur kleine Umformgrade erreicht werden, da die fehlende Anpresskraft des Niederhalters die Faltenbildung⁵ am Kragenrand begünstigt. Auch ein großer Unterschied zwischen Werkstück-

⁴Veranschaulichendes Gedankenexperiment zum Verhältnis Maschine und Werkstück: Bei einer Länge eines Manipulators mit Piezoaktor von 1 cm und einem Werkstück mit 100 nm Kantenlänge beträgt das Verhältnis 100.000:1, während bei makroskopischen Prozessen das Verhältnis zwischen Presse und Blechoberfläche oft kleiner als 10:1 ist. Im Makroskopischen können folglich unabhängige Bewegungen auf kleinem Raum einfacher kombiniert und nebeneinander ausgeführt werden.

⁵Diese sog. Falten 1. Art treten aufgrund der tangentialen Druckspannungen auf, die gegenüber der axialen Normalspannungen zum Kragenrand hin zunehmen und zum Ausknicken (Faltenbildung) in diesem Bereich führen können. Ein Niederhalter reduziert die Druckspannung durch eine überlagerte Zugspannung.

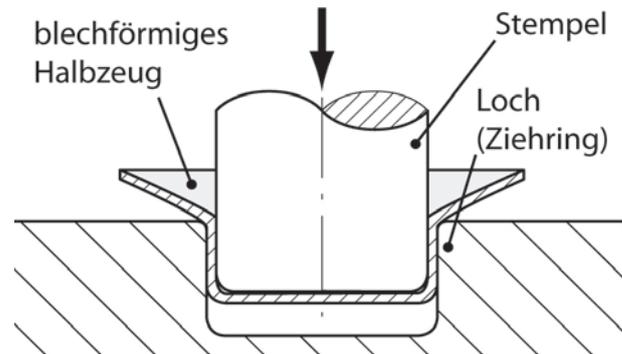


Abbildung 3.8.: Das Tiefziehen ohne Niederhalter ist auf geringe Umformgrade limitiert.

durchmesser und Lochdurchmesser sowie geringe Werkstückdicken wirken sich negativ aus. Die Positionierung des Tiefziehstempels sowie des Werkstücks mittig über dem Loch ist eine weitere Schwierigkeit bei der Ausführung. Weiterhin wird die große Kontaktfläche des Werkstücks zur Innenwand des Lochs die Entnahme erschweren oder verhindern. Beim Kragenziehen wird ein vorgelochtes flaches Werkstück über dem Loch (größerer Durchmesser) ausgerichtet, sodass sich ein Kragen ausformt, sobald der Tiefziehstempel in das Loch verfährt. Die Problematik ist eine Ähnliche, wie beim Tiefziehen ohne Niederhalter. Insgesamt sind die Zugdruckumformverfahren aufgrund ihrer Komplexität, den großen interagierenden Oberflächen sowie den hohen Anforderungen an Positioniergenauigkeit und die Werkzeugfertigung als minder geeignet für den Submikro- und Nanobereich zu werten.

3.2.3. Zugumformen

Für die Verfahren des Zugumformens (DIN 8585) gelten ähnliche Beschränkungen wie für das Zugdruckumformen. Die Einleitung von Zugkräften für das Längen (DIN 8585-2) ist zumeist an eine Einspannung der Werkstückenden gekoppelt. Lösbare Fixierungen sind im Submikro- und Nanobereich durch die Manipulation mit Greifern aufgrund der adhäsiven Kräfte und des manipulato-

3. Fertigungsverfahren für funktionelle Strukturen

rischen Aufwands erschwert. Formschlüssige Verbindungen sind denkbar, aber ebenfalls, wie im vorigen Abschnitt beschrieben, von großem Aufwand. In Kapitel 5.2 auf Seite 179 wird eine in dieser Arbeit entwickelte Möglichkeit für die Realisierung des Längens präsentiert. Verfahren der Untergruppe Weiten (DIN 8585-3) beziehen sich auf Hohlstrukturen, welche z. B. aus einem vorhergehenden Tiefziehprozess entstehen. Sie sind auch wegen des komplexen apparativen Aufbaus und der enormen Forderung nach Formgenauigkeit ungeeignet. Zugumformverfahren basieren zum Teil auf der Verwendung von Wirkmedien. Für die Strukturierung von großen Oberflächen in Form von Beschichtungen könnten Techniken mit Wirkmedien von Nutzen sein, für die Herstellung von freistehenden Strukturen ist der Anspruch an die Abdichtung und den Formenbau enorm. Im Makroskopischen werden Elastomere als flexibles Wirkmedium für das Tiefen (DIN 8585-4) eingesetzt. Es wäre vorstellbar, anstelle des Elastomers, Metalle mit verschiedenen Fließgrenzen einzusetzen. Wie Abbildung 3.9, zeigt könnte das ebene bewegliche Umformwerkzeug (Stempel) aus einem niederfesten Material bestehen und das blechförmige Werkstück in die Kavität des hochfesten Werkstoffs (Kissen) einformen. In Kapitel 5.1.1 auf Seite 155 wird diese Idee an einem Beispiel diskutiert.

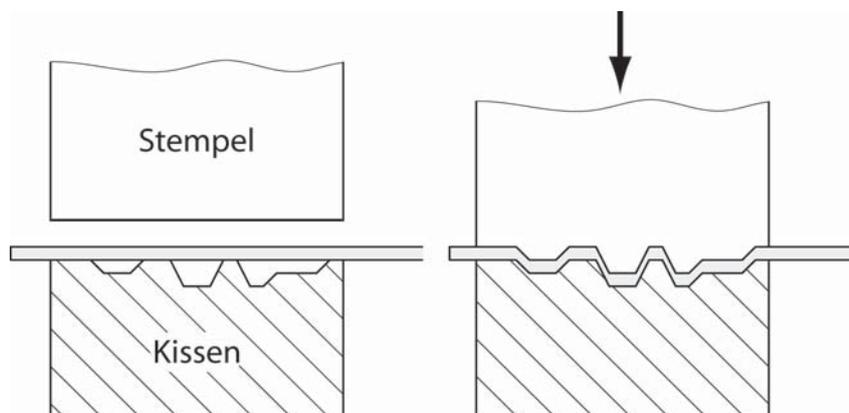


Abbildung 3.9.: Zugumformen von blechförmigen Werkstücken.

3.2.4. Biegeumformen

Das einfache Prinzip des Biegeumformens (DIN 8586) mit geradliniger Werkzeugbewegung lässt sich im Submikro- und Nanobereich umsetzen. Das Biegen mit drehender Werkzeugbewegung ist ähnlich dem Walzen den genannten Restriktionen unterworfen. Das freie Biegen (Abbildung 3.10 (a)) kann unproblematisch auch mit dem Freiformen kombiniert werden. Mit dem Rollbiegen (siehe Abbildung 3.10 (b)) können auch schraubenförmige Wicklungen erzeugt werden, wenn der Radius der Biegefläche mit der Tiefe abnimmt. Voraussetzung für das Rollbiegen ist ein gleichmäßiger Werkstückquerschnitt, andernfalls kann das Werkstück ausknicken oder sich nicht an die Biegefläche formen. In Kapi-

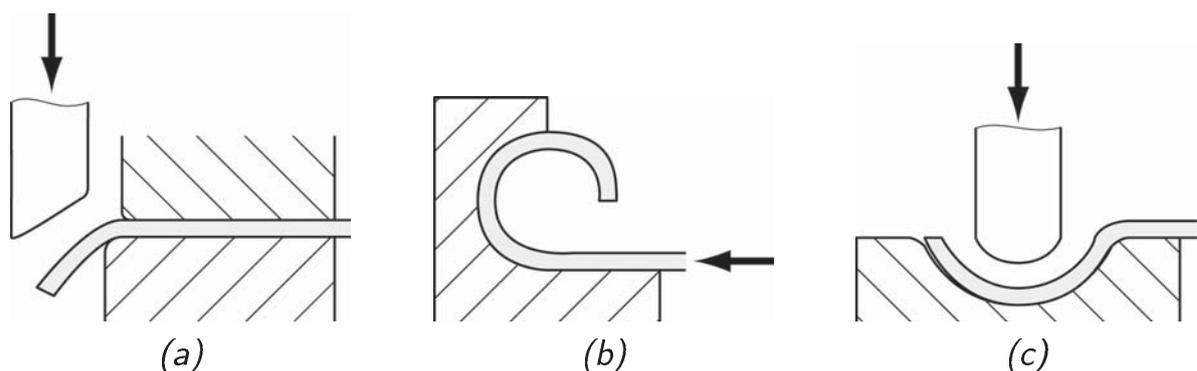


Abbildung 3.10.: Auswahl verschiedener Biegeumformverfahren: (a) freies Biegen, (b) Rollbiegen und (c) Gesenkbiegen.

tel 4.3.2 auf Seite 139 wird ein möglicher Aufbau für das Gesenkbiegen (siehe Abbildung 3.10 (c)) von halbkreisförmigen Geometrien beschrieben. Entsprechende Gesenke können relativ leicht angefertigt werden. So können auch aufwendigere Formen in Gesenken auf einfache Weise gebogen werden. Insgesamt bietet das Biegeumformen mit geradliniger Werkzeugbewegung eine große Zahl an Möglichkeiten für die Strukturierung von flachen Werkstücken. Das Verfahren lässt sich aufgrund des einfachen Auf-

baus zumeist unproblematisch in den Submikro- und Nanobereich übertragen.

3.2.5. Schubumformen

Dieses Verfahren (DIN 8587) wird bei geradliniger Werkzeugbewegung als Verschieben und bei drehender Bewegung als Verdrehen bezeichnet. Auf das Verdrehen soll im Weiteren nicht eingegangen werden, da hier ähnliche Restriktionen wie für das Walzen gelten. Durch Verschieben werden im Makroskopischen z. B. Kurbelwellen hergestellt. Das Verschieben lässt sich im Submikro- und Nanobereich reproduzieren. Es kann mit einseitiger oder zweiseitiger (siehe Abbildung 3.11) Einspannung ausgeführt werden. Die Werkzeuge bewegen sich mit einem definierten Werkzeugspalt aneinander vorbei, dabei entsteht ein Versatz im Werkstück. Werden die Werkzeuge vollständig aneinander vorbeigeführt, wird der Zusammenhalt aufgehoben. Man spricht dann vom Scherschneiden, welches als ein Verfahren des Zerteilens im Folgenden beschrieben wird.

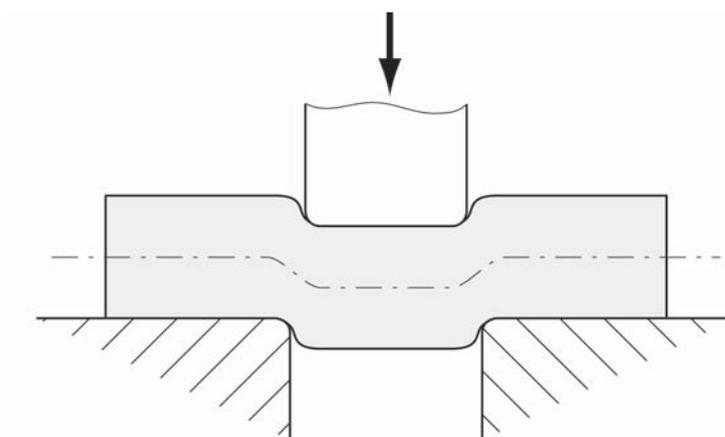


Abbildung 3.11.: Schubumformen mit zweiseitiger Einspannung.

3.2.6. Zerteilen (Trennverfahren)

Das dem Trennen zugeordnete spanlose Fertigungsverfahren Zerteilen kann einfach in den Fertigungsprozess integriert werden und wird häufig mit dem Umformen kombiniert [94, 97]. Es wird in die Untergruppen Scherschneiden, Messerschneiden, Beißschneiden, Spalten, Reißen und Brechen gegliedert (siehe Abbildung 3.12). Auf das Spalten, Reißen und Brechen soll im Weiteren

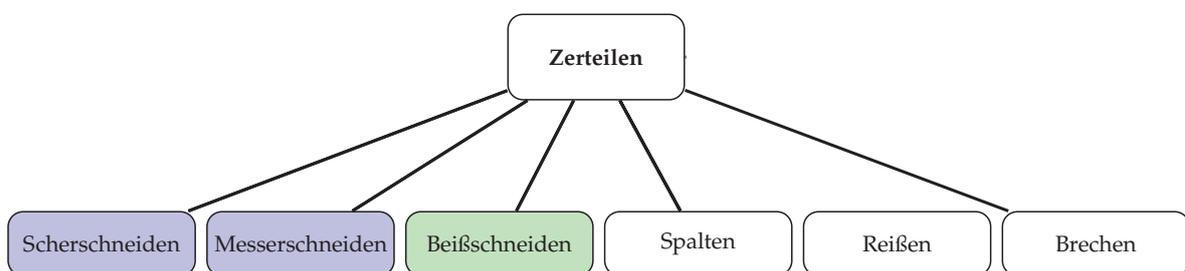


Abbildung 3.12.: Zerteilen mit Untergruppen nach DIN 8588.

nicht weiter eingegangen werden, da diese Verfahren unebene Trennflächen erzeugen. Beim Scherschneiden (siehe Abbildung 3.13 (a)) bewegen sich zwei Schneiden parallel aneinander vorbei und trennen den Werkstoff durch eine Schubbeanspruchung [94]. Das Scherschneiden eignet sich für die Anwendung im Submikro- und Nanobereich, bringt aber eine starke Verformung um den Schnittbereich mit sich. Varianten des Scherschneidens wie das Ausschneiden und Lochen verwenden anstelle des Schermessers einen Schneidstempel, der durch das Werkstück gedrückt wird. Hierfür wird ein Niederhalter benötigt, der das Werkstück herunterdrückt, während der Schneidstempel einen Teil locht oder ausschneidet. Wie beim Tiefziehen kompliziert dies den Aufbau und wurde im Rahmen dieser Arbeit lediglich ansatzweise ohne Niederhalter verfolgt (siehe Kapitel 5.1.1 auf Seite 161). In der Industrie ist das Scherschneiden das wichtigste Verfahren aus der Gruppe Zerteilen, was insbesondere durch die großen Scherschneidwinkel und den damit verbundenen geringeren Werkzeug-

3. Fertigungsverfahren für funktionelle Strukturen

verschleiß begründet ist. Im Submikro- und Nanobereich ist die Verwendung von Werkstoffen denkbar, die im Makroskopischen unwirtschaftlich oder in der geforderten Qualität nicht verfügbar sind. Folglich können sich sonst weniger relevante Verfahren wie das nachstehend beschriebene Beißschneiden (siehe auch Kapitel 4.3.2 auf Seite 144) als besonders vorteilhaft erweisen.

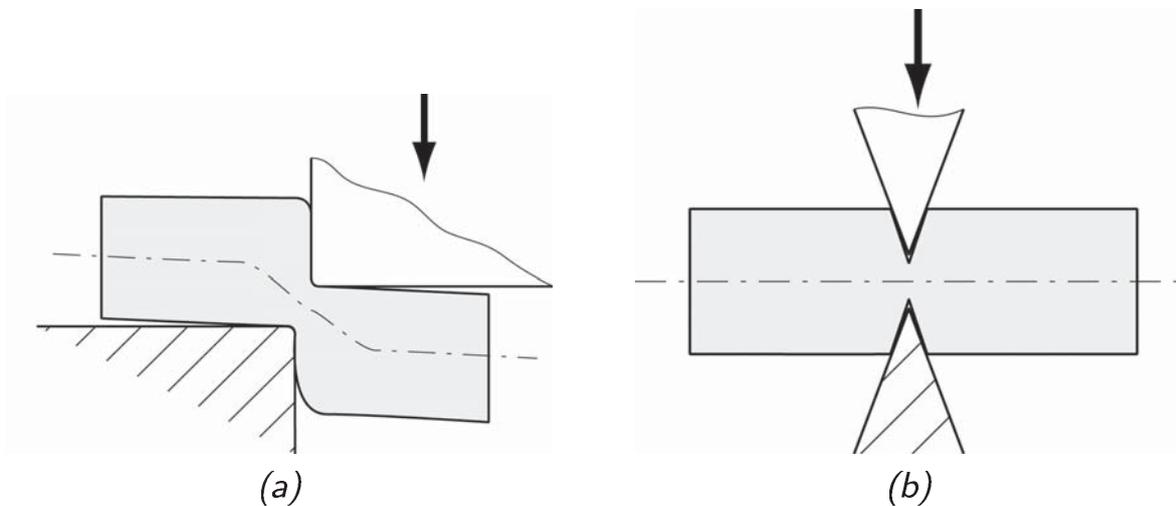


Abbildung 3.13.: Scherschneiden (a) und Beißschneiden (b) schematisch.

Abbildung 3.13 (b) zeigt das Beißschneiden. Dabei bewegen sich zwei Schneiden gegeneinander. Die benötigte Schneidkraft wird beim Beißschneiden durch den Keilwinkel der Schneiden bestimmt. Je schmaler der Keilwinkel, umso weniger Material wird verdrängt und desto kleiner ist die Schneidkraft. Mit kleinem Schneidwinkel erhöht sich jedoch der Verschleiß und die Schneide kann leichter ausbrechen. Werden wie im Rahmen dieser Arbeit, sehr kleine Werkzeuge hergestellt, können im Makroskopischen undenkbar Materialien wie beispielsweise einkristallines Silizium oder Diamant verwendet werden. Hinsichtlich der Gestaltung der Werkzeuggeometrien und Verschleißbeständigkeit bietet dies signifikante Vorteile.



3.2. *Bewertende Betrachtung des Umformens als Fertigungsverfahren*

Dringt der Schneidkeil in das Werkstück ein, wird zu Beginn eine Druckspannung initiiert, die zum Ende hin in eine Zugbeanspruchung übergeht und zur Materialtrennung führt [94]. Die Verformung ist auf einen kleinen Bereich lokalisiert und die Schnittflächen sind symmetrisch. Eine Restbruchfläche bleibt in Form eines kleinen Grates nach dem Schneidvorgang stehen.

Ein ähnliches Verfahren, das Messerschneiden, basiert auf einer Schneide und einer ebenen Schneidfläche. In Folge der Druckkraft der Schneide wird das Werkstück auf der Oberseite eingeschnitten und auf der Unterseite flächig verformt, was insbesondere bei kreisförmigen Querschnitten unerwünscht ist. Daher soll auf dieses Verfahren nicht weiter eingegangen werden. Prinzipiell ist das Messerschneiden aber wie das Beißschneiden im Submikro- und Nanobereich anwendbar und speziell für flache Werkstücke geeignet.



4. Umformen metallischer Strukturen im Submikro- und Nanobereich

4.1. Apparativer Aufbau

In diesem Abschnitt werden die für die Steuerung des Umformprozesses erforderlichen Geräte vorgestellt und die Funktion und Verwendung erläutert. Objekte mit Abmessungen im Submikro- und Nanobereich lassen sich nur mit äußerst präzisen Manipulatoren positionieren und umformen. Für die Versuche im Rahmen dieser Arbeit wurden daher sog. Mikromanipulatoren mit der Bezeichnung MM3A-EM der Firma Kleindiek Nanotechnik GmbH verwendet. Diese sind für den Einsatz im Mikro- und Nanobereich konzipiert und für die Anwendung im Rasterelektronenmikroskop geeignet.

Auf Abbildung 4.1 ist ein Mikromanipulator in der Seitenansicht (a) und der Aufsicht (b) schematisch dargestellt. Der Manipulator hat drei Freiheitsgrade. Diese ermöglichen die Rotationsbewe-

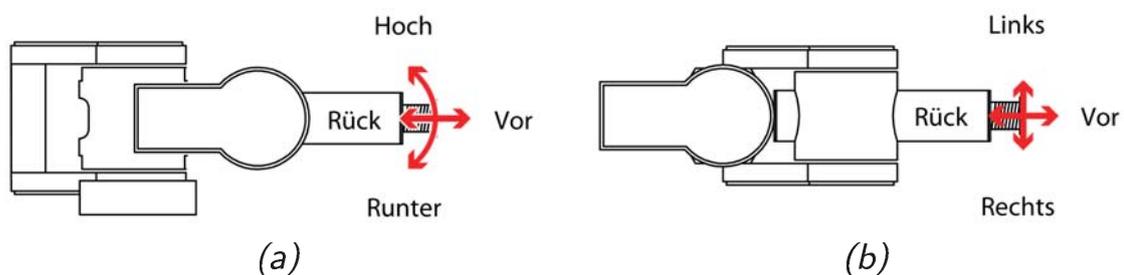


Abbildung 4.1.: Die Bewegungsachsen des Mikromanipulators in der Seitenansicht (a) und in der Aufsicht (b) (Verwendung mit freundlicher Genehmigung der Kleindiek Nanotechnik GmbH).

gung um die vertikale Montageachse (links/rechts) und auf- und ab-Bewegungen (hoch/runter) um die horizontale Drehachse. Zu- und Rückstellbewegungen (vor/rück) sind in einer dritten Ebene durch eine lineare Bewegung des Manipulatorschafts möglich. Damit ist die manipulatorische Bewegung in drei Raumachsen realisierbar. Die maximale Positioniergenauigkeit beträgt in linearer Richtung 0,25 nm und in den Rotationsachsen 5 nm [51]. Alle Umformversuche wurden entlang der Linearachse ausgeführt, da hier die höchste Genauigkeit gegeben ist und die Werkzeugbewegung geradlinig erfolgt.

Ein sog. RoTip-Plugin, welches in die Aufnahme des Manipulators gesetzt wird, erlaubt zusätzlich die Rotation um die Werkzeuglängsachse (siehe Abbildung 4.2). Zwischen den Umformschritten kann das Werkstück mithilfe dieses Plug-in durch Drehung umorientiert werden.

Die Manipulatoren sind flexibel auf einer Trägerplatte am Tisch oder an der Kammerwand des Rasterelektronenmikroskops montierbar (siehe Abbildung 4.2). Auf der Trägerplatte und an der Kammerwandhalterung können die Manipulatoren in verschiedenen Winkeln angeordnet, verschoben oder um die Vertikalachse gedreht werden. Die flexible Montage der Manipulatoren ist für eine händische Grobausrichtung von Vorteil. Der Arbeitsbereich beträgt in der horizontalen und vertikalen Drehachse 240° . Die lineare Vorschubrichtung ist auf eine Reichweite von 12 mm begrenzt. Generell deckt der Arbeitsbereich der Manipulatoren alle Anforderungen der Umformversuche im Rahmen dieser Arbeit ab. Weitere detaillierte Informationen sind in den technischen Datenblättern im Anhang A.1 und A.2 [51,52] zu finden.

Für die Aufnahme der eigentlichen Werkzeuge werden federnde Werkzeugeinsätze verwendet. Diese können in der zylindrischen Aufnahme des Manipulators installiert werden. Ihrerseits besitzen die Werkzeugeinsätze eine 0,5 mm Bohrung und nehmen die ei-

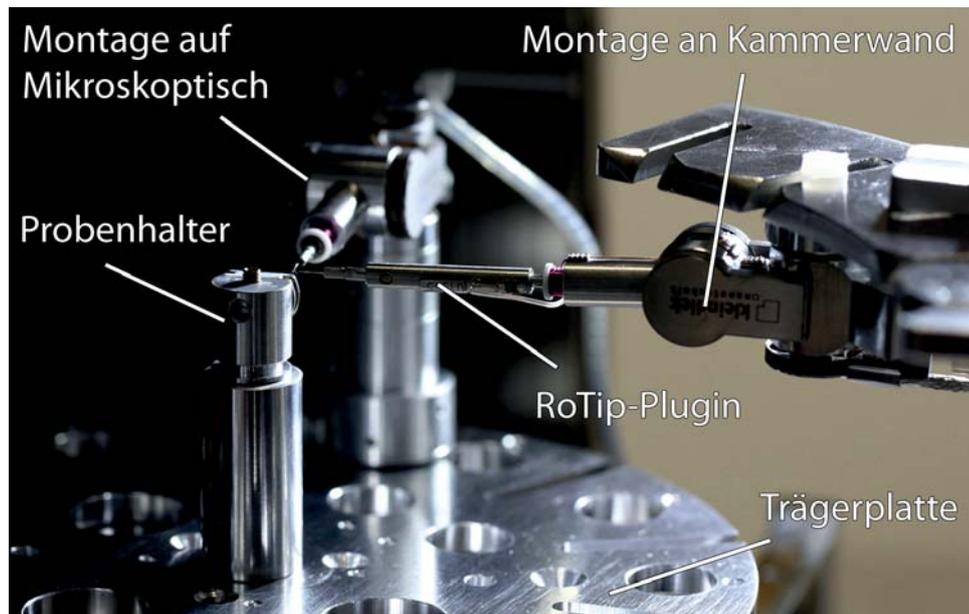


Abbildung 4.2.: Aufbau im Rasterelektronenmikroskop. Der Mikromanipulator mit dem RoTip-Plugin ist an der Kammerwand montiert. Ein weiterer Mikromanipulator ist an der Trägerplatte auf dem Tisch befestigt.

gentlichen, drahtförmigen Werkzeuge für die Manipulation von Nanoobjekten auf (siehe Abbildung 4.3).

Im Rasterelektronenmikroskop führen die Verbindungskabel der Manipulatoren zu einem Vakuumsplitter und über einen Vakuumflansch nach außen. Sie können von außen über einen Controller und ein Joypad (siehe Abbildung 4.4) angesteuert werden. Die Bewegung der Manipulatoren kann gleichzeitig auf dem Livebild des Rasterelektronenmikroskops verfolgt werden.

Der Antrieb der Mikromanipulatoren erfolgt über sog. Piezomotoren. Beim Piezoeffekt wird als Folge einer äußeren Kraft auf einem Piezokristall ein elektrisches Feld erzeugt, dessen Spannung an der Oberfläche des Materials gemessen werden kann. Die Umkehrung des Piezoeffektes heißt inverser piezoelektrischer Effekt. Entsprechend deformiert sich der Kristall in einem elektrischen Feld richtungsabhängig. Je nach Vorzeichen der anliegenden Spannung, dehnt sich der Kristall aus oder zieht sich

4. Umformen metallischer Strukturen im Submikro- und Nanobereich

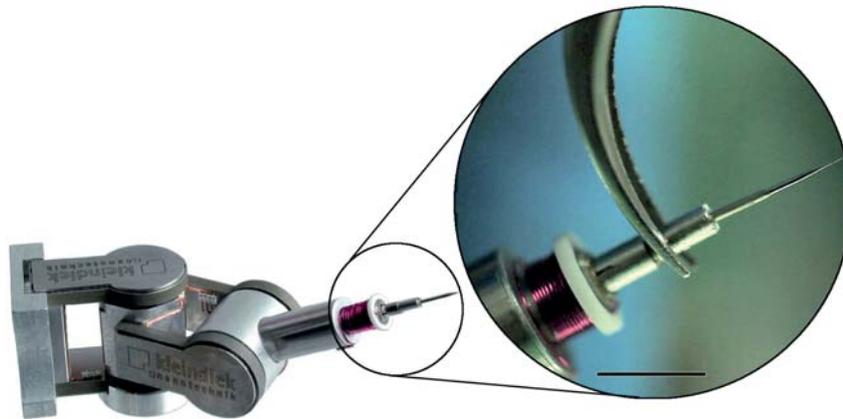


Abbildung 4.3.: Mikromanipulator MM3A-EM (Verwendung mit freundlicher Genehmigung der Kleindiek GmbH) mit Detailansicht der Werkzeugaufnahme. Die Pinzette greift den federnden Werkzeugeinsatz. Zuvorderst ist die drahtförmige Spitze zu erkennen. (Maßstab: 5 mm)

zusammen [2]. Die Piezomotoren der Mikromanipulatoren bestehen hier im Wesentlichen aus einem Stator (dem Piezokristall) und einem Slider. Der Stator dehnt sich aus oder zieht sich zusammen, je nach Polung der elektrischen Spannung. Der Slider berührt den Stator und wird durch Reibkräfte in Position gehalten. Bewegt sich nun der Stator, bewegt sich der Slider aufgrund der Reibkräfte ebenfalls mit dem Stator. Für die Werkzeugbewegung ist die Bewegung des Sliders ausschlaggebend. Die Funktionsweise wird nachstehend, an den Betriebsarten: *fine mode* und *coarse mode* im Detail beschrieben [50].

Fine mode: Dieser Modus erlaubt die Feinpositionierung des Manipulators. Die Piezomotoren können in kleinen Schritten angesteuert werden. Für die Positionierung wird am Stator eine Spannung zwischen -80 V und +80 V angelegt. Ein 12 bit Digital-Analog-Umwandler erlaubt die Steuerung der Spannung in 4096 (2^{12}) Schritten. Es stehen demnach „fine“-Schritte im Bereich zwischen -2047 und +2048 zur Verfügung. Ein Schritt in der linearen Achse entspricht etwa 0,25 nm. Die Gesamtreichweite im *fine mo-*



Abbildung 4.4.: Bedieneinheiten, Controller (a) und Joypad (b) (Verwendung mit freundlicher Genehmigung der Kleindiek Nanotechnik GmbH).

de beträgt folglich etwa $1\ \mu\text{m}$. In der Rotationsachse entspricht ein Schritt einer Bewegung von etwa $5\ \text{nm}$. Die Gesamtreichweite liegt somit bei $20\ \mu\text{m}$. Da sich der Abstand vom Manipulationsobjekt zu den Drehachsen mit der Werkzeugaufnahme und der Zustellbewegung vergrößert, erhöht sich auch die Länge der tatsächlichen Schrittweite. Dies wird insbesondere bei der Verwendung des RoTip-Plugin deutlich, da der Abstand zur Drehachse nahezu verdoppelt ist. Die für die Zustellbewegung verwendete lineare Achse ist davon nicht betroffen. Für die zügige Bedienung können mehrere „fine“-Schritte zugleich ausgelöst werden, um beispielsweise schneller Distanzen zu überwinden. Neben einem kann mit 2, 4, 8, 16, 32 oder 64 Schritten pro Ansteuersignal verfahren werden. Die Abbildung 4.5 zeigt die verschiedenen Schrittmodi und den Bezug zwischen Geschwindigkeit, Signalspannung und Zeit [50].

Coarse mode: In diesem Modus wird das Trägheitsmoment des Sliders genutzt, um größere Bewegungsgeschwindigkeiten zu realisieren. Zwischen dem Slider und dem Stator wirken Reibkräfte. Diese können überwunden werden, wenn sich der Stator ausrei-

4. Umformen metallischer Strukturen im Submikro- und Nanobereich

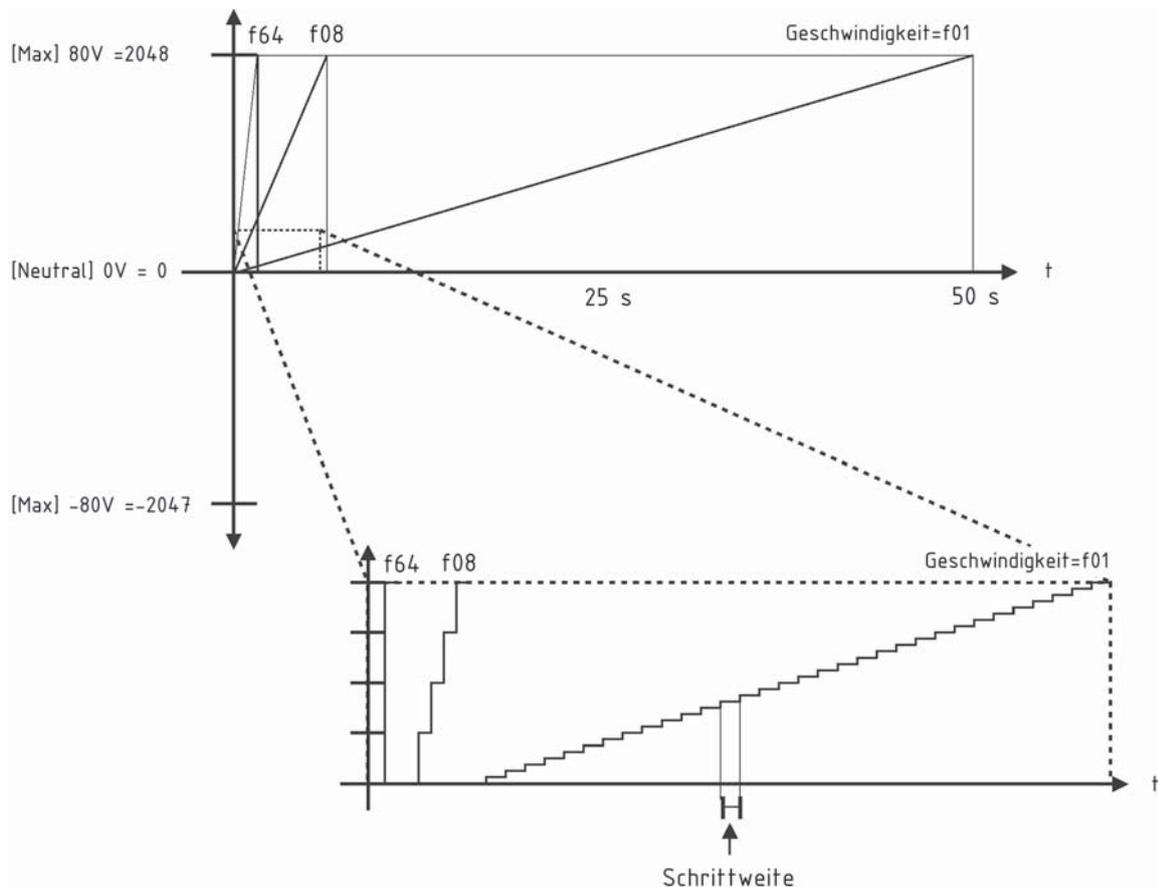


Abbildung 4.5.: Verhältnis der Schrittweiten im fine mode. Dargestellt durch die Spannung über der Zeit (Verwendung mit freundlicher Genehmigung der Kleindiek Nanotechnik GmbH).

chend schnell ausdehnt. Dadurch ist eine unabhängige Bewegung zwischen Slider und Stator möglich. Das Prinzip ist einer Rutschkupplung ähnlich. Diese auf Reibung basierende Kupplung ermöglicht wesentlich höhere Geschwindigkeiten als im *fine mode*. Insbesondere, wenn mit dem Manipulator Positionierungen über größere Wegstrecken ausgeführt werden, wird der *coarse mode* verwendet. Der Slider wird durch den sich deformierenden Piezokristall (Stator), in die gewünschte Richtung beschleunigt. Dabei wirkt zwischen Stator und Slider die Reibkraft. Wird nun die Spannung am Stator rasch in die Gegenrichtung verändert, ist die Haftkraft überschritten und der Slider verbleibt infolge seiner Trägheit in

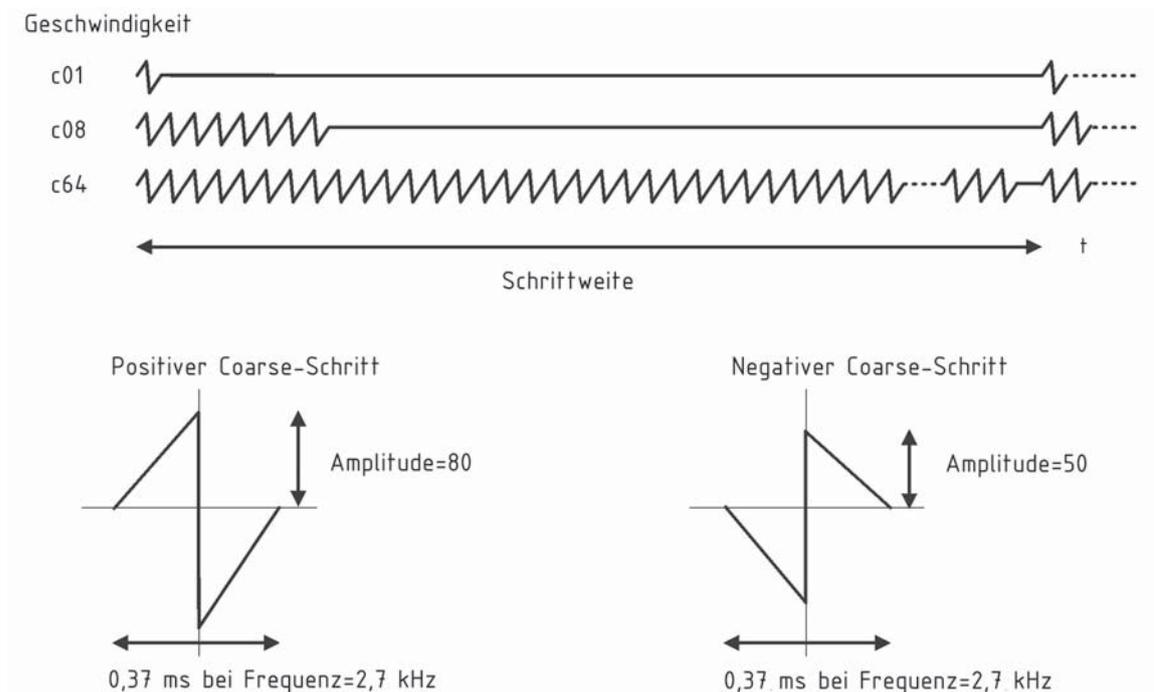


Abbildung 4.6.: Verhältnis der Schrittweiten im coarse mode. Darstellung der Anzahl der Schritte, verschiedener Modi innerhalb eines Zeitintervalls. Die Amplitude entspricht der Spannung (Verwendung mit freundlicher Genehmigung der Kleindiek GmbH).

Position. Das mit dem Slider verbundene Werkzeug führt folglich eine Vorwärtsbewegung aus, obwohl der Stator sich vor und zurück bewegt. Der Zyklus kann vielfach hintereinander ausgeführt werden, womit sehr schnelle Positionierungen über weite Distanzen möglich sind. Dieser Aufbau, basierend auf Reibkräften zwischen Stator (Piezokristall) und Slider, erlaubt auch das händische Verschieben des Sliders auf dem Stator, ohne diesen zu beschädigen. Für den Ein- und Ausbau sowie die Grobpositionierung von Hand ist das ein wichtiger Vorteil. Die Signalverarbeitung ist ähnlich der des *fine modes*. Neben einem kann mit 2, 4, 8, 16, 32 oder 64 Schritten pro Ansteuersignal verfahren werden [50]. Abbildung 4.6 zeigt die verschiedenen Schrittmodi des *coarse mode*. Zu beachten ist, dass der verfahrenene Weg pro Schritt nicht unabhängig von der Kraft auf die angesteuerte Achse ist. Unter Last z. B. bei einem



Druckversuch kann ein *fine mode*-Schritt von dem vorher konstanten Weg von etwa 0,25 nm in linearer Richtung abweichen.

4.2. Verfahren zur Herstellung von Werkzeugen und Halbzeugen

In diesem Abschnitt wird die Herstellung der Werkzeuge und Halbzeuge betrachtet und nach der Herstellungsart gegliedert vorgestellt. Werkzeuge bezeichnen dabei umformende oder manipulierende Hilfsmittel und Halbzeuge umzuformende Strukturen und Objekte. Zunächst werden die elektrochemisch hergestellten Werkzeuge und Halbzeuge betrachtet. Die Aufnahme der Manipulatoren erlaubt drahtförmige Werkzeuge und Halbzeuge mit einem Durchmesser von 0,5 mm. Für die Aufgabe als Umformwerkzeug, Manipulationswerkzeug oder stabförmiges Halbzeug wird der Draht mithilfe eines elektrochemischen Prozesses auf unterschiedliche Weise gedünnt. Somit wird für die jeweilige Aufgabe ein geeignetes Werkzeug oder Halbzeug geschaffen. Hiernach werden Ni₃Al-Partikel als weitere ebenfalls elektrochemisch hergestellte Halbzeuge betrachtet. Anschließend werden Werkzeuge, die unter Zuhilfenahme des fokussierten Ionenstrahls hergestellt wurden, vorgestellt. Zunächst wird auf ein Plug-in aus Silizium eingegangen, welches die Spitze eines Umformwerkzeugs verstärkt. Danach wird die Herstellung von rückfedernden Umformwerkzeugen beschrieben. Diese sind äußerst vielseitig und werden für zahlreiche Umformversuche eingesetzt. Hiernach sind die ebenfalls in Verbindung mit dem fokussierten Ionenstrahl hergestellten Gesenkformen aufgezeigt. Abschließend werden weitere Gesenkformen auf Basis unterschiedlicher Herstellungstechniken vorgestellt.

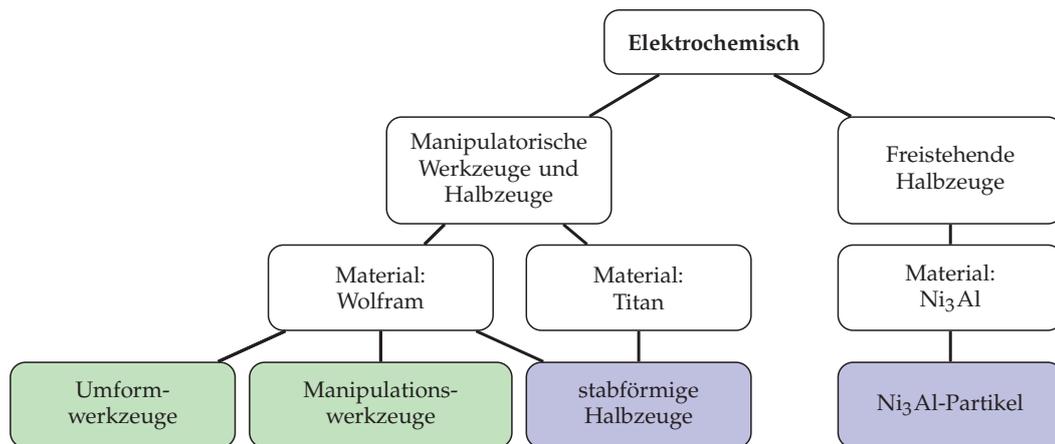


Abbildung 4.7.: Elektrochemisch hergestellte Werkzeuge (grün) und Halbzeuge (blau) sowie deren Zuordnung.

4.2.1. Elektrochemische Verfahren

Nachfolgend wird auf elektrochemische Verfahren zur Herstellung von Werkzeugen und Halbzeugen eingegangen. Zunächst wird eine Übersicht zur Materialauswahl und zu vorbereitenden Maßnahmen für manipulatorisch gesteuerte Werkzeuge und Halbzeuge gegeben (siehe Abbildung 4.7). Darauffolgend wird die Vorgehensweise zur Herstellung der unterschiedlichen manipulatorischen Werkzeuge und Halbzeuge beschrieben. Dazu wird die Fertigung beginnend mit den Umformwerkzeugen aus Wolfram, den Manipulationswerkzeugen und den Halbzeugen aus Wolfram sowie den Halbzeugen aus Titan erläutert. Hiernach wird die Herstellung freistehender kubischer γ' (Ni₃Al)-Partikel behandelt.

Materialauswahl und Vorbereitung der manipulatorischen Werkzeuge und Halbzeuge

Das elektrochemische Abtragen wird u. a. als Prozess zur Bearbeitung von schwer spanbaren metallischen Materialien in weiten Bereichen des Maschinenbaus eingesetzt. Beispielsweise werden Kühlbohrungen in Turbinenschaufeln von Gasturbinen und Flug-

zeugtriebwerken mit hoher Präzision, Maßhaltigkeit und Oberflächengüte mittels eines elektrochemischen Verfahrens eingebracht [30]. In dieser Arbeit wird das elektrochemische Abtragen zum Dünnen metallischer Drähte genutzt, welche als Werkzeuge und Halbzeuge in Kombination mit den Manipulatoren eingesetzt werden. Dabei wurden reines Wolfram und Titan der Firma „chemPUR Feinchemikalien und Forschungsbedarf GmbH“ als Ausgangswerkstoffe für die Herstellung von Werkzeugen und Halbzeugen herangezogen.

Wolfram wird aufgrund der guten elektrochemischen Bearbeitbarkeit für eine Vielzahl von Anwendungen im Submikro- und Nanobereich genutzt. Typische Einsatzgebiete sind die Manipulation von Nanoobjekten [48], die Indentation [34] oder die Verwendung als Tastnadel in der Rastersondenmikroskopie und speziell der Rastertunnelmikroskopie [26]. Die Geometrie der Drahtspitze lässt sich durch den elektrochemischen Prozess weitgehend steuern. Verglichen mit dem spröden Materialverhalten im Makroskopischen wurde innerhalb der Umformversuche eine hohe Duktilität und gute Umformbarkeit festgestellt. Zusammen mit der hohen Druckfestigkeit des Wolframs ist es im Rahmen dieser Arbeit für die Verwendung als Umformwerk- und halbzeug geeignet. Die hohe Dichte des Wolframs spielt aufgrund der dominanten Oberflächenkräfte und der vernachlässigbaren Gewichtskraft eine untergeordnete Rolle.

In dieser Arbeit wurde Titan als weiterer Werkstoff für Halbzeuge in Umformversuchen betrachtet. Titan wird im Makroskopischen aufgrund seiner stabilen Oxidschicht bei Raumtemperatur unter anderem als biokompatibler Werkstoff in der Medizin verwendet. Im Hinblick auf Festigkeit und Korrosionsbeständigkeit eignet sich Titan weiterhin auch für mechanisch belastbare Strukturen sowie in sauren und basischen Medien. Im Submikro- und Nanobereich könnten aus Titan hergestellte Bauteile ebenfalls Verwendung in der Medizin oder in aggressiven Medien finden. Die

4.2. Verfahren zur Herstellung von Werkzeugen und Halbzeugen

elektrochemische Formgebung für die Ti-Halbzeugherstellung ist jedoch ungleich schwieriger als die des Wolframs. Ursächlich ist die zuvor positiv genannte Oxidschicht, welche die Elektrolyse erschwert. Während das elektrochemische Bearbeiten von Wolframspitzen umfangreich dokumentiert ist [26, 34, 35, 49, 105], war für die Bearbeitung von Titan lediglich eine Orientierung an Publikationen zur elektrochemischen Bearbeitung von Substraten auf Titanbasis [62, 90] gegeben. Folglich wurde im Rahmen dieser Arbeit ein Verfahren zur Bearbeitung von drahtförmigen Titan entwickelt.

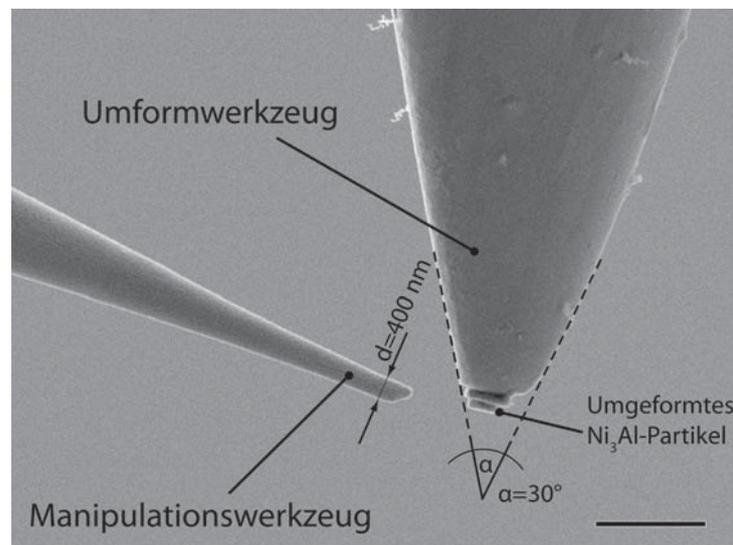


Abbildung 4.8.: Umformwerkzeug und Manipulationswerkzeug im Rasterelektronenmikroskop. Ein umgeformtes Ni_3Al -Partikel befindet sich an der abgeflachten Spitze des Umformwerkzeugs. Exemplarisch sind der Spitzenwinkel und der Durchmesser 500 nm von der Spitze entfernt gemessen angegeben. (Maßstab: 2 μm)

Grundlegend werden zwei Arten von Werkzeugen benötigt. In Abbildung 4.8 ist ein Manipulationswerkzeug sowie ein Umformwerkzeug mit anhaftendem, zuvor in einem Gesenk umgeformten Ni_3Al -Partikel zu sehen. Das Umformwerkzeug besitzt eine abgeflachte Spitze mit einem Durchmesser von 1 μm bis 5 μm . Ein Spitzenwinkel von 20° bis 60° gibt ausreichend Biegesteifigkeit

in Bezug auf die wirkenden Umformkräfte. Das sog. Manipulationswerkzeug besitzt einen Spitzendurchmesser von 100 nm bis 500 nm (500 nm von der Spitze entfernt gemessen). Der Spitzenwinkel beträgt $5-20^\circ$ und ermöglicht das Positionieren und Manipulieren von Objekten nahezu parallel zum Substrat und dicht am Umformwerkzeug. Aufgrund des geringen Durchmessers und des kleinen Spitzenwinkels, eignet sich diese Form auch als stabförmiges Umformhalbzeug. Soweit nicht anders angegeben, wurde der Spitzendurchmesser 500 nm von der eigentlichen Spitze entfernt gemessen. Im Folgenden werden die vorbereitenden Schritte für das elektrochemische Dünnen aufgezeigt.

Zunächst wird der $d = 0,5$ mm Metalldraht in 2–3 cm lange Stücke geteilt und mechanisch mit Schleifpapier (P240) gereinigt. Eine zwei-minütige Ultraschallbehandlung in Ethanol entfernt organische und anorganische Verunreinigungen und beugt eine Kontamination des Elektrolyts vor. Damit sind die Drähte für die elektrochemische Bearbeitung vorbereitet. Der negative Pol einer Konstant-Gleichspannungsquelle wird mit einer Platin-Ringelektrode (Pt-RE) über eine Pinzette verbunden. Die Ringelektrode besteht aus einem $d = 0,5$ mm Draht, der ringförmig ($D = 10$ mm) gebogen ist. Der zu dünnende Metalldraht wird über eine Pinzette mit dem positiven Pol der Spannungsquelle verbunden und mittig in Bezug auf die Pt-RE ausgerichtet. Der generelle Versuchsaufbau ist schematisch auf Abbildung 4.9 zu sehen. Nach dem elektrochemischen Dünnen wird der gedünnte Draht zum Abschluss in deionisiertem Wasser für eine Minute im Ultraschallbad gereinigt und anschließend mit Ethanol gespült. Im Folgenden ist die Herstellung der Umformwerkzeuge aus Wolfram erläutert.

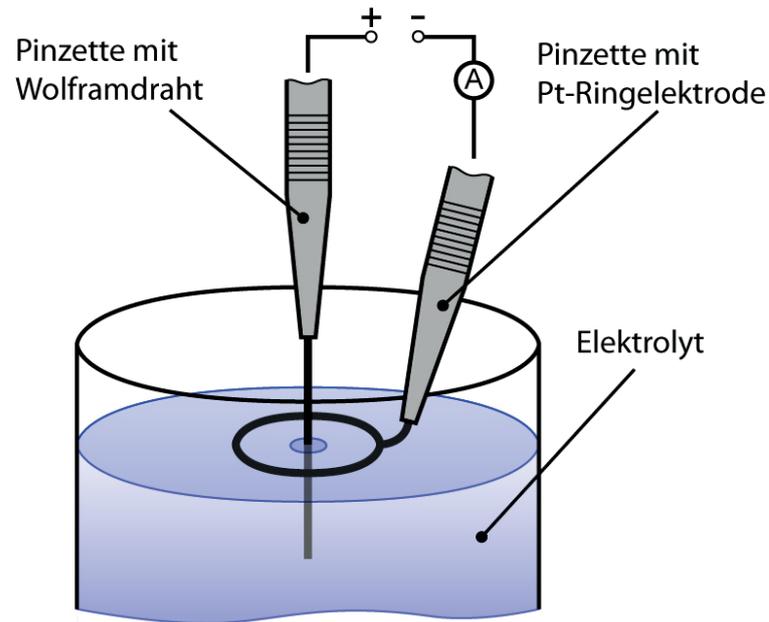


Abbildung 4.9.: Aufbau für das elektrochemische Dünnen von Wolfram- und Titandrähten in der Übersicht.

Fertigung der Umformwerkzeuge aus Wolfram

In einem Becherglas wird der Elektrolyt als 1 M Kaliumhydroxid-Lösung auf 100 ml deionisiertem Wasser angesetzt. Die Herstellung des Umformwerkzeugs gliedert sich in zwei Schritte, einen Grobschritt und einen Feinschritt.

Im Grobschritt wird die Pt-RE mittig, unmittelbar unter der Elektrolytoberfläche (< 1 mm) im Becherglas ausgerichtet. Der gereinigte 2 cm lange Wolframdraht mit einer Reinheit von 99.95 % wird senkrecht und mittig zur Ringelektrode positioniert sowie bis zu einer Tiefe von 5 mm in den Elektrolyt eingetaucht (siehe Abbildung 4.10 Schritt (2)). Der Draht wird mit dem positiven Pol und die Ringelektrode mit dem negativen Pol einer Konstantspannungsquelle verbunden. Eine Spannung von 30 V wird eingestellt und der Stromkreis geschlossen. Das eingetauchte Drahtende wird solange gedünnt, bis sich eine Spitze mit einem Durchmesser von etwa $50 \mu\text{m}$ bis $100 \mu\text{m}$ ergibt. Anschließend wird der Stromkreis

4. Umformen metallischer Strukturen im Submikro- und Nanobereich

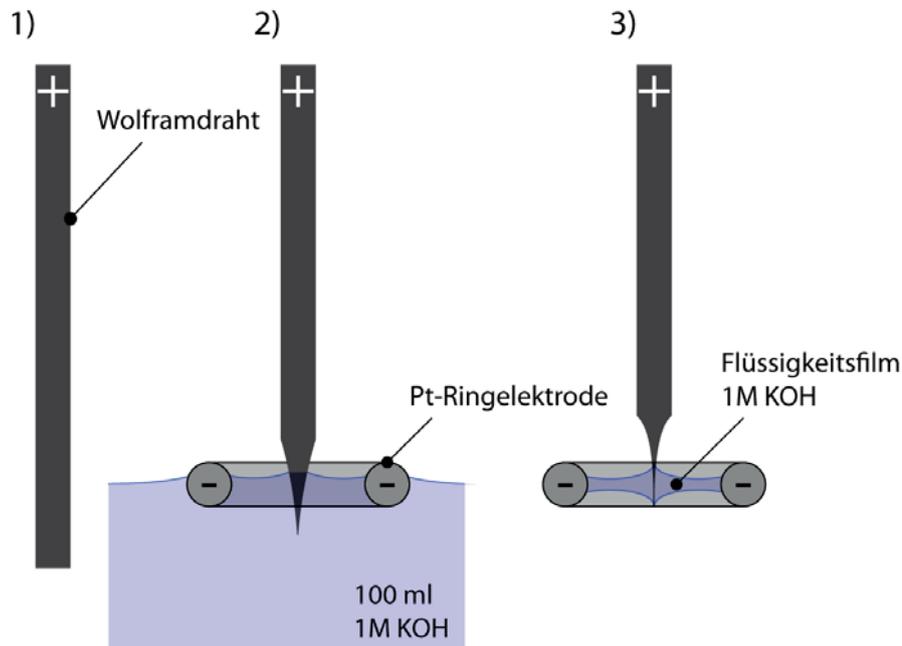


Abbildung 4.10.: Teilschritte der Fertigung des Umformwerkzeugs. Schritt (1) zeigt den abgelängten Wolframdraht, Schritt (2) das Grobdünnen und Schritt (3) das Feindünnen.

unterbrochen und die gedünnte Spitze aus dem Elektrolyt bewegt. Die Dicke wurde während des Prozesses mit einem Stereomikroskop kontinuierlich überprüft.

Im Feinschritt wird die Pt-RE aus dem Elektrolyt herausgeföhren. Innerhalb der Elektrode entsteht aufgrund der Oberflöhenspannung des Elektrolyts ein Flüssigkeitsfilm. In diesen wird die im Grobschritt vorgedünnte Drahtspitze eingetaucht (siehe Abbildung 4.10 Schritt (3)). Eine Spannung von 3 V wird eingestellt und der Stromkreis geschlossen. Wenn die Benetzung der Drahtspitze abbricht, wird der Stromkreis unterbrochen.

Hiernach wird der Draht im Ultraschallbad in deionisiertem Wasser gereinigt. Das entstandene Werkzeug hat einen Spitzendurchmesser von etwa 1 μm bis 5 μm , einen Spitzenwinkel von 20° bis 60° und ist als Umformwerkzeug vorgesehen. Vor dem Einsatz wird es mit der Spitze auf das Siliziumsubstrat gedrückt, sodass

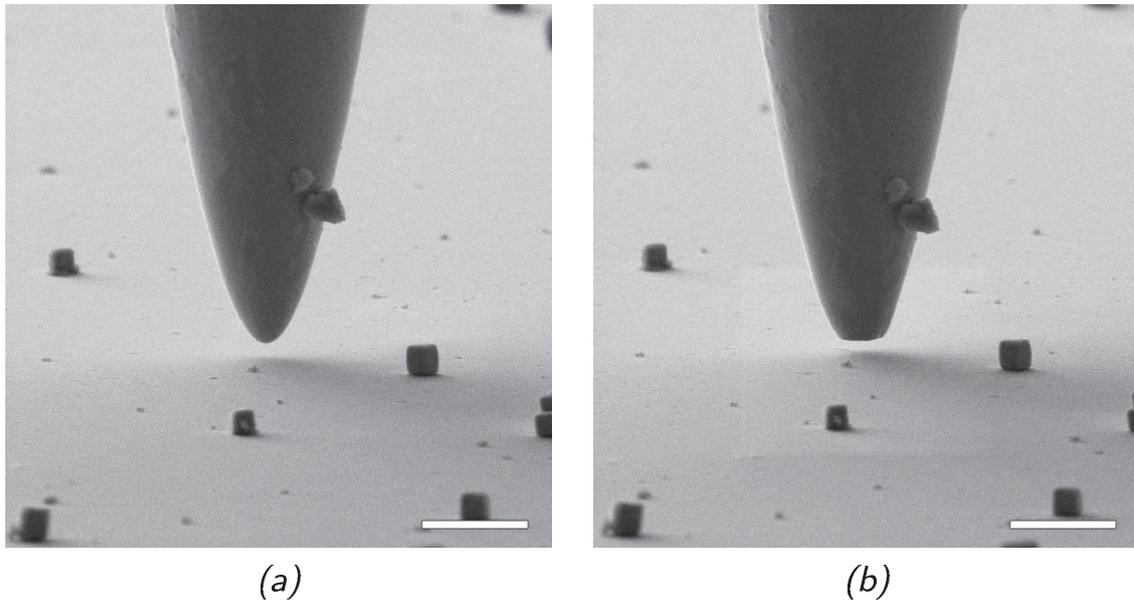


Abbildung 4.11.: Abflachen der Werkzeugspitze an der Oberfläche des Si-Substrats. Bild (a) zeigt das Umformwerkzeug vor dem Abflachen und Bild (b) nach dem Abflachen [57]. (Maßstab: 2 μm)

diese plastisch verformt und abflacht (siehe Abbildung 4.11). Eine abgeflachte Spitze ist für das manipulatorische Umformen (siehe Kapitel 4.3.2 auf Seite 117) erforderlich. Ein Vorteil ist auch die Planparallelität, die hiermit zwischen den Flächen des Substrats und des Umformwerkzeugs hergestellt wird.

Fertigung der Manipulationswerkzeuge und Halbzeuge aus Wolfram

Manipulationswerkzeuge und Halbzeuge sind mit einem Spitzendurchmesser von 100 nm bis 500 nm und einen Spitzenwinkel von 3° bis 20° deutlich filigraner als die zuvor beschriebenen Umformwerkzeuge. Die Anforderungen erschließen sich aus der Manipulation von Nanoobjekten parallel zum Substrat und der Verwendung als stabförmige Halbzeuge für das Umformen. Die Herstellung ist im Folgenden beschrieben.

4. Umformen metallischer Strukturen im Submikro- und Nanobereich

Der gereinigte 3 cm lange Wolframdraht wird für die Herstellung der Manipulationswerkzeuge und Halbzeuge an einem Ende auf einer Länge von etwa 1 cm mit einem Abdecklack (Lacomit Varnish G371, Agar Scientific Ltd.) versehen (siehe Schritt (1) in Abbildung 4.12 (a)). Der apparative Aufbau ist mit dem zur Her-

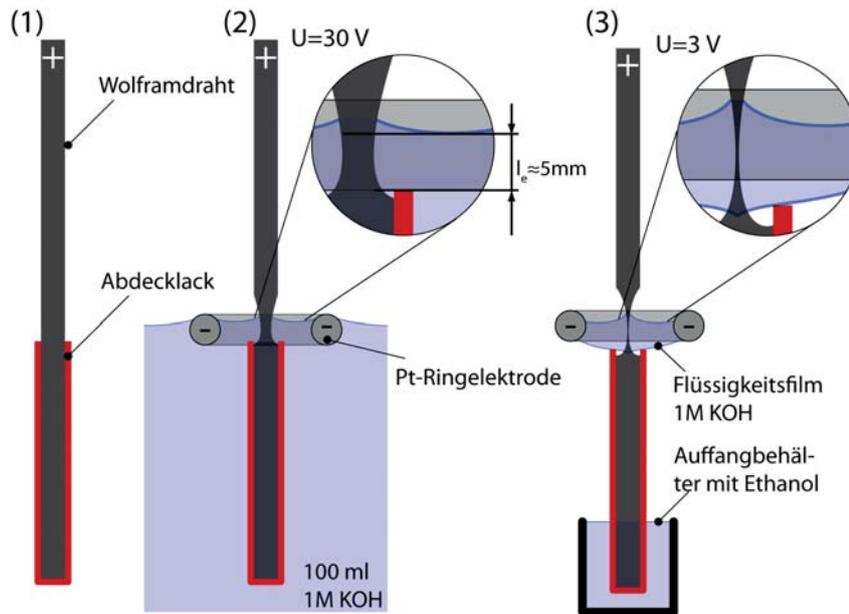


Abbildung 4.12.: Teilschritte der Fertigung der Manipulationswerkzeuge und Halbzeuge. Schritt (1) zeigt den abgelängten und mit Abdecklack versehenen Wolframdraht, Schritt (2) das Grobdünnen und Schritt (3) das Feindünnen.

stellung der Umformwerkzeuge weitestgehend vergleichbar. Auch hier ist eine exakte Orientierung der Elektroden erforderlich, da andernfalls ein unsymmetrischer Materialabtrag während des aus zwei Schritten bestehenden elektrochemischen Prozesses zu inhomogenen und nicht reproduzierbaren Drahtspitzen führt. Die Platin-Ringelektrode wird im Grobschritt mittig, unmittelbar unter der Elektrolytoberfläche (< 1 mm) im Becherglas ausgerichtet. Zunächst wird der Wolframdraht im sog. Grobschritt gedünnt, um einen hohen und schnellen Materialabtrag zu erzielen. Dazu wird der Draht mit der lackierten Seite in die im Elektrolyt ausgerichtete Platin-Ringelektrode mittig eingetaucht. Der blanke

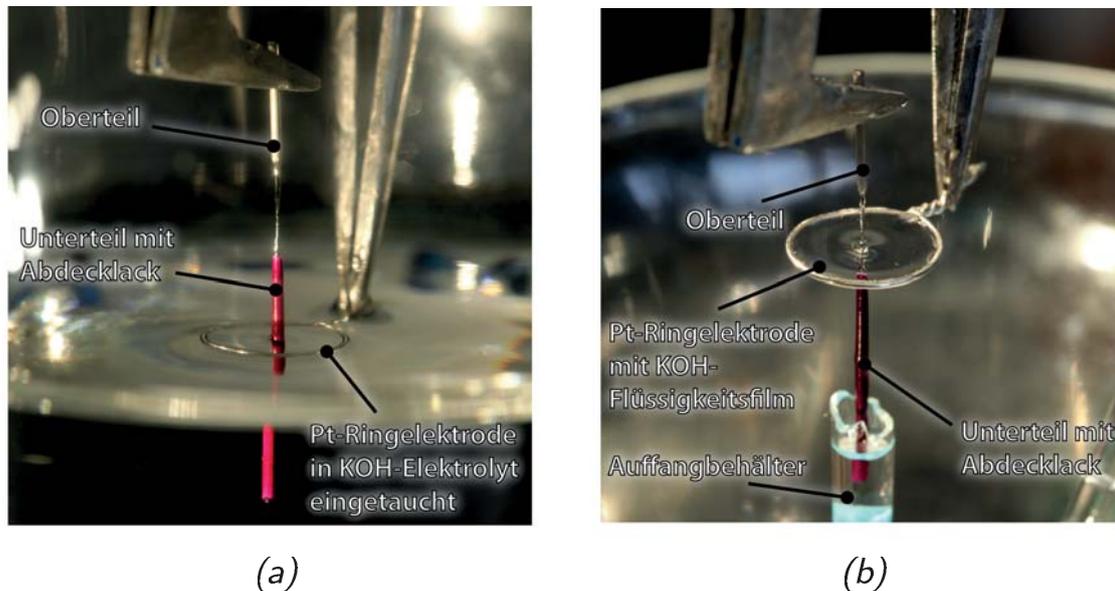


Abbildung 4.13.: Wolframdraht nach dem Grobdünnen (siehe Schritt (2) in Abbildung 4.12), während der Entnahme aus dem Elektrolyt. . Im Bereich oberhalb des roten Abdecklacks wurde der Draht auf etwa $50\text{--}100\ \mu\text{m}$ vorgedünnnt. Das Feindünnen ist in Bild (c) gezeigt und erfolgt in einem KOH-Flüssigkeitsfilm über einem Auffangbehälter (siehe auch Schritt (3) in Abbildung 4.12).

Draht ist hierbei in einem Bereich von $l_e \approx 5\ \text{mm}$ oberhalb des Abdecklacks im Kontakt mit dem Elektrolyt (siehe Schritt (2) in Abbildung 4.12). Der Abdecklack isoliert den eingetauchten Teil und lokalisiert den elektrochemischen Materialabtrag auf den Kontaktbereich des Elektrolyts mit dem metallisch blanken Wolframdraht. Ohne die Verwendung des isolierenden Abdecklacks, wird der untere Teil, welcher gänzlich im Kontakt mit dem Elektrolyt steht, großflächig abgetragen und in seinem Durchmesser reduziert. Der spätere Einsatz der Drahtspitze als Manipulationswerkzeug oder als Halbzeug in einem Mikromanipulator wäre infolge nicht möglich. Um die Spitze in der Aufnahme des Manipulators zu montieren, muss der Ausgangsdrahtdurchmesser von $d = 0,5\ \text{mm}$ auf einer Länge von mindestens $5\ \text{mm}$ gegeben sein. Bei einer Spannung von $30\ \text{V}$ wird der Vorgang nach Erreichen

4. Umformen metallischer Strukturen im Submikro- und Nanobereich

einer Dicke von etwa $50\ \mu\text{m}$ bis $100\ \mu\text{m}$ unterbrochen. In Abbildung 4.13 (a) ist der mittig gedünnte Wolframdraht nach dem Grobschritt zu sehen. Die Dicke wurde während des Prozesses mit einem Stereomikroskop kontinuierlich überprüft. Der Draht wird vorsichtig aus dem Elektrolyt bewegt. Dieser Schritt muss

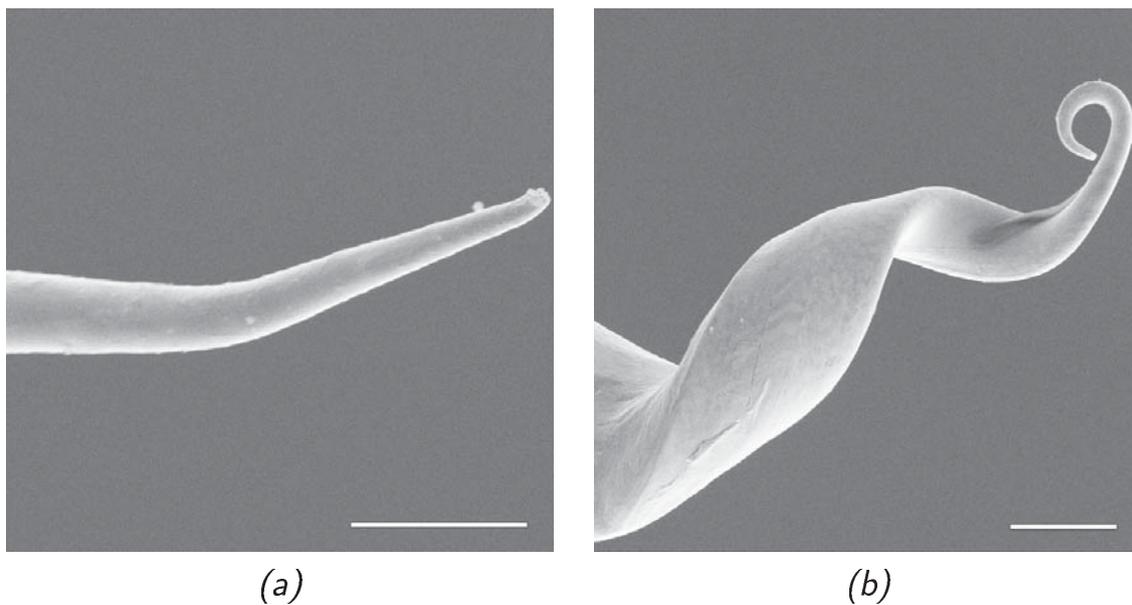


Abbildung 4.14.: Eine ungleichmäßige Entnahme nach dem Grobschritt verursacht Materialspannungen im gedünnten Bereich und äußert sich in einer verbogenen Spitzegeometrie nach dem Feinschritt. Bild (a) zeigt eine leicht verbogene Wolframspitze nach dem Feinschritt und Bild (b) eine stark verbogene Spitze. (Maßstab: $4\ \mu\text{m}$)

sehr sorgsam ausgeführt werden, da bereits kleine Erschütterungen oder ein Luftzug den Draht zum Schwingen anregen und Materialspannungen einbringen können. Eingebrachte plastische Verformungen wirken sich auf das Ergebnis nach dem Feinschritt aus, wie an den verbogenen Werkzeugspitzen auf Abbildung 4.14 zu sehen ist. Die deformierte Geometrie ist auf eine ungleichmäßige Entnahme nach dem Grobschritt zurückzuführen.

Im Feinschritt wird die Pt-RE mit dem Flüssigkeitsfilm mittig und im Bereich des vorgedünnten Teils des Wolframdrahts positioniert (siehe Schritt (3) in Abbildung 4.12 und Abbildung 4.13 (b)).

Zusätzlich wird ein Auffangbehälter unterhalb des Drahtes platziert. Dieses ist mit Ethanol gefüllt und fängt nach dem Trennen der Drahtteile das mit Abdecklack versehene Unterteil auf. Das untere Ende steht im Kontakt mit dem Ethanol im Auffangbehälter. Die Flüssigkeit im Auffangbehälter reduziert Schwingungen, die durch Luftbewegung eingebracht werden. Während der Eintauchphase des Unterteils in den Auffangbehälter, verhindert die geringe Oberflächenspannung des Ethanols ein Verbiegen im gedünnten Bereich. In Vorversuchen mit deionisiertem Wasser im Auffangbehälter verbog dagegen der Draht im vorgedünnten Bereich, infolge des Eintauchens. Bei einer Spannung von 3 V wird der Wolframdraht im vorgedünnten Bereich elektrochemisch abgetragen und der Stromkreis unterbrochen, nachdem das Unterteil vom Oberteil getrennt ist und vom Auffangbehälter aufgenommen wird.

Beide Teile werden im Ultraschallbad in deionisiertem Wasser gereinigt. Der Abdecklack wird mit einer Pinzette und einer Zange

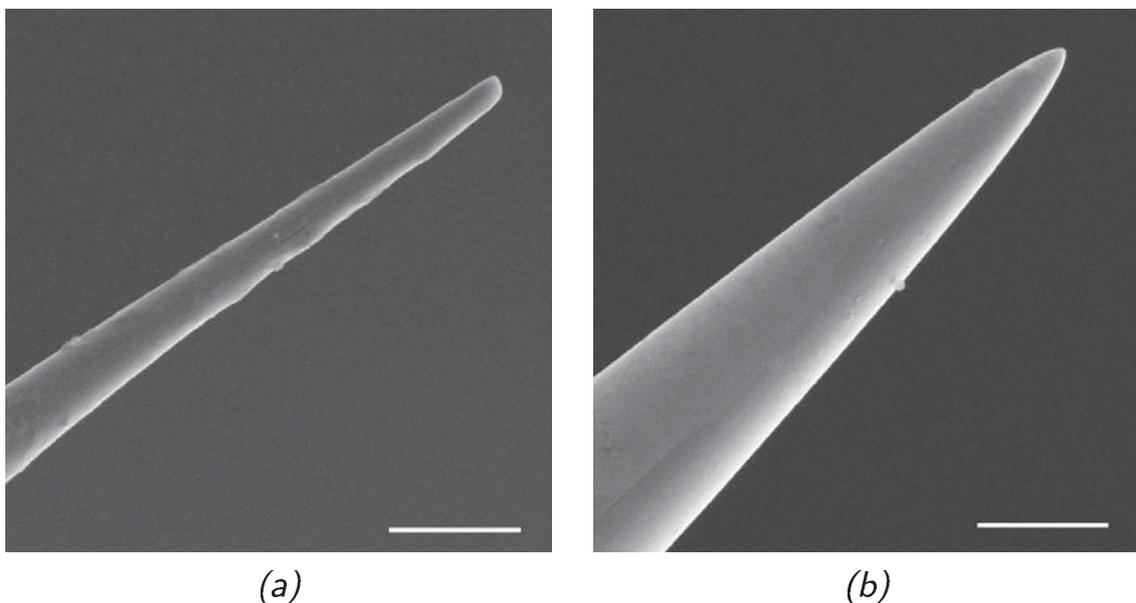


Abbildung 4.15.: Unterteil (a) und Oberteil (b) des Wolframdrahts nach dem elektrochemischen Dünnen. (Maßstab: 1 μm)

4. Umformen metallischer Strukturen im Submikro- und Nanobereich

vom unteren Teil entfernt. Abbildung 4.15 zeigt das Unterteil (a) und das Oberteil (b) des Wolframdrahtes nach dem elektrochemischen Dünnen. Beide Teile weisen einen Spitzendurchmesser von 100 nm bis 500 nm auf. Der Spitzenwinkel des Unterteils liegt bei unter 10° und der des Oberteils bei etwa 20° . Die unterschiedliche Geometrie ist auf die Ausprägung des Flüssigkeitsfilms zurückzuführen, welcher durch die Schwerkraft beeinflusst wird. Während der obere Bereich lediglich leicht vom Elektrolyt benetzt ist (die Ionendichte ist geringer), wird der untere Bereich des Drahtes aufgrund der Schwerkraft vom Flüssigkeitsfilm deutlich ausgeprägter benetzt (die Ionendichte ist höher). Der obere Bereich

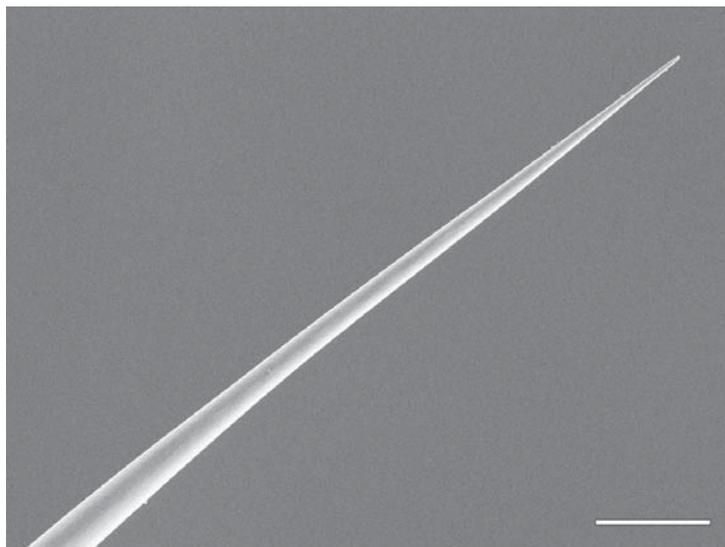


Abbildung 4.16.: Unterteil des Wolframdrahts nach dem elektrochemischen Dünnen, mit einem flachen Spitzenwinkel unter 3° und einem Spitzendurchmesser von etwa 300 nm. (Maßstab: $10\ \mu\text{m}$)

wird, ausgehend vom Bereich der höchsten Ionendichte (in der Mitte des Flüssigkeitsfilm), mit rasch abnehmender Dicke der Benetzung durch den Flüssigkeitsfilm zu einer flachen konischen Spitze gedünnt. Im unteren Bereich ist hingegen ein größerer Teil der Oberfläche mit einem Flüssigkeitsfilm mit nahezu gleichblei-

bender Dicke benetzt. Folglich weisen Spitzen des unteren Teils eine nahezu parallele Ausprägung mit flachen Spitzenwinkeln unter 10° auf. In Abbildung 4.16 ist der untere Teil einer Wolframspitze mit einem flachen Spitzenwinkel unter 3° und einem Spitzendurchmesser von etwa 300 nm zu sehen. Diese stabförmigen Geometrien sind besonders als umzuformende Halbzeuge geeignet. Im Abstand von $70\ \mu\text{m}$ von der Spitze beträgt der Durchmesser lediglich $4\ \mu\text{m}$.

Die Herstellung der Werkzeuge und Halbzeuge aus Wolfram basieren sowohl auf Ergebnissen der Literatur [26,34,35,49,105], als auch auf eigenen Untersuchungen. Für die Anwendung als Umformwerkzeuge sowie Manipulationswerkzeuge und Halbzeuge wurde der Prozess auf die Anforderungen an Spitzenwinkel und Spitzendurchmesser abgestimmt.

Fertigung der Halbzeuge aus Titan

Der Aufbau für die Herstellung von stabförmigen Halbzeugen aus Titan ist bis auf geringe Unterschiede mit der Herstellung von Werkzeugen aus Wolfram vergleichbar. Auch hier wurde eine Platin-Ringelektrode verwendet, die ringförmig ($D = 10\ \text{mm}$) aus $d = 0,5\ \text{mm}$ Pt-Draht gebogen ist. Der Titandraht (Reinheit 99,8 %) wurde auf 3 cm messende Stücke abgelängt. Die vorbereitende Reinigung erfolgte analog zum Vorgehen für die Wolfram-Werkzeuge. Was Titan hinsichtlich Biokompatibilität und chemischer Beständigkeit auszeichnet ist für die Bearbeitung nachteilig. Titan bildet bei Raumtemperatur an der Luft eine stabile und deckende Oxidschicht aus. Es ist konventionell schwer zu bearbeiten und das chemische Ätzen ist nur mit wenigen aggressiven Medien beispielsweise HF-Säure (Flusssäure) möglich. Die Reaktion mit HF-Säure ist dabei anisotrop, d.h. bestimmte kristallographische Orientierungen (Körner) und Phasen werden bevorzugt



geätzt. Die Oberfläche ist als Folge rau oder zerklüftet. Das elektrochemische Verfahren erlaubt das auf einen bestimmten Bereich lokalisierte Dünnen und ermöglicht einen weitestgehend isotropen Abtrag. In der Literatur [4, 62, 90] haben sich Elektrolyte auf Basis von Brom z. B. Kaliumbromid (KBr) oder Natriumbromid (NaBr) bewährt. Titan geht bei einer hohen Konzentration von Bromidionen im Elektrolyt als Ti^{4+} in Lösung.

Es wurden verschiedene Elektrolyte auf Basis von NaBr für die Herstellung von Halbzeugen aus Titan untersucht. Die Lösungsmittel bestanden aus deionisiertem Wasser, Ethylenglycol und Ethanol.

NaBr in deionisiertem Wasser Erste Versuche mit einem Elektrolyt aus NaBr in deionisiertem Wasser erzielten keine reproduzierbaren Ergebnisse. Während der Elektrolyse wurde eine starke Gasbildung an den Elektroden beobachtet. Zudem bildeten sich weiße, flockige Ausfällungen im Elektrolyt, die eine gleichmäßige und wiederholbare Prozessführung unmöglich machten. Die Oberfläche der gedünnten Ti-Drähte war nach der Elektrolyse rau und stark zerklüftet. Aus diesem Grund wurde der Elektrolyt nicht weiter verwendet.

NaBr in Ethylenglycol Das elektrochemische Abtragen von Titan wird bei Sjöström and Su [90] am Beispiel eines Elektrolyts aus NaBr und Ethylenglycol beschrieben. Die Gasbildung ist in Ethylenglycol deutlich reduziert und es kommt zu keinen Ausfällungen. Auch konnte die Oberflächenqualität der gedünnten Titandrähte im Vergleich zum wässrigen Elektrolyt verbessert werden [90]. Aufgrund der hohen Viskosität des Ethylenglycols, ist ebenfalls die Technik zur Herstellung von Wolframwerkzeugen und -halbzeugen mittels Flüssigkeitsfilm (siehe Schritt (3) auf Abbildung 4.10 und 4.12) übertragbar. Nach Vorversuchen

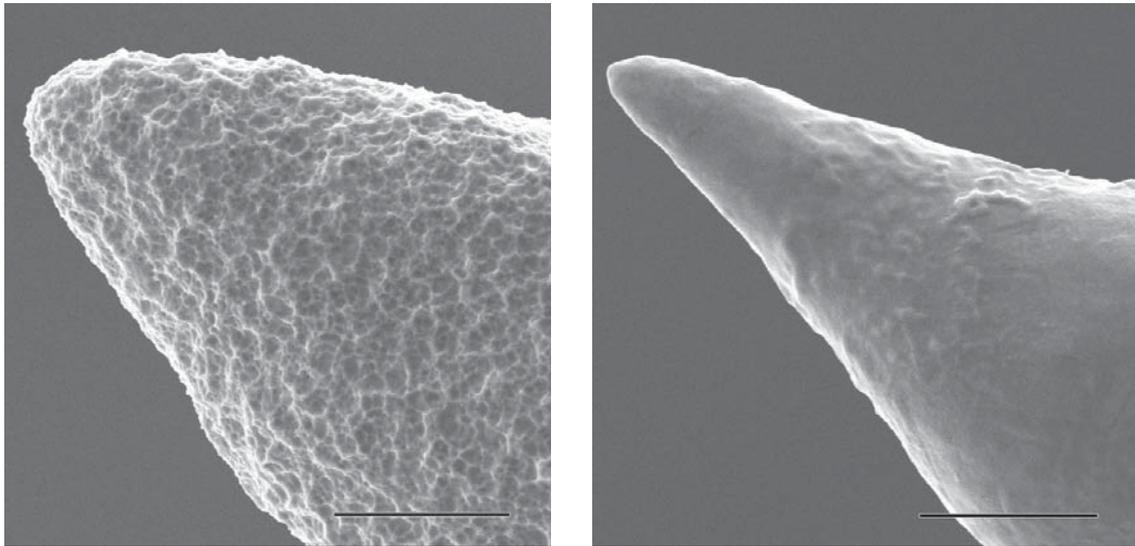


Abbildung 4.17.: Nicht reproduzierbare Form und Oberfläche, bei gleicher Prozessführung, nach dem Dünnen mit NaBr in Ethylenglycol. Die Bilder zeigen den Bereich der Spitze nach dem Feindünnen bei 30 V. (Maßstab: 4 μm)

mit verschiedenen NaBr-Konzentrationen, erwies sich 3 M NaBr in Ethylenglycol als geeignet. Die Herstellung gliederte sich in einen Grobschritt und einen Feinschritt nach dem in Kapitel 4.2.1 auf Seite 79 beschriebenen Verfahren. Die gewählten Spannungen unterscheiden sich im Grobschritt mit 60 V und im Feinschritt mit 30 V. Das Dünnen bei niedrigeren Spannungen verlief langsam und erbrachte keine Verbesserung der Ergebnisse. Die Größe und Form der Spitzen variierten trotz identischer Prozessführung stark (siehe Abbildung 4.17). Die reproduzierbare Herstellung von feinen Ti-Spitzen war somit nicht möglich. Als Ursache sind die Konzentrationsänderungen im Elektrolyt zu nennen. Aufgrund der hohen Viskosität des Ethylenglycols, kommt es lokal über längere Zeit zu Konzentrationsunterschieden und einer Konzentrationserhöhung von Ionen in der Nähe des sich auflösenden Ti-Drahtes. Das Aufsteigen entstehender Gase verändert lokal die Leitfähigkeit des Elektrolyts zwischen den Elektroden. Die hohe Viskosität bedingt zudem ein langsames Aufsteigen des Reak-

tionsgases in Form von Gasblasen, was auch im Versuch beobachtet werden konnte. Der gleichmäßige Ladungsträgeraustausch ist hierdurch ebenfalls negativ beeinflusst. Die gedünnten Spitzen wiesen eine im Vergleich zum wässrigen Elektrolyt drastisch reduzierte Oberflächenrauheit, jedoch eine veränderliche Gestalt auf. Reproduzierbare Spitzengeometrien waren mit NaBr in Ethylenglycol nicht realisierbar. Der Elektrolyt auf Basis von Ethylenglycol wurde aus diesem Grund nicht weiter verwendet.

NaBr in Ethanol Als drittes Lösungsmittel wurde Ethanol verwendet. NaBr hat eine geringe Löslichkeit in Ethanol. Von Lax [59] wird für NaBr in Ethanol eine Löslichkeitsgrenze von 2,28 Gew.% angegeben, was einer Konzentration von etwa 0,22 M NaBr entspricht. Dies bedingt eine geringere Ionendichte und demzufolge höhere Prozessspannungen und längere Elektrolysezeiten. Es wurde eine übersättigte Lösung verwendet. Da Ethanol eine geringe Viskosität und folglich geringe Oberflächenspannung hat, ist der für das Feindünnen wichtige Schritt im Flüssigkeitsfilm nicht umzusetzen. Der Feinschritt muss daher mit der Ringelektrode im Elektrolyt erfolgen, wodurch kleine Spitzenwinkel unter 20 nm nicht umgesetzt werden konnten. Während der Herstellung wurde entsprechend der Schritte (1) und (2) auf Abbildung 4.10 vorgegangen. Der Grobschritt wurde bei 60 V ausgeführt. Diese hohen Spannungen waren für einen hinreichend schnellen Abtrag notwendig. Danach wies die Spitze eine glatte, an den Korngrenzen jedoch stark angegriffene Oberfläche auf (siehe Abbildung 4.18 (a)). Angestrebt werden glatte und saubere Halbzeugsitzen, um für das Umformen geeignete und reproduzierbare Voraussetzungen zu schaffen. Der sich anschließende Feinschritt wurde bei 10 V ausgeführt. Der selektive Abtrag des Grobschritts hat keine negative Auswirkung auf den Feinschritt. Die gedünnte Ti-Spitze wies eine gleichmäßige und saubere Oberfläche auf. Abbildung

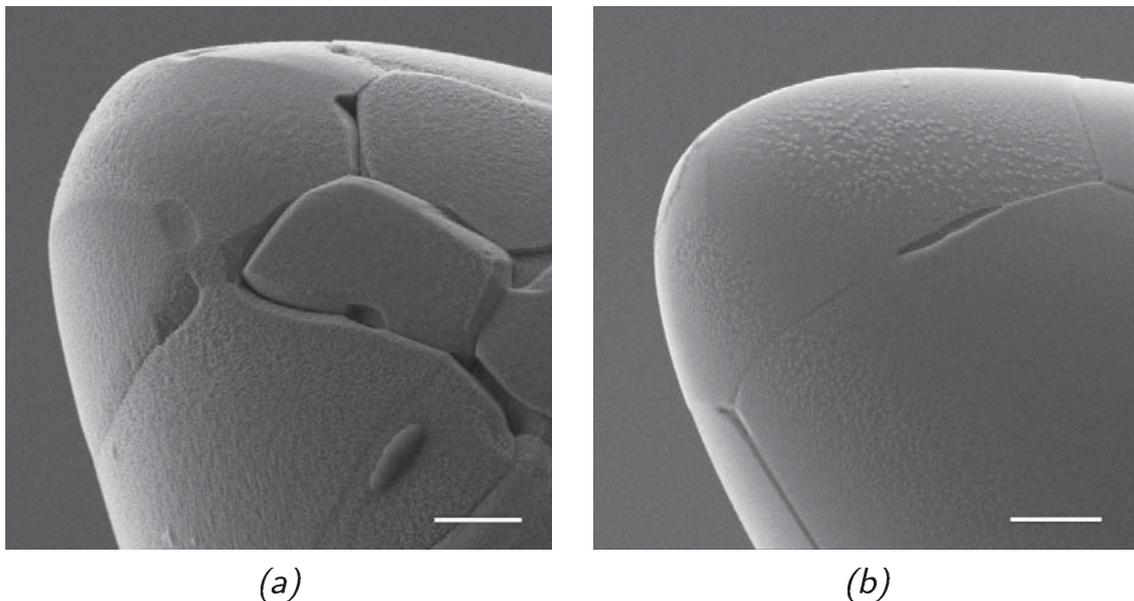


Abbildung 4.18.: Oberfläche eines Titandrahts im Bereich der Spitze nach dem Gröb-
dünnen bei 60 V und nach dem Feindünnen für 1 min, bei 10 V mit NaBr in Ethanol.
(Maßstab: 2 μm)

4.18 (b) zeigt die Spitze nach 10 min Feindünnen, die Oberfläche ist merklich geglättet. Wie bei der Herstellung von Manipulationswerkzeugen aus Wolfram, konnte der Prozess unter Verwendung von Abdecklack auf einen Bereich lokalisiert werden (siehe Schritt (1) und (2) auf Abbildung 4.12). Damit reduzierte sich der Spitzenwinkel auf etwa 20° , wie auf Abbildung 4.19 zu sehen ist. Mit einem Spitzendurchmesser von 500 nm definieren diese Halbzeuge zwar die Obergrenze, können aber mit den in Kapitel 4.3.2 auf Seite 122 vorgestellten Werkzeugen gleichmäßig auf definierte Durchmesser gebracht (siehe auch Abbildung 4.48 auf Seite 131) und weiterverarbeitet werden.

Insgesamt konnten mit dem elektrochemischen Abtragen definierte Werkzeug- und Halbzeuggeometrien unter Verwendung der Materialien Wolfram und Titan in Drahtform erreicht werden. Diese einseitig gedünnten Drähte werden, wie in Kapitel 4.1 auf Sei-

4. Umformen metallischer Strukturen im Submikro- und Nanobereich

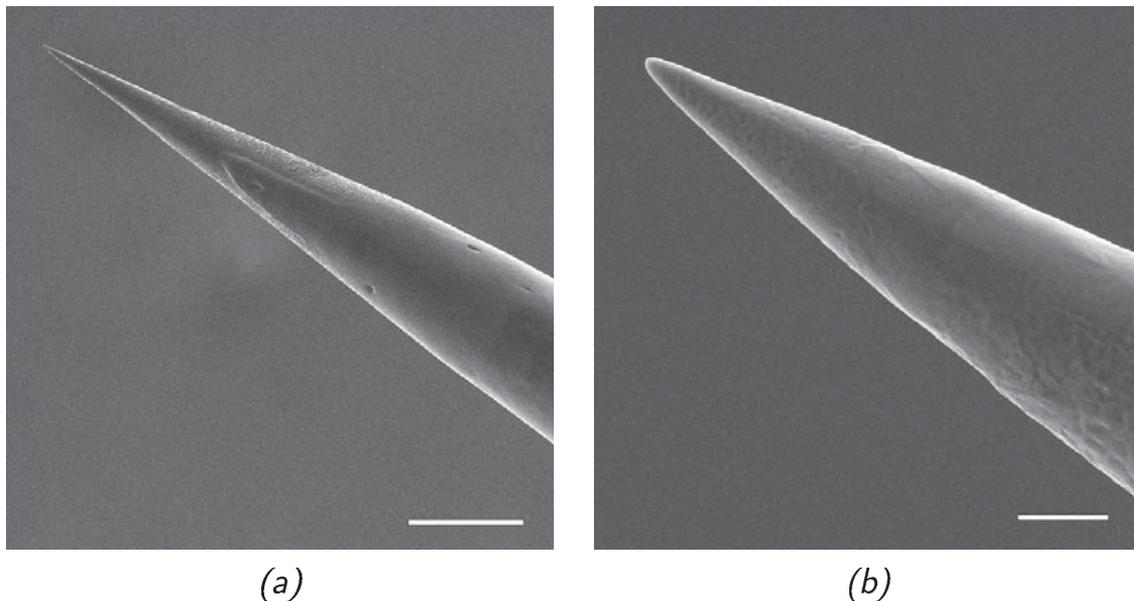


Abbildung 4.19.: Herstellung unter Verwendung von Abdecklack. Die Titanspitze wies, nach dem Feindiinnen bei 10 V mit NaBr in Ethanol, eine gleichmäßige Oberfläche und einen Spitzenwinkel von etwa 20° auf. (Maßstab: (a) $50\ \mu\text{m}$ und (b) $2\ \mu\text{m}$)

te 66 erläutert, in die federnden Werkzeugeinsätze und diese wiederum in die Aufnahme der Manipulatoren eingesetzt und können so als manipulatorisch gesteuerte Werkzeuge und Halbzeuge verwendet werden. Das elektrochemische Dünnen der Wolfram- und Titandrähte konnte auf verschiedene Anforderungen an die Geometrie abgestimmt werden und erfüllt die Voraussetzungen für das Umformen von Strukturen im Submikro- und Nanobereich. Die Umformwerkzeuge aus Wolfram zeichnen sich durch eine steife, abgeflachte Spitze mit einem Durchmesser von $1\ \mu\text{m}$ bis $5\ \mu\text{m}$ und einem Spitzenwinkel von 20° bis 60° aus. Die Manipulationswerkzeuge und ebenso die Halbzeuge aus Wolfram sind nahezu stabförmig mit einem Durchmesser von $100\ \text{nm}$ bis $500\ \text{nm}$ und kleinen Spitzenwinkel von 3° bis 20° . Die Halbzeuge aus Titan weisen einen Durchmesser von $500\ \text{nm}$ und einen Spitzenwinkel von 20° auf.

Fertigung freistehender kubischer γ' (Ni₃Al)-Halbzeuge

Das Umformen soll in dieser Arbeit sowohl an direkt vom Manipulator gesteuerten stabförmigen Halbzeugen, als auch an freistehenden Objekten demonstriert werden. Für die Herstellung freistehender Halbzeuge wurde ein am Institut für Werkstoffe bereits für die Herstellung nanoporöser Membranen verwendetes Verfahren eingesetzt [72, 84]. Ausgehend von der Nickelbasis-Superlegierung CMSX-4 [38], konnten nach einer Wärmebehandlung und der elektrochemischen Phasenextraktion sog. γ' -Ausscheidungen in Form freistehender Partikel separiert werden. In Tabelle 4.1 ist die Zusammensetzung der Nickelbasis-Superlegierung CMSX-4 und der γ' -Ausscheidungen gezeigt. Typischerweise wird die einkristalline Legierung CMSX-4 für die

Tabelle 4.1.: Chemische Zusammensetzung der Legierung CMSX-4 und ihrer γ' -Ausscheidungen in at.% mit Standardabweichung σ (nach Thyssen [39]).

Element	Nominal in at.%	γ' -Phase in at.%	σ in at.%
Aluminium	13,66	16,40	2,40
Titan	1,19	1,86	0,03
Chrom	7,32	2,65	0,30
Cobalt	9,80	6,50	0,30
Molybdän	0,39	0,25	0,04
Tantal	2,21	2,90	0,03
Wolfram	2,13	1,90	0,20
Rhenium	0,97	0,27	0,05
Nickel	62,33	Rest	Rest

Beschaufelung im Hochtemperaturbereich von Flugzeugtriebwerken und Gasturbinen eingesetzt. Die Hochtemperaturfestigkeit beruht im Wesentlichen auf einer zweiphasigen Gefügestruktur. Die Phasen werden als γ -Phase (Matrix) und γ' -Phase (Ausscheidung) bezeichnet. Nach der mehrstufigen Wärmebehandlung zur

4. Umformen metallischer Strukturen im Submikro- und Nanobereich

Tabelle 4.2.: Standardwärmebehandlung für die Einstellung des CMSX-4 Ausgangsgefüges [25, 72].

Wärmebehandlung	Beschreibung
Homogenisierungsglühen	Vakuumstrahlungssofen ($p \approx 10^{-6}$ Pa) bzw. atmosphärischer Strahlungssofen
	1277 °C/2 h
	1288 °C/3 h
	1296 °C/3 h
	1304 °C/2 h
	1313 °C/2 h
	1316 °C/2 h
	1318 °C/2 h
Ausscheidungshärten	1321 °C/2 h Argon-Schnellabkühlung bzw. Luftabkühlung
	Atmosphärischer Strahlungssofen 1080 °C/4 h Luftabkühlung
Auslagerung	Atmosphärischer Strahlungssofen 870 °C/16 h Luftabkühlung

Einstellung eines CMSX-4 Ausgangsgefüge, im Folgenden als Standardwärmebehandlung bezeichnet (siehe Tabelle 4.2), scheidet sich die γ' -Phase mit kubischer Morphologie (siehe Abbildung 4.20 (a)) und der Stöchiometrie $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti}, \text{Ta})$ gleichmäßig verteilt und kohärent in der Matrix aus. Der Volumenanteil der γ' -Phase kann in CMSX-4, je nach Wärmebehandlung, bis zu 70 % betragen. Neben den kubischen Ausscheidungen treten sekundäre, kleine (< 50 nm) γ' -Ausscheidungen auf. Diese sind kugelförmig und nach der Extraktion neben den primären γ' -Ausscheidungen ebenfalls vorzufinden [12].

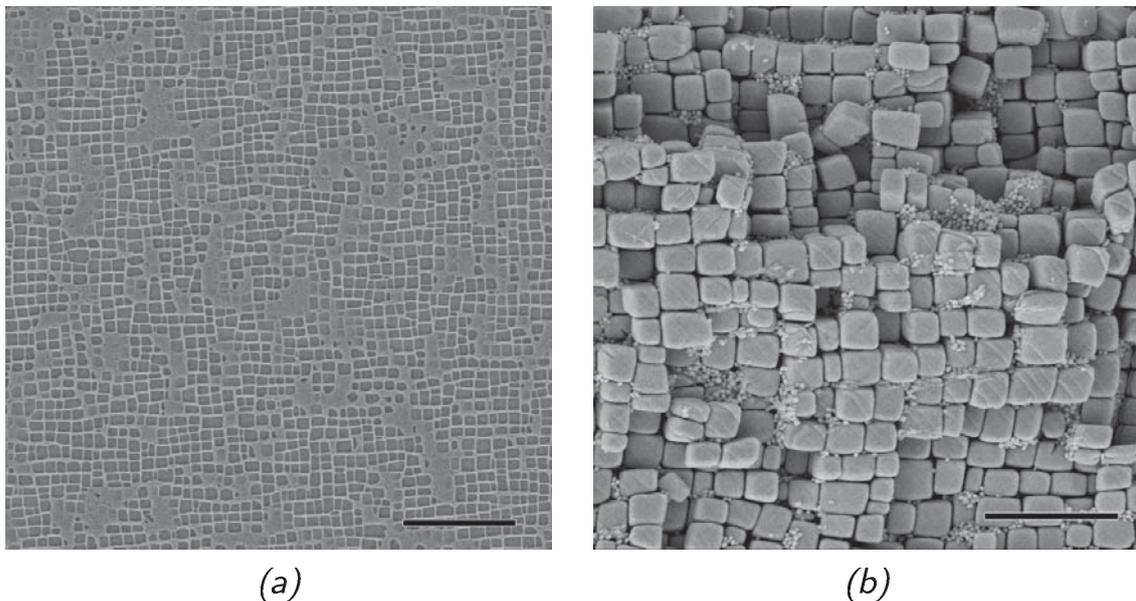


Abbildung 4.20.: γ/γ' -Gefüge der Legierung CMSX-4 nach der Standardwärmebehandlung. Bild (b) zeigt die Oberfläche nach der Extraktion. Die extrahierten γ' (Ni₃Al)-Partikel liegen frei auf der Oberfläche vor. (Maßstab: (a) 5 μm und (b) 2 μm)

Mithilfe der Elektrolyse können chemische Reaktionen unter Zuhilfenahme eines elektrischen Stroms erzwungen und gesteuert werden. Die bei der Elektrolyse entstehende chemische Energie wird für die Aufspaltung der Metall-Metall-Bindung und die Oxidation der Metallatome genutzt. Im Gegensatz zum elektrochemischen Dünnen von W- und Ti-Drähten wird hier ein selektiver Abtrag verlangt. Mit geeignetem Elektrolyt und Prozessführung lassen sich so bestimmte Phasen aus dem Grundwerkstoff herauslösen.

Die Leitfähigkeit und der Ladungstransport werden durch die gerichtete Bewegung der Ionen im Elektrolyt sichergestellt. Der wässrige Elektrolyt enthält 1% Zitronensäure und 1% Ammoniumsulfat [69]. In den Elektrolyt werden die Elektroden eingetaucht. Die zu extrahierende Probe wird als Anode verwendet. Die Oberfläche sollte zwischen 5 cm² und 20 cm² messen. Die gesam-

te Probenoberfläche wird geschliffen und poliert. Die Polierstufe wird bis auf 9 μm mit einer polykristallinen Diamantsuspension durchgeführt. Anschließend wird die Probe im Ultraschallbad in Ethanol gereinigt. Nicht präparierte Bereiche der Probenoberfläche oder zu große Proben werden mit einem Abdecklack isoliert. Die Elektrolyse lokalisiert sich auf die ungeschützten metallischen Bereiche. Die Probe wird an einer metallischen Pinzette befestigt. Auch ein Teil der Pinzette steht mit dem Elektrolyt in direkten Kontakt und muss daher in diesem Bereich mit dem Abdecklack geschützt werden. Die Pinzette wird zusammen mit der Probe als Anode über eine Klemme mit der Spannungsquelle verbunden. Bei der Kathode handelt es sich um eine Ringelektrode aus austenitischem Stahl. Innerhalb dieser wird die Probe (Anode) in den Elektrolyten eingebracht. Der Aufbau ist auf Abbildung 4.21 zu sehen. Der Ablauf der Phasenextraktion ist im Folgenden zusammengefasst.

Als Stromquelle wird eine Konstantstromquelle für eine galvanostatische Reaktionsführung verwendet [69, 72]. Die Ringform der Kathode ermöglicht eine weitestgehend gleichmäßige Extraktion über die Probenoberfläche A . Durch die Stromquelle und mithilfe des Elektrolyts wird galvanostatisch eine Stromdichte J von 200 A/m^2 aufgebracht. Die benötigte Stromstärke I berechnet sich nach der Gleichung:

$$I = J \cdot A \quad (4.1)$$

Während der zweistündigen Extraktion sorgt ein Magnetrührer für eine homogene Durchmischung des Elektrolyts. Die γ -Phase der Legierung wird durch das elektrochemische Extraktionsverfahren selektiv aufgelöst, sodass einzig die γ' -Phase auf der Oberfläche verbleibt (siehe Abbildung 4.20 (b)). Die Probe wird in Methanol für 5 Minuten im Ultraschallbad behandelt. Die losen Teilchen lösen sich von der Probenoberfläche und liegen nun in Methanol



Abbildung 4.21.: Versuchsaufbau für die elektrochemische Extraktion [87].

dispergiert vor. Die Probe wird entnommen und die Dispersion aus Nanopartikeln und Methanol wird für die weitere Verwendung in einen verschließbaren Behälter abgefüllt.

Die Handhabung und Applikation der Nanopartikel ist in dispergierter Form präziser und sicherer als die in Pulverform [88]. Die dispergierten Nanopartikel werden daher direkt auf den Proben-träger, einen Si-Wafersegment, appliziert. Dazu wird die Dispersion zunächst für 10 Minuten im Ultraschallbad behandelt. Die Nanowürfel werden fein verteilt und Agglomerationen, die die spätere Manipulation behindern würden, aufgelöst. Ein Wattestäbchen wird teilweise in die Dispersion eingetaucht und anschließend auf den Proben-träger getippt. Das Methanol verdunstet unmittelbar und zurück bleibt die γ' -Phase in Form solitärer Ni_3Al -Partikel. Sie liegen lose und einzeln, größtenteils vollständig voneinander getrennt vor. Der Proben-träger wird in einem verschlossenen Behälter zum Rasterelektronenmikroskop transportiert und

auf einem Halter in die Probenkammer eingeschleust. Auf Abbildung 4.22 sind extrahierte Nanoblöcke auf der Oberfläche eines Si-Substrates zu sehen. Die Größe der würfelförmigen Nanoparti-

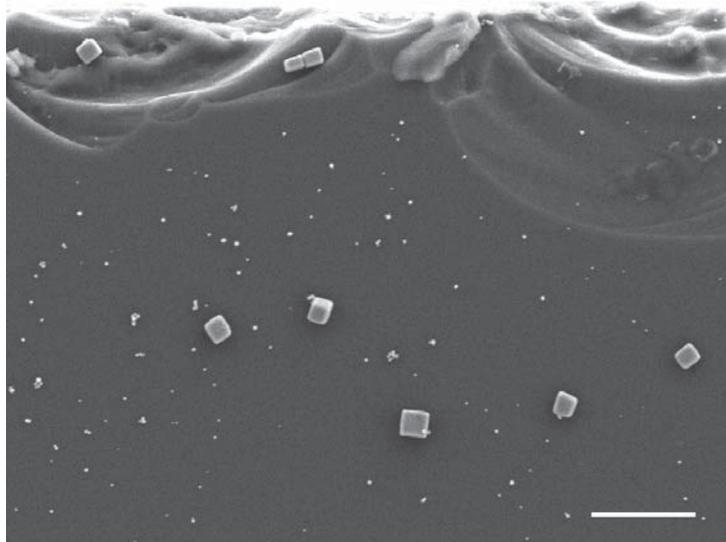


Abbildung 4.22.: Ni_3Al -Partikel auf einem Silizium-Substrat. (Maßstab: $2\ \mu m$)

kel liegt zwischen 300 – 600 nm. Einige kleine ($< 50\ nm$), sphärische γ' -Ausscheidungen sind ebenfalls zu erkennen.

4.2.2. Werkzeugherstellung mit fokussiertem Ionenstrahl

In dieser Arbeit wurde der fokussierte Ionenstrahl für die Herstellung verschiedener Werkzeuge genutzt. Abbildung 4.23 zeigt dazu eine Übersicht. Für die Herstellung aller Werkzeuge wurde einkristallines Silizium verwendet. Im Folgenden wird die Technik des Bearbeitens mit dem fokussierten Ionenstrahl zusammengefasst und anschließend auf die einzelnen Werkzeugkategorien eingegangen. Ein DualBeamTM-Mikroskop besitzt neben einer Elektronenquelle eine Ionenquelle. Im Rahmen der Versuche wurde ein FEI Helios NanoLab 650 DualBeamTM-Mikroskop mit Ga^+ -Ionenquelle verwendet. Die Ionen werden durch elektromagnetische Linsen in der Ionensäule fokussiert und treffen in einem

4.2. Verfahren zur Herstellung von Werkzeugen und Halbzeugen

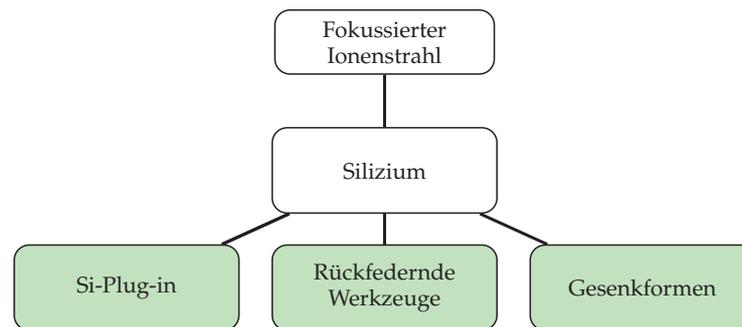


Abbildung 4.23.: Mittels fokussierten Ionenstrahl hergestellte Werkzeuge (grün) und deren Zuordnung. Das Si-Plug-in kann als Zusatzwerkzeug nur in Verbindung mit einem elektrochemisch hergestellten Umformwerkzeug verwendet werden.

Winkel von 52° relativ zur senkrecht zum Elektronenstrahl ausgerichteten Probenoberfläche auf. Aufgrund der hohen Energie der Ionen, können Atome aus der Oberfläche herausgeschlagen werden (analog zu Sputterprozessen). Weitere Wechselwirkungen sind die Implantation der Ionen in das Substrat und die Sekundärelektronenerzeugung. Sekundärelektronen sind als Folge des Ionenbeschusses für die Bildgebung mit dem Sekundärelektronendetektor von Bedeutung. Nachfolgend werden nachteilige Wechselwirkungen des Ionenstrahls diskutiert und anschließend wird auf den Prozess des Abtragens eingegangen.

Die Implantation von Ga^+ -Ionen ist zumeist unerwünscht, da Fremdatome in das Kristallgitter des Substrats eingebracht werden. Es werden damit Eigenspannungen in der Substratoberfläche generiert und die physikalischen Materialeigenschaften verändert. Je kleiner die Energie des Ionenstrahls, desto geringer die Implantationstiefe. Allerdings reduziert sich hiermit auch die Abtragungsgeschwindigkeit. Im Hinblick auf das Abtragen mit dem Ionenstrahl, kommt es in unmittelbarer Nähe zum Niederschlag der abgetragenen Atome (Sputterdeposition), was insbesondere die Abbildung tiefer Strukturen, hoher Aspektverhältnisse und planparalleler Oberflächen begrenzt. Von Kim et al. [47] sowie Munroe [71] wird ein Überblick zum Funktionsprinzip und den

Möglichkeiten der Anwendung des fokussierten Ionenstrahls gegeben und Limitierungen aufgezeigt.

Ähnlich wie im Rasterelektronenmikroskop, lässt sich der Ionenstrahl präzise steuern. Dadurch können verschiedene Strukturierungsmuster erstellt und neben der Beschleunigungsspannung und der Stromstärke vielfältige Parameter wie beispielsweise Abtastrate, Abtaststart und Verweilzeit vorgegeben werden [47]. Wichtige Einstellparameter sind die Beschleunigungsspannung und die Stromstärke. Die Beschleunigungsspannung bestimmt die Energie der Ionen und die Stromstärke den Ionenfluss, der ein Flächenelement passiert. In der Ionensäule des DualBeamTM-Mikroskops wird die Stromstärke über Aperturblenden gesteuert, womit jeder Aperturblende ein fester Wert für die Stromstärke zugeordnet ist. Mit abnehmender Stromstärke verringert sich die Strahlbreite. Feine Details können mit einer geringen Abtragsrate in Verbindung mit einem niedrigen Strahlstrom hergestellt werden. Für hohe Abtragsraten sind große Strahlströme erforderlich. Folglich sind aufgrund des breiten Strahldurchmessers Strukturierungen lediglich in größeren Bereichen mit geringer Detailgenauigkeit möglich.

Neben dem Abtragen wird die Gasphasenabscheidung in Verbindung mit dem fokussierten Ionenstrahl als Möglichkeit des Auftragens im DualBeamTM-Mikroskop realisiert (siehe auch Kapitel 3.1.1 auf Seite 29). Beispielsweise werden Pt-Schichten für den Schutz von Oberflächen vor Ionenimplantation verwendet. Auch werden schärfere Schnittkanten erzeugt, wenn der Ionenstrahl zunächst durch eine dünne Pt-Schicht hindurch in das Substrat eindringt.

Die Beschleunigungsspannung des Ionenstrahls wurde während der Versuche in dieser Arbeit mit 30 kV gewählt. Im nächsten Abschnitt werden die mittels Ionenstrahl hergestellten Werkzeuge vorgestellt und die Vorgehensweise der Fertigung erläutert.

Zuatzwerkzeuge für das manipulatorische Umformen (Si-Plug-in)

Das manipulatorische Umformen umfasst alle direkt mit der Manipulatorspitze ausgeführten Umformprozesse. Beispielsweise ist auf Abbildung 4.38 das Stauchen eines Ni_3Al -Partikels durch ein Wolfram-Umformwerkzeug veranschaulicht. Das Umformwerkzeug aus Wolfram verformte sich nach einigen Versuchen plastisch, indem sich die Spitze lokal breitete. Mit einem verformten Umformwerkzeug sind keine reproduzierbaren Umformergebnisse möglich. Für das manipulatorische Umformen wurde infolgedessen eine Spitze aus Silizium mittels des fokussierten Ionenstrahls präpariert. Die Siliziumspitze misst einige $10\ \mu\text{m}$ in der Länge und wird an einer gewöhnlichen Manipulatorspitze aus Wolfram adaptiert, um von einem Manipulator gesteuert zu werden. Für die Fertigung wird eine zylinderförmige Struktur aus einem einkristallinen Si-Substrat ausgearbeitet und mit einem Sackloch versehen (siehe Abbildung 4.24 (a)). Anschließend

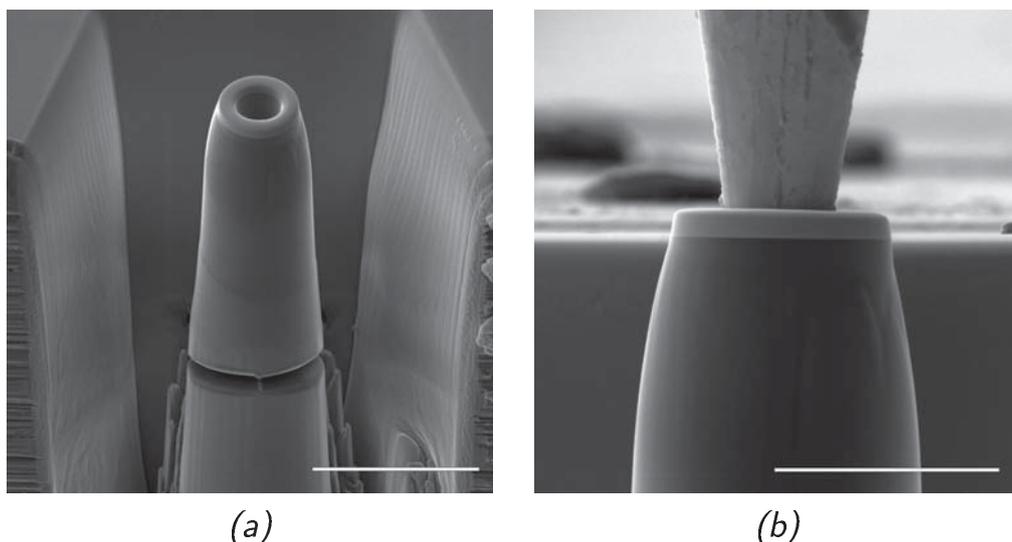


Abbildung 4.24.: Siliziumsäule (a) mit Aufnahme für die Wolframspitze. Durch Ein-drücken eines Wolfram-Werkzeugs (b), kann die Si-Säule als Plug-in in Form eines verschleißfesten Umformwerkzeugs eingesetzt werden. (Maßstab: (a) $10\ \mu\text{m}$, (b) $5\ \mu\text{m}$)

wird die Wolframspitze in das Loch eingepresst (siehe Abbildung 4.24 (b)) und die Si-Säule vom Substrat mithilfe des Ionenstrahls getrennt. Die adaptierte Spitze (Si-Plug-in) kann für die jeweilige Umformaufgabe mittels des fokussierten Ionenstrahls in ihrer Form angepasst werden.

Rückfedernde Umformwerkzeuge

Die Herstellung rückfedernder Umformwerkzeuge aus Silizium leitet sich von sog. „spring swages“ ab. Mit diesen wird in makroskopischen Schmiedeprozessen die abschließende endkonturnahe Glättung der Schmiedeoberfläche vorgenommen. „Spring swages“ werden in kleineren Schmiedebetrieben auch als kostengünstiger Ersatz für teure Gesenkformen verwendet. Es kommen verschiedene Gesenkgravuren zur Anwendung. Für die Konturierung von Halbzeugen wird das „spring swage“ mit dem Halbzeug zwischen die ebenen Stauchbahnen des Schmiedehammers positioniert (siehe Abbildung 4.25). Die Stauchbahnen selbst müssen demgemäß nicht gewechselt werden¹, was im Makroskopischen gerade bei kleinen Stückzahlen von Vorteil ist. Im Submikro- und Nanobereich ist ein Werkzeugwechsel im Mikromanipulator (analog zu den makroskopischen Stauchbahnen) ebenfalls ungewollt. Der Wechsel erfordert ein Aus- und Einschleusen, wobei die Gefahr der Beschädigung und Verschmutzung der Werkzeuge besteht. Aus diesem Grund wurde das Konstruktionsprinzip der „spring swages“ aufgegriffen und in Form eines Federbalkens mit Umformflächen unter Zuhilfenahme des fokussierten Ionenstrahls realisiert (siehe Abbildung 4.26). Durch das rückfedernde Prinzip, bewegt sich die obere Umformfläche nach dem Betätigen wieder

¹Der Wechsel der schweren Stauchbahnen ist deutlich aufwändiger. Ferner ist die individuelle Konturierung dieser gehärteten Werkzeuge teuer und unwirtschaftlich, wenn bestimmte Gesenkgravuren nur gelegentlich verwendet werden.

4.2. Verfahren zur Herstellung von Werkzeugen und Halbzeugen

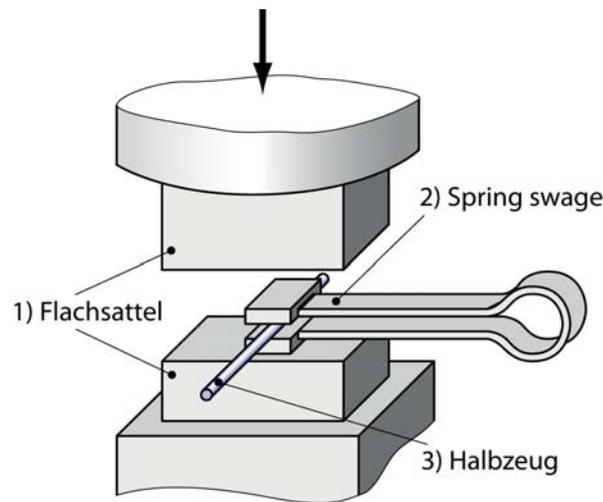


Abbildung 4.25.: Schematische Darstellung der Anwendung eines „spring swage“ im Makroskopischen. Das Halbzeug wird zwischen den Gesenkhälften umgeformt.

in die Ausgangsposition zurück. Diese Werkzeuge werden im Weiteren als rückfedernde Umformwerkzeuge bezeichnet. Mehrere dieser Werkzeuge können dicht beieinander hergestellt werden und somit nacheinander verschiedene Umformaufgaben erfüllen. Dabei können alle rückfedernden Umformwerkzeuge mit lediglich einem universellen abgeflachten Wolfram-Umformwerkzeug, das von einem Manipulator gesteuert wird, betätigt werden. Ein Ausbau ist demzufolge nicht erforderlich.

Im Mikroskopischen können Materialien verwendet werden, die im Makroskopischen nicht verfügbar oder nicht wirtschaftlich sind. Im vorliegenden Fall wurden die rückfedernden Umformwerkzeuge vollständig aus druckfesten, einkristallinem Silizium gefertigt. Konstruktionsbedingt sind Ober- und Unterteil des Werkzeugs zueinander präzise ausgerichtet, somit entfällt das genaue (zeitaufwendige) Positionieren vor jedem Umformvorgang.

Auf Abbildung 4.27 (a) ist der Aufbau auf dem Mikroskopisch montiert gezeigt. Für die Herstellung der Werkzeuge wurde ein $5\text{ mm} \times 5\text{ mm}$ Si-Plättchen (2) mit der Oberfläche parallel zum

4. Umformen metallischer Strukturen im Submikro- und Nanobereich

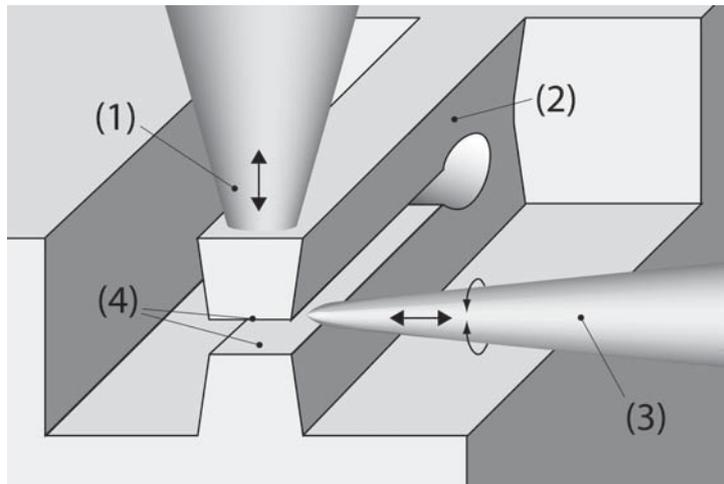


Abbildung 4.26.: Aufbau im Submikro- und Nanobereich schematisch: Das rückfedernden Umformwerkzeug (2) wird durch das abgeflachte Werkzeug (1) betätigt und formt das Halbzeug (3) zwischen den Umformflächen (4) um.

Elektronenstrahl ausgerichtet. Das Si-Plättchen wurde mit Leitsilber auf einen sog. Stub (3) geklebt und gleichzeitig kontaktiert. Anschließend wurde der Stub mit dem Si-Plättchen senkrecht in einen Objektträger (1) eingesetzt. Auf dem mikroskopischen Bild 4.27 (b) ist eine bereits bearbeitete Ecke des Si-Plättchens (siehe auch Abbildung 4.26) zu erkennen. Die Herstellung der rückfedernden Umformwerkzeuge erfolgte an dieser Stelle, da die Zugänglichkeit für die Manipulatoren und deren Werkzeuge gegeben ist. Auf der Abbildung sind zwei rückfedernde Umformwerkzeuge sowie ein über Manipulatoren angesteuertes Werkzeug und ein Halbzeug zu sehen.

Während der Herstellung der rückfedernden Umformwerkzeuge mit dem fokussierten Ionenstrahl im DualBeamTM-Mikroskop, befindet sich lediglich der Proben-träger mit der zu bearbeitenden Probe (Si-Substrat) im Mikroskop. Bei eingebauten Manipulatoren wäre die Tischbewegung eingeschränkt und eine Bearbeitung aus mehreren Richtungen nicht möglich. Zunächst wird die zu bearbeitende Stelle an der Ecke des Si-Substrates fokussiert und der

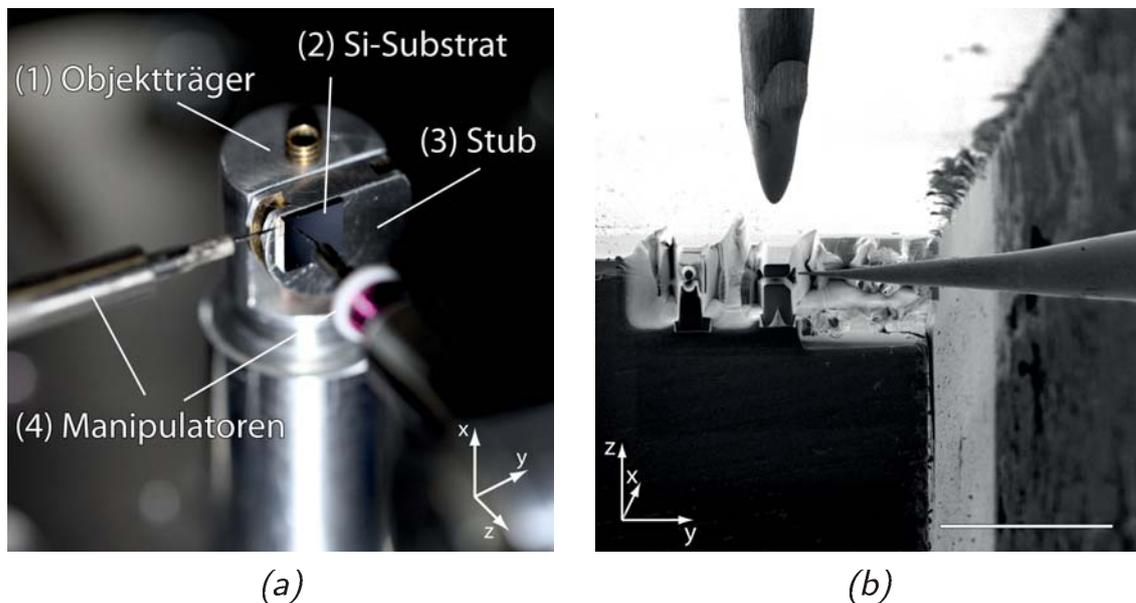


Abbildung 4.27.: Übersicht mit Objektträger (1), Si-Substrat (2), Stab (3) und Manipulatoren (4), auf Bild (a). Ecke des Si-Substrates mit rückfedernden Umformwerkzeugen sowie manipulativ gesteuertem Werkzeug und Halbzeug. (Maßstab: (b) 50 μm)

Probenträger auf den Arbeitsabstand der euzentrischen Höhe² eingestellt. Somit kann zwischen verschiedenen Kippstellungen des Tisches und Probenansichten gewechselt werden, ohne den Bildausschnitt erneut einstellen zu müssen. Für die Beurteilung des Bearbeitungsfortschritts ist der Wechsel zwischen verschiedenen Kippstellungen erforderlich. Weiterhin ist der Fokus des Ionenstrahls auf die euzentrische Ebene voreingestellt und muss somit nur geringfügig nachjustiert werden, was eine Zeitersparnis mit sich bringt. Unter dem Winkel von 52° relativ zur Elektronensäule ist die Ionensäule des Mikroskops angeordnet. Die Bearbeitung von senkrecht zum Elektronenstrahl orientierten Flächen mittels fokussierten Ionenstrahl ist demzufolge durch Kippen des Mikroskoptisches um 52° möglich. Soll wie nachfolgend be-

²In der euzentrischen Ebene verbleibt das Bild am Ort, wenn der Mikroskoptisch gekippt wird.

4. Umformen metallischer Strukturen im Submikro- und Nanobereich

schrieben eine weitere Fläche bearbeitet werden, muss die Probe händisch, senkrecht zum Elektronenstrahl umorientiert werden. Nachstehend sei das Vorgehen mit Bezug auf Abbildung 4.28 schrittweise erläutert. Nach Einbau des Probenträgers mit Probe in das DualBeamTM-Mikroskop, wird dieser auf die euzentrische Höhe positioniert und um 52° gekippt. Der zu bearbeitende Bereich an einer Ecke des Si-Substrates (siehe Abbildung 4.28 (a)) wurde zuvor im Bildausschnitt ausgerichtet. Auf die abgebildete Pt-Schicht, welche aus einem Präkursor-Gas in Verbindung

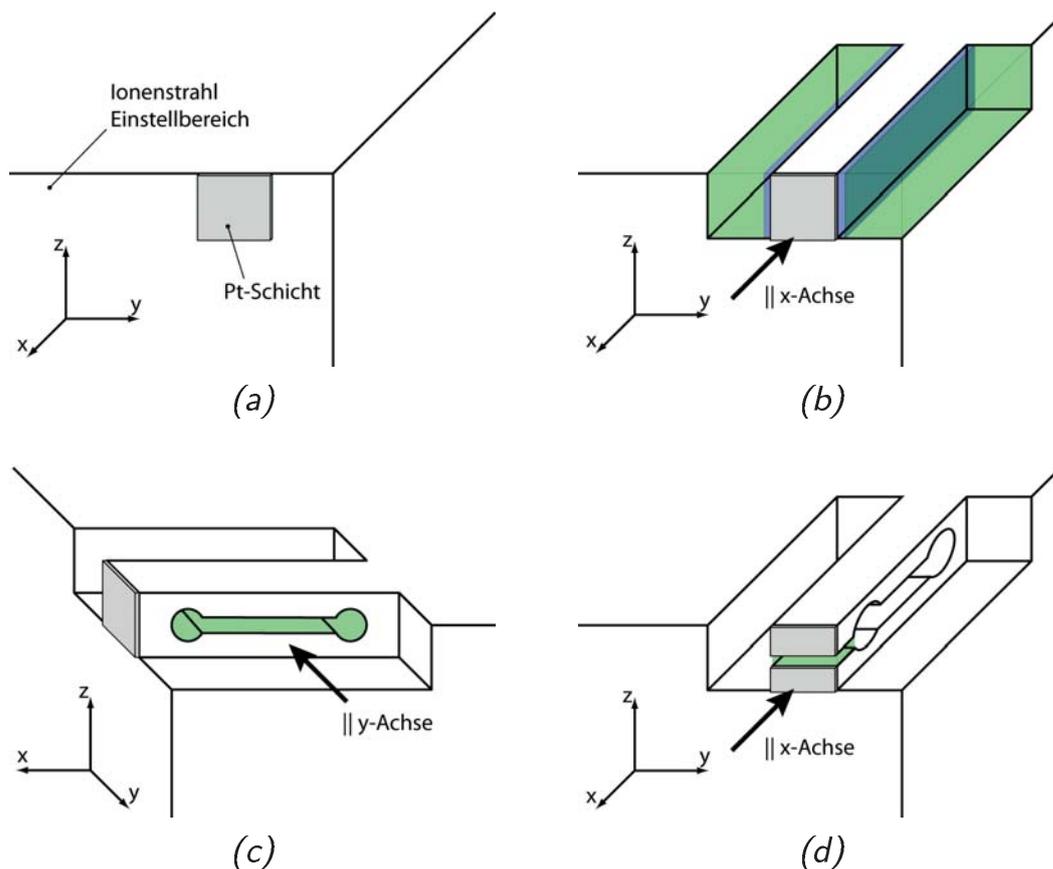


Abbildung 4.28.: Fertigung eines rückfedernden Umformwerkzeugs schematisch. Bild (a) zeigt die Ecke des Si-Substrates mit einem möglichen Einstellbereich des Ionenstrahls und einer abgeschiedenen Pt-Schicht. Bild (b) zeigt den abtragenden Bearbeitungsschritt in der x-Achse und Bild (c) nach Rotation des Substrates in der y-Achse. Die Bearbeitung der Endkontur ist in Bild (d) in der x-Richtung gezeigt.

mit dem Ionenstrahl abgeschieden werden kann, wird nach der folgenden allgemeinen Beschreibung der Herstellung eingegangen. In einem Bereich abseits der zu bearbeitenden Fläche wird der Fokus des Ionenstrahls justiert und der Astigmatismus korrigiert (siehe Abbildung 4.28 (a)). Wird im Verlauf der Bearbeitung zwischen verschiedenen Stromstärken (Aperturblenden) gewechselt, muss der Fokus und Astigmatismus kontrolliert und gegebenenfalls im besagten Einstellbereich nachjustiert werden. Die Herstellung rückfedernder Umformwerkzeuge verlangt im ersten Schritt der Bearbeitung einen hohen Materialabtrag, der bei hoher Stromstärke (großer Aperturblende) gegeben ist. In Abbildung 4.28 (b) kennzeichnet der grüne Bereich das Materialvolumen, welches durch den parallel zur x-Achse einfallenden fokussierten Ionenstrahl abgetragen wird. Im Rahmen dieser Arbeit wurden für den Bearbeitungsschritt Stromstärken zwischen 47 nA und 9,3 nA gewählt. Hiernach wird die Kontur des späteren Werkzeugs mit geringeren Stromstärken zwischen 2,5 nA und 80 pA nachbearbeitet (siehe blauer Bereich in Abbildung 4.28 (b)) und damit die Oberflächenqualität und die Konturgenauigkeit verbessert. Abbildung 4.29 (a) zeigt die Kontur des späteren Werkzeugs, nach diesem Schritt. Im Anschluss wird eine Aussparung für den rückfedernden Mechanismus ausgearbeitet. Dazu ist die Seitenfläche aus Richtung der y-Achse zu bearbeiten, was durch eine händische Drehung des Stubs (siehe (3) Abbildung 4.27 (a)), auf dem die Probe befestigt ist, um 90° der z-Achse gegeben ist. Mit dem fokussierten Ionenstrahl wird parallel zur y-Achse die Seitenfläche entsprechend des grün markierten Bereichs in Abbildung 4.28 (c) konturiert. Im Rahmen dieser Arbeit wurden für den Bearbeitungsschritt Stromstärken zwischen 9,3 nA und 0,79 nA gewählt. Abbildung 4.29 (b) zeigt die Werkzeugkontur im mikroskopischen Bild. Hiernach wird die Probe wieder in die Ausgangsposition orientiert, sodass der Ionenstrahl parallel zur x-Achse auf die Probe trifft. In Abbildung 4.28 (d) markiert der grün

4. Umformen metallischer Strukturen im Submikro- und Nanobereich

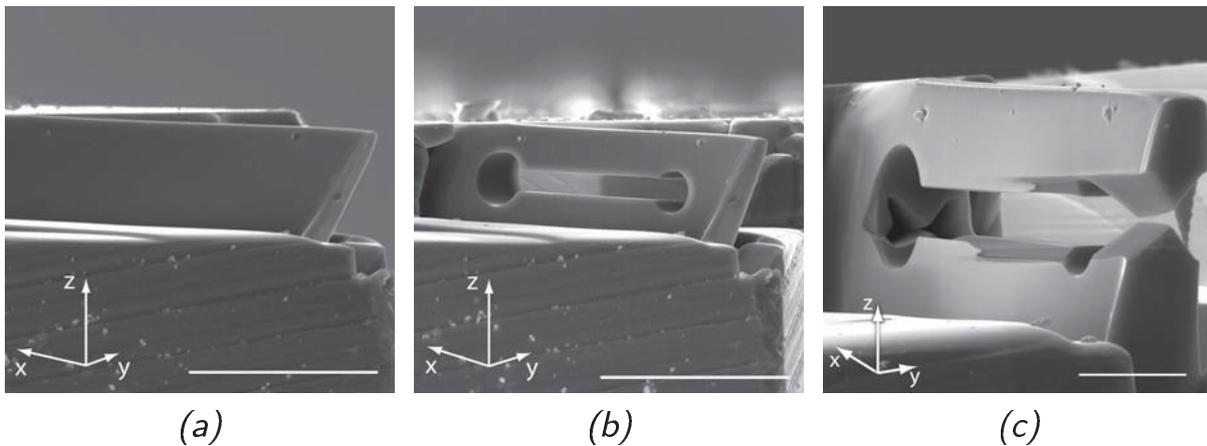


Abbildung 4.29.: Konturierung eines Si-Wafers zur Herstellung von rückfedernden Umformwerkzeugen im DualBeamTM-Mikroskop. Bearbeitung der Stirnseite (a) und Bearbeitung der Seitenflächen (b) nach Drehung um 90°. Bild (c) zeigt das fertige Werkzeug für das Beißschneiden. (Maßstab: 20 μm , (c) 5 μm)

hinterlegte Bereich das abgetragene Materialvolumen. Für diesen Bearbeitungsschritt wurden Stromstärken zwischen 0,79 nA und 7,7 pA gewählt. Dabei wurde die Kontur (spätere Umformfläche) zunächst grob mit höheren Stromstärken bearbeitet, da hierfür zumeist ein größeres Materialvolumen entfernt werden muss. Im Anschluss daran wird die Genauigkeit der Kontur verbessert, indem diese bei niedrigen Stromstärken von einigen 10 pA nachbearbeitet wird. Abbildung 4.29 (c) zeigt die Werkzeugkontur eines Trennwerkzeugs (siehe auch Beißschneiden Kapitel 3.2.6 auf Seite 61 und 4.3.2 auf Seite 144) im mikroskopischen Bild. Im Hinblick auf die Geometrie der Endkontur müssen die beschriebenen Schritte aufeinander abgestimmt werden und der Materialverlust aufgrund der Nachbearbeitung einkalkuliert werden. Abhängig von dem Umformverfahren, welches das Umformwerkzeug später umsetzen soll, muss während der Endkonturierung zwischen den Probenorientierungen auf Abbildung 4.28 (c) und (d) ein weiteres Mal gewechselt werden.

Neben der Reduzierung der Stromstärke (kleine Aperturblende) kann die Fertigungsgenauigkeit in Verbindung mit dem Abscheiden einer Pt-Schicht erhöht werden. Diese Technik wird ebenfalls für die Präparation von TEM-Lamellen³ angewendet. Eine einige 100 nm messende Platinschicht wird entsprechend Abbildung 4.28 (a) in rechteckiger Form auf der Probenoberfläche abgeschieden. Dazu wird im DualBeamTM-Mikroskop ein Pt-Präkursor-Gas in den auf die Probe fokussierten Ionenstrahl geleitet, wodurch sich eine größtenteils aus Platinatomen bestehende Schicht abscheidet. Der beschichtete Bereich wird etwa 10 % größer gewählt als die spätere Endkontur. In Abbildung 4.30 ist ein rückfederndes Umformwerkzeug für die Bearbeitung von kleinen Materialquerschnitten unter 100 nm zu sehen, welches vor der Herstellung durch eine Pt-Schicht geschützt wurde. Ohne eine schützende Pt-Schicht wäre die Ausbildung der Umformflächen in dieser Qualität nicht möglich, da Übergänge und Kanten im Bereich unter 100 nm, auch bei kleinen Stromstärken des fokussierten Ionenstrahls, zunehmend ausrunden.

Das schrittweise Vorgehen zur Herstellung der rückfedernden Umformwerkzeuge lässt eine simultane Fertigung mehrerer rückfedernder Umformwerkzeuge nebeneinander zu. Die Abbildung 4.31 zeigt dies am Beispiel eines Gesenkbiegewerkzeugs und eines Freiformwerkzeugs in gestaffelter Anordnung in der Aufsicht (in Richtung der z-Achse). Im Fall der Herstellung mehrerer Werkzeuge nebeneinander, verringert sich der Fertigungsaufwand gegenüber der separaten Herstellung. Ferner können so nacheinander, ohne deutlichen zusätzlichen Manipulationsaufwand

³Diese Lamellen oder Plättchen werden im Transmissionselektronenmikroskop zur Materialanalyse verwendet. Mithilfe des fokussierten Ionenstrahls wird aus einer Probe ein Plättchen mit gewöhnlich einer Dicke unter 100 nm präpariert. Die vor der Präparation abgeschiedene Pt-Schicht schützt die Oberfläche in den Bereichen, die nicht abgetragen werden sollen. Weiterhin wird die Implantation von Ga⁺-Ionen reduziert.

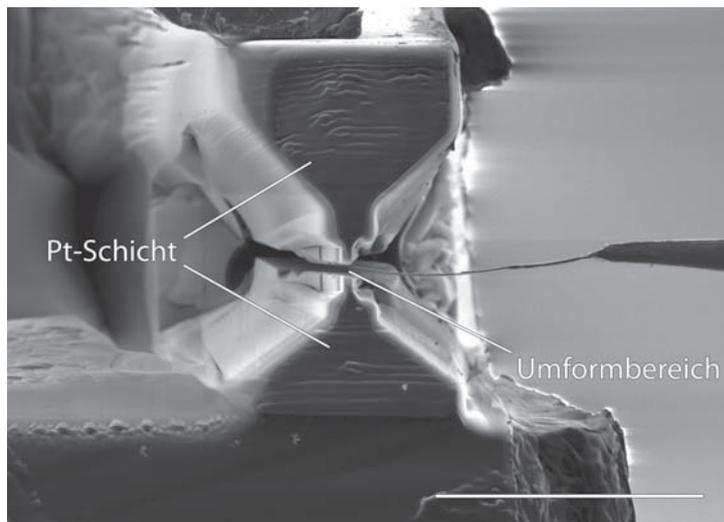


Abbildung 4.30.: Rückfederndes Umformwerkzeug für das Umformen durch Recken. Die auf der Stirnseite (aus Richtung der x-Achse) abgeschiedene Pt-Schicht schützte die Oberfläche während der Fertigung und ermöglichte eine hohe Fertigungsgenauigkeit der Umformflächen. (Maßstab: 10 μm)

verschiedene Umformverfahren angewendet werden. Dabei ist zu beachten, dass die Werkzeuganordnung gestaffelt ausgeführt wird und ausreichend Freiraum für die Manipulation vorhanden ist. Insgesamt ergibt sich durch die Funktionsintegration aufgrund der gestaffelten Anordnung eine Zeitersparnis, da andernfalls ein Werkzeugwechsel mit dem Belüften der Kammer des Rasterelektronenmikroskops verbunden ist. Bei einem Umrüsten besteht zudem immer wieder die Gefahr der Werkzeugbeschädigung und unpräzisen Ausrichtung.

Offene Gesenkformen

Die dritte mittels fokussierten Ionenstrahl hergestellte Werkzeugkategorie umfasst die offenen Gesenkformen. Im Kapitel 3.2.1 auf Seite 53 wurde das Gesenkformen mit konturierten Ober- und Untergesenk beschrieben. Im Rahmen der Arbeit wurde der Aufbau vereinfacht, sodass ein konturiertes Untergesenk und ein ebenes manipulatorisches Umformwerkzeug (Obergesenk) zur Anwen-

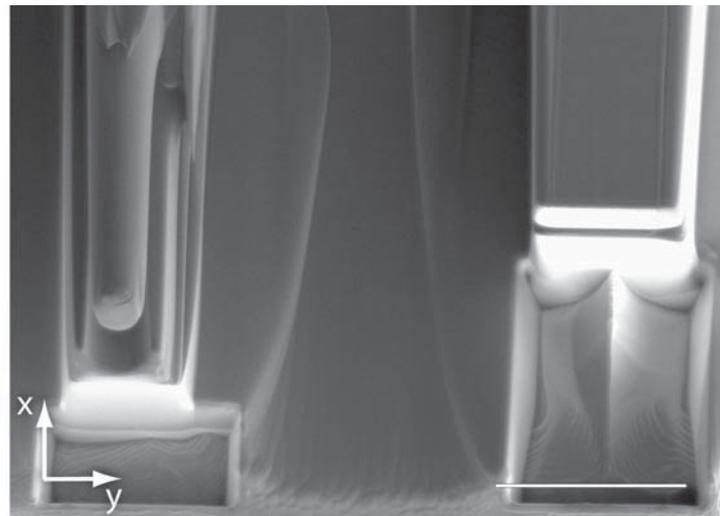


Abbildung 4.31.: Gestaffelte Anordnung der rückfedernder Umformwerkzeuge für das Gesenkbiegen und Freiformen (siehe auch Abbildung 4.27 auf Seite 103 (b)) in der Aufsicht. (Maßstab: 10 μm)

dung kamen. Da lediglich das Untergesenk eine Gesenkgravur aufweist und die zweite Umformfläche eben ist, wird diese Art des Umformens als Gesenkformen mit offenen Gesenk bezeichnet. Das Halbzeug wird in der Gesenkform positioniert und anschließend mit der ebenen Fläche des Umformwerkzeugs in die Kavität der Gesenkform eingeformt.

Der fokussierte Ionenstrahl ermöglicht die Konturierung der Gesenkform aus Silizium. Mit kleinen Stromstärken (AperturbLENden) zwischen 7,7 pA und 1,1 pA können Details in der Größenordnung von unter 100 nm abgebildet werden. Die Kontur wurde nach den Geometrievorlagen der Mikroskopsoftware und nach extern erstellten Bitmap-Grafiken abgebildet. Die Grafiken wurden dazu in Adobe Illustrator CS individuell erstellt und als Bitmap exportiert. Die Mikroskopsoftware verrechnet die einzelnen Graustufen der Grafik und steuert die Abtastgeschwindigkeit (Verweildauer) des Ionenstrahls entsprechend. So können auch gleichmäßige Übergänge mit niedrigen Stromstärken realisiert werden. Abbildung 4.32 zeigt am Beispiel einfacher Zahnradgeometrien die

4. Umformen metallischer Strukturen im Submikro- und Nanobereich

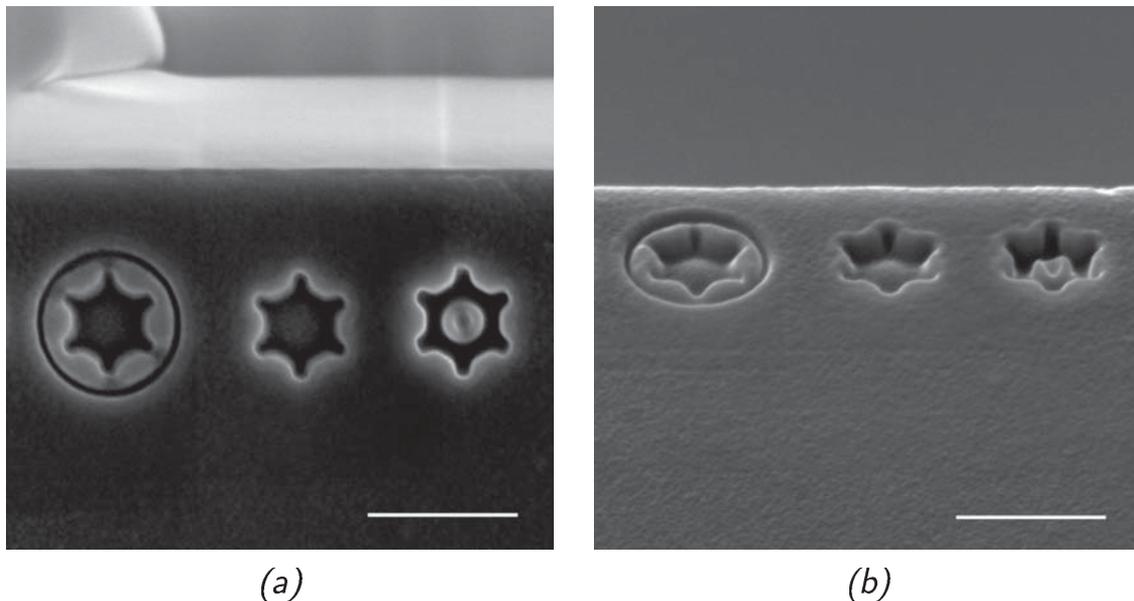


Abbildung 4.32.: Si-Wafer mit Gesenkformen, hergestellt mittels fokussierten Ionenstrahl. In der Aufsicht (a) und in der gekippten Seitensicht (b). (Maßstab: 1 μm)

Umsetzung der Bitmap-Vorlagen mittels fokussierten Ionenstrahls an einer Kante eines Si-Substrates. Abbildung 4.33 zeigt exemplarisch Bitmap-Grafiken, wie sie als Vorlage für die Herstellung der Gesenkformen in Abbildung 4.32 (a) und (b) verwendet wurden. Insgesamt konnten die Zahnradkonturen präzise abgebildet werden. Im Vergleich der Grafik in 4.33 (c) mit der rechten Gesenkform in Abbildung 4.32 (a) und (b) zeigen sich allerdings auch die Grenzen in der Konturierung mit dem fokussierten Ionenstrahl. Die Grafik weist innerhalb der Zahnradkontur eine weitere ringförmige Kontur auf. Nach der Herstellung des Gesenks sollte diese Kontur in Form eines Hohlzylinders mit einer Wandstärke von etwa 60 nm erscheinen. In Abbildung 4.32 (b) ist an der Ausprägung in der Mitte der rechten Gesenkform die mangelhafte Darstellung der Kontur sichtbar. Zum einen ist dies auf die Auflösungsgrenze des Ionenstrahls von einigen 10 nm zurückzuführen und zum anderen durch eine Bilddrift während der Bearbeitungszeit zu er-

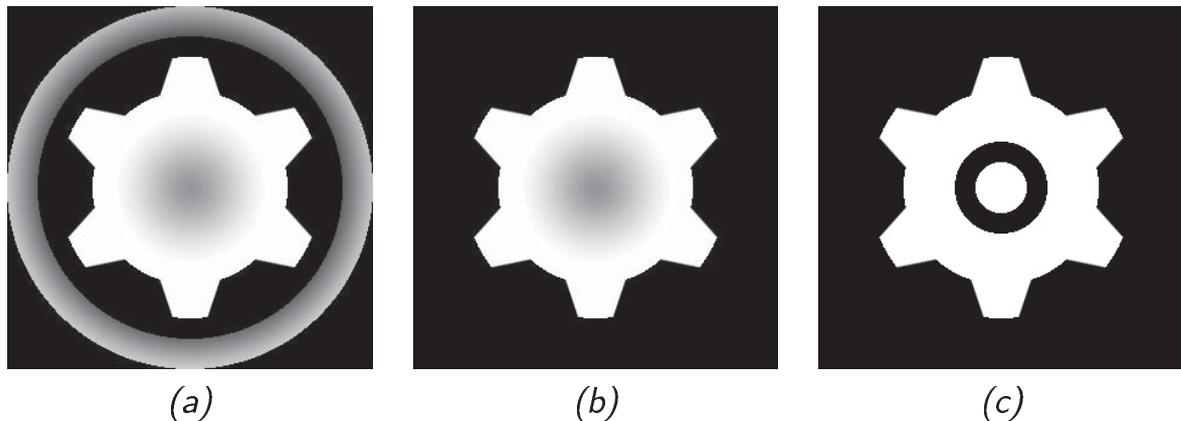


Abbildung 4.33.: Verschiedene Grafiiken im Bitmapformat, wie sie als Vorlage für die Herstellung der Gesenkformen in Abbildung 4.32 verwendet wurden.

klären. Für Gesenkformen im Bereich einiger 100 nm ist die Herstellung mittels fokussierten Ionenstrahl (mit Ga^+ -Ionen) hinsichtlich Vielseitigkeit das prädestinierte Verfahren. Für Gesenkformen mit Details von wenigen 10 nm sind beispielsweise lithographische Techniken oder die Verwendung eines Mikroskops mit He^+ -Ionenquelle erforderlich.

4.2.3. Weitere Herstellungsverfahren für Gesenkformen

Im Rahmen der Arbeit wurden weitere offene Gesenkformen (Werkzeuge) über drei verschiedene Prozessrouten hergestellt. Diese werden im Folgenden vorgestellt. Abbildung 4.34 zeigt eine Übersicht zu den Gesenkformen.

Die Indentierung mit einem Härteprüfkörper erlaubt die Herstellung von definierten Vertiefungen (Gesenkformen). In dem bleibenden Härteeindruck kann das Schmiedehalbzeug umgeformt werden. Für diese Versuche wurde ein Indenter-System vom Typ MHT-4 der Firma Anton Paar GmbH eingesetzt. Ein Vickers-Diamantprüfkörper wird unter kleiner Last (0,05 N bzw. 0,01 N) in

4. Umformen metallischer Strukturen im Submikro- und Nanobereich

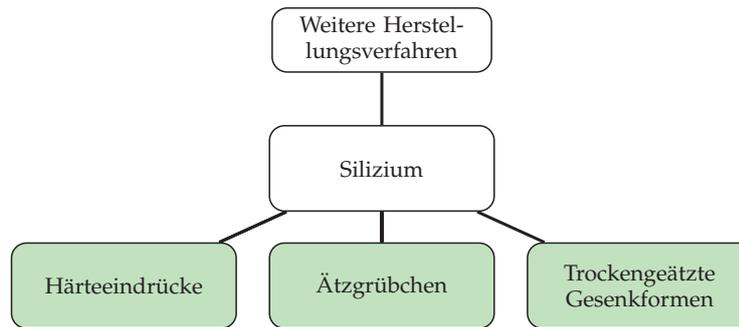


Abbildung 4.34.: Weitere Herstellungsverfahren für Werkzeuge (grün) und deren Zuordnung.

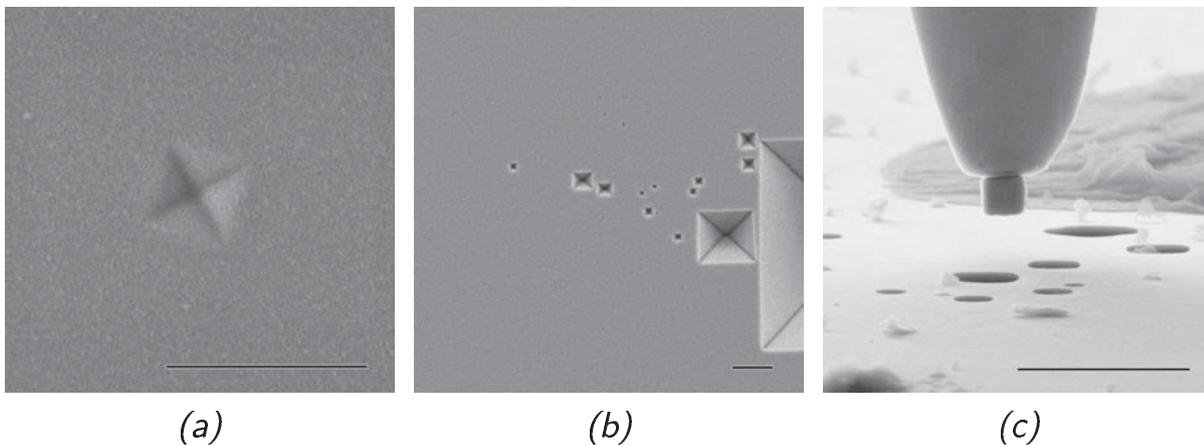


Abbildung 4.35.: Si-Substrat mit Gesenkformen. Bild (a) ein Vickers Härteeindruck (0,01 N), Bild (b) nasschemisch erzeugte Ätzgrübchen und Bild (c) durch Trockenätzen erzeugte Löcher. (Maßstab: 2 μm)

ein Siliziumsubstrat eingedrückt. Die so erzielten Härteeindrücke sind als pyramidenförmige Gesenkformen gut geeignet. Die Gesenkformen zeichnen sich durch ebene Formschrägen mit einem Spitzenwinkel von 120° aus (Abbildungen 4.35 (a)). Bei einer Last von 0,01 N entsprach die Kantenlänge des Eindrucks etwa 850 nm.

Eine weitere Technik für die Herstellung von Gesenkformen ist das chemische Ätzen. Das Ätzen von einkristallinen Silizium erfolgt anisotrop. An der Oberfläche eines Si-Wafers entstehen sog. recht-

eckige Ätzgrübchen. Sie sind in der Tiefe v-förmig. Der Winkel zwischen der Seitenfläche der Ätzgrübchen und der Oberfläche beträgt $54,74^\circ$. Die Seitenflächen sind parallel zur $\{111\}$ -Ebene und die Oberfläche parallel zur $\{100\}$ -Ebene des einkristallinen Si-Wafers. Auf Abbildung 4.35 (b) sind verschiedene Größenordnungen dieser Ätzgrübchen gezeigt. Die Formen wurden in einer Kaliumhydroxid-Lösung nasschemisch hergestellt und von dem Institut für Mikrotechnik der TU Braunschweig zur Verfügung gestellt. Für das Umformen wurden Ätzgrübchen mit einer Kantenlänge zwischen 200 nm und 1000 nm herangezogen.

Mithilfe eines dritten Herstellungsverfahrens wurden zylindrische Gesenkformen durch Trockenätzen hergestellt. Die vom Institut für Halbleitertechnik der TU Braunschweig bereitgestellten Si-Substrate wurden in einem induktiv gekoppelten SF_6/O_2 -Plasma bei -75°C trocken geätzt. Neben den von Stranz et al. [95, 96] beschriebenen Si-Nanosäulen entstanden zylindrische Löcher mit einem Durchmesser von 100 nm bis 800 nm. Im Gegensatz zu dem oben beschriebenen nasschemischen Verfahren können lochartige Strukturen mit weitestgehend ebenen und senkrechten Seitenflächen hergestellt werden (Abbildung 4.35 (c)).

4.3. Anwendung der Umformverfahren

In diesem Kapitel werden die Funktion und die Verwendung der Manipulationswerkzeuge erläutert. Anschließend werden die Umformverfahren anhand der experimentellen Untersuchungen im Rahmen dieser Arbeit aufgezeigt und diskutiert. Die Darstellung orientiert sich dabei weitestgehend an der Struktur von Kapitel 3.2 auf Seite 43.

4.3.1. Funktion der Manipulationswerkzeuge

Das Manipulieren von Objekten im Submikro- und Nanobereich basiert auf Adhäsionskräften. Die Schwerkraft hat einen vernachlässigbaren Einfluss auf die Manipulationsobjekte. Während im Mikrobereich oft aktive Greifsysteme für die Manipulation eingesetzt werden, sind diese für den Nanobereich weniger relevant, da Nanoobjekte auch unabhängig von der Greifkraft an den Greifflächen haften.

Für die Manipulationsaufgaben im Rahmen dieser Arbeit wurden die beschriebenen feinen Manipulationsspitzen aus Wolfram verwendet. Die Spitze des Manipulationswerkzeugs wird in Kontakt mit dem freistehenden Objekt gebracht und für einige Sekunden in dieser Position gehalten. Danach haftet das Objekt zu-

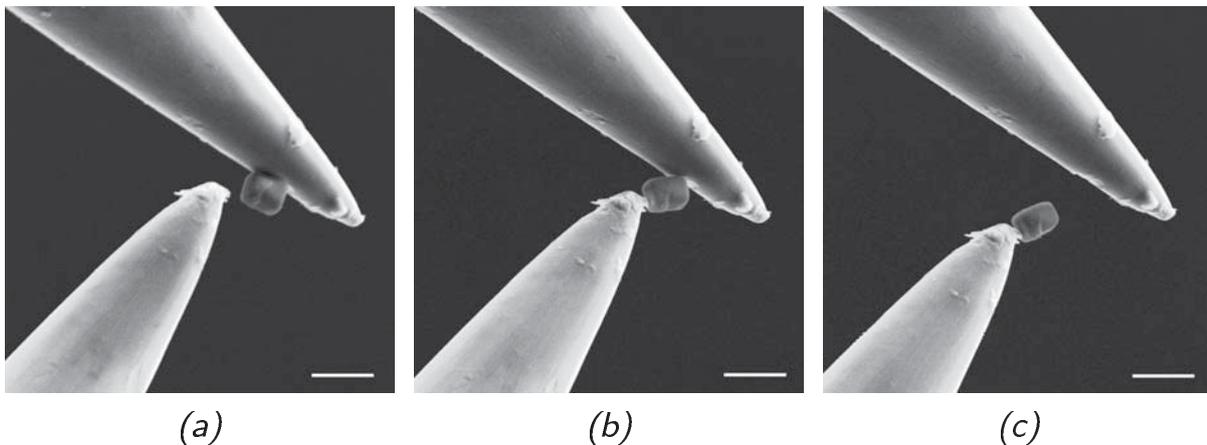


Abbildung 4.36.: Schrittweise Übergabe eines Ni_3Al -Partikels zwischen zwei Manipulationswerkzeugen aus Wolfram. (Maßstab: $1\ \mu\text{m}$)

meist an der Spitze. Auf Abbildung 4.36 ist die Übergabe eines Ni_3Al -Partikel zwischen zwei Manipulationswerkzeugen gezeigt. Die Bindung kann verstärkt werden, wenn der Kontaktbereich gezielt mit dem Elektronenstrahl abgetastet wird. Hierbei wird eine dünne Schicht aus Kohlenstoffverbindungen abgeschieden. Ursächlich dafür sind u. a. Verunreinigungen auf dem Substrat und

die Restatmosphäre des Probenkammervakuums (siehe auch Kapitel 2.3.1 auf Seite 20). Üblicherweise ist dieser Effekt ungewollt, da er die Bildqualität negativ beeinflusst. An dieser Stelle kann die Kohlenstoffdeposition als einfacher, aber wirkungsvoller „Klebstoff“ genutzt werden. Die Spitze mit Manipulationsobjekt kann anschließend an einem beliebigen Ort im Arbeitsbereich des Manipulators positioniert werden. Der Kontakt wird durch Abstreifen am Substrat oder analog zum Kontaktieren an der Spitze, durch Abscheidung von Kohlenstoff im Bereich zwischen Substrat und Manipulationsobjekt, gelöst. Abbildung 4.37 demonstriert ein auf diese Weise mit Ni_3Al -Partikeln erstelltes Logo mit den Initialen IfW des Instituts für Werkstoffe. Die Partikel wurden hierfür kontaktiert und aneinander senkrecht zur Schwerkraft positioniert. Im Einzelnen waren folgende Arbeitsschritte erforderlich. Mit der

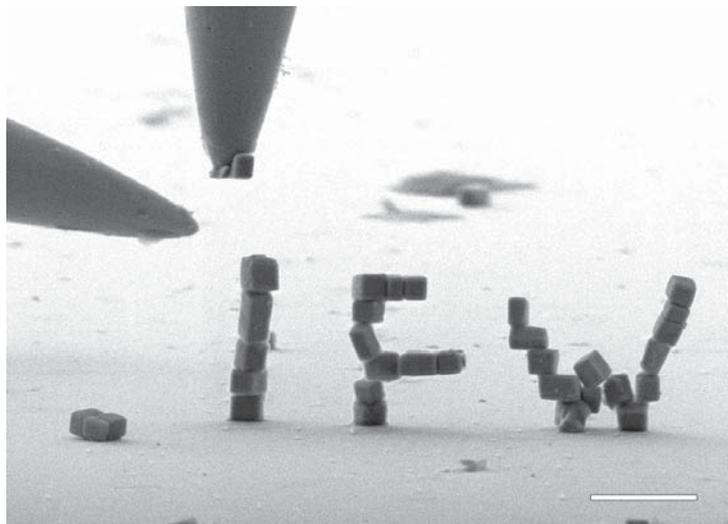


Abbildung 4.37.: Manipulierte Ni_3Al -Partikel auf einem Si-Substrat. (Maßstab: $2\ \mu\text{m}$).

Spitze des Manipulationswerkzeugs wurde zunächst ein Ni_3Al -Partikel auf dem Silizium-Substrat kontaktiert, der aufgrund der adhäsiven Kräfte an der Spitze haftete. Die Spitze mit dem Partikel wurde vom Substrat gelöst und im Abstand von einigen Mikrometern zum Substrat an den Zielort bewegt. Hier wurde das



Partikel mit der Substratoberfläche oder dem zuvor positionierten Partikel in Kontakt gebracht. Anschließend wurde der Abtastbereich des Elektronenstrahls reduziert und auf den Kontaktbereich ausgerichtet. Aufgrund des kleinen Abtastareals bewegt sich der Elektronenstrahl mit gleicher Geschwindigkeit deutlich häufiger über den Kontaktbereich. Im Kontaktbereich war nach etwa 30–60 s (bei $U = 5 \text{ kV}$ und einer Blende von $30 \mu\text{m}$) eine ausreichend dicke Schicht Kohlenstoff abgeschieden, um die Spitze des Manipulationswerkzeugs vom Partikel zu lösen ohne, dass dieser sich von dem Substrat oder einem anderen Partikel löst. Der Vorgang wurde für jedes Partikel vom Neuen wiederholt.

4.3.2. Umformverfahren

In der DIN 8582 ist das Umformen nach der Beanspruchungsart in die Gruppen Druckumformen (DIN 8583), Zugdruckumformen (DIN 8584), Zugumformen (DIN 8585), Biegeumformen (DIN 8586) und Schubumformen (DIN 8587) unterteilt. Wie die bewertende Betrachtung der Umformverfahren in Kapitel 3.2 auf Seite 43 veranschaulicht, liegt der Schwerpunkt der Umformverfahren im Submikro- und Nanobereich auf dem Druckumformen. Auf die Möglichkeiten des Zugdruckumformens und des Zugumformens wird in Kapitel 5.1.1 auf Seite 152 eingegangen. Beide Verfahren sind eingeschränkt in Prozesse im Submikro- und Nanobereich zu integrieren. Das Biegeumformen wird primär am Beispiel mit rückfedernden Umformwerkzeugen vorgestellt. Das Schubumformen mit manipulatorischen Umformwerkzeugen wird mit Parallelen zum Scherschneiden (Trennverfahren) beschrieben. Das Beißschneiden als Trennverfahren wird im Anschluss daran am Beispiel von rückfedernden Umformwerkzeugen erläutert. Im Rahmen der Arbeit wurden manipulatorische Umformverfahren und Verfahren mit rückfedernden Umformwerkzeugen kombiniert.

Druckumformen

Freiformen Das Freiformen ist das schwerpunktmäßig untersuchte Umformverfahren und wurde im Submikro- und Nanobereich sowohl als manipulatorisches Umformverfahren, als auch als Verfahren mit rückfedernden Umformwerkzeugen realisiert. Ein wesentlicher Vorteil des Freiformens ist der meist einfache Aufbau und die hohe Anpassbarkeit an die Besonderheiten im Submikro- und Nanobereich. Zunächst soll auf das manipulatorische Freiformen eingegangen werden. Anschließend wird die Verwirklichung des Freiformens an Beispielen mit rückfedernden Umformwerkzeugen gezeigt.

Das Umformen über den gesamten Querschnitt wird als Stauchen bezeichnet. Der Aufbau umfasst zwei ebene Stauchflächen, zwischen denen das Halbzeug umgeformt wird. Die untere Umformfläche bildet das Substrat aus einem Segment (5 mm × 5 mm) eines einkristallinen Siliziumwafers. Die obere Stauchfläche bildet entweder ein abgeflachtes Umformwerkzeug aus Wolfram oder eine mit einem abgeflachten Siliziumwerkzeug (Si-Plug-in, siehe Kap. 4.2.2 auf Seite 100) modifizierte Wolframspitze. Das Stauchen wurde an Ni₃Al-Partikeln untersucht. Während der Versuche wurde das Umformwerkzeug über den Manipulator in der linearen Bewegungsachse auf das starr am Probenträger fixierte Substrat (zweite Stauchbahn) zubewegt und das dazwischen befindliche Halbzeug gestaucht. Die Positionierung der Werkzeugspitze erfolgt im *coarse mode* des Manipulators. Das Umformen selbst wurde im *fine mode* zwischen f01 und f08 ausgeführt. Auf Abbildung 4.38 (a) und 4.39 ist das Stauchen an einem Ni₃Al-Halbzeug gezeigt. Zwischen den planparallelen Flächen (Ausrichtung siehe Abbildung 4.11 auf Seite 79) des Si-Substrates und der abgeflachten Wolframnadel wird das kubische Ni₃Al-Partikel plastisch über seinen gesamten Querschnitt zu einer dünnen Scheibe verformt.

4. Umformen metallischer Strukturen im Submikro- und Nanobereich

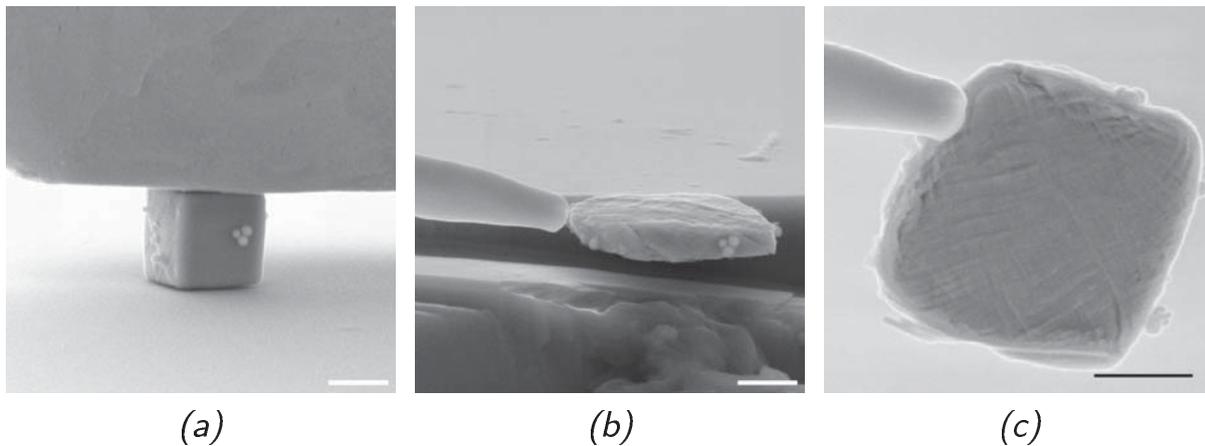


Abbildung 4.38.: Stauchen am Beispiel eines Ni_3Al -Partikels. Die Gleitlinien sind zu Beginn der plastischen Verformung (a) und nach dem Stauchvorgang (b) sowie (c) zu erkennen. An der Stirnseite des Ni_3Al -Partikels haften sekundäre γ' -Partikel. (Maßstab: 400 nm)

Die Verformung erfolgt dabei anfänglich entlang der am dichtesten gepackten $\{111\}$ -Ebene und nach dem Dehnungssprung auch entlang ungünstigerer Kristallorientierungen entsprechend den in Kapitel 2.2 auf Seite 17 und bei [56] beschriebenen Untersuchungen zum Verformungsverhalten von Ni_3Al -Partikeln. Die sich dabei ausbildenden Gleitlinien sind deutlich zu erkennen. Die Stauchversuche wurde in diesem Aufbau bis zu Umformgraden von $|\varphi| > 2$ (siehe Abbildung 4.39 (c)) realisiert. Die Duktilität der Ni_3Al -Partikel war ohne Anzeichen von Rissen bis zu diesen hohen Umformgraden gegeben. Nach dem Stauchen haftete das Partikel am Substrat oder am Umformwerkzeug. Vom Substrat konnte es mit der Kante des Umformwerkzeugs leicht abgelöst werden. Haftete die flache Scheibe hingegen am Umformwerkzeug, konnte sie an einer Kante des Si-Substrats abgestreift und beispielsweise mit einem zweiten Manipulator aufgenommen werden (siehe Abbildung 4.38 (b)).

Das Recken als ein weiteres Freiformverfahren konnte an den Ni_3Al -Partikeln nicht realisiert werden. Die Manipulation der

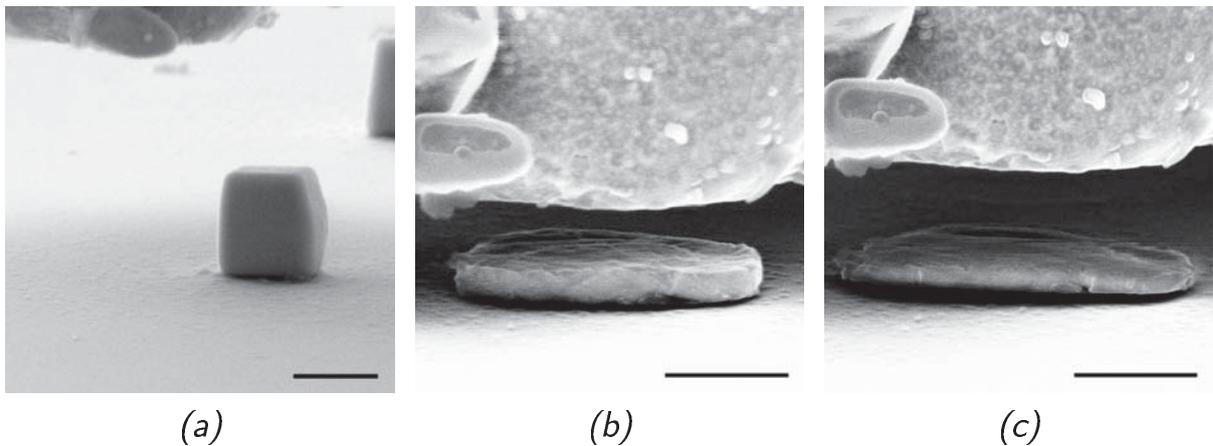


Abbildung 4.39.: Stauhen eines Ni₃Al-Partikels. Vor dem Stauhen mit einer Höhe von etwa 620 nm (a), in einem Zwischenschritt (b) und nach dem Stauhen mit einer Höhe von 60-70 nm (c). (Maßstab: 400 nm)

freistehenden Ni₃Al-Partikel ist während des gleichzeitigen Umformens erschwert. Der Kontakt zum Manipulationswerkzeug löste sich während der Versuche oft, sodass die schrittweise Umformtechnik des Reckens aufgrund des labilen Kontakts zwischen Werkzeugspitze und Partikel nicht realisiert werden konnte.

Alternativ wurde das Absetzen an den Ni₃Al-Partikeln untersucht, da hier die Manipulation und das Umformen wie beim Stauhen unabhängig ausgeführt werden. Das schrittweise Absetzen an einer Kante des Si-Substrats ist auf Abbildung 4.40 demonstriert. Prinzipiell entspricht das Absetzen einem partiellen Stauhen mit einer versetzten Stauhbahn und einer ebenen Stauhbahn. Ebenso besteht die Möglichkeit das Umformwerkzeug teilweise über dem Partikel zu positionieren und auf eine ebene Si-Oberfläche zu drücken oder das Partikel partiell über der Kante des Si-Substrats zu platzieren und flächig mit dem Umformwerkzeug zu belasten.

Das Anstauhen wurde in einer Lochform durch manipulatorisches Umformen eines stabförmigen Wolframhalbzeugs realisiert. Die Strukturierung der Lochform und der Durchführung wurde

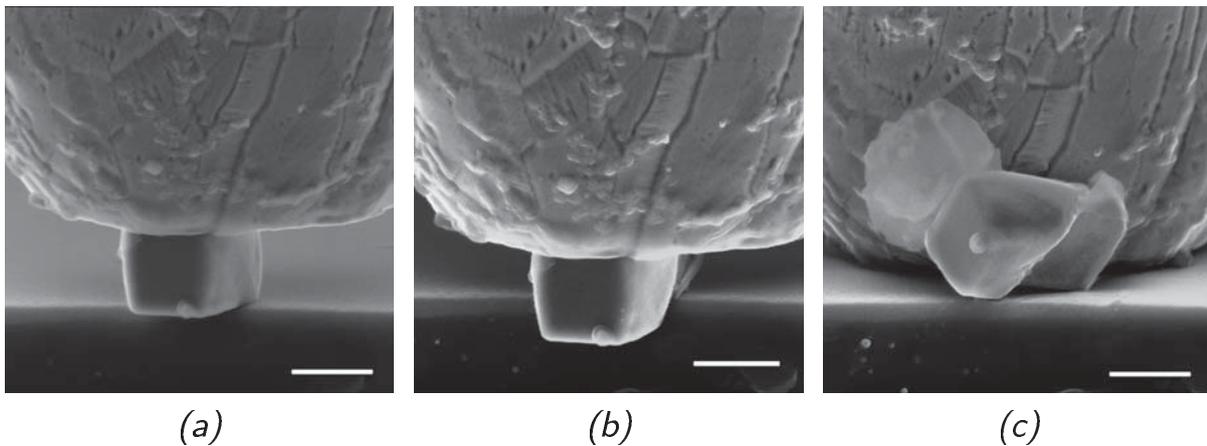


Abbildung 4.40.: Absetzen eines Ni_3Al -Partikel an der Kante eines Si-Substrats [57]. Bild (a) zeigt das Positionieren an einer Kante, Bild (b) während des Absetzens und Bild (c) nach dem Absetzen des auf die Seite gewendeten, umgeformten Ni_3Al -Partikels. (Maßstab: 500 nm)

unter Verwendung des fokussierten Ionenstrahls an der Kante eines Siliziumsubstrats ausgeführt. Auf Abbildung 4.41 ist der Aufbau veranschaulicht. Eine Analogie des Aufbaus ist in der historischen Schmiedetechnik von Nägeln zu finden. In der heutigen Zeit wird das Anstauchen primär für große Querschnittsänderungen beispielsweise an Wellen genutzt. Das stabförmige, konische Halbzeug wird in das Gesenkloch geführt und im Abstand h mit dem Ionenstrahl abgetrennt. Dabei sollte h kleiner als das 2,5 fache des Durchmessers d sein ($h < 2,5 \cdot d$), da sonst die Gefahr des Ausknickens besteht. Ein abgeflachtes Umformwerkzeug aus Wolfram wurde für das Einformen des Halbzeugschafts und Abflachen des Kopfes verwendet. Das Halbzeug formte sich zunächst in die Lochform ein. Aufgrund der nicht exakt planparallelen Ausrichtung der Umformflächen formte sich der „Kopf“ infolge des Stauchens unsymmetrisch aus. Mit einem weiteren Manipulator wurde die Entnahme des Werkstücks durch Druckbelastung aus der Gegenrichtung versucht. Da das Werkstück in diesem Bereich aufgrund des geringen Durchmessers nicht ausreichend steif war,

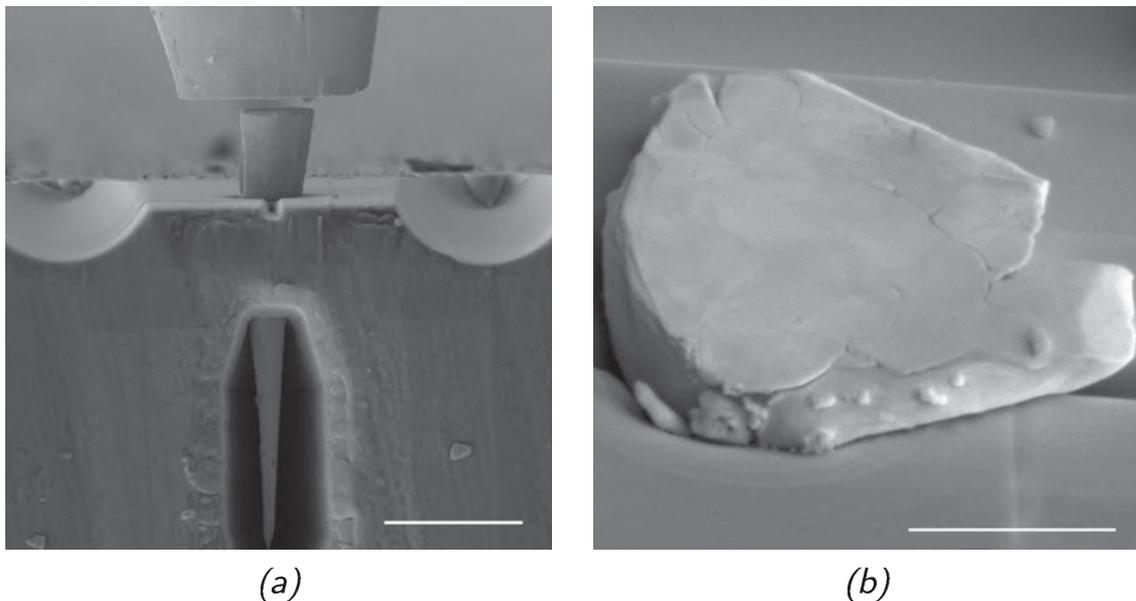


Abbildung 4.41.: Anstauchen eines stabförmigen konischen Halbzeugs aus Wolfram in einer Lochform. (Maßstab: (a) 5 μm (b) 2 μm)

verbog es sich lediglich. Ein optimierter Aufbau sollte sowohl von der Umformseite, als auch von der gegenüberliegenden Austoßseite gleichermaßen zugänglich sein. Weiterhin sollte die schlanke Werkstückspitze auf einen zuvor ausreichend steifen Querschnitt abgelängt werden. Insgesamt ist das Anstauchen ein leicht zu realisierendes Verfahren zur Anhäufung von Material senkrecht zur Umformrichtung.

Das Recken wurde durch manipulatorisches Umformen mit stabförmigen Halbzeugen aus Wolfram erprobt. Die untere starre Stauchbahn wurde in Form eines Flachsattels mit dem fokussierten Ionenstrahl in ein Si-Substrat eingearbeitet. Als verfahrenbare Stauchbahn wurde ein manipulatorisches Umformwerkzeug aus Wolfram verwendet. Auf Abbildung 4.42 sind zwei Zustände eines Umformdurchgangs zu sehen. Für den nachfolgenden Durchgang wurde das Halbzeug um 90° gedreht und erneut durch Recken umgeformt. Dieses Vorgehen wird wiederholt, bis die erforderli-

4. Umformen metallischer Strukturen im Submikro- und Nanobereich

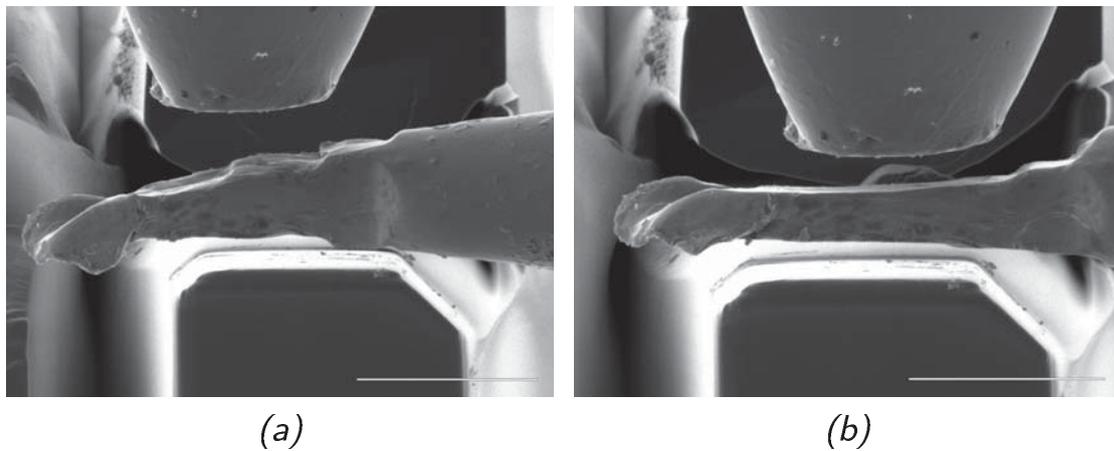


Abbildung 4.42.: Reckumformen eines Wolframhalbzeugs zwischen einem manipulatorischen Umformwerkzeug aus Wolfram und einem unteren flachen Umformsattel aus Silizium. Bild (a) und Bild (b) zeigen das Recken während eines Durchgangs. Hier-nach wird das Halbzeug um 90° gedreht und wiederholt gereckt. (Maßstab: 5 µm)

che Länge und Querschnitt erreicht sind. Die Verwendung eines manipulatorischen Umformwerkzeugs aus Wolfram konnte in diesem Aufbau erfolgreich umgesetzt werden. Allerdings deformierte sich das Wolframwerkzeug in Folge des schrittweisen Umformens. Daher ist die Modifikation des Umformwerkzeugs mit einem abgeflachten Silizium Plug-in (siehe Abbildung 4.24 auf Seite 99) hinsichtlich der Qualität des manipulatorischen Umformens von stabförmigen Halbzeugen förderlich.

Für das Freiformen von stabförmigen Halbzeugen erwies sich die Verwendung von rückfedernden Umformwerkzeugen als besonders geeignet. Stabförmige Halbzeuge kamen als die im Kapitel 4.2.1 auf Seite 79 beschriebenen feinen Wolfram- und Titan-spitzen mit kleinem Spitzenwinkel zur Anwendung. Die Versuche wurden in der Mehrheit an Wolframhalbzeugen durchgeführt, da die Bereitstellung geeigneter Titanhalbzeuge ungleich zeitaufwendiger und schwieriger war.

Das Recken wurde an stabförmigen Halbzeugen aus Wolfram in verschiedenen Größenbereichen untersucht. Dazu wurden ab-

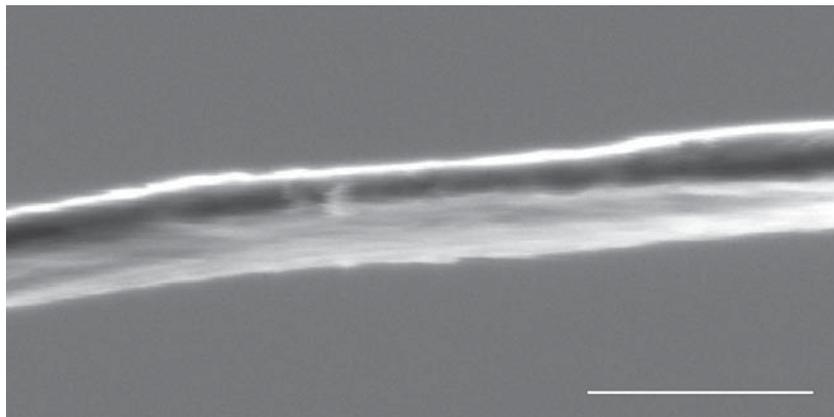
hängig vom Durchmesser des Halbzeugs Umformwerkzeuge mit unterschiedlichen Satteltbreiten und Größen des Umformspalts eingesetzt. Zwischen den ebenen Umformflächen (Flachsattel siehe Kapitel 3.2.1 auf Seite 46) des rückfedernden Werkzeugs wurde das mit einem Manipulator verbundene Halbzeug mittels diesem bewegt. Das rückfedernde Werkzeug wurde durch einen in 90° angeordneten zweiten Manipulator betätigt. Abbildung 4.27 auf Seite 103 zeigt einen typischen Aufbau im Rasterelektronenmikroskop.

Im Umformbereich wies das Wolframhalbzeug generell eine glatte und ebene Oberfläche auf, doch konnten auch vereinzelt rissförmige Schädigungen entlang von Korngrenzen ausgemacht werden. Die Ausdehnung der Risse verstärkte sich nach weiteren Umformschritten nicht. Hingegen war tendenziell eine Verringerung der Ausprägung zu beobachten. Die longitudinal ausgeprägten Risse scheinen auf die Korngrenzen lokalisiert zu sein, wobei nicht ausgeschlossen werden kann, dass die Risse teilweise bereits im Ausgangszustand als Folge des elektrochemischen Dünnens vorlagen. An der Oberfläche der Halbzeuge konnten vereinzelt Anzeichen dafür festgestellt werden. Eine mögliche Erklärung ist, dass sich während des Umformens die Rissflanken zunächst aufweiteten und sichtbar wurden. Nach höheren Umformgraden ebneten sich die oberflächennahen Risse dagegen wieder ein. Typische Schädigungen senkrecht zur Umformrichtung, wie sie im Makroskopischen beispielsweise beim Kaltumformen durch Walzen auftreten, konnten dagegen auch nach hohen Umformgraden nicht beobachtet werden.

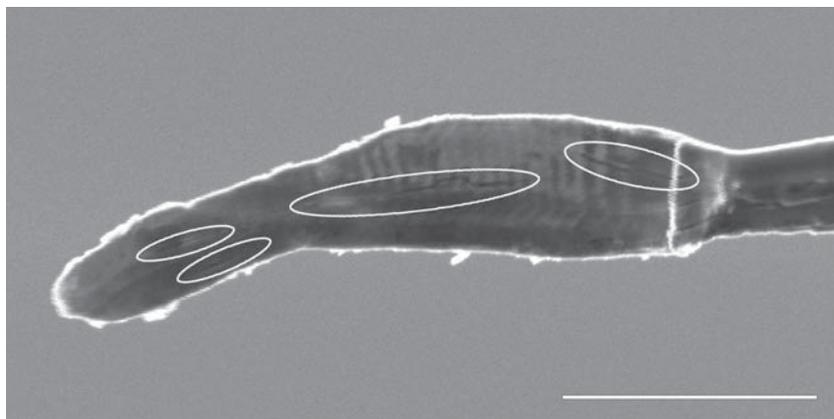
Nachstehend zeigt ein Vergleich am Beispiel des Reckumformens die Entwicklung von Oberflächenrissen während des Umformens. Auf Abbildung 4.43 (b) ist die Oberfläche eines Wolframhalbzeugs nach dem Recken von 400 nm auf eine Dicke von etwa 70 nm gezeigt. Anzeichen von Rissen sind im Bild markiert. Abbildung



4.44 (b) zeigt dagegen einen Ausschnitt der Oberfläche desselben Halbzeugs nach dem Umformen auf eine Dicke von 20 nm bis 30 nm. Für eine risshafte Schädigung sind keine eindeutigen Anzeichen festzustellen. Offensichtlich haben sich die zu Beginn sichtbaren oberflächlichen Risse nach hohen Umformgraden in ihrer Ausprägung drastisch reduziert, sodass diese unter der Auflösungsgrenze des Mikroskops oder nicht mehr vorhanden sind. Für Letzteres spricht, dass sich oberflächliche Risse nach weiterem Umformen einebnen können und, dass die stark reduzierte Atmosphäre in der Probenkammer (etwa $6-7 \cdot 10^{-6}$ mbar) und die hohe Oberflächenreaktivität der Grenzflächen die Ausbildung neuer atomarer Bindungen während des Umformens ermöglicht. Die Vorgehensweise für das Umformen durch Recken hin zu flachen Werkstücken mit Dicken von einigen 10 nm ist nachstehend erläutern. Das stabförmige Halbzeug mit einem Durchmesser von 100 nm (im Bereich der Spitze) bis 400 nm wurde durch zwei rückfedernde Umformwerkzeuge bis auf wenige 10 nm über eine Länge bis zu 5 μ m umgeformt. Dazu werden zwei Umformwerkzeuge nacheinander genutzt, um ein schnelles und bis zu kleinen Werkstückdicken präzises Umformen miteinander zu vereinbaren. Die Werkzeuge besitzen ebene Stauchbahnen in Form eines Flachsattels und unterscheiden sich in der Größe des Umformspalts und Breite der Umformflächen (Sattelbreite). Mit einem großen Umformspalt (≥ 400 nm) wird die erste Formgebung realisiert. Dabei wird das Halbzeug schrittweise zwischen den Stauchbahnen umgeformt, anschließend um 180° gedreht und erneut umgeformt. Dies wird mehrfach wiederholt, bis die gewünschte Dicke von etwa 100 nm erreicht und die Flächen eben sind. Im darauffolgenden Schritt wird das Werkzeug mit der geringeren Öffnungsweite (etwa 100 nm) für das Feinschmieden verwendet. Auch hier wird schrittweise umgeformt, dabei entspricht die Bissbreite etwa der Hälfte der Sattelbreite. Nach jedem Durchgang wird das Halbzeug um 180° gedreht. Zum einen werden hierdurch unterschiedliche



(a)



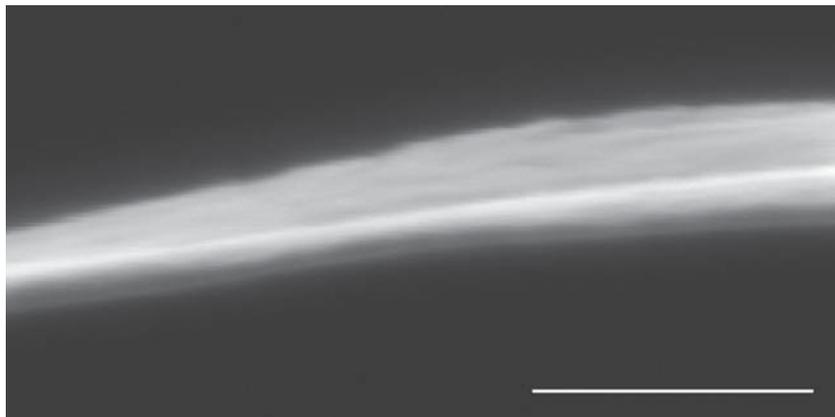
(b)

Abbildung 4.43.: Werkstück nach dem Recken auf eine Dicke von etwa 70 nm. Bild (a) zeigt das Werkstück von der Seite und Bild (b) zeigt die Oberfläche. Eine oberflächliche rissförmige Schädigungen (siehe weiße Kreise) ist zu erkennen. (Maßstab: (a) 500 nm, (b) 3 μm)

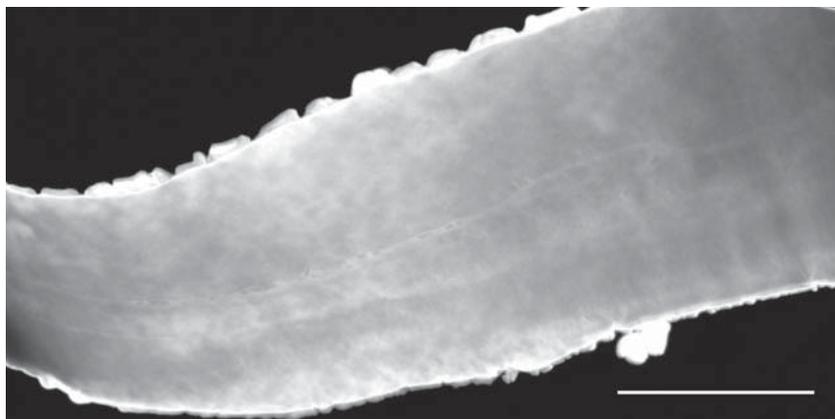
Reibungseinflüsse zwischen den Stauchbahnen, ausgeglichen⁴. Zum anderen wird eine gleichmäßige Längung und Breitung gewährleistet. Auf Abbildung 4.45 und 4.46 sind die Werkzeuge für das beschriebene Recken eines konischen etwa 400 nm messenden

⁴Bedingt durch nicht völlig kongruente Ausrichtung der Stauchbahnen zueinander, führen ungleichmäßige Verformung und Reibung zu partiell vermehrt gestauchten Bereichen. Dies resultiert in einer leicht gebogenen Werkstückgeometrie, wenn das Werkstück nicht nach definierten Umformgraden um 180° gedreht wird.

4. Umformen metallischer Strukturen im Submikro- und Nanobereich



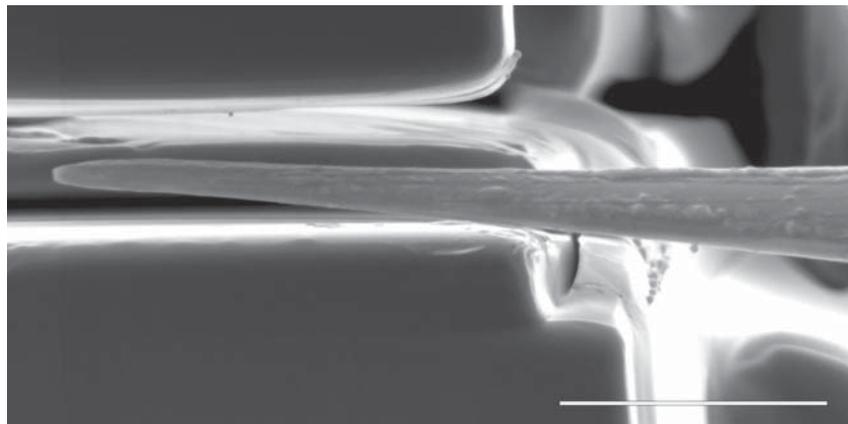
(a)



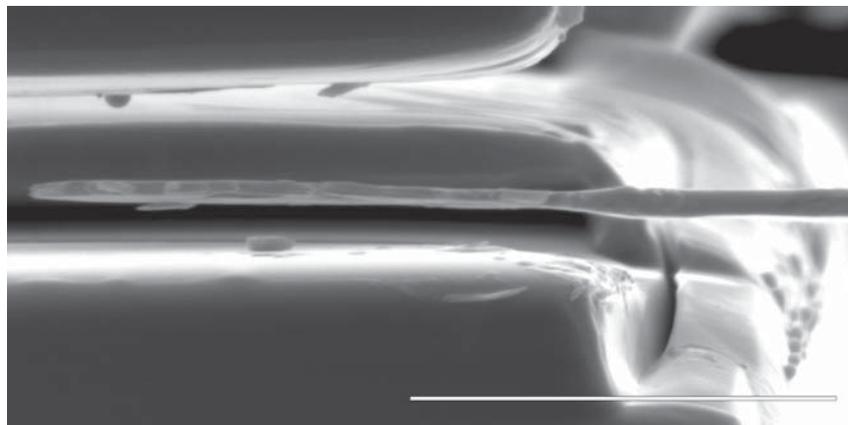
(b)

Abbildung 4.44.: Werkstück aus Abbildung 4.43 nach dem weiteren Recken auf eine Dicke von 20 nm bis 30 nm. Bild (a) zeigt das Werkstück von der Seite und Bild (b) zeigt das gleiche Werkstück im Dunkelfeld des STEM-Detektors. Anzeichen einer rissförmigen Schädigung sind nicht zu erkennen. (Maßstab: (a) 500 nm, (b) 1 μ m)

Halbzeugs zu einem flachen Werkstück mit einer Dicke von 20 nm bis 30 nm zu sehen. Die rückfedernden Werkzeuge müssen in der Vertikalen leicht zu aktivieren und gleichzeitig biegesteif in der Horizontalen sein. Das in 4.46 gezeigte rückfedernde Umformwerkzeug wurde für den Feinschritt ab einer Werkstückdicke von etwa 100 nm verwendet. Ab einer Dicke von etwa 50 nm deformierte sich das Werkzeug elastisch, indem der obere Biegearm mit dem Umformsattel seitlich leicht auslenkte. Da die Oberflä-



(a)



(b)

Abbildung 4.45.: Rückfederndes Werkzeug für die erste Formgebung des unbearbeiteten Halbzeugs durch Recken. Bild (a) vor und Bild (b) nach den ersten Umformschritten. (Maßstab: 3 μm)

che des Werkstücks mit abnehmender Dicke zunahm, resultieren hieraus höhere Flächenkräfte. Sind hohe Umformgrade gefordert, sollte eine kleine Kontaktfläche (kleiner Halbzeugquerschnitt oder kleine Sattelbreite) angestrebt werden. Dies kann beispielsweise durch abwechselndes oder gleichzeitiges Umformen in zwei Dimensionen, der Dicke und der Breite, gewährleistet werden oder durch weitere Reduzierung der Sattelbreite. Eine weitere Reduzierung der Sattelbreite erhöht allerdings die Anfälligkeit des Werkzeugs gegenüber Schädigung bei Fehlbelastung. Im Folgen-

4. Umformen metallischer Strukturen im Submikro- und Nanobereich

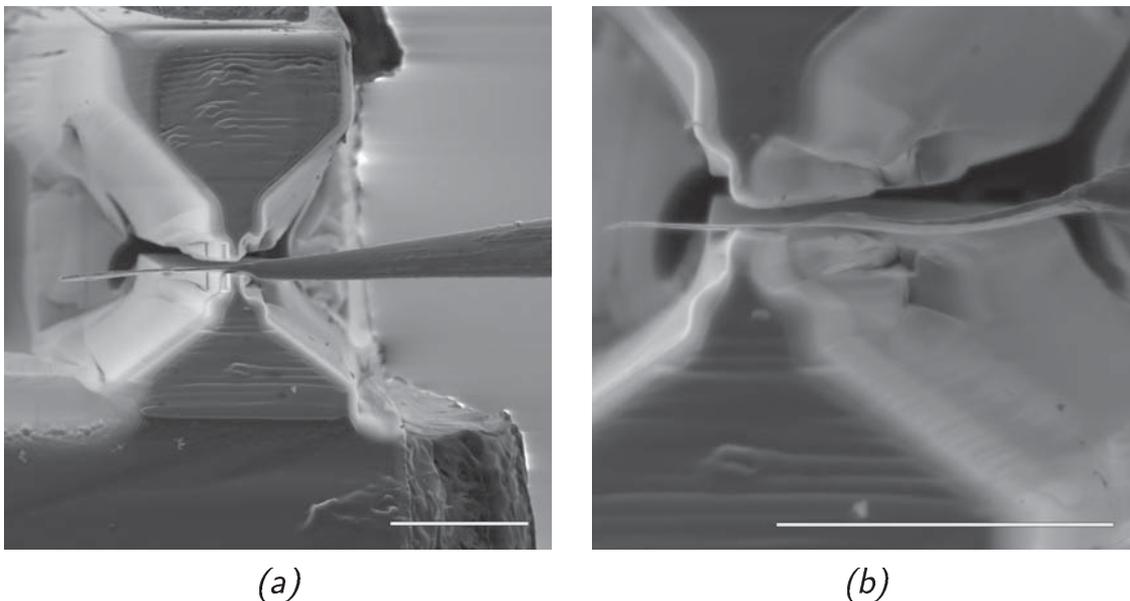


Abbildung 4.46.: Rückfederndes Werkzeug für das Recken von Werkstückdicken kleiner 100 nm. In der Übersicht (a) und im Detail (b). (Maßstab: 5 µm)

den wird deshalb erstere Variante, das Recken mit abwechselndem Umformen in der Dicke und der Breite, gezeigt. Danach wird das quasi gleichzeitige Recken mit sich verjüngendem Rundsattel vorgestellt.

Durch Rotation des Halbzeugs um seine Längsachse kann bei Verwendung eines Flachsattels auch ein quadratischer Querschnitt erzielt werden. Nach jedem Umformschritt wird dazu das Halbzeug um 90° gedreht und erneut umgeformt. Dabei wird die Querschnittsfläche kleiner und das Halbzeug längt sich, es wird gereckt. Ziel dieses Umformverfahrens ist es, eine möglichst große Werkstücklänge bei gleichmäßiger Querschnittsabnahme zu erzielen. Dieses Vorgehen wird auch als Reckschmieden bezeichnet. Ein zu einem rechteckigen Querschnitt geformtes Titanhalbzeug ist auf Abbildung 4.47 zu sehen. Nach dem Recken in einer Ebene wurde das Halbzeug durch das RoTip-Plugin um 90°gedreht und hochkant umgeformt. Dabei darf die Werkstückbreite die Werk-

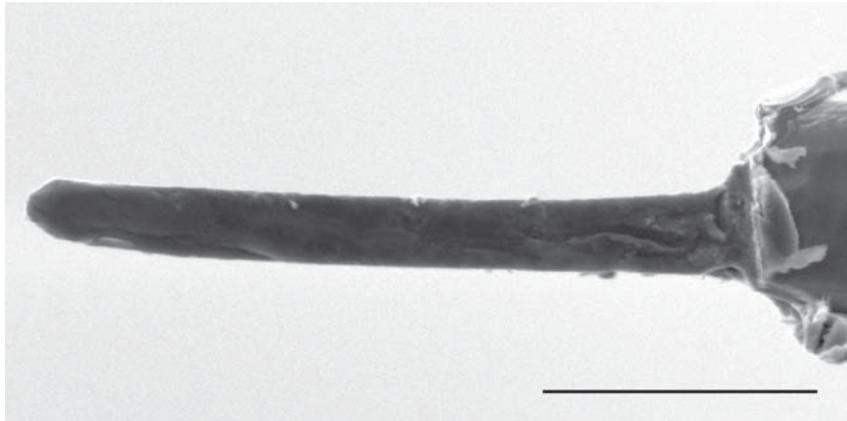


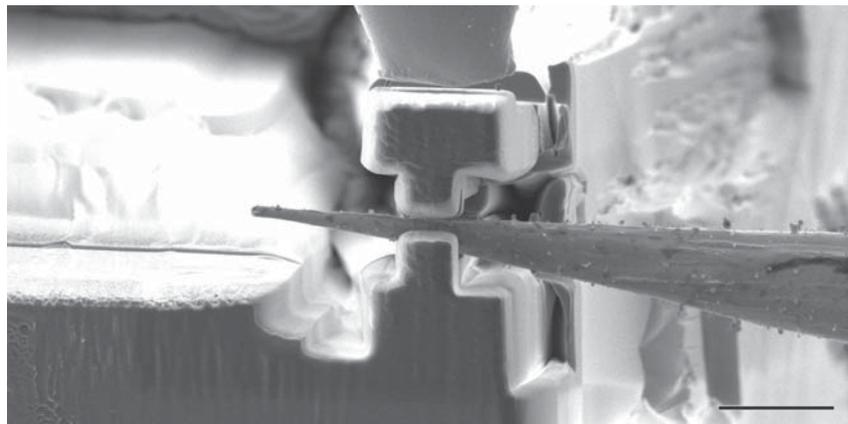
Abbildung 4.47.: Durch Recken geformte rechteckige Geometrie an der Spitze eines Titanhalbzeugs. (Maßstab: $4\ \mu\text{m}$)

stückdicke nach jedem Umformschritt nicht um mehr als das etwa Zweifache überschreiten. Andernfalls kann sich das Halbzeug verbiegen oder ausknicken. Die Längung erfolgt entsprechend der in Kapitel 3.2.1 auf Seite 49 beschriebenen Tendenz, die durch das Bissverhältnis definiert ist. Ferner wurde die erzielte Längung jedes Umformschritts durch das Rotieren unterstützt, sodass insgesamt eine Querschnittsreduzierung mit einer signifikanten Längung des Werkstücks einhergeht. Während des Umformens von Ti-Halbzeugen war auffällig, dass die Adhäsion in Bezug auf das Si-Umformwerkzeug gegenüber dem von Wolframhalbzeugen sichtlich erhöht ist. Nach jedem Umformschritt haftete das Ti-Werkstück an einer der Stauchbahnen des Umformsattels. Das Ti-Werkzeug konnte in Verbindung mit einer Rückbewegung in der linearen Achse des Manipulators vom rückfedernden Umformwerkzeug gelöst werden. Bei großer Kontaktfläche ist eine Beschädigung des Werkstücks daher nicht ausgeschlossen, wenn die adhäsive Kontaktkraft die Fließgrenze im Querschnitt übersteigt. Im Hinblick auf das Umformen von W-Halbzeugen mit Si-Umformwerkzeugen wurden keine merklich erhöhten Kontaktkräfte registriert.

Neben dem Flachsattel wurden weitere Sattelformen erprobt. Um den runden Querschnitt beizubehalten und dabei die Querschnittsfläche zu reduzieren, wurden in Anlehnung an einen Rundsattel (siehe auch Abbildung 3.4 auf Seite 49 (c)) konkave, sich verjüngende Umformflächen an einem rückfedernden Umformwerkzeug realisiert. Das Wolframhalbzeug wurde in seinem Querschnitt gleichmäßig, nahezu rotationssymmetrisch verringert und dabei gelängt (siehe Abbildung 4.48). Wenn die Umformflächen des konischen Rundsattels elliptisch geformt sind, lassen sich auch Halbzeuge mit größerem Anfangsquerschnitt umformen. Nach jedem Umformdurchgang ist allerdings nun die Bearbeitung aus zwei Richtungen notwendig, um einen weitestgehend kreisrunden Querschnitt beizubehalten. Dazu wird das Halbzeug um 90° gedreht und erneut umgeformt. Im Versuch wurde das konische Ausgangsmaterial zwischen ebenfalls konischen, leicht elliptischen Umformflächen umgeformt. Dabei wurde es auf eine Länge von über $20\ \mu\text{m}$ und einen Durchmesser von $1,3\ \mu\text{m}$ gereckt. Leicht konische, sich verengende Umformflächen ermöglichen einen homogenen Stofffluss und erlauben gleichmäßige Übergänge.

Das in Abbildung 4.48 (b) rundgeformte Werkstück wurde in einem folgenden Schritt im vorderen Bereich des gleichen Werkzeugs (Flachsattel) weiter zu einem flachen Werkstück umgeformt (siehe Abbildung 4.49). Dieses Beispiel zeigt die wirkungsvolle Kombination zweier Umformtechniken des Reckens. Während das Recken im konischen Rundsattel eine nahezu gleichmäßige, rotationssymmetrische Querschnittsabnahme in einem Durchgang ermöglicht, kann mit einem Flachsattel eine nahezu beliebige Rechteckgeometrie geformt werden.

Ein weiteres Freiformverfahren, das Absetzen, ist mit rückfedernden Umformwerkzeugen an stabförmigen Halbzeugen unkompliziert anwendbar. Ebenso kann das Breiten beispielsweise durch einfaches Umorientieren des Werkstücks parallel zum Flachsattel des Umformwerkzeugs angewendet werden. Freiformverfahren



(a)



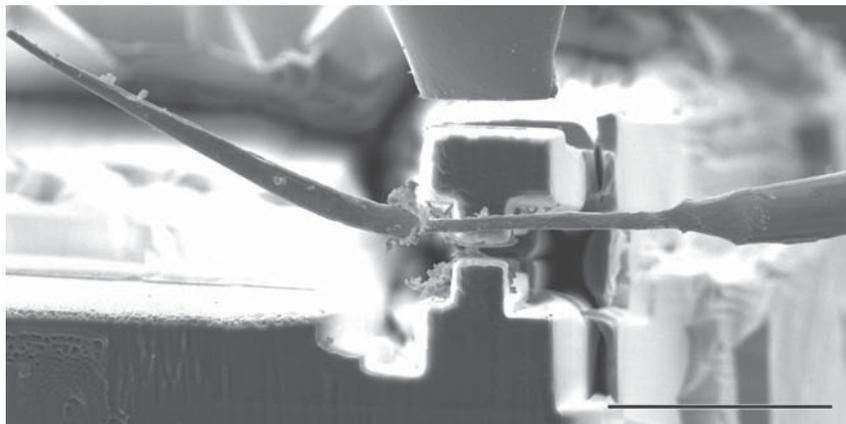
(b)

Abbildung 4.48.: Rückfederndes Umformwerkzeug mit sich verjüngenden Rundsattel.
Bild (a) zeigt den Aufbau vor dem Umformen und Bild (b) zeigt das umgeformte
Werkstück. (Maßstab: 5 μm)

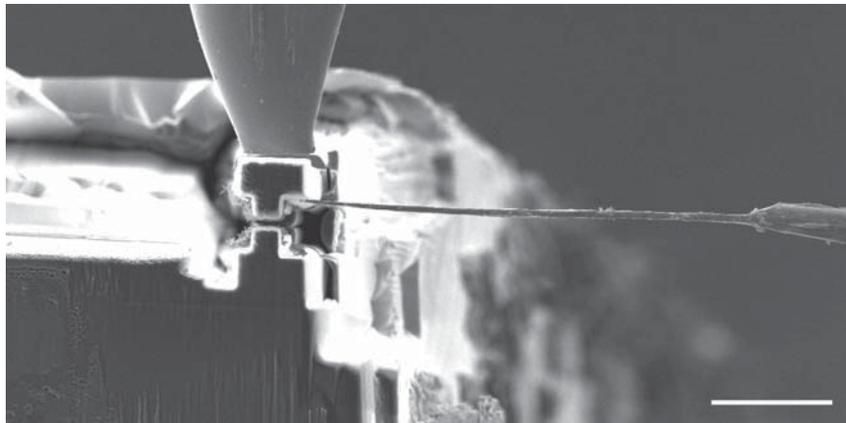
lassen sich in Verbindung mit rückfedernden Umformwerkzeugen leicht im Submikro- und Nanobereich replizieren. Besonders stabförmige Halbzeuge in direkter Verbindung mit einem Manipulator eignen sich aufgrund der hervorragenden Kontrollierbarkeit.

Gesenkformen Während sich das Freiformen für gewöhnlich schrittweise der Endkontur annähert, wird beim Gesenkformen die Endkontur in einem oder wenigen Einzelschritten geformt. Dafür ist eine präzise Konturierung der Gesenkflächen ausschlag-

4. Umformen metallischer Strukturen im Submikro- und Nanobereich



(a)



(b)

Abbildung 4.49.: Rückfederndes Umformwerkzeug aus 4.48 mit ebenen Umformflächen (Flachsattel) im vorderen Bereich. Bild (a) zeigt das Werkstück während des Reckens und Bild (b) zeigt das vollständig umgeformte Werkstück. (Maßstab: 10 μm)

gebend für die Qualität der Oberfläche und Formgenauigkeit des Werkstücks. Für das manipulatorische Umformen wurde das Si-Substrat strukturiert, um definierte Formen abzubilden. Die Herstellung dieser Negativformen oder Gesenkformen wurde im Kapitel 4.2.2 auf Seite 108 und 4.2.3 auf Seite 111 beschrieben. In ersten Versuchen im Rahmen dieser Arbeit wurde generell die Abformbarkeit mithilfe von Mikrohärteteindrücken nach Vickers untersucht. Dazu wurden Ni_3Al -Partikel mit einer abgeflachten Wolframspitze, dem gleichzeitigen Umformwerkzeug, aufgenom-

men, über der Gesenkform positioniert und eingedrückt. Das plastisch verformte Nanoteilchen bildete die Form ab und war aufgrund der 120° Formschrägen zumeist leicht aus dieser zu entnehmen (siehe Abbildung 4.50). Flache Formen wie diese geben jedoch insgesamt wenig Gestaltungsfreiheit.

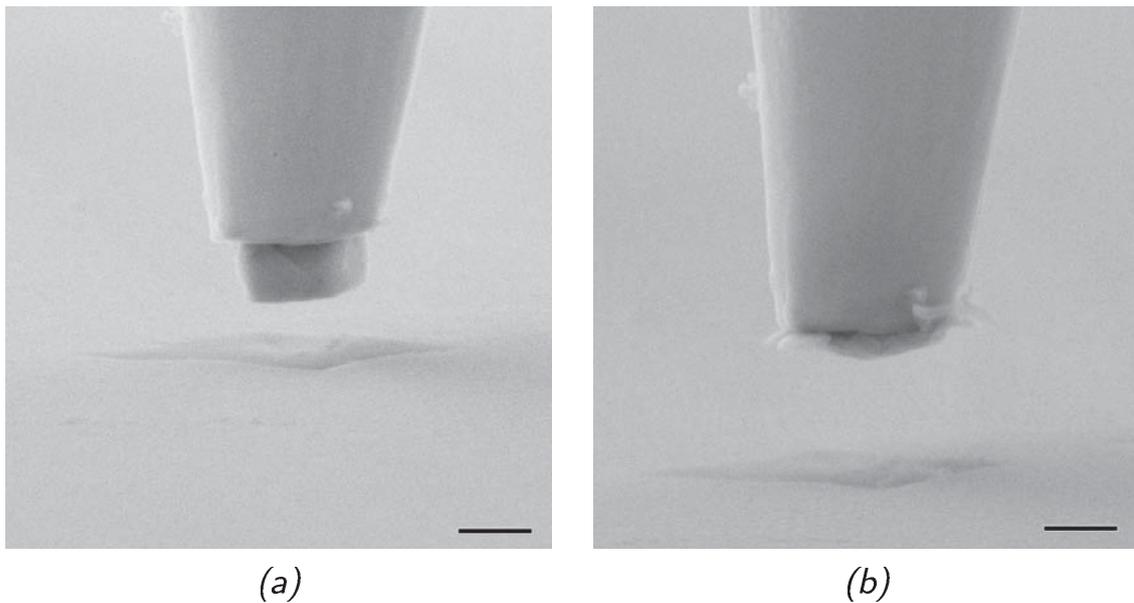


Abbildung 4.50.: Ni_3Al -Partikel vor der Einformung in einen Vickers-Härteeindruck in Silizium (a) und nach der Entnahme (b). (Maßstab: 400 nm)

Eine zweite Versuchsserie wurde an Ätzgrübchen in Silizium mit steileren $54,74^\circ$ Formschrägen durchgeführt. Die Versuche zeigten, dass auch hier eine gute Einformbarkeit gegeben ist. Abbildung 4.51 zeigt den Verlauf des Umformens und die keilförmige Geometrie (c). Die Formschrägen des Ätzgrübchens schließen einen Winkel von $70,53^\circ$ ein, was den abgeformten Formschrägen des Ni_3Al -Teilchens in guter Übereinstimmung entspricht. Die Entnahme des eingestanzten Partikels war teilweise nur in Verbindung mit der Deposition von Kohlenstoff und durch Hebelbewegungen mit der Wolframspitze möglich.

4. Umformen metallischer Strukturen im Submikro- und Nanobereich

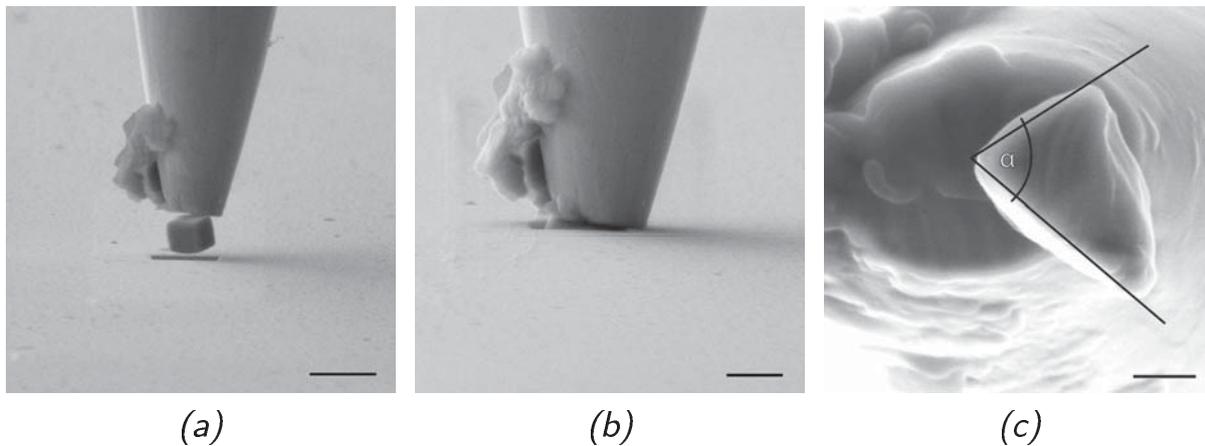


Abbildung 4.51.: Ni_3Al -Partikel vor der Einförmung in ein Ätzgröbchen in Silizium (a), während (b) und nach der Entnahme (c) (Winkel $\alpha \approx 75^\circ$). (Maßstab: (a) 800 nm, (b) 400 nm, (c) 200 nm)

Durch Trockenätzen hergestellte Formen besitzen nahezu senkrechte Forminnenflächen. In einer dritten Versuchsserie wurde an diesen Gesenkformen untersucht, in wie weit man einen Ni_3Al -Partikel einformen kann, um ihn gerade noch entnehmen zu können. Der Partikel konnte um etwa die Hälfte seiner Ausgangshöhe eingeförmt und in Verbindung mit der Deposition von Kohlenstoff entnommen werden. Darüber hinaus blieb der Partikel im Gesenk stecken. Die adhäsive Kraft der berührenden Fläche zwischen Partikel und Gesenk überwiegt im Vergleich zu der Kontaktkraft zwischen Umformwerkzeug und Partikel. Demzufolge ist die Adhäsionskraft ab eines bestimmten Umformgrades (mit diesem vergrößert sich die Kontaktfläche) zwischen Gesenkform und Partikel dominant. Im Rahmen dieser Arbeit war die Entnahme noch möglich, wenn die Kontaktfläche des Partikels mit der Gesenkform um den Faktor 1,5 größer als die Kontaktfläche zwischen Umformwerkzeug und Partikel war. Die erfolgreiche Entnahme ist primär auf die Einwirkung konzentrierter Elektronenstrahl-Exposition (etwa 5 min bei $U = 5 \text{ kV}$ und einer Blende von $30 \mu\text{m}$) des Kontaktbereichs zwischen Umformwerkzeug und Partikel zurückzuführen. Hierbei wird die Bindung durch Kohlenstoff-

deposition merklich verstärkt. Die übertragbaren Kräfte wären noch größer, wenn die Deposition auf der Gegenseite möglich wäre. Dagegen war die Entnahme durch Hebelbewegungen des Umformwerkzeugs am überstehenden Absatz des teileingeformten Partikels nicht zielführend. Das Partikel wurde aufgrund der

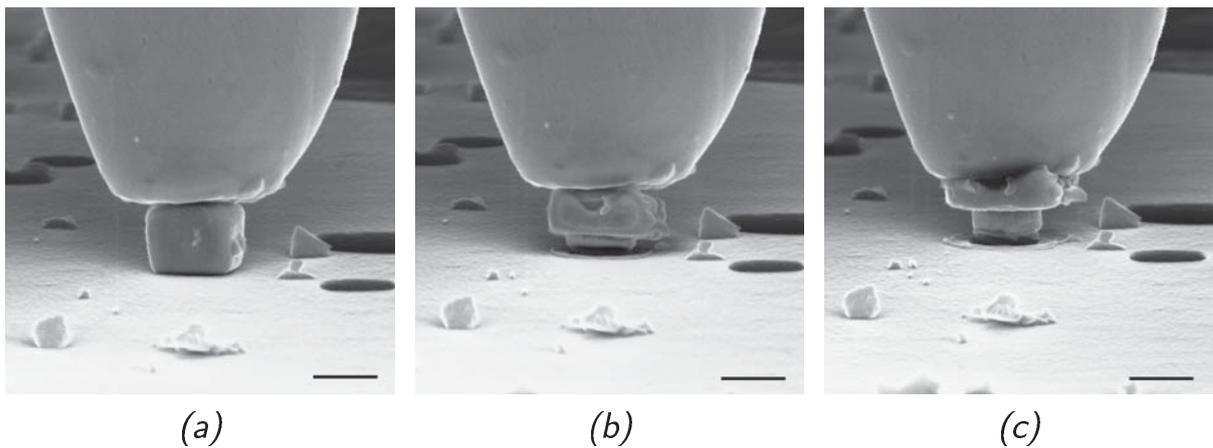


Abbildung 4.52.: Ni_3Al -Partikel vor der Einförmung in eine zylinderförmige Gesenkform in Silizium (a), in einem Zwischenschritt (b) und nach der Entnahme (c) [57]. (Maßstab: 400 nm)

spielfreien Einförmung in der Gesenkform im Bereich der Querschnittsänderung abgeschert oder beschädigt. Abbildung 4.52 zeigt das schrittweise Umformen eines Ni_3Al -Partikels in einer zylindrischen Gesenkform. Nach dem Umformen entsprach die Höhe des zylindrischen Teils mit ≈ 200 nm dem des rechteckigen Absatzes. Abbildung 4.53 zeigt das Ergebnis eines weiteren Umformversuchs. In der Aufsicht (b) ist die nahezu kreisrunde Ausprägung des zylindrischen Absatzes zu erkennen. Da der Umformprozess lediglich aus der Seitensicht (a) erfolgt, ist die Ausrichtung über dem Loch erschwert. Aus diesem Grund ist der zylindrische Absatz nicht zentrisch in Bezug auf den gestauchten, rechteckigen Teil. Im Ausgangszustand betrug die Kantenlänge des Partikels etwa 500 nm. Der zylindrische Absatz hat einen Durchmesser von 440 nm und eine Höhe von 120 nm. Der rechte-

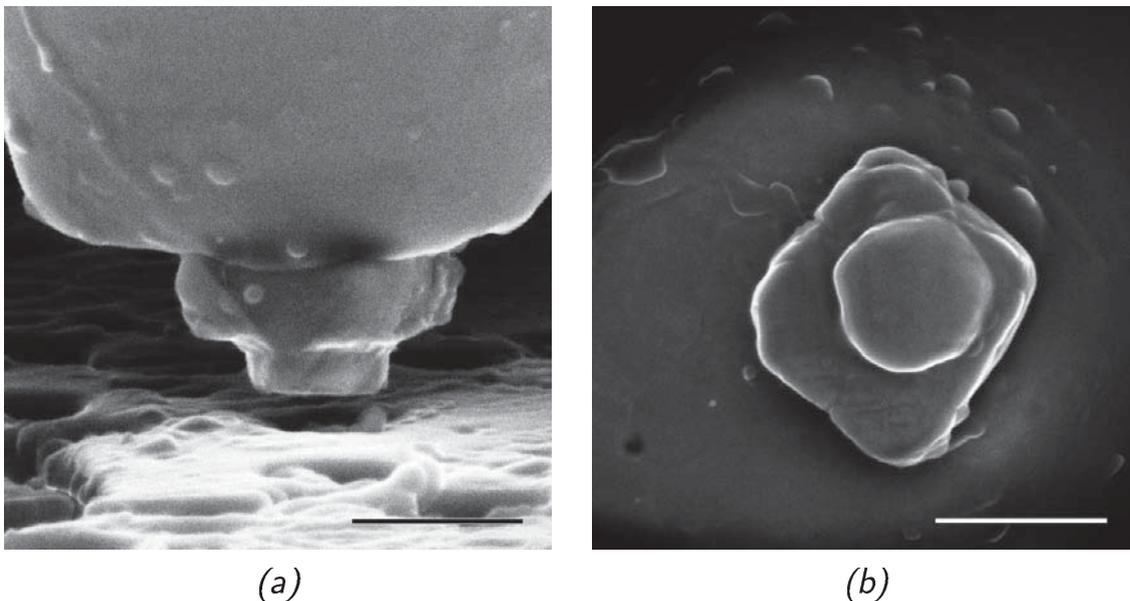


Abbildung 4.53.: Ni_3Al -Partikel nach dem Gesenkformen in der der Seitensicht (a) und in der Aufsicht (b) [57]. (Maßstab: 500 nm)

ckige Teil hat eine Kantenlänge von 730 nm und 630 nm und eine Höhe von 240 nm.

Nach den Vorversuchen wurde das Si-Substrat mit verschiedenen Gesenkformen versehen um definierte Formen aus den Halbzeu- gen herzustellen. Mit den mittels fokussierten Ionenstrahl her- gestellten Formen wurde die Einformbarkeit der Ni_3Al -Partikel in komplexere Konturen untersucht. Es wurden verschiedene Zahnradgeometrien mit einer Formtiefe von 100 nm bis 300 nm in das Si-Substrat eingebracht. In diese Formen wurde das an der Umformfläche des Umformwerkzeugs haftende Ni_3Al -Partikel eingedrückt (siehe Abbildung 4.54 (a)). Zunächst war die Defor- mation des Partikels in der Ausprägung auf wenige Gleitsysteme begrenzt, was sich aber mit dem Kontakt zu der begrenzenden Formkontur änderte und nahezu homogen über diese erschien. Die Formkonturen wurden gleichmäßig ausgefüllt, was auch die mit fokussiertem Ionenstrahl erstellten Querschnitte auf Abbil-

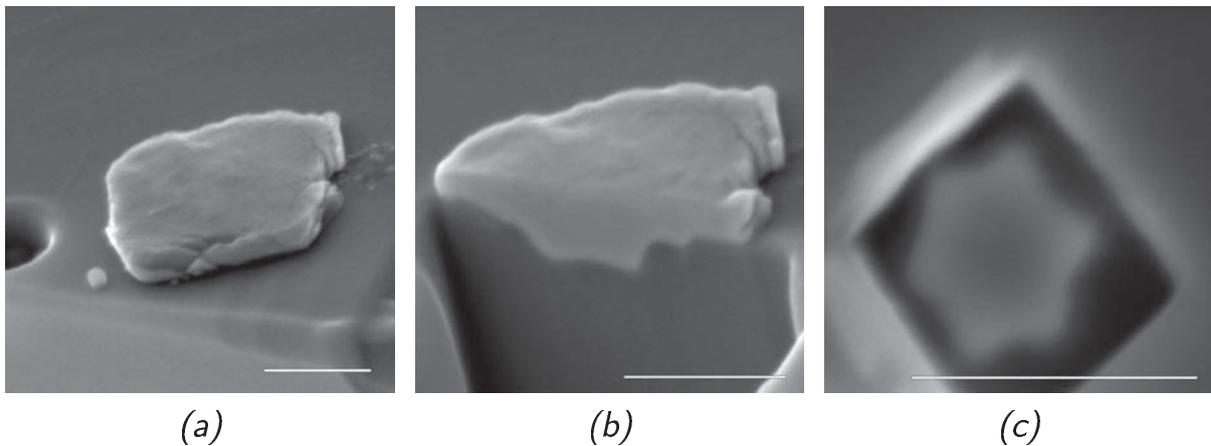


Abbildung 4.54.: In ein Gesenk mit Zahnradkontur eingeformter Ni_3Al -Partikel (a). Schnitt der Gesenkgravur in der Seitenansicht (b). Schnitt einer weiteren Gesenkgravur mit eingeformtem Partikel in der Aufsicht (c). (Maßstab: 500 nm)

dung 4.54 (b) und (c) zeigen. Mit dem Einformen in komplexe Formen vergrößert sich die Kontaktfläche zwischen Form und Partikel. Die Entnahme war aus keiner der auf Abbildung 4.32 gezeigten Formgeometrien möglich. Allein Kontaktkräfte und die Deposition von Kohlenstoff reichten nicht aus. Weitere Möglichkeiten und Lösungsansätze für die Entnahme werden in Kapitel 5.1.3 auf Seite 168 geprüft.

Die Umformflächen von rückfedernden Umformwerkzeugen können mit Gesenkformen versehen werden. Limitierender Faktor in der Gestaltung ist hierbei die Strukturierung in lediglich zwei Achsen. In der dritten Dimension verdeckten bei gegenüberliegenden Gesenken jeweils die eine Formhälfte des Werkzeugs die gegenüberliegende Formhälfte. Völlig geschlossene Formen lassen sich nicht realisieren. Die Versuche wurden mit größtenteils umschließenden Gesenkformen praktiziert. Auf Abbildung 4.55 ist ein Umformwerkzeug mit einer beliebig gewählten Gesenkform zu sehen. Das Fließverhalten und das Umformvermögen wurden hieran untersucht. Das stabförmige Halbzeug formte sich voll-

4. Umformen metallischer Strukturen im Submikro- und Nanobereich

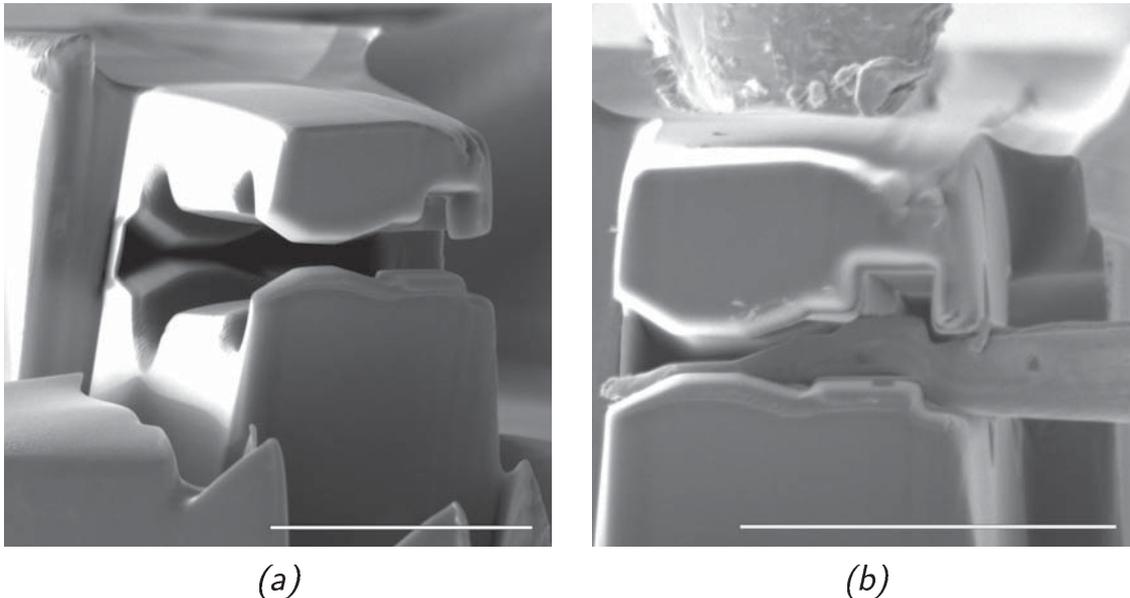
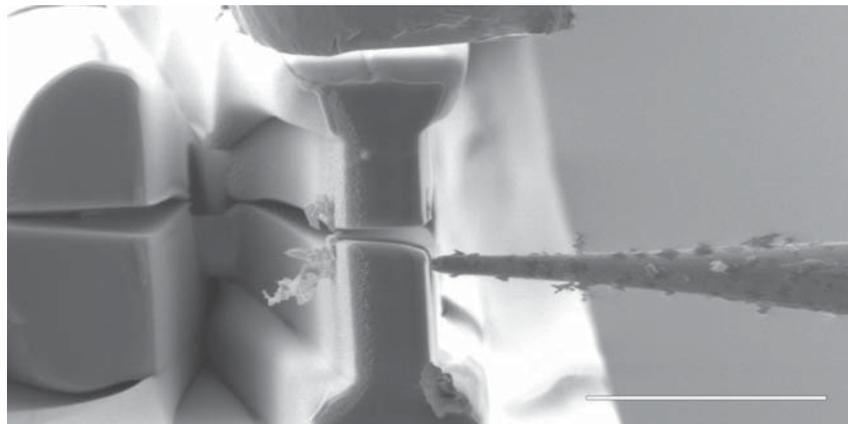


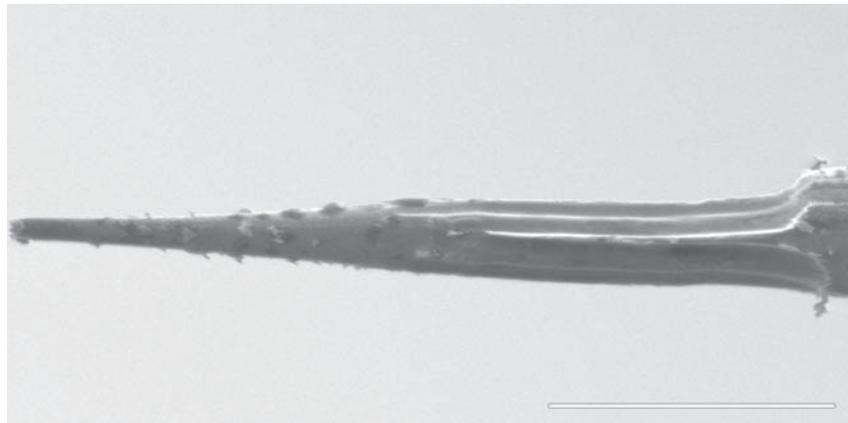
Abbildung 4.55.: Rückfederndes Werkzeug für das Gesenkformen (a). Abbildung der Kontur der Gesenkform auf dem Werkstück (b). (Maßstab: 5 μm)

ständig in die obere und untere Formhälfte ein. Die Übergänge der Gesenkgravur konnten präzise abgebildet werden.

Eine weitere Gesenkform entspricht der eines Rundsattels (siehe Freiformen) mit Innenkontur. Diese Kontur ist einer Innenverzahnung nachempfunden. Entsprechend werden stabförmige Halbzeuge auf den Querschnitt des Rundsattels gereckt und zusätzlich mit einer umlaufenden Zahnkontur versehen. Auf Abbildung 4.56 ist der Aufbau mit dem rückfedernden Werkzeug (a) und das umgeformte Werkstück (b) zu sehen. Diese Geometrie ist als Welle für kraftschlüssige Verbindungen oder als Halbzeug für die Herstellung von Zahnrädern verwendbar. Die unproblematische Entnahme nach dem Umformen sowie die Formgebung in einem oder wenigen Einzelschritten sprechen für die Verwendung der rückfedernden Umformwerkzeuge mit teilweise umschließenden Gesenkformen.



(a)



(b)

Abbildung 4.56.: Rückfederndes Umformwerkzeug mit Innenverzahnung als Gesenkform und stabförmigen Halbzeug in der Vorderansicht (a). Bild (b) zeigt das gefertigte Werkstück mit Außenverzahnung. (Maßstab: 5 μm)

Biegeumformen

Sowohl das Biegen mit manipulatorischen Umformwerkzeugen, als auch das Biegen mit rückfedernden Umformwerkzeugen bieten eine Vielzahl an Möglichkeiten der Gestaltung. Im Rahmen dieser Arbeit wurden das Biegen mit geradliniger Werkzeugbewegung, insbesondere das freie Biegen, das Rollbiegen und das Gesenkbiegen untersucht.

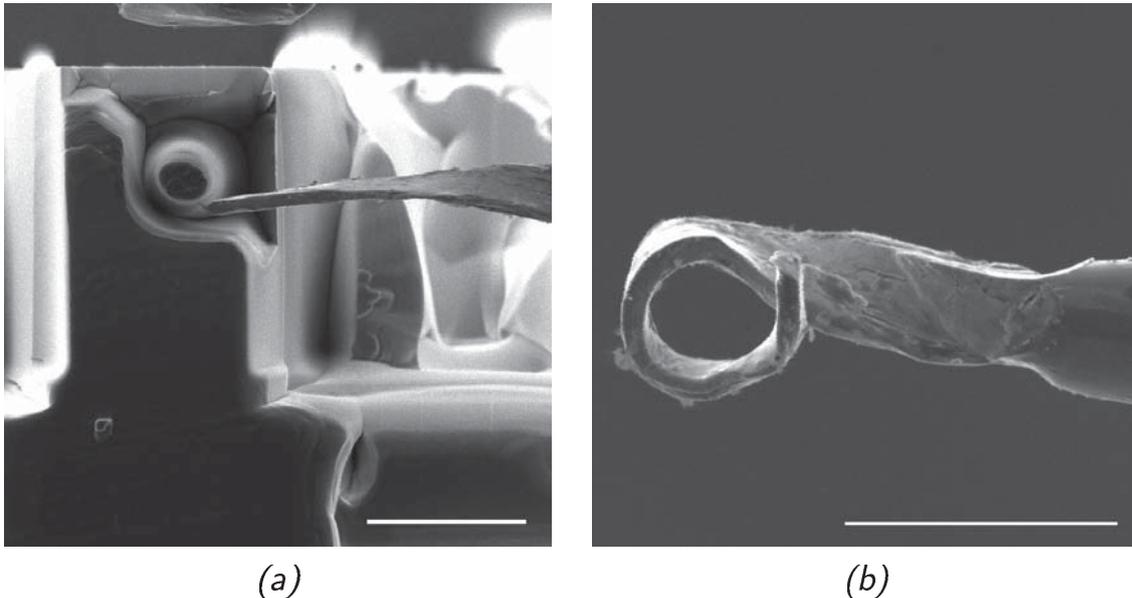


Abbildung 4.57.: Si-Werkzeug für das Rollbiegen mit zylindrischem rückfederndem Biegearm auf Bild (a). Bild (b) zeigt eine mit dem Rollbiegewerkzeug gefertigte Windung aus einem flachgeformten Wolframhalbzeug (um 180° gedreht). (Maßstab: $5\ \mu\text{m}$)

Mit manipulatorischen Umformwerkzeugen kann das freie Biegen leicht an einer Kante des Silizium-Substrats ausgeführt werden. Dazu muss das Halbzeug über die Kante geführt werden und auf Seite der Auflage niedergehalten werden. Das Umformwerkzeug biegt den die Kante überragenden Teil des Halbzeugs durch Druck auf eben diesen überstehenden Teil. Dabei ist ein Abstand zur Kante von mindestens der Halbzeugdicke einzuhalten, da andernfalls das Halbzeug an der Kante abgeschert werden kann. Für das Niederhalten ist ein weiterer Manipulator erforderlich. Wenn sich der Querschnitt des Halbzeugs von der Biegekante an zunehmend erhöht, also hinreichend steif ist, kann auf einen Niederhalter verzichtet werden. Dies ist beispielsweise der Fall, wenn das Halbzeug in einem vorhergehenden Umformprozess abgesetzt wurde und im Bereich des Übergangs (Steifigkeitssprung) in einem zweiten Schritt über einer Kante gebogen wird. Ein integrierter Niederhalter in Verbindung mit einem rückfedernden Umformwerkzeug

wird in Kapitel 5.1.1 auf Seite 157 als Optimierungsansatz vorgestellt.

Das Rollbiegen wurde in abgewandelter Form in Verbindung mit einem rückfedernden Umformwerkzeug realisiert. Der Aufbau ist auf Abbildung 4.57 zu sehen. Das Werkzeug (siehe Abbildung 3.10 auf Seite 59 (b)) wurde durch einen zylindrischen rückfedernden Biegearm (siehe Abbildung 4.57 (a)) erweitert. Wie im Kapitel 3.2.4 auf Seite 59 erläutert, ist das Rollbiegen an eine mit der Länge des Halbzeugs verknüpfte konstante Dicke gebunden. Weiterhin wird ein homogenes Materialverhalten vorausgesetzt. Dagegen ist für flach geformte polykristalline stabförmige Halbzeuge aus Wolfram und Titan ein anisotropes Materialverhalten zu erwarten. Ein Rollbiegen mit gleichmäßiger Einformung des Halbzeugs ist demzufolge nicht gegeben. Aus diesem Grund wurde der Aufbau um den rückfedernden zylindrischen Biegearm erweitert. Dieser übernimmt die Aufgabe, durch Aktivierung mit einem Manipulator, das Halbzeug gleichmäßig in die Rundung des Rollbiegewerkzeugs zu formen.

Beim Gesenkbiegen wird das flache Halbzeug von einem Umformwerkzeug in einem Gesenk gebogen. Dabei kann das Umformwerkzeug direkt manipulatorisch oder rückfedernd ausgelegt werden. Auf Abbildung 4.58 ist das Gesenkbiegen am Beispiel einer halbkreisförmigen Gesenkform und eines flach geformten Halbzeugs aus Wolfram zu sehen. Das Halbzeug hat die Kontur mit guter Übereinstimmung angenommen (siehe Abbildung 4.59). Darauf basierend lässt sich eine Vielzahl von Gesenkbiegeoperationen realisieren.

Schubumformen

Das Schubumformen unterscheidet sich vom freien Biegen insoweit, dass aufgrund des größeren Materialdicke- zu Werkzeugspaltverhältnisses primär Schubspannungen initiiert werden. Da-

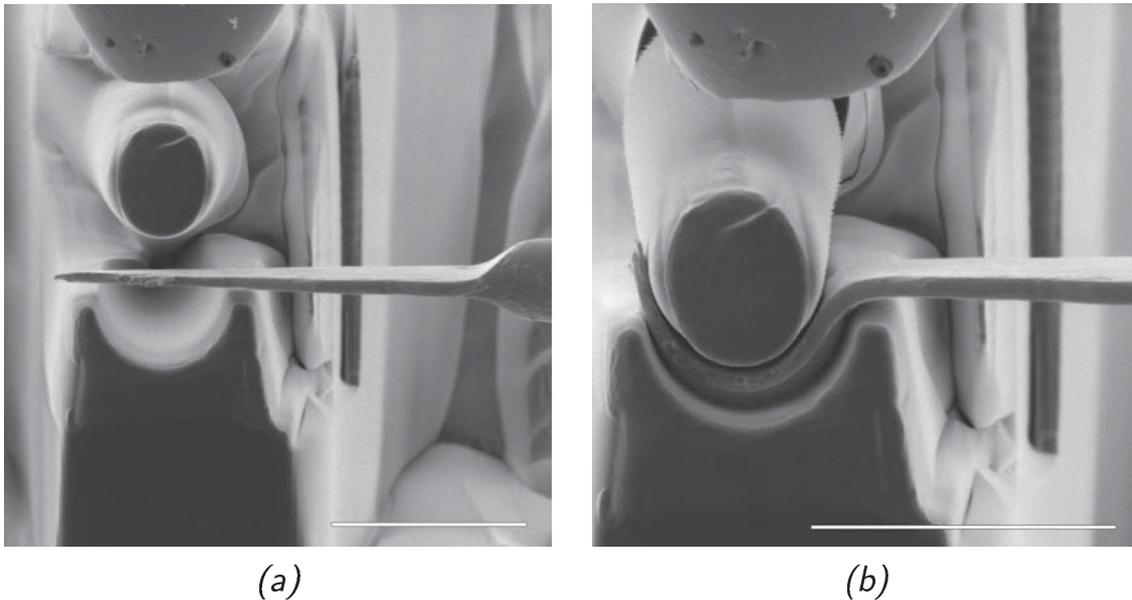


Abbildung 4.58.: Gesenkbiegen mit halbkreisförmiger Gesenkform, vor (a) und nach (b) dem Umformen. (Maßstab: 5 μm)

bei ist der Werkzeugspalt jedoch so groß zu wählen, dass der Materialfluss behindert wird und es zur Stofftrennung (siehe Scherschneiden) kommt. Das Schubumformen kann sowohl mit manipulatorischen, als auch rückfedernden Umformwerkzeugen erfolgen. Die Integration eines Niederhalters kann in Kombination mit rückfedernden Werkzeugen leichter und wirkungsvoller umgesetzt werden.

Zerteilen (Trennverfahren)

Im Rahmen dieser Arbeit wurden das Scherschneiden und das Beißschneiden als Verfahren des Zerteilens im Experiment untersucht.

Das Scherschneiden wurde mit manipulatorischen Werkzeugen realisiert. Auch rückfedernde Werkzeuge eignen sich für diese Anwendung. Der Aufbau ist jedoch aufwändiger in der Fertigung. Die Einstellung eines ausreichend kleinen Abstandes zwischen den Schneiden bei gleichzeitiger hoher horizontaler Steifigkeit

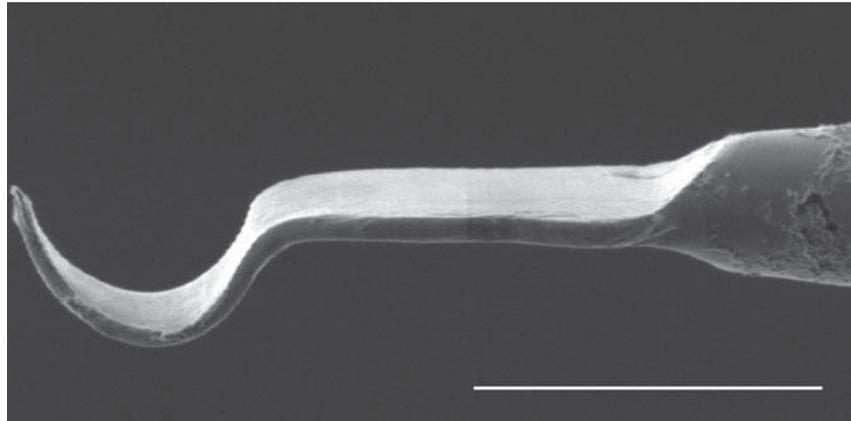


Abbildung 4.59.: Werkstück nach dem Gesenkbiegen in der Übersicht. (Maßstab: 5 μm)

und geringer vertikaler Biegesteifigkeit ist anspruchsvoll in der Planung und zeitintensiv in der Fertigung. Ein Beispiel wird in Kapitel 5.1.1 auf Seite 160 vorgestellt. Beim Scherschneiden wird das Werkstück zwischen gegenläufigen Schneiden zerteilt. Dabei wird das Werkstück jeweils in den Auflageflächen gestaucht. Abbildung 4.60 zeigt das Scherschneiden eines Wolframhalbzeugs mit einem abgeflachten Umformwerkzeug aus Wolfram. Für das Gegenwerkzeug wurde mittels fokussiertem Ionenstrahl eine Kante in Silizium gefertigt. Aufgrund der gleichen Materialpaarung von Halbzeug und manipulativem Umformwerkzeug, deformierte sich das Werkzeug infolge der Belastung. Auf Abbildung 4.60 (b) ist das Halbzeug nach dem Trennen durch Scherschneiden zu sehen. Eine Zugvorspannung des Halbzeugs in y-Richtung unterstützt das Scherschneiden, da die Problematik des Aufbiegens während des Scherschneidens reduziert wird. Die Zugbeanspruchung muss jedoch minimiert werden, wenn der verbleibende Restquerschnitt aufgrund der Zugbeanspruchung anstelle der Scherbeanspruchung verformt. Auf eine Reduzierung der gleichzeitigen Zugbeanspruchung mit abnehmenden Querschnitt ist während des Scherschneidens zu achten. Das Halbzeug in Abbildung 4.60 (b) wurde in Folge zu hoher überlagerter Zugbe-

4. Umformen metallischer Strukturen im Submikro- und Nanobereich

anspruchung (in Richtung der y -Achse) nicht vollständig an der Kante durch Abscheren getrennt, sondern dünnte über den Restquerschnitt des Halbzeugs bis zur Stofftrennung aus. Mit diesem

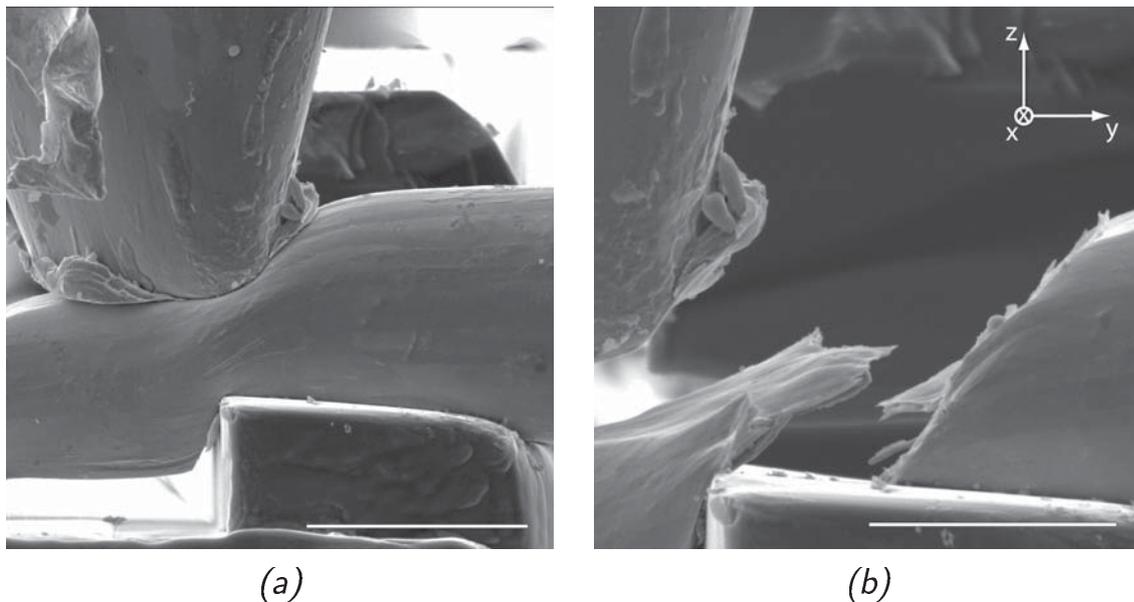


Abbildung 4.60.: Scherschneiden eines Wolframhalbzeugs mit einem Umformwerkzeug aus Wolfram. (Maßstab: (a) $5\ \mu\text{m}$, (b) $3\ \mu\text{m}$)

Versuchsaufbau konnte die Realisierbarkeit des Scherschneidens geprüft werden. Für das häufige Trennen durch Scherschneiden ist die Verwendung eines verschleißfesten manipulativen Umformwerkzeugs mit Si-Plug-in oder die Verwendung eines rückfedernden Werkzeugs aus Silizium ratsam.

Das Beißschneiden wurde im Vergleich mit dem Scherschneiden als das besser geeignete Trennverfahren im Submikro- und Nanobereich bewertet, da das Verfahren leicht mit rückfedernden Umformwerkzeugen umgesetzt werden kann und gleichmäßigere Schnittergebnisse erzielt wurden. Die Herstellung von rückfedernden Werkzeugen kann mit dem fokussierten Ionenstrahl in wenigen Einzelschritten erfolgen. Die Abbildung 4.29 auf Seite 106

zeigt die verschiedene Schritte der Herstellung des Werkzeugs und Abbildung 4.61 (a) zeigt den Aufbau in der Übersicht. Das rückfedernde Umformwerkzeug weist symmetrische Schneiden und einen Schneidenwinkel von etwa 75° auf. Das Zerteilen eines Werkstücks aus Wolfram ist auf Abbildung 4.61 (b) veranschaulicht. Wenn das Werkstück nicht komplett durchtrennt wird,

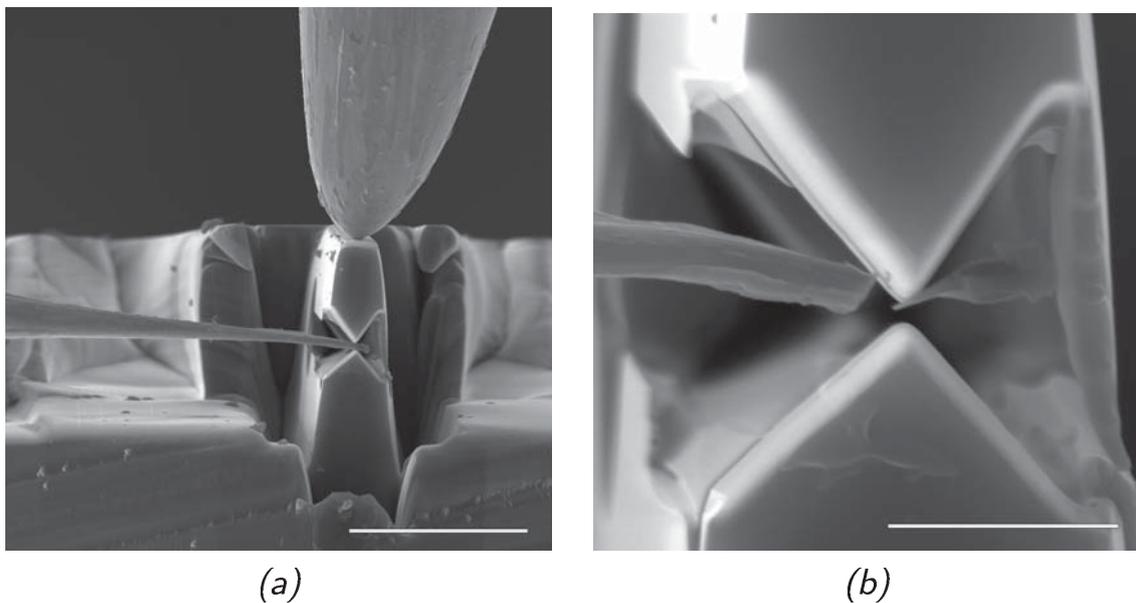


Abbildung 4.61.: Beißschneiden an einem Werkstück aus Wolfram. Bild (a) in der Übersicht und (b) nach dem Beißschneiden. (Maßstab: (a) $10\ \mu\text{m}$, (b) $2\ \mu\text{m}$)

sondern in einem Zwischenschritt um 90° gedreht wird, reduziert sich der Einfluss des anfänglichen Stauchens der Oberfläche. Nach dem Trennen entsteht ein Grat an der Schnittfläche des Werkstücks 4.61 (b). Dieser kann ebenso durch schrittweises Schneiden und Drehen reduziert werden. Auch können einseitig senkrechte oder hinterschnittene Schneidkeilformen die Schnittqualität positiv beeinflussen. Wenn das Werkstück nur teilweise eingeschnitten wird, kann auch davon ausgehend durch Reckumformen ein scharfer Absatz erzielt werden (siehe Abbildung 5.12 auf Seite 165).



4. Umformen metallischer Strukturen im Submikro- und Nanobereich

Im Zusammenhang mit dem Absetzen kann das Messerschneiden die Absatzkante einseitig präzise festlegen. Hierbei bewegt sich ein Schneidkeil auf eine ebene Oberfläche zu und schneidet in das Werkstück ein. Die Schnitttiefe gibt die Absatztiefe vor. Der Absatz wird mit einem Freiformwerkzeug, wie auf Abbildung 3.6 auf Seite 52 (b) gezeigt, erreicht.

5. Weiterführende Untersuchungen als Basis für künftige Forschungsthemen

Im folgenden Kapitel werden zum einen Verfahrensvarianten und Optimierungsmöglichkeiten des Umformens vorgestellt, die im Rahmen dieser Arbeit entwickelt wurden und zum anderen Schnittpunkte mit weiteren Fertigungstechniken aufgezeigt. Dabei wird Bezug zu möglichen Anwendungsfeldern hergestellt. Das Umformen im Submikro- und Nanobereich wurde erstmals in dieser Arbeit anhand einer Vielzahl entwickelter Umformtechniken, Werkzeugen und Halbzeugen beschrieben. Die Untersuchungen im vorhergehenden Kapitel dokumentieren ein weites Feld an Möglichkeiten für das Umformverfahren. Aber auch Grenzen werden aufgezeigt, welche unter anderem durch den Aufbau¹, physikalische Besonderheiten und allgemeine verfahrensbedingte Grenzen bezüglich der Gestaltung, definiert sind. An dieser Stelle setzt dieses Kapitel an, zeigt Verfahrensvarianten auf und bietet Lösungen für weitere Untersuchungen auf dem Gebiet an. Die hier vorgestellten Verfahren, Techniken und Impulse sind, soweit nicht anders gekennzeichnet, im Rahmen dieser Arbeit entstanden.

¹Unter anderem limitiert die Auflösungsgenauigkeit der Manipulatoren in den Rotationsachsen die Anforderung für die Positionierung im Bereich weniger Nanometer. Ebenso begrenzt die Auflösung des fokussierten Ionenstrahls auf etwa 50 nm die Herstellung von Werkzeugen.



5.1. Verfahrensvarianten und Möglichkeiten der Optimierung des Umformens

Neben den im vorigen Kapitel beschriebenen Umformtechniken soll im folgenden Abschnitt die Umsetzbarkeit weiterer Techniken diskutiert werden, um die Grenzen bestehender Verfahren zu erweitern. In Kapitel 3.2 auf Seite 43 wurden Einschränkungen für bestimmte Verfahren genannt, die auf die begrenzte Skalierbarkeit makroskopischer Prozesse, aber auch Restriktionen aufgrund von physikalischen Besonderheiten wie den adhäsiven Kräften beruhen, die im Makroskopischen nicht gegenwärtig sind. Verfahren wie das Walzen und Tiefziehen eignen sich im herkömmlichen Aufbau nicht oder nur bedingt. Unter anderem ist der komplexe Aufbau des Makroskopischen auf den Submikro- und Nanobereich nicht übertragbar und die großen Kontaktflächen z. B. des Tiefziehens erhöhen den ohnehin schon dominanten Einfluss der Kontaktkraft im Mikroskopischen. Abseits von konventionellen makroskopischen Umformtechniken gibt es aber gerade im Submikro- und Nanobereich auch weitere Möglichkeiten der Umsetzung. Hierauf soll eingegangen und Ideen sowie bereits untersuchte Möglichkeiten vorgestellt werden. Im darauffolgenden Teil werden Möglichkeiten der Funktionsintegration betrachtet und weitere Optimierungsansätze aufgezeigt. Im dritten Teil dieses Abschnitts wird die Entnahme aus Gesenkformen diskutiert. Das Gesenkformen ist ein vielversprechendes Umformverfahren, da mit einem oder wenigen Schritten ein vollständiges Bauteil generiert werden kann. In dieser Arbeit konnten präzise Konturen mit hervorragender Formfüllung an Halbzeugen aus Ni_3Al , Wolfram und Titan erzielt werden. Die Entnahme im Submikro- und Nanobereich ist jedoch aufgrund der Kontaktkräfte ein entscheidendes Problem, wenn in komplexen Gesenkformen umgeformt wird. Die hierbei entwickelten Lösungsansätze zur Entnahme der eingeformten Halbzeuge werden vorgestellt und ausgewertet.

5.1.1. Umsetzung weiterer Umformverfahren

Walzen

Der Walzprozess ermöglicht das kontinuierliche Umformen über große Werkstückoberflächen. Dabei ist meist lediglich eine kleine Fläche der Walze im Eingriff (kleines Bissverhältnis), die sich gleichmäßig über die Werkstückoberfläche bewegt und primär eine Werkstücklängung bewirkt. Das Walzen liefert flache blechförmige Werkstücke, die wiederum als Halbzeuge für Verfahren wie das Tiefziehen oder Biegen verwendet werden können und daher das Walzen ins Blickfeld des Interesses rücken. Das Verfahren ist im herkömmlichen Sinne an eine rotatorische, gegenläufige Bewegung der Walzen gebunden. Gleichmäßige, rotatorische Bewegungen mit einer Genauigkeit im Nanobereich lassen sich derzeit nicht realisieren. Auch ist die Steuerung der Höhe des Walzspalts ein bisher ungelöstes Problem.

Alternativ zum kontinuierlichen Walzen mit rotatorischer Werkzeugbewegung kann eine Abrollbewegung die Funktion der Walze simulieren. Im Gegensatz zu dem kontinuierlichen Walzen ist das Werkzeug beim Abrollwalzen aufgrund der plastischen Verformung nicht wiederverwendbar. Dennoch ist das Abrollwalzen neben dem Stauchen derzeit die einzige Methode um freistehende Partikel zu flachen Scheiben umzuformen. Gegenüber dem Stauchen können mit dem Abrollwalzen tendenziell kleinere Materialdicken und gleichmäßigere Oberflächen erzielt werden. Auf Abbildung 5.1 ist das Abrollwalzen schematisch veranschaulicht. Zunächst wird ein stabförmiges Halbzeug (Schritt (1)) mittels Reckumformen zu einem rechteckigen Querschnitt geformt und anschließend beidseitig abgesetzt (Schritt (2)). Dieses wird anschließend als Abrollwerkzeug eingesetzt. Dieses stufenförmige Werkzeug wird durch senkrechten Druck mit einer Querbewegung im Bereich der Spitze, verbogen. Danach wird es auf das umzuformende Halbzeug (Partikel) aufgesetzt und ebenfalls un-

5. Weiterführende Untersuchungen als Basis für künftige Forschungsthemen

ter senkrechtem Druck sowie einer Querbewegung über das Partikel abgerollt (Schritt (3)). Nachdem das gesamte Partikel auf eine

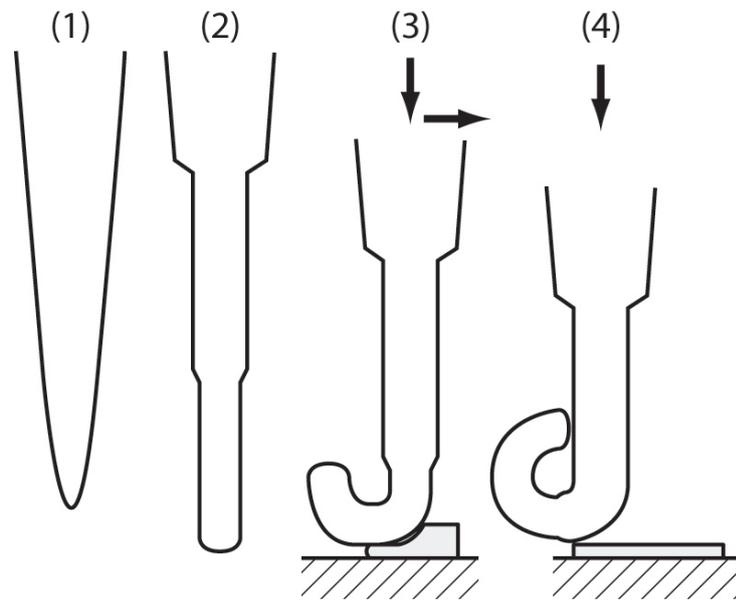


Abbildung 5.1.: Ablauf des Walzens durch Abrollen schematisch.

einheitliche Dicke gewalzt wurde, wird das Werkzeug erneut angesetzt. Da das flach gewalzte Partikel nun eine vergrößerte Oberfläche aufweist, sind für das weitere Umformen erhöhte Kräfte erforderlich. Jetzt greift der Bereich mit dem größeren Querschnitt (Schritt (4)), wobei die Umformkraft steigt. Die Abrollbewegung wiederholt sich wie zuvor beschrieben. Aufgrund des erhöhten Andrucks reduziert sich die Dicke des Partikels. Die Umformkraft folgt demnach aus dem Andruck des Werkzeugs und wird begrenzt durch die plastische Verformung desselben. Die Abrollbewegung führt zu gleichmäßigen Oberflächen.

In ersten Versuchen wurde ein Ni_3Al -Partikel von etwa 400 nm Kantenlänge auf eine Dicke von ca. 30 nm durch Stauchen und Abrollen umgeformt. Das Partikel wurde zunächst in eine zylindrische Lochform vergleichbar mit der auf Abbildung 4.52 auf Seite 135 (b) eingestrichelt. Dadurch ist das Partikel formschlüssig und durch Kontaktkräfte mit dem Substrat verbunden. Als

5.1. Verfahrensvarianten und Möglichkeiten der Optimierung des Umformens

Abrollwerkzeug wurde eine konische Wolframspitze verwendet. Das Wolframwerkzeug wurde leicht verbogen, aufgesetzt und

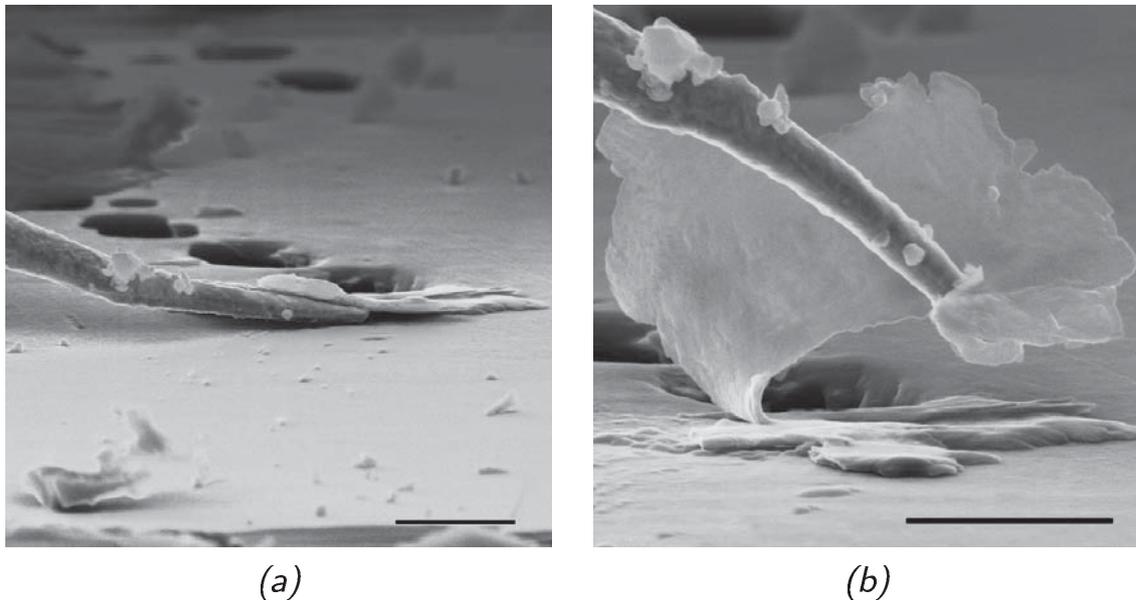


Abbildung 5.2.: Manipulation eines auf etwa 30 nm flach gewalzten Ni_3Al -Partikels. Die Spitze des Manipulationswerkzeugs wird unter dem Partikel positioniert (a) und hebt diesen an (b). (Maßstab: 1 μm)

in mehreren Durchgängen abgerollt. Dabei wurde das Partikel nacheinander in verschiedenen Bereichen flach gewalzt. Auf Abbildung 5.2 (a) ist das mit einer Dicke von 30 nm flach geformte Partikel zu sehen, wie es mit einem Manipulationswerkzeug vom Substrat gelöst wird (siehe Abbildung 5.2 (b)).

Als weitere Möglichkeit blechförmige Halbzeuge zu fertigen, sollen an dieser Stelle Alternativen zum Walzen vorgestellt werden. Im Submikro- und Nanobereich können dünne Schichten, die beispielsweise galvanisch oder aus der Gasphase abgeschieden wurden, durch chemische oder elektrochemische Verfahren von ihrem Substrat gelöst und als blechförmige Halbzeuge für das Umformen eingesetzt werden. Ebenfalls denkbar sind plattenförmige Strukturen, die sich beispielsweise in der Legierung Alloy 718

nach entsprechender Wärmebehandlung als η -Phase [28] ausscheiden und auf gleichem Wege wie die Ni_3Al -Partikel, mittels elektrochemischer Phasenextraktion isoliert und als blechförmige Halbzeuge mit Dicken zwischen 50 nm und 1000 nm verwendet werden können. Neben diesen hier vorgestellten alternativen Herstellungstechniken gibt es viele weitere. Jedoch ist keine Herstellungsrouten für eine Vielzahl an Werkstoffen geeignet, was ein bedeutender Nachteil dieser Techniken ist. Das Umformen durch Walzen kann hingegen nahezu jeden metallischen Werkstoff von einer massiven Ausgangsgeometrie im Submikro- und Nanobereich zu einem blechförmigen Werkstück verarbeiten.

Tiefziehen

Im Makroskopischen ist das Tiefziehen das prädestinierte Verfahren, um Hohlformen aus runden blechförmigen Halbzeugen herzustellen. Aber auch im Submikro- und Nanobereich ist das Tiefziehen von Interesse, wenn beispielsweise Hohlformen als Lager für mechanische Bewegungen oder Behälter für den Wirkstofftransport im menschlichen Körper benötigt werden. Der apparative Aufbau verlangt dabei unabhängige Bewegungen des Niederhalters und des Tiefziehstempels auf kleinem Raum. Auf Abbildung 5.3 ist der Aufbau gezeigt. Die Niederhaltekraft F_N wird dabei so definiert, dass das runde Blech im Übergang der Bodenrundung-Mantelfläche nicht einreißt, aber ausreichend hoch ist, um eine Faltenbildung² im Randbereich zu verhindern. Im Submikro- und Nanobereich ist die unabhängige Bewegung zwei-

²Am Außenrand des Bleches sind die tangentialen Druckspannungen am höchsten. Da das Blech auf den Innendurchmesser des Lochs reduziert wird, muss Material in Dickenrichtung des Blechs verdrängt werden. Infolge kann das Blech zum Rand hin ausknicken, was als Falten 1. Art bezeichnet wird. Ein Niederhalter reduziert die tangentialen Druckspannung, indem eine Druckbeanspruchung senkrecht zur tangentialen Druckspannung erfolgt.

5.1. Verfahrensvarianten und Möglichkeiten der Optimierung des Umformens

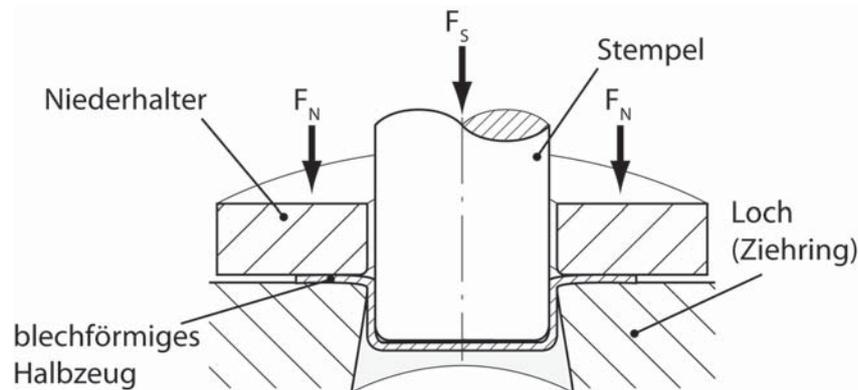


Abbildung 5.3.: Tiefziehen mit Niederhalter. Der Niederhalter drückt mit der Kraft F_N auf den Rand des blechförmigen Halbzeugs, während der Stempel dieses mit der Stempelpkraft F_S in das Loch einzieht.

er Werkzeuge auf derartig limitierten Raum nicht möglich. Im Rahmen dieser Arbeit wurden verschiedene Arten des Tiefziehens untersucht. Zunächst wird auf zwei Varianten des Tiefziehens ohne Niederhalter eingegangen. Hiernach wird eine Möglichkeit zur Lösung mit Niederhalter beschrieben, welche das Prinzip des umlaufenden Niederhalters vermeidet und somit auch im Submikro- und Nanobereich realisierbar ist.

Das Ausformen behälterförmiger Strukturen kann durch Tiefziehen ohne Niederhalter realisiert werden. Dazu ist ein flaches, blechförmiges Halbzeug erforderlich. Das blechförmige Halbzeug wird über einem Loch (Ziehring) positioniert und ein Tiefziehstempel zieht das Halbzeug in das Loch ein (siehe Abbildung 5.4). Ohne Niederhalter vereinfacht sich der Aufbau deutlich, allerdings bringt dieser Aufbau auch Nachteile mit sich. Ohne Niederhalter biegt sich der Rand auf (siehe Abbildung 5.4 (b)). Zudem besteht die Gefahr der Faltenbildung 1. Art, wenn das Verhältnis aus Halbzeugdurchmesser D_0 und Halbzeugdicke d_0 größer als 25–40 ist [92]. Aufgrund der großflächigen Berührung, die mit dem Tiefziehgrad zunimmt, vergrößert sich zudem die Wirkung

5. Weiterführende Untersuchungen als Basis für künftige Forschungsthemen

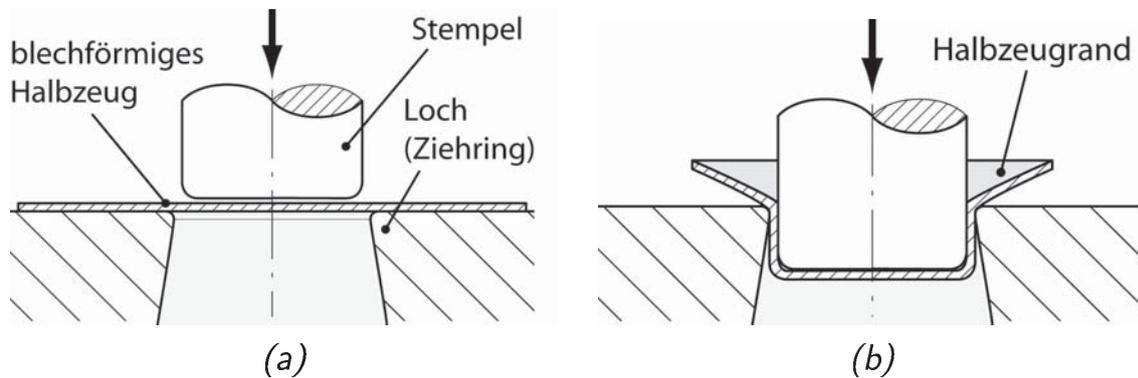


Abbildung 5.4.: Das Tiefziehen ohne Niederhalter ist auf geringe Umformgrade limitiert. Bild (a) zeigt den Aufbau vor dem Tiefziehen und Bild (b) während des Tiefziehens.

der adhäsiven Kraft. Die Zugspannungen sind im Übergang der Bodenrundung zur Mantelfläche am Größten. Ist die Reibung zwischen Loch, Halbzeug und Werkzeug zu groß, könnte dieser Bereich soweit plastisch ausdünnen, dass es zum Versagen durch Ausreißen des Bodens kommt. Für Versuche im Submikro- und Nanobereich kann das Tiefziehen beispielsweise in Lochformen (siehe Abbildung 4.35 auf Seite 112) erprobt werden. Hinterschnittene Lochformen sind für die Anwendung des Tiefziehens optimal³. Eine Möglichkeit der Herstellung dieser Lochformen ist die Bearbeitung eines dünnen Substrates (5–10 µm) mit dem fokussierten Ionenstrahl. Mit diesem wird ein Loch senkrecht zur Oberfläche eingebracht⁴ und erweitert, bis der Durchmesser auf der Gegenseite den gewünschten Wert der Lochform erreicht. Folglich wird von der Gegenseite der Tiefziehprozess ausgeführt. Für die Untersuchungen sollte zunächst ein niedriger Tiefziehgrad gewählt und sukzessive gesteigert werden.

³In hinterschnittene Lochformen ist die Reibung signifikant reduziert, da das Halbzeug lediglich Kontakt im Bereich der Lochkante (Ziehrings) hat.

⁴Dabei entsteht aufgrund der Intensitätsverteilung im Ionenstrahl eine leicht trichterförmige Ausprägung des Lochs, welche von der Gegenseite betrachtet hinterschnitten ist.

5.1. Verfahrensvarianten und Möglichkeiten der Optimierung des Umformens

Als zweite Möglichkeit des Tiefziehens ohne Niederhalter sei das Tiefziehen mit nachgiebigen Kissen oder Stempeln genannt. Diese

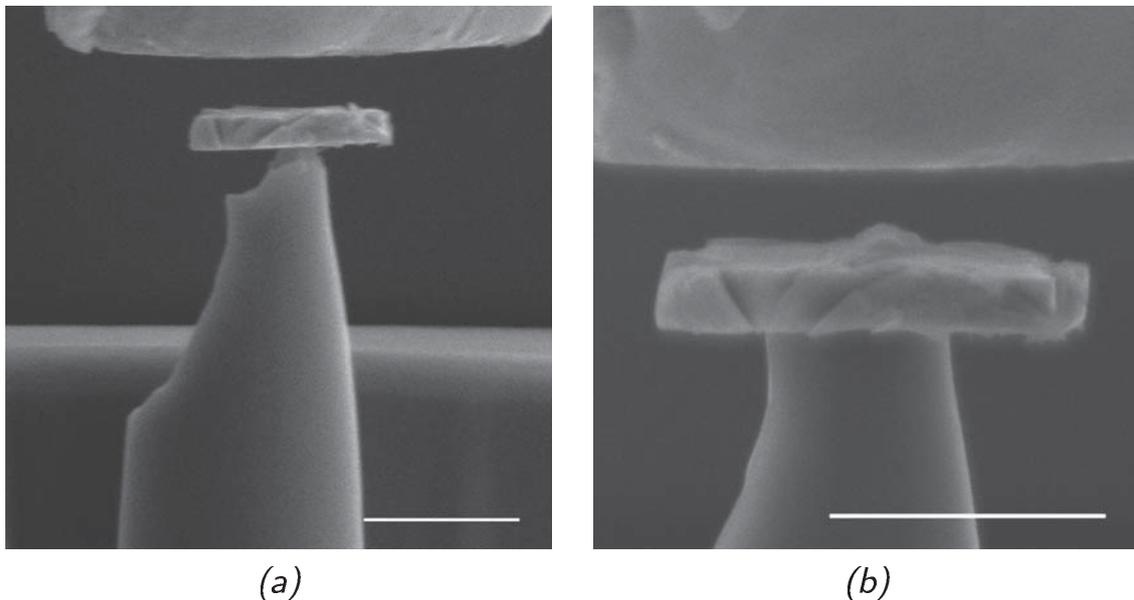


Abbildung 5.5.: Bild (a) zeigt das gestauchte Halbzeug (Ni_3Al -Partikel) auf dem säulenartigen, starren Silizium-Kissen. Im oberen Bildteil ist der nachgiebige Wolfram-Stempel zu sehen. Bild (b) zeigt den Zustand nach dem Umformen. Das flache Ni_3Al -Partikel hat sich erkennbar eingeformt. (Maßstab: $1\ \mu\text{m}$)

Art ist als Variante des Tiefziehens in DIN 8584-3 aufgeführt und im Aufbau dem Zugumformen durch Tiefen (siehe auch Kapitel 3.2.3 auf Seite 57) mit nachgiebigem Kissen (DIN 8585-4) ähnlich. Im Makroskopischen wird ein blechförmiges Halbzeug auf einem Elastomer positioniert und ein konturierter starrer Stempel drückt das Blech in das Elastomer. Dabei formt sich die Stempelkontur auf dem Blech ab. Alternativ kann der Prozess umgekehrt werden, indem ein nachgiebiger Stempel, ein Blech, in eine starre Form einformt. Je nach Ausführung formt eine Zugdruck- oder Zugbeanspruchung das Blech in die Kontur ein. In dieser Arbeit wurde eine Variante für die Anwendung im Submikro- und Nanobereich entwickelt und im Versuch erprobt. Der Aufbau sieht ein

5. Weiterführende Untersuchungen als Basis für künftige Forschungsthemen

starres Kissen aus Silizium und einen nachgiebigen Stempel aus dem im Vergleich zum Silizium duktilem Wolfram vor. Als blechförmiges Werkstück wird ein zu einer flachen Scheibe gestauchtes Ni_3Al -Partikel verwendet. Abbildung 5.5 (b) zeigt den Zustand nach der Belastung mit dem nachgiebigen Wolfram-Stempel. Auf dem Partikel ist eine abgeformte Kontur zu erkennen. Zur Steigerung des Umformgrades kann für künftige Versuche ein nachgiebigeres Stempelmaterial (z. B. Gold) verwendet werden, womit höhere Umformgrade möglich sind.

Eine dritte Lösung sieht die Verwendung eines Niederhalters vor. Der Niederhalter ist aufgrund des begrenzten Arbeitsraums nicht rund ausgeprägt, sondern in Form zweier Biegearme, wie sie von den rückfedernden Umformwerkzeugen bekannt sind. In der schematischen Abbildung 5.6 ist der Aufbau mit einem blechförmigen Halbzeug und einem rechteckigen Stempel gezeigt. Die

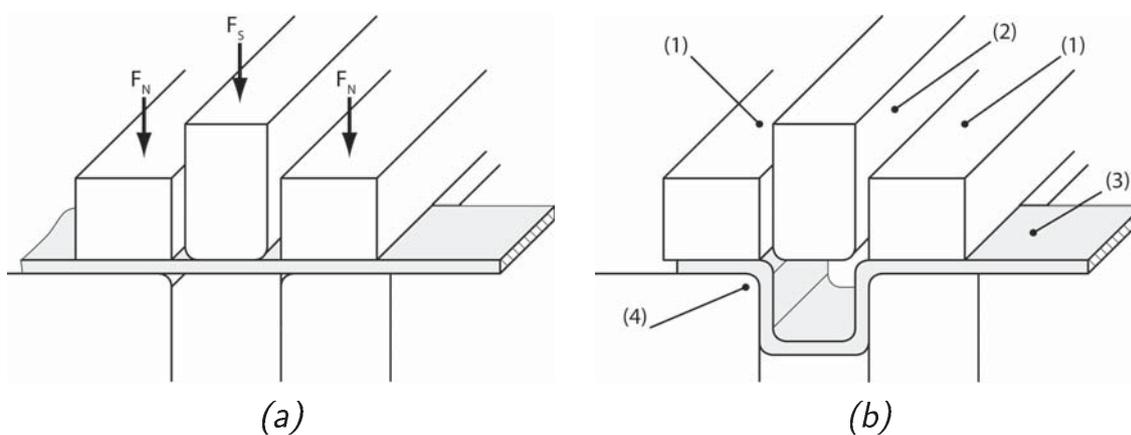


Abbildung 5.6.: Tiefziehen mit Niederhalter. Die Niederhalter (1) drücken mit der Kraft F_N auf den Rand des blechförmigen Halbzeugs (3), während der Stempel (2) dieses mit der Stempelkraft F_S in die Matrize (Vertiefung) (4) einzieht (Bild (a)). Bild (b) zeigt den Zustand nach dem Entlasten.

Funktion des Stempels basiert ebenfalls auf dem Prinzip der rückfedernden Umformwerkzeuge. Zur Versuchsdurchführung wird

das blechförmige Halbzeug zwischen den Niederhaltern und der Vertiefung eingelegt. Die Niederhalter werden mit zwei Manipulatoren gleichmäßig betätigt, sodass die Niederhalter mit der Kraft F_N auf das Halbzeug drücken. Der Stempel wird von einem dritten Manipulator betätigt, drückt mit der Kraft F_S auf das Halbzeug und formt dieses in die Vertiefung ein. Der Versuchsaufbau sollte zunächst aufgrund seiner Einfachheit in der beschriebenen Konfiguration erfolgen. Dieser Aufbau ist für die Messung von Niederhaltekräften und der Stempelkraft ebenfalls von Vorteil. Darauf aufbauend kann mit Verwenden eines runden Stempels und einer runden Vertiefung die Realisierung behälterförmiger Strukturen angegangen werden.

Biegen

In diesem Abschnitt werden Optimierungsmaßnahmen für das Gesenkbiegen und Rollbiegen vorgestellt. Weiterhin wird auf eine mögliche Anwendung des Rollbiegens eingegangen.

Beim Biegeumformen soll die Verformung lediglich auf einen definierten Bereich begrenzt sein. Wird ein stabförmiges Halbzeug über eine Kante gebogen, formt sich dieses nicht exakt um die Kante, sondern biegt sich am unverformten Ende auf. Um ein Aufbiegen des unverformten Endes zu vermeiden, wurde eine Lösung mit passivem Niederhalter entwickelt. Der Niederhalter selbst führt keine Bewegung aus oder wirkt aktiv auf das Halbzeug ein. Auf Abbildung 5.7 ist eine Lösung am Beispiel des Gesenkbiegens veranschaulicht. Das Halbzeug wird zwischen Niederhalter und Biegesattel geführt. Das Halbzeug sollte den Zwischenraum nach Möglichkeit vollständig ausfüllen (siehe Abbildung 5.7 (a)). Das freie Ende des Halbzeugs wird mit einem rückfedernden Umformwerkzeug in das Gesenk eingeformt. Dabei ist die Verformung zu Beginn an der abgerundeten Kante des Biegesattels lokalisiert. Nach Kontakt des freien Endes mit

5. Weiterführende Untersuchungen als Basis für künftige Forschungsthemen

dem Gesenkboden formt sich das Halbzeug zunehmend um die abgerundete Kante des rückfedernden Umformwerkzeugs und schließlich komplett in die Gesenkform ein (siehe Abbildung 5.7 (b)).

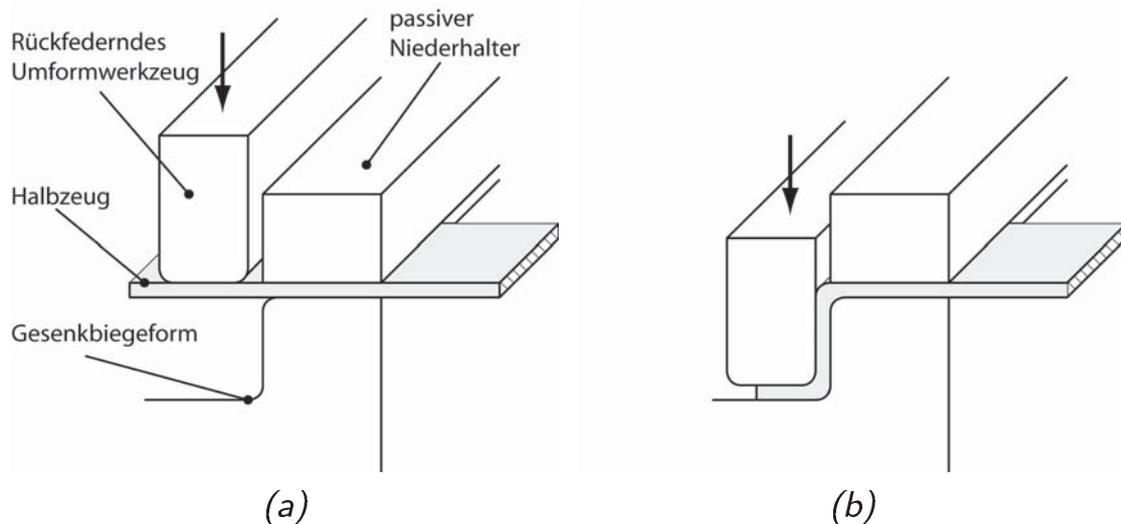


Abbildung 5.7.: Gesenkbiegen mit passivem Niederhalter. Bild (a) vor dem Biegen und Bild (b) nach dem Biegen eines stufenförmigen Absatzes.

Mit dem Rollbiegen kann ein stabförmiges Halbzeug kreisförmig geformt werden. Das stabförmige Halbzeug kann darüber hinaus schraubenförmig, mit mehreren Windungen gebogen werden. Eine solche schraubenförmige Wicklung kann als Spule mit Abmessungen im Bereich einiger Mikrometer beispielsweise für elektrische und magnetische Untersuchungen von Interesse sein. Das Biegen mit Rollbiegewerkzeug wurde im Kapitel 4.3.2 auf Seite 139 für eine vollständige Windung gezeigt. Das Vorgehen zur Herstellung von mehreren Windungen wird nachfolgend beschrieben. Zunächst wird das stabförmige Halbzeug mit dem freien Ende in das Rollbiegewerkzeug geführt (siehe Abbildung 5.8 (a)). Das zylindrische rückfedernde Umformwerkzeug unterstützt das kreisförmige Einformen und wird betätigt, sobald sich das Halbzeug

5.1. Verfahrensvarianten und Möglichkeiten der Optimierung des Umformens

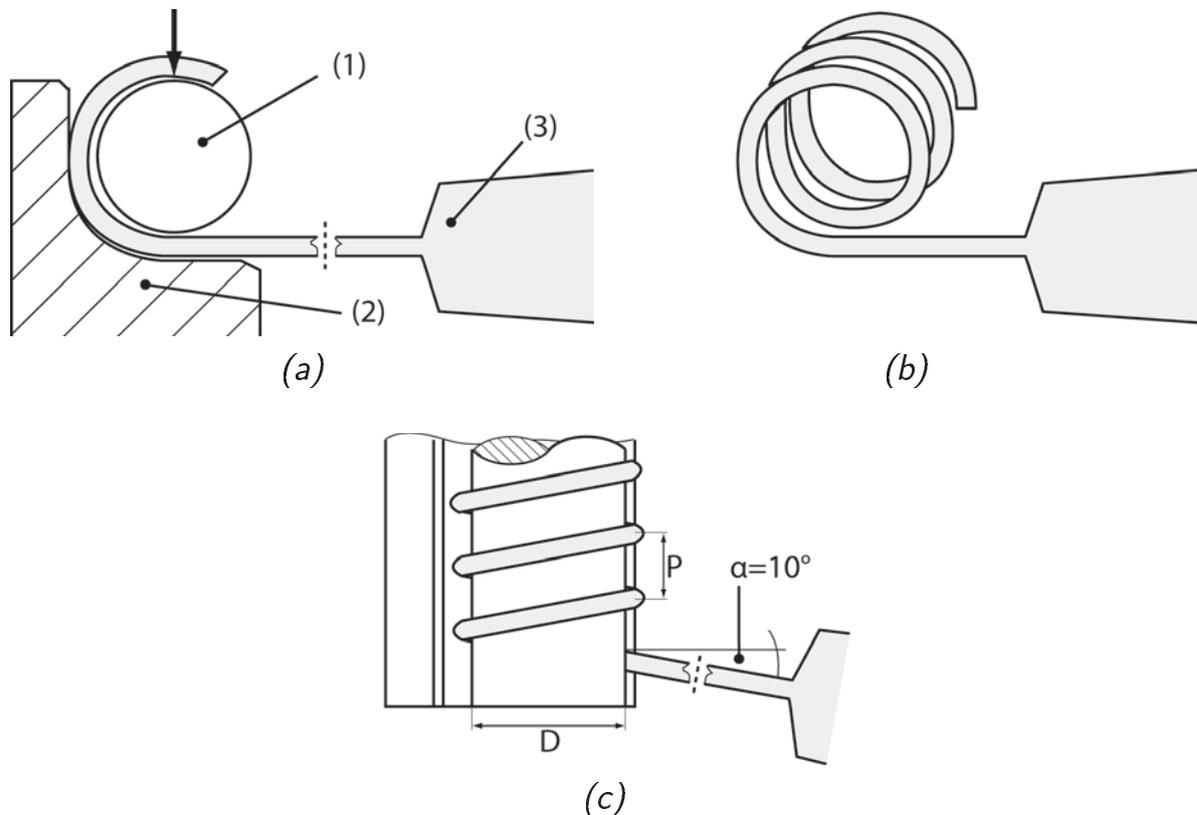


Abbildung 5.8.: Rollbiegen einer Spule. Das stabförmige Halbzeug (3) wird zwischen Rollbiegewerkzeug (2) und zylindrischem rückfederndem Umformwerkzeug (1) geführt (Bild (a)) und zu einer Spule umgeformt (Bild (b)). Wird das Halbzeug unter einem Winkel α in das Rollbiegewerkzeug eingeführt, kann die Steigung der Wicklung eingestellt werden, Bild (c) in der Aufsicht.

der Rollbiegeform nicht gleichmäßig anpasst. Nach einer vollständigen Windung wird das freie Ende am Schnittpunkt vorbei geführt und der Vorgang wiederholt, bis die gewünschte Anzahl an Windungen (siehe Abbildung 5.8 (b)) erreicht ist. Das Vorbeiführen des freien Endes wird mithilfe eines Manipulationswerkzeugs sichergestellt oder, indem das Halbzeug unter einem definiertem Winkel α (siehe Abbildung 5.8 (c)) in das Rollbiegewerkzeug eingeführt wird. Über den Steigungswinkel α lässt sich nach Gleichung 5.1 zugleich die Steigung P , also der Abstand der Windungen, bestimmen und damit die Länge und Windungsanzahl errechnen.



$$\alpha = \arctan\left(\frac{P}{\pi \cdot D}\right) \quad (5.1)$$

Die Ausführung mit mehreren Windungen wird als Wicklung oder Spule bezeichnet. Letztlich wird die Spule vom zylindrischen Biegearm herunter genommen und weiterverwendet. Je nach Größe der Biegeradien des Rollbiegewerkzeugs und des zylindrischen rückfedernden Umformwerkzeugs sowie der Abmessungen des Halbzeugs, erreicht die Spule einen Durchmesser im Bereich einiger Mikrometer. Mit der entsprechenden Kontaktierung kann die Wicklung für elektrische und magnetische Untersuchungen oder als Hochfrequenzspule zur induktiven Erwärmungen genutzt werden. Aufgrund der kleinen Abmessung können lokal kleine Strukturen untersucht oder z. B. wärmebehandelt werden. Die Wärmeenergie wird dazu nicht über Konvektion, Wärmeleitung oder Wärmestrahlung eingebracht, sondern direkt im Material als Folge der Wirbelströme in Oberflächennähe induziert. Bei den gegebenen Bedingungen im Vakuum und bei kleinen Probenabmessungen im Mikro- und Nanobereich ist dies ein wichtiger Vorteil.

Scherschneiden

Am Beispiel des Gesenkbiegens wurde gezeigt, dass ein passiver Niederhalter Umformprozesse vereinfacht oder sogar erst ermöglicht. Für das Scherschneiden ist das Prinzip ebenfalls hilfreich, da die Verformung auf einen kleinen Bereich lokalisiert und die ungewünschte Biegeverformung des Halbzeugs verhindert wird. Nachfolgend wird eine weitere Variante eines Niederhalters vorgestellt. Beim Scherschneiden wird durch das Werkzeug eine ungewollte Biegebeanspruchung auf das Halbzeug übertragen, die mit dessen Fixierung kompensiert werden kann. Zudem darf die Schnittkraft lediglich in einem kleinen Bereich wirken, um eine saubere Mate-

5.1. Verfahrensvarianten und Möglichkeiten der Optimierung des Umformens

rialtrennung ohne starke Verformung der angrenzenden Bereiche zu ermöglichen. Eine Möglichkeit das Halbzeug zu fixieren und mit geringer Materialbeeinflussung lokal zu trennen ist auf Abbildung 5.9 veranschaulicht. Im demonstrierten Fall wird das ko-

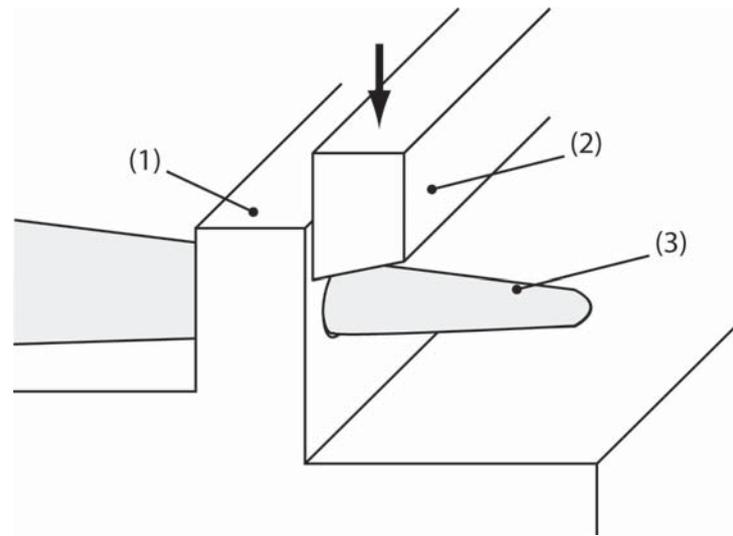


Abbildung 5.9.: Rückfederndes Umformwerkzeug mit Scherschneide (2). Das Halbzeug (3) ist formschlüssig in einem passiven Niederhalter (1) fixiert und wird im Bereich der Spitze getrennt.

nische Halbzeug in die Aufnahme formschlüssig eingeführt und durch ein rückfederndes Umformwerkzeug mit Scherschneide getrennt. Aufgrund der formschlüssigen Fixierung des Halbzeugs im Niederhalter verformt sich das Halbzeug im Schnittbereich und im Bereich der Spitze, während dagegen der angrenzende Bereich des fixierten Halbzeugs nur geringfügig plastisch beeinflusst wird. Das Funktionsprinzip des Niederhalters kann ebenso auf weitere Umformtechniken (Schubumformen, freies Biegen) im Submikro- und Nanobereich übertragen werden.

Eine Variante des Scherschneidens ist das Lochen. Im Rahmen der Arbeit wurden Vorversuche mit einem rückfedernden Umformwerkzeug mit Lochdorn an einem Wolframhalbzeug unternom-

5. Weiterführende Untersuchungen als Basis für künftige Forschungsthemen

men. Dabei sollte das Eindringverhalten des Lochdorns untersucht werden. Für ein vollständiges Lochen muss der Lochdorn durch das Halbzeug hindurch in ein geringfügig größeres Loch in der unteren Formhälfte eindringen. Die Herstellung des rückfedernden Umformwerkzeugs mit Lochwerkzeug ist ungleich aufwändiger als beispielsweise die Fertigung eines rückfedernden Umformwerkzeugs mit Flachsattel. Der Lochdorn wird abwechselnd von der Stirnseite und der Seitenfläche mit sukzessive verringerter Aperturblende des Ionenstrahls⁵ bearbeitet.

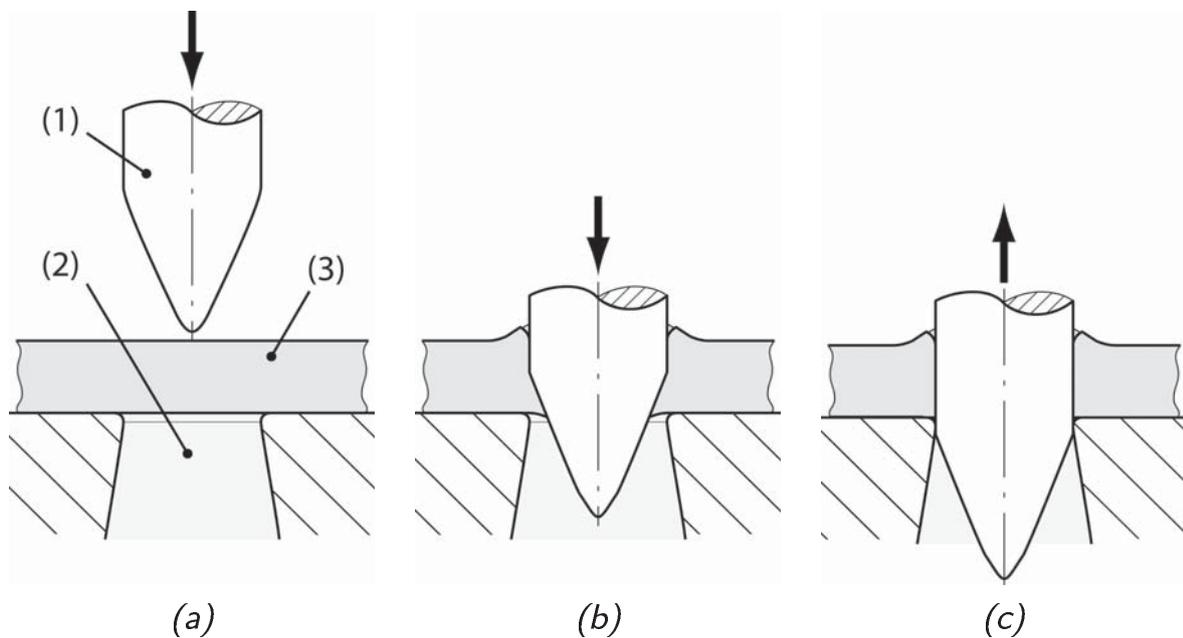


Abbildung 5.10.: Schematische Darstellung des Lochens. Bild (a) zeigt den Zustand vor dem Lochen. Der Lochdorn (1) wird in das Halbzeug (2) gedrückt, wie Bild (b) veranschaulicht. Das Material wird zu den Seiten und zum Teil in das Loch (3) verdrängt. Auf Bild (c) hat der Lochdorn das Halbzeug vollständig durchdrungen.

In dieser Arbeit wurde der Lochdorn des Umformwerkzeugs sich zur Spitze verjüngend ausgelegt, um eine ausreichende Steifigkeit zu gewährleisten (siehe Abbildung 5.10 (a) und Abbildung 5.11 (a)). Der Lochdorn sollte zudem idealerweise durch das Werk-

⁵Die Aperturblende ist ein Maß für den Ionenstrahlstrahldurchmesser.

5.1. Verfahrensvarianten und Möglichkeiten der Optimierung des Umformens

stück dringen und in ein Loch in der unteren Umformfläche geführt werden, wie Abbildung 5.10 (b) und (c) schematisch zeigt. Eine Durchführung für den Dorn im unteren Umformsattel konnte jedoch herstellungstechnisch nicht realisiert werden. Wie beim Gesenkformen ist die Bearbeitung der Umformflächen des rückfedernden Werkzeugs mittels fokussierten Ionenstrahls lediglich in zwei Ebenen möglich. Im Versuch war zu Beginn des Eindringens die plastische Verformung des Silizium-Lochdorns zu beobachten. Die Spitze verformte sich für Silizium ungewöhnlich duktil. Dies konnte in einem Bereich von der Spitze bis zu einer Dicke von etwa 300 nm beobachtet werden. Von Östlund et al. [77] wurde der Übergang des spröden zum duktilen Materialverhalten bei verringerter Fließspannung für einkristalline Silizium-Mikrosäulen von etwa $d = 290$ nm nachgewiesen. Dieses größenabhängige Materialverhalten muss künftig für die Auslegung von Werkzeugen aus Silizium berücksichtigt werden. Mit dem verbleibenden Teil konnte das Werkstück konturiert, jedoch nicht durchdrungen werden (siehe Abbildung 5.11). Trotz der Grenzen, die während der Planung und Umsetzung dieses Verfahrens hervortraten, konnten wichtige Erfahrungen für die Realisierung des Lochverfahrens und generell für die Auslegung von Umformversuchen gesammelt werden. Für das Lochen könnte künftig ein Aufbau mit manipulatorischem Umformwerkzeug vorteilhaft sein. Das Si-Substrat beinhaltet das Loch und das manipulatorische Werkzeug wird in Form eines Lochdorns ausgelegt. Hierbei lassen sich beide Umformflächen (Lochdorn und lochartige Vertiefung) separat und in allen drei Raumrichtungen bearbeiten. Nachteilig sind der erhöhte Fertigungsaufwand und die erschwerte Ausrichtung. Ersteres kann durch die Wiederverwendbarkeit der Werkzeuge kompensiert und Zweiteres durch Hilfsmarkierung mit dem Ionenstrahl im Substrat erleichtert werden.

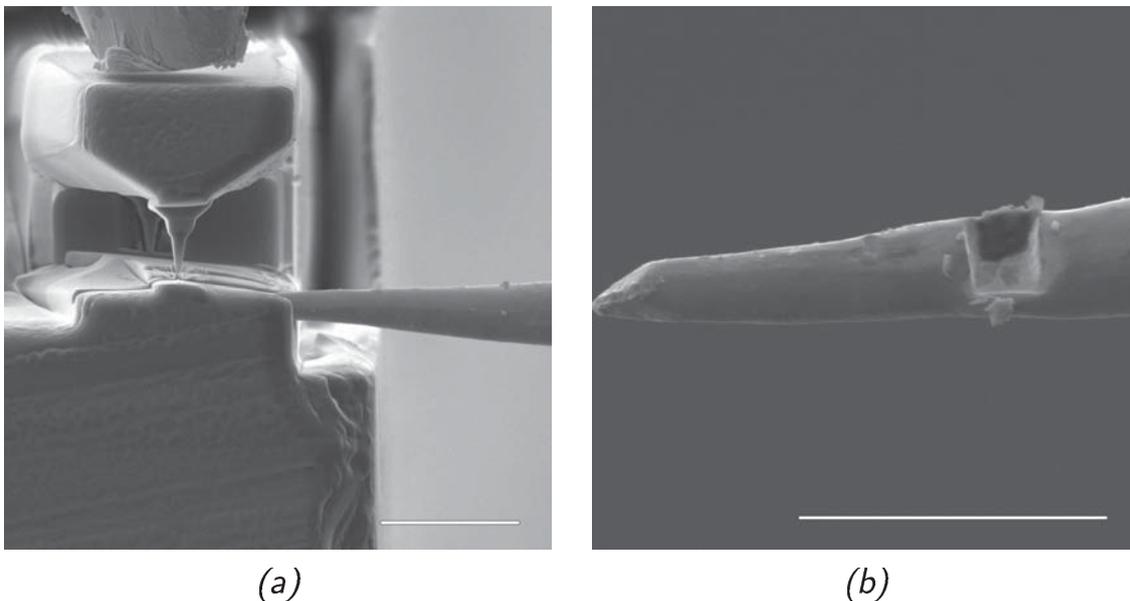


Abbildung 5.11.: Aufbau mit rückfederndem Lochwerkzeug und zum Lochen positioniertem Halbzeug in Bild (a). Nach dem duktilen Versagen im Bereich der Spitze des Dorns wurde das Halbzeug mit dem verbliebenen Dorn konturiert. Das Ergebnis zeigt Bild (b). (Maßstab: 5 μm)

Beißschneiden

Wird die Schneidkeilform beim Beißschneiden (Zerteilen) so verändert, dass eine Seitenfläche senkrecht zur Werkstückoberfläche orientiert ist (einseitiger Schneidkeil), können auch nahezu senkrechte Schnittflächen erzeugt werden. Abbildung 5.12 (a) zeigt einen einseitig senkrechten Schneidkeil während des Zerteilens eines Halbzeugs schematisch. Zudem ist ein Einschneiden des Halbzeugs lediglich zu einem Teil mittels einseitigen Beißschneidens möglich. Danach kann mit einem Umformwerkzeug mit Ballsattel das Halbzeug durch Recken gelängt (siehe Abbildung 5.12 (b)) und mit einem breiten, flachen Umformsattel (siehe Abbildung 5.12 (c)) geschlichtet (eingeebnet) werden. Mit diesem Prinzip können scharfe Absätze beispielsweise an Wellen erzielt werden. Die Auslegung des Schneidkeils wird nachstehend beschrieben. Wäh-

5.1. Verfahrensvarianten und Möglichkeiten der Optimierung des Umformens

rend sich die Schnittkraft bei einem symmetrischen zweiseitigen Schneidkeil auf die Schneide und gleichmäßig auf die Schneidflächen verteilt, wirkt auf den einseitigen Schneidkeil ein Teil der Schnittkraft als Querkraft. Als Folge verformt sich die Schneide elastisch, wenn sie in das Werkstück eindringt. Wird der Keilwinkel weiter reduziert, verringert sich auch die Querkraft, allerdings wird der Schneidkeil anfällig gegen Ausbruch. Im Rah-

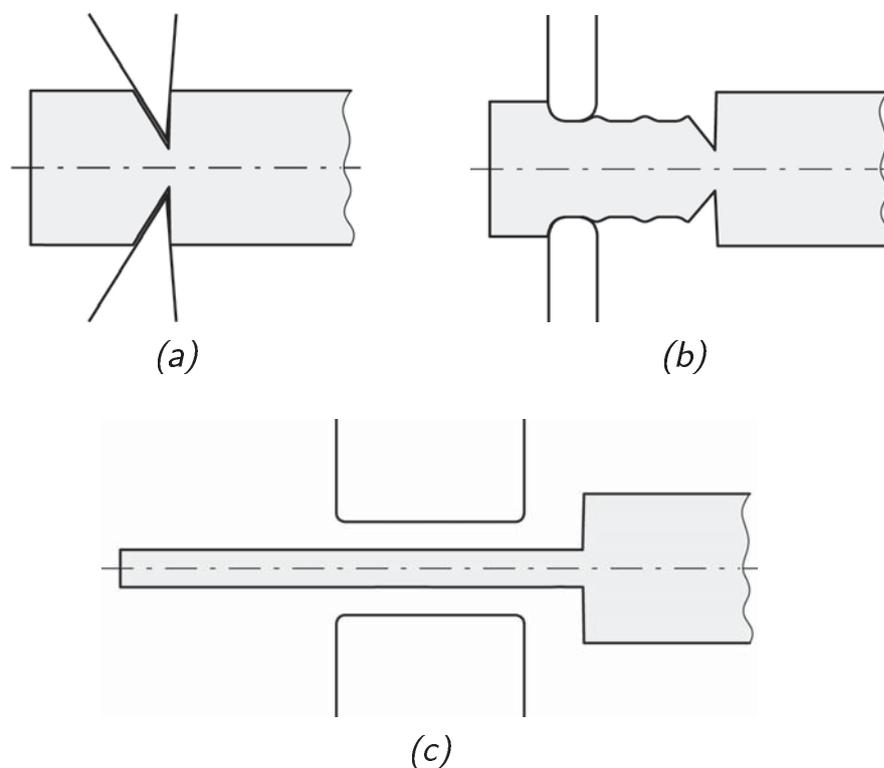


Abbildung 5.12.: Bild (a) zeigt eine Variante des Beißschneidens mit einseitig senkrechten Schneidkeilen. Wenn das Werkstück teilweise eingeschnitten wird, kann durch Reckumformen mit einem Ballsattel, das Halbzeug gelängt (Bild (b)) und anschließend mit einem Flachsattel geschlichtet (Bild (c)) werden. Hierdurch wird ein scharfer Absatz beispielsweise für eine Welle geschaffen.

men dieser Arbeit wurden Versuche mit einseitigem Schneidkeil an einem rückfedernden Umformwerkzeug aus Silizium und stabförmigen Wolframhalbzeugen durchgeführt. Danach ist ein zweiseitiger Schneidkeil mit einer Kombination aus einem flachen 5° -

Keilwinkel und einem steileren 20°-Keilwinkel ein guter Kompromiss für einen stabilen quasi einseitigen Schneidkeil. Zusätzlich kann die Schnittqualität weiter verbessert werden, wenn das Werkstück schrittweise, bis zu einer bestimmten Tiefe, eingeschnitten und nach jedem Schritt um 90° gedreht wird.

5.1.2. Funktionsintegration

Die Funktionsintegration von Werkzeugformen ist eine Möglichkeit für die Optimierung von Arbeitsabläufen. Mit der Funktionsintegration von Werkzeugformen werden zum einen Positionswege verkürzt und zum anderen aufwändige Werkzeugwechsel vermieden. Für einen Werkzeugwechsel muss die Mikroskopkammer belüftet werden. Die Werkzeuge werden ausgetauscht und exakt ausgerichtet. Dies ist zeitintensiv und die Gefahr der Werkzeugbeschädigung oder Fehljustage besteht. Durch die Funktionsintegration von Werkzeugformen wird der Arbeitsaufwand enorm reduziert und die Effizienz des Umformens in der Gesamtheit gesteigert. Bereits im vorhergehenden Kapitel 4.3 auf Seite 113 wurden Möglichkeiten der Werkzeugkombination in Verbindung mit dem Umformverfahren gezeigt. In diesem Teil soll explizit auf das Potential der Kombination von Werkzeugeigenschaften eingegangen werden. Dazu wird zunächst die Kombination verschiedener Werkzeugformen in einem Werkzeug behandelt und hiernach die gestaffelte Anordnung von rückfedernden Umformwerkzeugen als Maßnahme zur Kombination verschiedenartiger Werkzeuggeometrien betrachtet. Die Funktionsintegration ermöglicht die Verwendung eines Werkzeugs für zwei oder mehrere Umformaufgaben. Beispielsweise kann ein Umformsattel in einem Teil einen Ballsattel (siehe auch Sattelformen in Abbildung 3.4 auf Seite 49) und in einem anderen Bereich des Werkzeugs einen ebenen Flachsattel für das Schlichten (Glätten) aufweisen. Das umzuformende Halbzeug muss für die einzelnen Umformope-

5.1. Verfahrensvarianten und Möglichkeiten der Optimierung des Umformens

rationen lediglich in einem kleinen Bereich positioniert werden, wodurch eine schnelle Bearbeitung realisiert werden kann. Abbildung 5.13 zeigt ein rückfederndes Umformwerkzeug, das zwei kreisförmige Formen unterschiedlichen Durchmessers kombiniert. Das Funktionsprinzip ist mit dem rückfedernden Umformwerk-

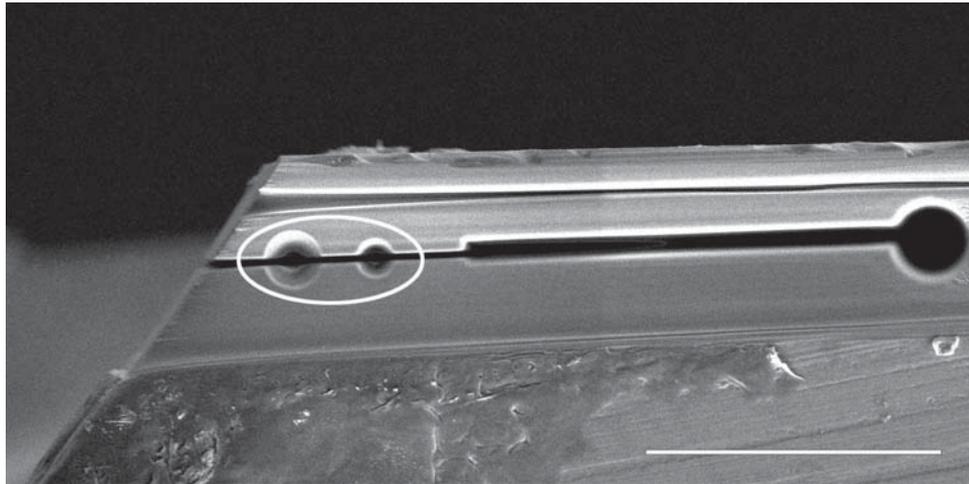


Abbildung 5.13.: Seitensicht eines rückfedernden Umformwerkzeugs mit zwei Rundsätteln verschiedenen Durchmessers (siehe ovale, weiße Markierung) für die schrittweise Querschnittsreduzierung von stabförmigen Halbzeugen. (Maßstab: 30 μm)

zeug mit konischem Rundsattel auf Abbildung 4.48 auf Seite 131 zu vergleichen. Mit diesem Werkzeug kann das Halbzeug gereckt (gelängt) und im Durchmesser reduziert werden. Die Kombination aus zwei Rundsätteln in einem Umformwerkzeug ermöglicht in zwei Schritten eine deutliche Reduzierung des Durchmessers. Auf diese Weise kann aus stabförmigen Halbzeugen mit einem Durchmesser von einigen Mikrometern, in wenigen Schritten ein Draht mit einem Durchmesser von etwa 100 nm und einer Länge im Mikrobereich geformt werden.

Entgegen den in einem Werkzeug kombinierbaren Werkzeugformen lassen sich bestimmte Werkzeuggeometrien herstellungsbedingt oder funktional nicht miteinander verbinden. Mithilfe des fokussierten Ionenstrahls ist es z. B. nicht möglich, ein rückfe-

derndes Umformwerkzeug als Werkzeugkombination aus Flachsattel und Gesenkbiegewerkzeug herzustellen. In diesem Fall ist mit der Staffelung verschiedenartiger Werkzeuge dennoch eine hohe Funktionsdichte ohne Ausbau bedingten Werkzeugwechsel gegeben. Wie auf Abbildung 4.31 auf Seite 109 anhand der versetzten Anordnung eines Reckform- und Biegeumformwerkzeugs gezeigt, lassen sich mehrere verschiedenartige Umformprozesse schrittweise auf kleinem Raum fertigen. Für komplexe Umformprozesse mit vielfältigen Werkzeugen kann der Aufbau nahezu beliebig erweitert werden. Dabei ist die Zugänglichkeit für das stabförmige Halbzeug durch einen ausreichenden Abstand zwischen den Werkzeugen sicher zu stellen. Auf Abbildung 5.14 ist eine denkbare Anordnung mit Werkzeugen für das Rollbiegen (1), das Beißschneiden(2) und das Recken (3) gezeigt.

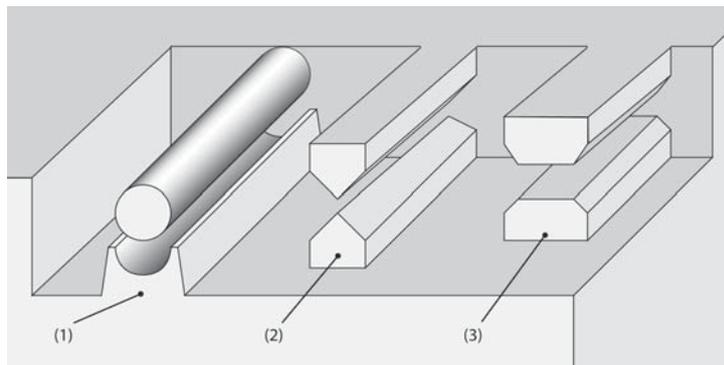


Abbildung 5.14.: Gestaffelte Anordnung mit Werkzeugen für das Rollbiegen (1), das Beißschneiden(2) und das Recken (3).

5.1.3. Entnahme aus Gesenkformen

Das Gesenkformen ist ein vielversprechendes Umformverfahren, da mit einem oder wenigen Schritten ein vollständiges Bauteil generiert werden kann. Daneben konnten in dieser Arbeit, wie im vorhergehenden Kapitel gezeigt, präzise Konturen mit hervorragender Formfüllung an Halbzeugen aus Ni_3Al , Wolfram und

5.1. Verfahrensvarianten und Möglichkeiten der Optimierung des Umformens

Titan erzielt werden. Die Entnahme im Submikro- und Nanobereich ist jedoch aufgrund der Kontaktkräfte ein entscheidendes Problem, wenn in komplexen Gesenkformen umgeformt wird. Teilweise war die Entnahme aufgrund der dominanten Kontaktkräfte zwischen Werkstück und Gesenkform unmöglich. In diesem Abschnitt werden die gefundenen Lösungsansätze in Form verschiedener Techniken der Entnahme aus Gesenkformen vorgestellt. Dabei wird die Entnahme durch Teilung der Gesenkform und mittels Ausstoßmechanismus als mechanische Lösungen diskutiert. Hiernach wird auf das Auflösen der Gesenkform durch chemisches Ätzen eingegangen und abschließend reibungsmindernde Möglichkeiten erörtert.

Die Entnahme des Werkstücks ist erleichtert, wenn die Fläche des Kontaktbereichs zwischen Werkstück und Gesenkform verkleinert bzw. die Kontaktfläche zwischen Werkstück und Werkzeug vergrößert wird. Ersteres kann z. B. in Verbindung mit einer Formteilung erfolgen.

Die Formteilung bezieht sich auf die flächenmäßig größere Gesenkform. In dieser Arbeit handelt es sich dabei stets um die untere Gesenkform (siehe Abbildung 5.15). Für eine Formteilung wird ein Aktuator benötigt, der die Formteilung steuert. Mit diesem wird beispielsweise eine ebene gegen eine starre Fläche verfahren. Der Spalt im Kontaktbereich sollte möglichst klein sein. Für die Herstellung wird im geschlossenen Zustand die Gesenkform mit dem fokussierten Ionenstrahl exakt im Kontaktbereich eingebracht. Das Ni_3Al -Partikel wird in die Gesenkform vollständig eingedrückt. Bewegt der Aktuator die zwei Formteile des Untergesenks auseinander (siehe Abbildung 5.15), kann das Werkstück an dem überstehenden Teil mithilfe eines zweiten Manipulators entnommen werden. Entlang der Formteilung können mehrere verschiedene Gesenkformen in Reihe angeordnet werden, um unterschiedliche Bauteile auf kleinem Raum herzustellen. Der

5. Weiterführende Untersuchungen als Basis für künftige Forschungsthemen

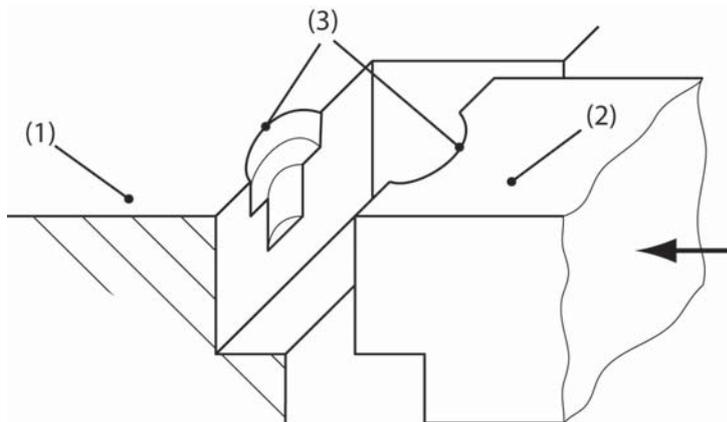


Abbildung 5.15.: Formteilung zur vereinfachten Entnahme von eingeformten Halbzeugen. Dabei bezeichnet (1) das Substrat, (3) die Gesenkformhälften und (2) den steuerbaren Part der Formteilung.

Fertigungsaufwand der Formteilung ist dadurch nur geringfügig erhöht. Fertigungsbedingt sind dennoch Spaltmaße zu erwarten, die je nach Anforderung an die Oberflächenqualität des umgeformten Halbzeugs nachteilig sind.

Als weitere mechanische Lösungsmöglichkeit der Bauteilentnahme aus Gesenkformen sei der Ausstoßmechanismus genannt. Ein Ausstoßmechanismus erfordert eine beiderseits zugängliche Gesenkform (siehe Abbildung 5.16). Bei der Auslegung und Herstellung ist besonders darauf zu achten, die strukturelle Integrität und Funktion der Gesenkform zu bewahren. Der Fertigungs- und Manipulationsaufwand ist hoch. Im Gegensatz zur Formteilung kann lediglich ein Werkstück eingeformt und ausgestoßen werden. Daher ist diese Variante als weniger effizient für die Entnahme von Werkstücken aus mehreren Gesenkformen zu bewerten. Im Hinblick auf das Funktionsprinzip ist der Ausstoßmechanismus dennoch eine vielversprechende Möglichkeit für die Entnahme eingeformter Halbzeuge aus Gesenkformen.

5.1. Verfahrensvarianten und Möglichkeiten der Optimierung des Umformens

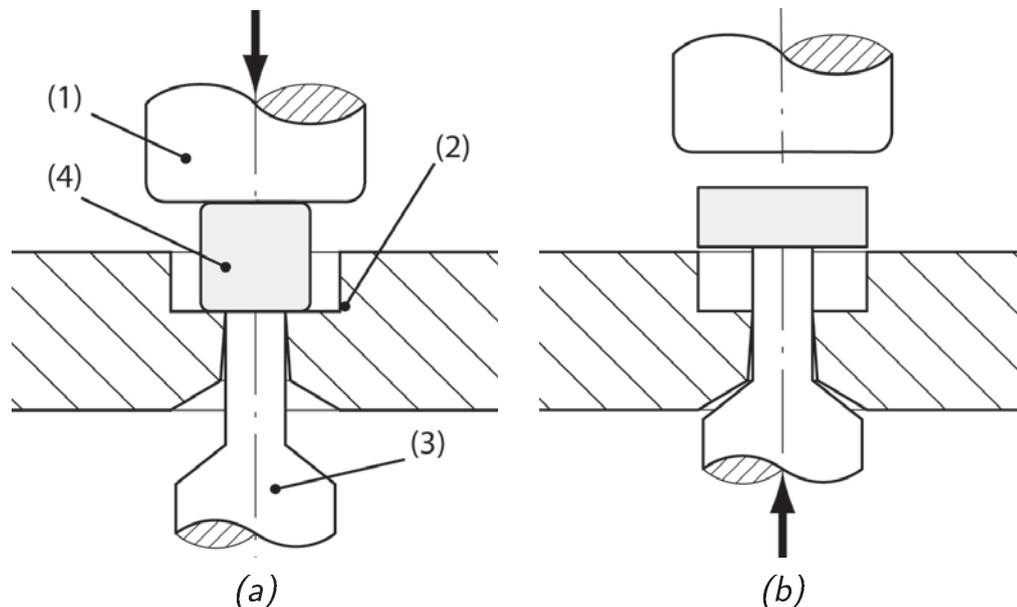


Abbildung 5.16.: Ausstoßmechanismus zur Entnahme aus der Gesenkform. Das Halbzeug (4) wird in die Gesenkform (2) mit dem Stempel (1) eingepreßt (Bild (a)) und danach über den Ausstoßmechanismus (3) aus der Form gedrückt (Bild (b)).

Mit chemischen und elektrochemischen Prozessen ist eine selektive Materialauflösung möglich. Am Beispiel der elektrochemischen Auflösung der γ -Phase in Kapitel 4.2.1 auf Seite 91 wurde dies für die Herstellung freistehender Ni_3Al -Partikel gezeigt. Nachfolgend wird die Anwendbarkeit zur Herauslösung/Entnahme von in Gesenkformen umgeformten Halbzeugen diskutiert. Die selektive Auflösung der Gesenkform ist mit lokal applizierten chemischen Ätzmitteln denkbar. Es ergeben sich mit dem Herauslösen folgende Schwierigkeiten.

Nach dem Herauslösen muss das Werkstück aus dem Ätzmittel oder nach dessen Verdampfen aus den ausgefallenen Produkten entnommen werden. Da das herausgelöste Werkstück klein in Bezug auf den geätzten Bereich ist, wird die Lokalisierung des Werkstücks nahezu unmöglich. Hinzu kommt die Kontamination des Werkstücks mit dem Ätzmittel und Reaktionsprodukten. Die Reinigung ist auf singuläre Strukturen im Submikro- und Nano-

bereich nicht anwendbar. Nach der Behandlung mit Lösemitteln im Ultraschallbad besteht wiederum die Schwierigkeit des Auffindens des Werkstücks. Das Herauslösen kann nicht im Hochvakuum des Elektronenmikroskops erfolgen, da das Ätzmittel aufgrund des geringen Kammerdrucks rasch verdampfen würde. Der Prozess ist im Submikro- und Nanobereich folglich nur indirekt mit konventionellen Lichtmikroskopen zu überwachen und zu steuern. Angesichts der Restriktionen ist die Entnahme durch chemisches Auflösen im Submikro- und Nanobereich ungeeignet.

Eine weitere Herangehensweise zur Entnahme von in Gesenkformen eingeformten Halbzeugen ist der Einsatz reibungsmindernder Schichten. Diese sog. Schmier- oder Trennmittel werden zur Reibungsminderung beim Umformen und besseren Trennbarkeit der Formhälften vom Werkstück verwendet. In der Arbeit von Schloesser [87] wurden vakuumgeeignete Schmiermittel auf Basis von Siliconöl und der ionischen Flüssigkeit [*BMMIM*] [*BTA*] während des Druckumformens (Stauchens) an Ni_3Al -Partikeln untersucht. Das Schmiermittel sollte dabei den adhäsiven Kontakt zwischen Umformwerkzeug und umgeformten Ni_3Al -Partikel reduzieren. Als nachteilig erwiesen sich die unkontrollierte Applikation kleiner Mengen des Schmiermittels und die damit verbundene Kontamination des Aufbaus. Auch konnte keine merkliche Reduzierung der Reibung und der adhäsiven Kräfte ausgemacht werden. Es wird vermutet, dass das Schmiermittel vollständig aus dem Kontaktbereich verdrängt wird [87].

Im Rahmen dieser Arbeit wurde die Verwendung eines festen Trennstoffs untersucht. Vor einem Stauchversuch wurde eine etwa 20 nm dicke Lage Gold auf einem Si-Substrat mit dem Sputter Coater SCD 50 der Firma Bal-Tec AG aufgetragen. Ein Ni_3Al -Partikel mit etwa 500 nm Kantenlänge wurde auf der Goldschicht gestaucht. Dabei zeigte sich, dass die Goldschicht während des Stauchens unter dem Partikel verdrängt wurde. Die hier unter-



5.1. Verfahrensvarianten und Möglichkeiten der Optimierung des Umformens

suchte Goldschicht konnte nicht reibungsmindernd wirken oder die Kontaktkräfte reduzieren.

Dennoch ist die weitere Untersuchung fester Schichten künftig vielversprechend. Die Schichten müssen gut auf dem Substrat haften und sollten eine Dicke von wenigen Nanometern aufweisen. Beispielsweise können mehrlagige Schichten aus Graphen zur Anwendung kommen, die sich durch hohe Festigkeiten auszeichnen. Zwischen den Basalebene des mehrlagigen Graphens sind die Bindungskräfte schwach ausgeprägt und die Basalebene können sich leicht gegeneinander verschieben. Daneben ist das Einbringen von sog. Schmieraschen in die Umformflächen eine weitere Möglichkeit zur Reibungsminderung. Diese definierten Rauheiten würden auch während des Umformens Schmiermittel speichern und zur Verfügung stellen. Nachteilig ist die mit der Rauheit verschlechterte Oberflächenqualität der Umformwerkzeuge, die sich ebenso auf die Umformteile übertragen kann.

Insgesamt ist die Entnahme von umgeformten Halbzeugen aus Gesenkformen mechanisch oder mithilfe von Trenn- und Schmiermitteln lösbar. Die mechanischen Möglichkeiten zur Entnahme umfassen eine gesteuerte Formteilung und einen Ausstoßmechanismus. Die Formteilung erlaubt eine verbesserte Zugänglichkeit durch Teilung der Form. Damit kann das umgeformte Halbzeug mit einem weiteren Manipulator entnommen werden. Von der gegenüberliegenden Seite der Gesenkform erleichtert dagegen ein Ausstoßmechanismus die Entnahme des eingepformten Halbzeugs. Das chemische Auflösen der Gesenkform nach dem Einformen des Halbzeugs in die Selbige wurde aufgrund der mangelnden Steuerbarkeit (limitierte Möglichkeit zur Beobachtung) und der Kontamination mit Reaktionsprodukten als ungeeignet eingestuft. Die Verwendung von mehrlagigem Graphen als reibungsmindernde Schicht ist aufgrund der geringen Bindungskräfte zwischen den Basalebene vielversprechend und sollte in künftigen Versuchen



5. Weiterführende Untersuchungen als Basis für künftige Forschungsthemen

überprüft werden. Weiterhin ist die Verwendung von kleinen Rauheiten, in Form von Schmiertaschen an den Umformflächen der Werkzeuge, zu untersuchen. Das Schmiermittel kann aus diesen Rauheiten nicht sofort verdrängt werden und reduziert die Reibung während des Umformvorgangs.

5.2. Schnittpunkte mit Fertigungsverfahren

In diesem Abschnitt wird auf die Kombination des Umformens mit weiteren Fertigungsverfahren eingegangen. Zu Beginn werden allgemein die Möglichkeiten und Grenzen des Umformens dargestellt, um Anknüpfungspunkte für ergänzende Verfahren zu erörtern. Anschließend wird am Beispiel zweier Bauteile die Verfahrenskombination aus Umformen und der Bearbeitung mit dem fokussierten Ionenstrahl gezeigt.

Gerade in der Einzelteilmontage und Herstellung von Prototypen ist das Umformen ein wichtiges Verfahren, da die Formänderung an einzelnen Halbzeugen individuell und flexibel gesteuert werden kann. Demzufolge ist die Herstellung von Nanodrähten oder dünnen Schichten ebenso über das Umformen denkbar. Zwar beschränkt sich dies auf einzelne Drähte oder Schichten, aber es kann eine Vielzahl verschiedener Materialien prozessiert werden, was in bestimmten Bereichen und in der Grundlagenforschung den Zeitaufwand durchaus rechtfertigen kann. Bereits mit einfachen Werkzeugen (Flachsattel) sind komplexe Bauteilformen realisierbar. Es steht weiterhin eine Vielzahl an Umformwerkzeugen zur Verfügung, um eine große Bandbreite der Gestaltung zu ermöglichen. Die Anwendung des im Rahmen dieser Arbeit vorgestellten Verfahrens im Submikro- und Nanobereich ist für die Einzelteilmontage ausgelegt. Für den hier vorgestellten Aufbau ist die Bearbeitung von mehreren Halbzeugen gleichzeitig durch den manipulatorischen Aufwand begrenzt. Die Umformwerkzeuge können für die Bearbeitung mehrerer Halbzeuge ausgelegt werden, allerdings ist der manipulatorische Aufwand für die Positionierung der Halbzeuge im Submikro- und Nanobereich enorm. Daher liegt der Schwerpunkt des Umformens auf der Herstellung von komplexen, freistehenden, singulären Strukturen. Die Umformschritte können hin zum Bauteil schrittweise in situ im Rasterelektronenmikroskop verfolgt werden. Somit kann die plas-



tische Formgebung direkt überprüft und gesteuert werden. Dies ist ein wichtiger Vorteil gegenüber einer Großzahl anderer Fertigungstechniken im Submikro- und Nanobereich, für die eine unmittelbare und visualisierte Steuerung des Herstellungsprozesses nicht möglich ist. Eine Kombination mit weiteren Verfahren ergibt sich aus den Grenzen des Umformens in Bereichen, in denen z. B. die Geschwindigkeit eines anderen Verfahrens überlegen ist oder das Umformen durch weitere Möglichkeit der Formgebung ergänzt werden kann. Das Umformen ist generell ein gut mit weiteren Fertigungsverfahren zu kombinierender Prozess. Im Folgenden werden mögliche Schnittpunkte diskutiert und Vorschläge für die Realisierung gegeben.

Die Herstellung von Strukturen im Nanobereich ist prozesstechnisch nicht immer im Ganzen steuerbar. Zusätzliche Bearbeitungsschritte werden benötigt, um beispielsweise zu portionieren oder abzulängen. Bezogen auf eine denkbare Anwendung kann das Umformen die Aufgabe der Spezialisierung des Rohmaterials übernehmen. Als hochleitfähige Strukturen für elektrische Bauteile im Submikro- und Nanobereich werden Nanodrähte eingesetzt. Bei der Herstellung dieser wird oft lediglich eine Größenpopulation generiert. Hier kann ein Trennverfahren wie das Scher- und Beißschneiden schnell und individuell Nanodrähte auf die benötigte Länge kürzen. Auch könnten mit dem Beißschneiden einzelne Schichten und Schichtsysteme getrennt oder gekerbt werden. Im Gegensatz zum Trennen mit dem fokussierten Ionenstrahl ist kein schädigender Einfluss⁶ durch Ionenimplantation zu erwarten. Weiterhin ist eine schnelle und einfache Formgebung durch z. B. Absetzen oder Gesenkbiegen gegeben.

⁶Der hochenergetische, fokussierte Ionenstrahl führt zu einer Beeinflussung der oberflächennahen Bereiche, indem die Gitterstruktur verändert und Ga⁺-Ionen implantiert werden (siehe Kapitel 4.2.2 auf Seite 96).

Im Rahmen dieser Arbeit wurde durch eine Kombination von Umformen und der Bearbeitung mithilfe des fokussierten Ionenstrahls die Herstellung eines Werkzeugs für eine Klippverbindung möglich. Die Klippverbindung ist den Fügeverfahren nach DIN 8593-3 zugeordnet. Abbildung 5.17 zeigt das Prinzip im Raster-

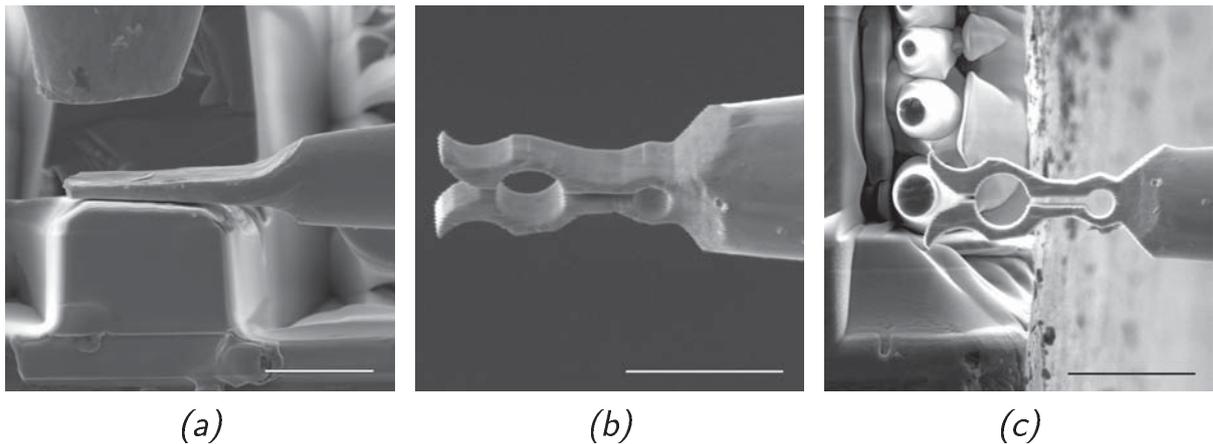


Abbildung 5.17.: Herstellung und Anwendung einer lösbaren Klippverbindung. Reckumformen eines Wolframhalbzeugs mittels manipulatorischem Umformwerkzeug (a). Konturierung mittels fokussierten Ionenstrahls (b) und Anwendung an einer Si-Säule (c). (Maßstab: 5 μm)

elektronenmikroskop. Für die Herstellung der Grundform wurde ein Halbzeug aus Wolfram im Bereich der Spitze gebreitet und flach ausgeformt (siehe Abbildung 5.17 (a)). Anschließend wurde die Endkontur mittels fokussierten Ionenstrahls aus dem flach geformten Bereich herausgearbeitet. Das Werkzeug ist auf Abbildung 5.17 (b) und in der Anwendung vor einer Si-Säule auf Abbildung 5.17 (c) gezeigt. Es kann für kraftschlüssige, lösbare Klippverbindungen eingesetzt werden. Da die Klippverbindung auf der elastischen Dehnung der beiden Klipparme basiert, kann das Werkzeug zudem mehrfach für Manipulationsaufgaben oder Fixierungen verwendet werden.

Ein ebenfalls mechanisches Prinzip, welches mit einem kombinierten Prozess aus Umformen und der Bearbeitung mit fokus-

5. Weiterführende Untersuchungen als Basis für künftige Forschungsthemen

siertem Ionenstrahl realisiert werden kann, ist ein Kugelgelenk. Diese Art der Gelenke sind in der Natur (Wirbeltiere, Insekten) häufig anzutreffen und zeichnen sich durch einen großen Bewegungsspielraum in der rotatorischen Ebene sowie eine Begrenzung in der translatorischen Richtung aus. Nachstehend sei die Umsetzung eines solchen Gelenks im Submikrometerbereich vorgestellt. Im ersten Schritt wird ein stabförmiges Halbzeug in einem rückfederndem Umformwerkzeug mit Gesenkform umgeformt (siehe Abbildung 5.18 (a)). Die Kontur der Gesenkflächen ist die Nega-

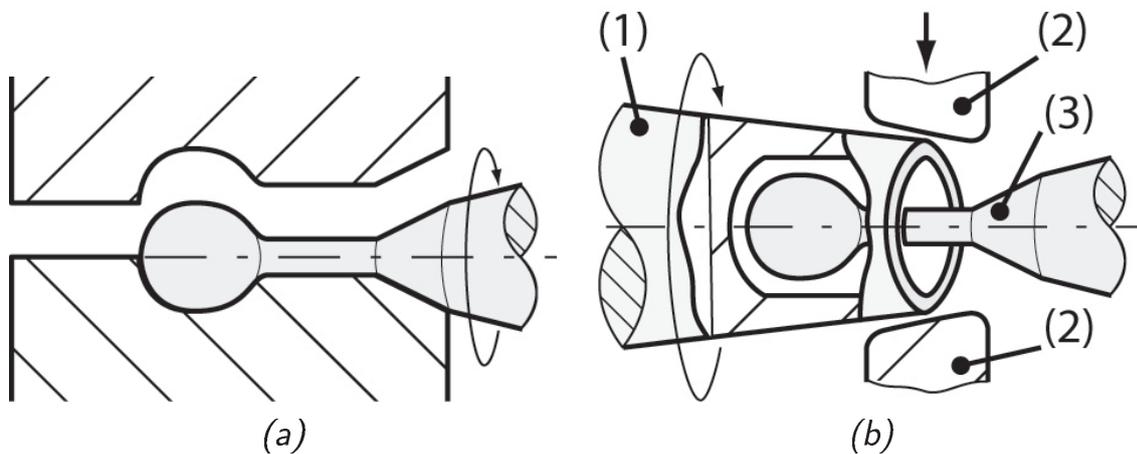


Abbildung 5.18.: Herstellung eines Kugelgelenks. Der Kugelkopf wird in einem rückfedernden Umformwerkzeug mit Gesenkform hergestellt (a). Die Aufnahme wird in Form einer Hülse (1) mit dem fokussierten Ionenstrahl gefertigt. Bild (b) zeigt die Kombination des Kugelkopfes (3) mit der Hülse (1) und das Umformwerkzeug (2) zum Einbiegen des Hülsenrandes, um eine dauerhafte Verbindung sicherzustellen.

tivform des späteren Kugelkopfes. Das Halbzeug wird für eine rotationssymmetrische Ausformung des Kugelkopfes schrittweise zwischen den Umformschritten um die Längsachse gedreht. Im zweiten Schritt wird ein stabförmiges Halbzeug senkrecht zur Längsachse im Bereich der Spitze mit einem Sackloch versehen, sodass eine Art Hülse (Gelenkpfanne) entsteht. Der Durchmesser und die Tiefe des Loches müssen die Aufnahme des Kugelkopfes erlauben. Im letzten Schritt wird der Kugelkopf mit der Hülse

kombiniert. Im Bereich der Öffnung wird die Hülse unter Drehung um die Längsachse schrittweise nach innen gebogen (siehe Abbildung 5.18 (b)). Damit ist der Kugelkopf trotz hoher Beweglichkeit dauerhaft verbunden.

Eine weitere Anwendungsmöglichkeit sind Spitzen für die Rastersondenmikroskopie, welche durch Umformverfahren individuell modifiziert werden können. Beispielsweise lassen sich feine Spitzen oder bestimmte Spitzenformen mit dem Umformen realisieren. Wie in Kapitel 4.3.2 auf Seite 137 gezeigt, ist in Kombination mit rückfedernden Umformwerkzeugen eine große Bandbreite an Formen möglich. Feine Spitzen mit einem Durchmesser von wenigen Nanometern lassen sich durch Trennen mittels Beißschneiden an stabförmigen Halbzeugen erzielen. Wird wie in Abbildung

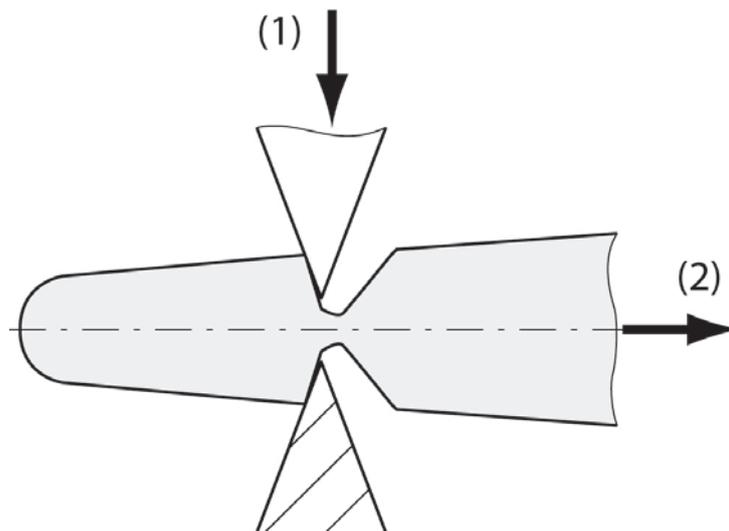


Abbildung 5.19.: Herstellung feiner Spitzen an einem stabförmigen Halbzeug schematisch. Mittels des Beißschneidens (Schritt (1)) und einer anschließenden Zugbeanspruchung (Schritt (2)) dünnt der betreffende Bereich aus.

5.19 während des Trennens die Spitze mit einer Zugbeanspruchung beaufschlagt, kann ein größerer Bereich mit einer geringen Dicke ermöglicht werden. Vereinfacht entspricht dieser Aufbau dem des Längens (siehe Kapitel 3.2.3 auf Seite 57) oder dem eines

5. Weiterführende Untersuchungen als Basis für künftige Forschungsthemen

Zugversuchs. Die keilförmigen Schneiden definieren zunächst den Fließbereich, indem das Halbzeug auf eine Dicke von etwa 20 nm eingeschnitten wird (Schritt (1)). Im nächsten Schritt verbleiben die Schneiden in der Position und fixieren das kurze Ende mit der Spitze. Am anderen Ende wird über den Manipulator eine Zugbeanspruchung eingeleitet (Schritt (2)). Der Querschnitt verjüngt sich infolge der Zugbeanspruchung, bis die Verbindung getrennt ist. Die Spitze kann abhängig vom Material wenige Nanometer aufweisen. Die Relevanz der Technik stützt sich auf Beobachtungen, die im Rahmen dieser Arbeit an Wolframhalbzeugen festgestellt wurden. Auf Abbildung 5.20 wird dies am Beispiel des Reckumformens deutlich. Der Aufbau ist mit dem in Abbildung 4.46 auf Seite 128 zu vergleichen. Nach dem Recken auf einen Querschnitt von etwa 50 nm wird eine Materialtrennung durch eine Zugbeanspruchung herbeigeführt. Die Sattelflächen fixieren dabei die Spitze und der Manipulator leitet die Zugbeanspruchung ein. Der auf wenige Nanometer ausgedünnte und getrennte Bereich ist durch den Pfeil markiert.

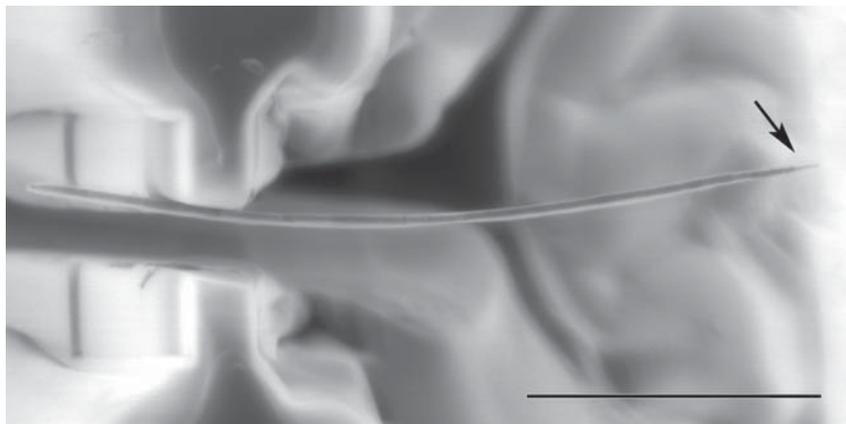


Abbildung 5.20.: Während des Reckumformens auf einen Querschnitt von etwa 50 nm wird eine Materialtrennung durch eine Zugbeanspruchung herbeigeführt. Die Sattelflächen fixieren die Spitze und der Manipulator leitet die Zugbeanspruchung ein. Der auf wenige Nanometer ausgedünnte Bereich ist durch den Pfeil markiert. (Maßstab: 2 μm)



Dieser Abschnitt zeigt die Möglichkeiten und Grenzen des Umformens auf und stellt potentielle Einsatzgebiete vor. Am Beispiel einer im Rahmen dieser Arbeit gefertigten Klippverbindung sowie eines Kugelgelenks wird die Kombination des Umformens und der Fertigung mittels des fokussierten Ionenstrahls demonstriert. Eine Lösung für die Herstellung feiner Spitzen im Bereich weniger Nanometer für beispielsweise die Rastersondenmikroskopie wurde in einem kombinierten Verfahren aus Beißschneiden und Zugumformen vorgestellt. Abschließend lässt sich sagen, dass das Umformen ein großes Potential im Bereich der Einzelteilerfertigung, sprich für die individuelle und flexible Formgebung, hat und gut mit weiteren Fertigungsprozessen kombiniert werden kann. Es ist absehbar, dass sich mit der rasanten Entwicklung im Bereich der Nanotechnik der letzten Jahre auch künftig weitere Anwendungsgebiete durch die Fertigung freistehender, mechanisch relevanter Strukturen mithilfe des Umformens erschließen.



6. Zusammenfassung und Ausblick

In der vorliegenden Arbeit wurde das Fertigungsverfahren Umformen metallischer Strukturen im Hinblick auf die Umsetzung im Submikro- und Nanobereich untersucht. Als eines der ältesten Fertigungsverfahren ermöglicht das Umformen bereits mit einfachen Werkzeugen eine große Formenvielfalt. In altertümlichen Schmieden waren das Werkzeuge wie Hammer, Zange und Amboss. In dieser Arbeit sind die Werkzeuge im Submikro- und Nanobereich analog zum Hammer eine abgeflachte Wolframspitze, zur Zange eine Wolframspitze mit geringem Spitzenwinkel und zum Amboss ein Siliziumsubstrat. Das Umformen lässt eine große Gestaltungsbandbreite zu und erlaubt die individuelle Fertigung von metallischen Bauteilen ohne Material abzutragen, hinzuzufügen oder die chemischen Eigenschaften des Werkstoffs zu verändern.

Im Fokus dieser Arbeit standen die Untersuchung der Umsetzbarkeit sowie die Ermittlung der Möglichkeiten und Grenzen des Umformens im Submikro- und Nanobereich. In Anlehnung an makroskopische Umformverfahren wurden die Umformtechniken aufgegriffen und unter Berücksichtigung der Besonderheiten in kleinen Größenskalen, in modifizierter Form abgebildet. Für eine Vorauswahl der Umformtechniken war eine bewertende Betrachtung in Verbindung mit den Anforderungen der einzelnen Umformverfahren und der Möglichkeiten im Submikro- und Nanobereich erforderlich. Im Verlauf dieser Arbeit wurden unterschiedliche Werkzeuge und Halbzeuge für die Realisierung der Umformtechniken hergestellt und optimiert. Insgesamt konnte gezeigt werden, dass sich eine große Anzahl der makroskopi-

schen Fertigungstechniken auch im Submikro- und Nanobereich realisieren lässt. Aufgrund des hohen Umformvermögens der verwendeten Halbzeuge konnten präzise Konturen abgebildet und hohe Umformgrade $|\varphi| > 2$ erzielt werden. Weiterhin konnten Lösungen und Impulse für zukünftige Forschungsarbeiten sowie Schnittpunkte mit weiteren Fertigungstechniken aufgezeigt werden.

Die Skalierung physikalischer Kräfte, der mechanische Größeneffekt sowie besondere Phänomene, die im Zusammenhang mit den Untersuchungen im Rasterelektronenmikroskop auftreten, wurden eingangs betrachtet und im Verlauf der Arbeit anhand des Umformens im Submikro- und Nanobereich veranschaulicht. Gegenüber dem Makroskopischen wird im Mikroskopischen ein teils drastisch verschiedenes Verhalten beobachtet. Die Gewichtskraft ist gegenüber adhäsiven Kräften vernachlässigbar, Aufladungseffekte in Verbindung mit dem Elektronenstrahl, bestimmen die Manipulation von Objekten und metallische Strukturen weisen eine deutlich erhöhte Festigkeit bei enorm gesteigerter Duktilität auf. Beispielsweise wurden in dieser Arbeit Fließspannungen von 3000 MPa bis 5000 MPa für Ni₃Al-Partikel (300–600 nm Kantenlänge) gemessen, die damit die Werte des Werkstoffs im Makroskopischen deutlich übersteigen.

In Anlehnung an makroskopische Fertigungsprozesse wurden in einer Übersicht der Fertigungsverfahren (Urformen, Umformen, Fügen, Trennen, Beschichten und Stoffeigenschaften ändern) nach DIN 8580 aktuelle Forschungsergebnisse im Mikro- und Nanobereich in die einzelnen Gruppen der Fertigungsverfahren eingeordnet. Für die unterschiedlichen Fertigungsprozesse wurden dabei die Anwendbarkeit und Relevanz als funktionale Strukturen im Mikro- und Nanobereich abgegrenzt und diskutiert sowie Schnittpunkte der einzelnen Verfahren aufgezeigt. Der hiermit gegebene

Überblick der Fertigungsverfahren soll zugleich motivieren, die Eigenschaften verschiedener, bestehender Prozesse für künftige Untersuchungen mit dem Umformen zu verknüpfen.

Das Umformen im Mikroskopischen ermöglicht die Verwendung von Werkstoffen wie z. B. Silizium und Wolfram sowie Werkzeuganordnungen, die im Makroskopischen nicht denkbar sind, und erschließt somit neue Techniken der Fertigung. Der Versuchsaufbau sowie die Herstellung der erforderlichen Werkzeuge und Halbzeuge wurden im Rahmen der vorliegenden Arbeit entwickelt und unterscheiden sich ebenso von den Prozessen im Makroskopischen. Die Versuchssteuerung fand unter Verwendung sog. Mikromanipulatoren für das Umformen und die Manipulation im Rasterelektronenmikroskop statt. Die Piezomotoren der Manipulatoren ermöglichen die Bewegung im Nanobereich in mehrere Bewegungsachsen und erlauben die Positionierung in einem großen Arbeitsbereich. In die Aufnahme der Mikromanipulatoren können Werkzeuge und Halbzeuge in Form eines Drahtes mit einem Durchmesser von $d = 0,5 \text{ mm}$ eingesetzt werden. Neben diesen manipulatorischen Werkzeugen und Halbzeugen werden weitere Werkzeuge hergestellt, die in Verbindung mit den Manipulatorischen ein großes Funktionsspektrum für das Umformen abdecken. Die Fertigung der Werkzeuge und Halbzeuge wird nach der Herstellungsart (elektrochemisch, mittels fokussiertem Ionenstrahl und weiteren Techniken) beschrieben. In einem elektrochemischen Abtragprozess im Bereich der Spitze werden alle manipulatorischen Werkzeuge und Halbzeuge in Form eines $d = 0,5 \text{ mm}$ Drahtes aus reinem Wolfram und Titan hergestellt. Die Spitzen der Umformwerkzeuge aus Wolfram werden auf Spitzendurchmesser zwischen $1 - 5 \mu\text{m}$ und Spitzenwinkel zwischen $20 - 60^\circ$ bearbeitet. Hierdurch wird eine ausreichend hohe Steifigkeit erreicht. Für Manipulationswerkzeuge und Halbzeuge aus Wolfram werden stabförmige Geometrien mit feineren Spitzen-



durchmessern von 100 nm bis 500 nm und kleinen Spitzenwinkeln zwischen 3–20° realisiert. Für Halbzeuge aus Titan wurden Spitzendurchmesser von 500 nm und Spitzenwinkel von etwa 20° erreicht. Die Herstellungsrouten für Titanspitzen ist in dieser Arbeit entwickelt worden und in der Literatur bisher nicht beschrieben. Als freistehende Halbzeuge wurden kubische Ni₃Al-Partikel mit einer Kantenlänge von 300 nm bis 600 nm in einem ebenfalls elektrochemischen Prozess hergestellt, indem die Partikel als γ' -Phase aus der Nickelbasis-Superlegierung CMSX-4 extrahiert wurden. Der fokussierte Ionenstrahl ermöglichte die Herstellung weiterer Werkzeuge aus Silizium. In dieser Arbeit wurde das Federprinzip eines alten Schmiedewerkzeugs („spring swage“) aufgegriffen, modifiziert und in optimierter Form, als rückfederndes Umformwerkzeug mittels fokussiertem Ionenstrahl im Submikro- und Nanobereich, umgesetzt. Drei weitere Herstellungstechniken wurden für Werkzeuge in Form verschiedener Gesenkformen aus Silizium erarbeitet.

Die Anwendung der Umformverfahren im Submikro- und Nanobereich orientierte sich an den theoretischen Vorbetrachtungen des Umformens. Die Wahl und Durchführung der verschiedenen Umformtechniken wurde nach Kriterien definiert, die zum einen durch die physikalischen Besonderheiten im Mikroskopischen und zum anderen durch die apparativen Gegebenheiten charakterisiert sind. Daraus ableitend wurde das Freiformen, das Gesenkformen, das Biegeumformen, das Schubumformen und das Zerteilen detailliert untersucht. Dabei kamen verschiedene Werkzeuge und Techniken für das Umformen der stabförmigen Halbzeuge aus Wolfram und Titan sowie der Ni₃Al-Halbzeuge zur Anwendung. Am Beispiel des Freiformens werden Techniken wie das Stauchen, Anstauchen, Recken und Absetzen beschrieben und mit den manipulatorischen und rückfedernden Werkzeugen an verschiedenen Halbzeugen demonstriert. Enorme Umformgrade von über $|\varphi| = 2$ konnten mit dem Stauchen von Ni₃Al-

Partikeln realisiert werden. Die mit dem Recken erreichte kleinste Objektabmessung liegt im Bereich von 20 nm bis 30 nm. Mit dem Gesenkformen konnten Zahnradgeometrien durch Umformen von Ni_3Al -Partikel formfüllend abgebildet und stabförmige Halbzeuge zwischen Gesenkflächen zu einer Zahnwelle umgeformt werden. Das Biegen wurde unter anderem in Form des Gesenkbiegens eines flachen stabförmigen Halbzeugs zu einer Halbkreisform demonstriert. Weiterhin zeigte das Zerteilen am Beispiel des Beißschneidens das unproblematische Trennen stabförmiger Halbzeuge zwischen Schneidkeilen.

In der vorliegenden Arbeit wurden weiterführende Untersuchungen als Basis für zukünftige Forschungstätigkeiten vorgestellt. Dabei wurden Lösungen problematischer Umformtechniken diskutiert und alternative Möglichkeiten des Umformens vorgeschlagen und ausgewertet. Unter anderem wurden das Zugdruckumformverfahren Tiefziehen und Möglichkeiten der Werkzeugoptimierung für das Biegen und Zerteilen vorgestellt sowie Lösungen für die Werkstückentnahme aus Gesenkformen diskutiert. Ferner werden Schnittpunkte zwischen dem Umformen und weiteren Fertigungstechniken wie der Bearbeitung mit dem fokussierten Ionenstrahl aufgezeigt. In dieser Arbeit wurden dabei Lösungen für mechanische Prinzipien wie ein Kugelgelenk oder eine Klippverbindung im Submikro- und Nanobereich als Beispiele für die Kombination verschiedener Fertigungstechniken entwickelt.

Das in dieser Arbeit vorgestellte Umformverfahren wurde in dieser Weise zum ersten Mal im Submikro- und Nanobereich umgesetzt. Mit dem Umformen lassen sich freistehende metallische Bauteile fertigen. Da massive, hochreine, metallische Halbzeuge¹

¹Im Gegensatz können im Mikroskopischen mit Urformverfahren, auf Basis von Pulvern keine vollständig dichten Werkstücke erzielt werden. Mit dem



umgeformt werden können und keine Beeinflussung der chemischen Zusammensetzung² erfolgt, sind Umformverfahren für mechanisch hochbeanspruchte Nano- und Mikrosysteme künftig von enormer Bedeutung. Neben den mechanischen Eigenschaften können ebenso die elektrischen und magnetischen Besonderheiten von Metallen in Form freistehender Bauteile mit dem Umformen umgesetzt werden. In elektrischen Nanosystemen werden u. a. Nanodrähte verwendet, die über Fertigungsverfahren (z. B. Elektrodeposition in Poren des anodischen Aluminiumoxids) hergestellt werden. Zwar können große Stückzahlen generiert werden, aber individuell geformte Strukturen sind mit diesen und vergleichbaren Fertigungsverfahren nicht realisierbar. Das Umformen könnte diesbezüglich mit dem Zerteilen und Biegeumformen Nanodrähte auf die erforderliche Länge kürzen, in die jeweils benötigte Geometrie biegen und so die Stärken der Nanotechnologie wie hohe Funktionsdichte und geringer Bedarf an Ressourcen ausschöpfen. Weiterhin können metallische Materialien mithilfe des Umformens verarbeitet werden beispielsweise für die Rastersondenmikroskopie, die mit bestehenden Fertigungsverfahren ungenügend präzise oder gar nicht bearbeitet werden können. Durch die innovative Möglichkeit der Formgebung können neue Anwendungen in diesem Bereich entwickelt werden. Solche Nischen gilt es künftig zu erkennen und zu besetzen. In diesem Sinne soll die vorgelegte Dissertation auf das große Potential des Umformens metallischer Strukturen im Submikro- und Nanobereich aufmerksam machen und eine weitere Option der Herstellung erschließen.

Fügen von Bauteilen ergibt sich meist eine Bauteilschwächung im Bereich der Fügeverbindung. Beschichtungsverfahren für hochreine Schichten z. B. durch die Atomlagenabscheidung ALD können keine räumlichen Formen abbilden.

²Beispielsweise ist mit der Bearbeitung mittels fokussiertem Ionenstrahl eine oberflächennahe Veränderung der Gitterstruktur und die Implantation von Ga^+ -Ionen zu beobachten.



Anhang





A. Datenblätter der Mikromanipulatoren MM3A-EM

A.1. Freiheitsgrade und Arbeitsbereich der Mikromanipulatoren

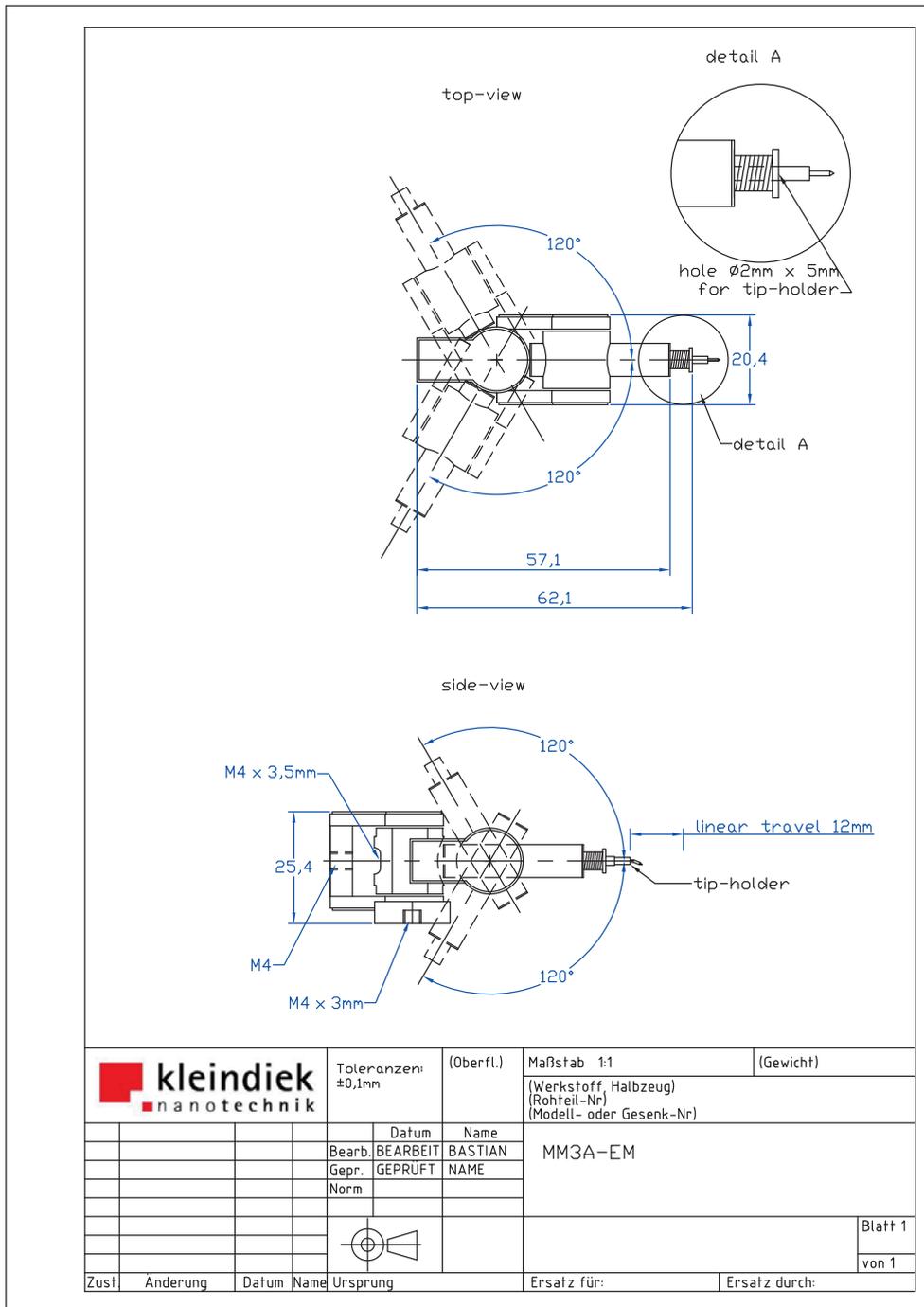


Abbildung A.1.: Freiheitsgrade und Arbeitsbereich der Mikromanipulatoren (Verwendung mit freundlicher Genehmigung der Kleindiek Nanotechnik GmbH) [51].

A.2. Technisches Datenblatt der Mikromanipulatoren

Scanning Electron & Focused Ion Beam Microscopy

MM3A-EM Micromanipulator

More compact and more flexible

- Small and practical
- Plug-and-play system with modular components
- Interfacing solutions for most SEM/FIB instruments (including load lock)
- Fast setup and removal
- Effortless work with multiple manipulators
- Useful plug-in tools

Clearer and simpler

- Result-oriented operation which leads to increased throughput
- Intuitive control interfaces and software
- User-friendly and easy to learn
- Quick and easy probe tip exchange
- Compact, stand-alone electronics
- Pioneering cabling technology with compact vacuum feedthrough

More robust and more stable

- Compact construction delivers higher resonance frequencies
- Excellent stability
- Low drift (1 nm/min)
- Reliable operation (one year endurance test)
- Virtually unsusceptible to vibrations
- Fast pre-positioning by hand

Faster and more precise

- No backlash or reversal play
- Sub-nanometer resolution (0.25 nm)
- Extensive working range (100 cm³)
- No "blind axis" like with cartesian systems
- Coarse and fine displacement in one drive
- High operating velocity (up to 10 mm/sec)

Technical specifications

- Length 62.1 mm
- Width 20.4 mm
- Height 25.4 mm
- Weight 45 g
- Operating range AB 240°
- Operating range C 12 mm
- Piezo range A 4×10^{-4} rad (20 μ m)
- Piezo range B 4×10^{-4} rad (15 μ m)
- Piezo range C 1 μ m
- Speed AB up to 10 mm/s
- Speed C up to 2 mm/s
- Resolution A 10^{-7} rad (5 nm)
- Resolution B 10^{-7} rad (3.5 nm)
- Resolution C 0.25 nm
- Holding force 1 N
- Holding torque 3 to 4 Nmm
- Lift Y 5 g
- Probing current range 10 nA to 100 mA
- Maximum probing voltage 100 V
- Probing signal resistance 7.0 Ω
- Temperature range 273 K to 353 K
- UHV version 273 K to 393 K
- Low temp. version 77 K (4 K) to 393 K
- Lowest pressure 10^{-7} mbar
- UHV version 2×10^{-10} mbar
- Mounting M4 tapped hole
- Material Stainless steel, aluminium

A = LEFT/RIGHT
B = UP/DOWN
C = IN/OUT

* Requires special control unit

Contact us at
info@nanotechnik.com
or find your local agent at
www.nanotechnik.com



Abbildung A.2.: Technisches Datenblatt der Mikromanipulatoren MM3A-EM (Verwendung mit freundlicher Genehmigung der Kleindiek Nanotechnik GmbH) [52].



B. Internes Bildnummernverzeichnis

Zuordnung der mikroskopischen Aufnahmen zu den internen Bildnummern des Instituts für Werkstoffe:

Abbildung 1.1: G11-01391 & G11-01386	2
Abbildung 4.8: G11-11551	75
Abbildung 4.11: Bild (a) G11-06047 & Bild (b) G11-06048	79
Abbildung 4.14: Bild (a) G13-00551 & Bild (b) G13-00550	82
Abbildung 4.15: Bild (a) G13-00734 & Bild (b) G13-00736	83
Abbildung 4.16: G13-00541	84
Abbildung 4.17: Bild (a) G14-05306 & Bild (b) G14-05055	87
Abbildung 4.18: Bild (a) G14-02887 & Bild (b) G14-03014	89
Abbildung 4.19: Bild (a) G14-05318 & Bild (b) G14-05317	90
Abbildung 4.20: Bild (a) G10-4670 & Bild (b) G10-4854	93
Abbildung 4.22: G10-4922	96
Abbildung 4.24: Bild (a) mill_046 & Bild (b) mill_050	99
Abbildung 4.27: Bild (b) mill_271	103
Abbildung 4.29: Bild (a) mill_144 & Bild (b) mill_146 & Bild (c) mill_150	106
Abbildung 4.30: mill_759	108
Abbildung 4.31: mill_268	109
Abbildung 4.32: Bild (a) mill_037 & Bild (b) mill_038	110
Abbildung 4.35: Bild (a) G09-0936 & Bild (b) G09-0929 & Bild (c) G11-06897	112
Abbildung 4.36: Bild (a) G09-3701 & Bild (b) G09-3703 & Bild (c) G09-3705	114
Abbildung 4.37: G12-00971	115
Abbildung 4.38: Bild (a) G11-11119 & Bild (b) G11-11127 & Bild (c) G11-11130	118



Abbildung 4.39: Bild (a)G11-06371 & Bild (b) G11-06372 & Bild (c) G11-06373	119
Abbildung 4.40: Bild (a) G11-08081 & Bild (b) G11-08084 & Bild (c) G11-08087	120
Abbildung 4.41: Bild (a) mill_615 & Bild (b) mill_626	121
Abbildung 4.42: Bild (a) mill_308 & Bild (b) mill_309	122
Abbildung 4.43: Bild (a) mill_741 & Bild (b) mill_744	125
Abbildung 4.44: Bild (a) mill_801 & Bild (b) mill_826	126
Abbildung 4.45: Bild (a) mill_718 & Bild (b) mill_728	127
Abbildung 4.46: Bild (a) mill_738 & Bild (b) mill_796	128
Abbildung 4.47: mill_868	129
Abbildung 4.48: Bild (a) mill_371 & Bild (b) mill_383	131
Abbildung 4.49: Bild (a) mill_389 & Bild (b) mill_394	132
Abbildung 4.50: Bild (a) G10-4717 & Bild (b) G10-4723	133
Abbildung 4.51: Bild (a) G10-5058 & Bild (b) G10-5091 & Bild (c) G10-5108	134
Abbildung 4.52: Bild (a) G11-06898 & Bild (b) G11-06900 & Bild (c) G11-06902	135
Abbildung 4.53: Bild (a) G11-06026 & Bild (b) G11-06031	136
Abbildung 4.54: Bild (a) mill_67 & Bild (b) mill_68 & Bild (c) mill_72	137
Abbildung 4.55: Bild (a) mill_170 & Bild (b) mill_209	138
Abbildung 4.56: Bild (a) mill_574 & Bild (b) mill_575	139
Abbildung 4.57: Bild (a) mill_349 & Bild (b) mill_352	140
Abbildung 4.58: Bild (a) mill_275 & Bild (b) mill_277	142
Abbildung 4.59: mill_283	143
Abbildung 4.60: Bild (a) mill_467 & Bild (b) mill_465	144
Abbildung 4.61: Bild (a) mill_158 & Bild (b) mill_162	145
Abbildung 5.2: G11-06934	151
Abbildung 5.5: Bild (a) mill_112 & Bild (b) mill_117	155
Abbildung 5.11: Bild (a) mill_445 & Bild (b) mill_447	164
Abbildung 5.13: mill_399	167
Abbildung 5.17: Bild (a) mill_561 & Bild (b) mill_562 & Bild (c) mill_564	177



Literaturverzeichnis

- [1] Amodeo, J., C. Begau und E. Bitzek: *Atomistic Simulations of Compression Tests on Ni₃Al Nanocubes*. *Materials Research Letters*, 2(3):140–145, 2014.
- [2] Bäker, M.: *Piezoelektrika*. In: *Funktionswerkstoffe*, S. 49–76. Springer Fachmedien Wiesbaden, 2014.
- [3] Bangert, U., W. Pierce, D.M. Kepaptsoglou, Q. Ramasse, R. Zan, M.H. Gass, J.A. Van den Berg, C.B. Boothroyd, J. Amani und H. Hofsäss: *Ion Implantation of Graphene – Toward IC Compatible Technologies*. *Nano Letters*, 13(10):4902–4907, 2013.
- [4] Bannard, J.: *On the electrochemical machining of some titanium alloys in bromide electrolytes*. *Journal of Applied Electrochemistry*, 6(6):477–483, 1976.
- [5] Bao, G., S. Mitragotri und S. Tong: *Multifunctional nanoparticles for drug delivery and molecular imaging*. *Annual review of biomedical engineering*, 15:253–282, 2013.
- [6] Bauer, W., M. Müller, R. Knitter, P. Börsting, A. Albers, M. Deuchert und V. Schulze: *Design and prototyping of a ceramic micro turbine: a case study*. *Microsystem Technologies*, 16(4):607–615, 2010.
- [7] Baumeister, G., D. Bucezi-Ahmeti, J. Glaser und H.J. Ritzhaupt-Kleissl: *New approaches in microcasting: permanent mold casting and composite casting*. *Microsystem Technologies*, 17(2):289–300, 2011.
- [8] Benilov, A., V. Skryshevsky, Y. Robach und M. Cabrera: *Micro and nano electrical discharge machining in microfluidics and micro nanotechnology*. *International Journal of Material Forming*, 1(1):1315–1318, 2008.
- [9] Buffat, P. und J.P. Borel: *Size effect on the melting temperature of gold particles*. *Phys. Rev. A*, 13:2287–2298, Jun 1976.



- [10] Buqezi-Ahmeti, D., J. Maisenbacher, J. Gibmeier und T. Hanemann: *Metal-ceramic-composite casting of complex micro components*. *Microsystem Technologies*, 19(2):159–165, 2013.
- [11] Burek, M. und J. Greer: *Fabrication and microstructure control of nanoscale mechanical testing specimens via electron beam lithography and electroplating*. *Nano letters*, 10(1):69–76, 2009.
- [12] Bürgel, R.: *Handbuch Hochtemperaturwerkstofftechnik*. Vieweg Verlag, 2006.
- [13] Cai, K., H. Yin, Q. H. Qin und Y. Li: *Self-Excited Oscillation of Rotating Double-Walled Carbon Nanotubes*. *Nano Letters*, 14(5):2558–2562, 2014.
- [14] Cavallini, M. und F. Biscarini: *Electrochemically etched nickel tips for spin polarized scanning tunneling microscopy*. *Review of Scientific Instruments*, 71(12):4457–4460, 2000.
- [15] Chuang Yang, B., B. Sheng Li, M. Xing Ren und H. Zhi Fu: *Studies of microstructures made of Zn–Al alloys using microcasting*. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 46(1-4):173–178, 2010.
- [16] Courtesy of Sandia National Laboratories, SUMMiT(TM) Technologies. www.mems.sandia.gov, 03.12.2014.
- [17] Dalvit, D., P. Milonni, D. Roberts und F. da Rosa: *Casimir Physics*, Bd. 834. Springer, 2011.
- [18] D’Arenc, J.: *Die Herrscher über den Stahl*. Angele, 2009.
- [19] DIN 8580:2003-09, Fertigungsverfahren – Begriffe, Einteilung.
- [20] DIN 8582:2003-09, Fertigungsverfahren Umformen – Einordnung, Unterteilung, Begriffe, Alphabetische Übersicht.
- [21] DIN 8583-1:2003-09, Fertigungsverfahren Druckumformen – Teil 1: Allgemeines (Einordnung, Unterteilung, Begriffe).
- [22] DIN 8583-3:2003-09, Fertigungsverfahren Druckumformen – Teil 3: Freiformen (Einordnung, Unterteilung, Begriffe).

- [23] DIN 8583-4:2003-09, Fertigungsverfahren Druckumformen – Teil 4: Gesenkformen (Einordnung, Unterteilung, Begriffe).
- [24] DIN 8593-0:2003-09, Fertigungsverfahren Fügen – Teil 0: Allgemeines Einordnung, Unterteilung, Begriffe.
- [25] Durand-Charré, M.: *The Microstructure of Superalloys*. Taylor & Francis, 1998.
- [26] Ekvall, I., E. Wahlström, D. Claesson, H. Olin und E. Olsson: *Preparation and characterization of electrochemically etched W tips for STM*. *Measurement Science and Technology*, 10(1):11, 1999.
- [27] Fang, F., Y. Chen, X. Zhang, X. Hu und G. Zhang: *Nanometric cutting of single crystal silicon surfaces modified by ion implantation*. *CIRP Annals – Manufacturing Technology*, 60(1):527 – 530, 2011.
- [28] Fedorova, T.: *Entwicklung einer neuen Nickelbasis-Superlegierung auf Basis von Alloy 718*. Cuvillier, 2013.
- [29] Fernández-Pacheco, A., L. Serrano-Ramón, J.M. Michalik, M.R. Ibarra, J.M. De Teresa, L. O'Brien, D. Petit, J. Lee und R.P. Cowburn: *Three dimensional magnetic nanowires grown by focused electron-beam induced deposition*. *Scientific Reports*, 3, 2013.
- [30] Fierkens, R., M. van Dijk und G. de Vlieger: *Vertical drilling in acid electrolyte*, 1994. US Patent 5,306,401.
- [31] Fischbein, M. D. und M. Drndić: *Electron beam nanosculpting of suspended graphene sheets*. *Applied Physics Letters*, 93(11), 2008.
- [32] Frick, C., B. Clark, S. Orso, A. Schneider und E. Arzt: *Size effect on strength and strain hardening of small-scale [111] nickel compression pillars*. *Materials Science and Engineering*, 489:319–329, 2008.
- [33] Gottstein, G.: *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik: Physikalische Grundlagen*. Springer-Lehrbuch. Springer Berlin Heidelberg, 2014.
- [34] Grunlan, J. C., X. Xia, D. Rowenhorst und W.W. Gerberich: *Preparation and evaluation of tungsten tips relative to diamond for nanoindentation of soft materials*. *Review of Scientific Instruments*, 72(6):2804–2810, 2001.



- [35] Guise, O., J. Ahner, M. Jung, P. Goughnour und J. Yates Jr: *Reproducible electrochemical etching of tungsten probe tips*. Nano Letters, 2(3):191–193, 2002.
- [36] Guo, L.J.: *Nanoimprint Lithography: Methods and Material Requirements*. Advanced Materials, 19(4):495–513, 2007.
- [37] Hangarter, C.M., T. George und N. Myung: *Electrochemically Fabricated Microelectromechanical Systems/Nanoelectromechanical Systems (MEMS/NEMS)*. In: Osaka, T., M. Datta und Y. Shacham-Diamand (Hrsg.): *Electrochemical Nanotechnologies*, Nanostructure Science and Technology, S. 187–226. Springer New York, 2010.
- [38] Harris, K., G. Erickson, S. Sikkenga, W. Brentnall, J. Aurrecoechea und K. Kubarych: *Development of the rhenium containing superalloys CMSX-4[®] & CM 186 LC[®] for single crystal blade and directionally solidified Vane applications in advanced turbine engines*. Superalloys 1992, 297, 1992.
- [39] Hemmersmeier, U. und M. Feller-Kniepmeier: *Element distribution in the macro- and microstructure of nickel base superalloy CMSX-4*. Materials Science and Engineering: A, 248(1–2):87–97, 1998.
- [40] Hosokawa, M., K. Nogi, M. Naito und T. Yokoyama: *Chapter 1 - Basic properties and measuring methods of nanoparticles*. In: *Nanoparticle Technology Handbook*, S. 3 – 48. Elsevier, Amsterdam, 2. Aufl., 2012.
- [41] Hosokawa, M., K. Nogi, M. Naito und T. Yokoyama: *Chapter 4 - Control of nanostructure of materials*. In: *Nanoparticle Technology Handbook*, S. 177 – 265. Elsevier, Amsterdam, 2. Aufl., 2012.
- [42] Hu, A., P. Peng, H. Alarifi, X.Y. Zhang, J.Y. Guo, Y. Zhou und W.W. Duley: *Femtosecond laser welded nanostructures and plasmonic devices*. Journal of Laser Applications, 24(4), 2012.
- [43] Intel Corporation. <http://www.intel.com/content/www/us/en/silicon-innovations/intel-22nm-technology.html>, 28.10.2014.
- [44] Islam, S., R. Ibrahim und N. Khandoker: *The mechanics of single crystal Cu machining at nanoscale*. In: *11th International Conference on the Mechanical Behavior of Materials (ICM11)*, Bd. 10, S. 2369–2374, 2011.

- [45] Kaulfuß, F. und O. Zimmer: *How nanostructuring extends the scope of hard materials: Thick hard coatings applied using PVD thin film technology*. Galvanotechnik, 104(10):1946–1964, 2013.
- [46] Killinger, A. und A. Gadow: *High Velocity Thermal Spraying of Powders and Suspensions Containing Micron, Submicron and Nano Particles for functional coatings*. Key Engineering Materials, 533:99–114, 2013.
- [47] Kim, C. S., S. H. Ahn und D. Y. Jang: *Review: Developments in micro/nanoscale fabrication by focused ion beams*. Vacuum, 86(8):1014 – 1035, 2012.
- [48] Kim, K. S., S. C. Lim, I. B. Lee, K. H. An, D. J. Bae, S. Choi, J. E. Yoo und Y. H. Lee: *In situ manipulation and characterizations using nanomanipulators inside a field emission-scanning electron microscope*. Review of Scientific Instruments, 74(9):4021–4025, 2003.
- [49] Klein, M. und G. Schwitzgebel: *An improved lamellae drop-off technique for sharp tip preparation in scanning tunneling microscopy*. Review of Scientific Instruments, 68(8):3099–3103, 1997.
- [50] Kleindiek, S.: *System Manual – MM3A Micromanipulator System*, 2006.
- [51] Kleindiek Nanotechnik GmbH. www.nanotechnik.com/fileadmin/public/brochures/mm3a-em.pdf, 14.10.2014.
- [52] Kleindiek Nanotechnik GmbH. www.nanotechnik.com/fileadmin/public/techdraw/mm3a-em_techdraw.pdf, 14.10.2014.
- [53] Kluck, H. <http://freiformschmieden.npage.de/435-tonnen-block-generatorwelle.html>, 03.12.2014.
- [54] Kometani, R. und S. Ishihara: *Nanoelectromechanical device fabrications by 3-D nanotechnology using focused-ion beams*. Science and Technology of Advanced Materials, 10(3), 2009.
- [55] Kumar, G., H. X. Tang und J. Schroers: *Nanomoulding with amorphous metals*. Nature Letters, 457:868–873, 2009.
- [56] Landefeld, A., M. W. Mook, J. Rösler und M. J.: *Compression Experiments on γ' -Nanoparticles*. ISRN Nanomaterials, S. 4, 2012.



- [57] Landefeld, A. und J. Rösler: *Fabrication of Metallic Nanocomponents by Forging of Ni₃Al-Nanoparticles*. In: *2012 MRS Fall Meeting*, Bd. 1412. Cambridge University Press, 2012.
- [58] Landefeld, A. und J. Rösler: *Nanoforging – Innovation in three-dimensional processing and shaping of nanoscaled structures*. *Beilstein Journal of Nanotechnology*, 5:1066–1070, 2014.
- [59] Lax, E.: *Taschenbuch für Chemiker und Physiker*. 1967.
- [60] Maaß, R., L. Meza, B. Gan, S. Tin und J. Greer: *Ultrahigh Strength of Dislocation-Free Ni₃Al Nanocubes*. *Small*, 2012.
- [61] Mackus, A.J.M., J.J.L. Mulders, M.C.M. van de Sanden und W.M.M. Kessels: *Local deposition of high-purity Pt nanostructures by combining electron beam induced deposition and atomic layer deposition*. *Journal of Applied Physics*, 107(11), 2010.
- [62] Madore, C. und D. Landolt: *Electrochemical micromachining of controlled topographies on titanium for biological applications*. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 7(4):270, 1997.
- [63] Manfrinato, V.R., L. Zhang, D. Su, H. Duan, R.G. Hobbs, E. A. Stach und K.K. Berggren: *Resolution Limits of Electron-Beam Lithography toward the Atomic Scale*. *Nano Letters*, 2012.
- [64] Mishin, Y.: *Atomistic modeling of the γ and γ' -phases of the Ni–Al system*. *Acta Materialia*, 52(6):1451–1467, 2004.
- [65] Miura, N., H. Ishii, J. ichi Shirakashi, A. Yamada und M. Kona-gai: *Electron-beam-induced deposition of carbonaceous microstructures using scanning electron microscopy*. *Applied Surface Science*, 113–114(0):269–273, 1997. *Proceedings of the Eighth International Conference on Solid Films and Surfaces*.
- [66] Mook, W., C. Niederberger, M. Bechelany, L. Philippe und J. Michler: *Compression of freestanding gold nanostructures: from stochastic yield to predictable flow*. *Nanotechnology*, 21, 2010.
- [67] Mordehai, D., S.W. Lee, B. Backes, D.J. Srolovitz, W.D. Nix und E. Rabkin: *Size effect in compression of single-crystal gold microparticles*. *Acta Materialia*, 59(13):5202 – 5215, 2011.

- [68] Mukherji, D., R. Müller und R. Gilles: *Nanocrystalline Ni₃Al-type intermetallic phase powder from Ni-base superalloys*. *Nanotechnology*, 15:648–657, 2004.
- [69] Mukherji, D., G. Pigozzi, F. Schmitz, O. Näth, J. Rösler und G. Kosterz: *Nano-structured materials produced from simple metallic alloys by phase separation*. *Nanotechnology*, 16:2176–2187, 2005.
- [70] Müller, R. Rückseite eines Staters, Pamphylien, Aspendos, 370–333 v. Chr., AR-Stater 22 mm, 10.71 gr., <http://www.odophil.ch/numismatik/griechen/nominale.html>, 03.12.2014.
- [71] Munroe, P.: *The application of focused ion beam microscopy in the material sciences*. *Materials Characterization*, 60(1):2 – 13, 2009.
- [72] Näth, O.: *Nanoporöse Strukturen auf Nickelbasis: Herstellung, Eigenschaften und Anwendungspotenzial*. Cuvillier, 2008.
- [73] Novikov, A. und M. Nowotnick: *Synthesis and characterization of nanoscaled solder material*. In: *Electronic Components and Technology Conference (ECTC), 2012 IEEE 62nd*, S. 736–740, May 2012.
- [74] Nowag, K.: *Deformation mechanisms of hard to machine metal alloys at the microscale*. Dissertation, Technische Universität Braunschweig, 2013.
- [75] Obata, K., J. Koch, U. Hinze und B. N. Chichkov: *Multi-focus two-photon polymerization technique based on individually controlled phase modulation*. *Opt. Express*, 18(16):17193–17200, 2010.
- [76] Osaka, T. und M. Yoshino: *Electrochemical Fabrication Process for ULSI Interconnects*. In: Osaka, T., M. Datta und Y. Shacham-Diamand (Hrsg.): *Electrochemical Nanotechnologies*, Nanostructure Science and Technology, S. 255–274. Springer New York, 2010.
- [77] Östlund, F., K. Rzepiejewska-Malyska, K. Leifer, L. Hale, Y. Tang, R. Ballarini, W. Gerberich und J. Michler: *Brittle-to-ductile transition in uniaxial compression of silicon pillars at room temperature*. *Advanced Functional Materials*, 19(15):2439–2444, 2009.
- [78] Pabo, E., H. Kurotaki, P. Lindner, T. Matthias und P. Kettner: *Advances in spray coating technologies for MEMS, 3DICs and additional*



- applications*. In: *Electronics Packaging Technology Conference (EPTC), 2011 IEEE 13th*, S. 349–353, 2011.
- [79] Piötter, V., W. Bauer, R. Knitter, M. Mueller, T. Mueller und K. Plewa: *Powder injection moulding of metallic and ceramic micro parts*. *Microsystem Technologies*, 17(2):251–263, 2011.
- [80] Prokoshkin, S., V. Brailovskii, I. Khmelevskaya, S. Dobatkin, K. Inaekyan, V. Turilina, V. Demers und E. Tat'yanin: *Creation of Substructure and Nanostructure in Thermomechanical Treatment and Control of Functional Properties of Ti - Ni Alloys with Shape Memory Effect*. *Metal Science and Heat Treatment*, 47(5-6):182–187, 2005.
- [81] Qi, W.: *Size effect on melting temperature of nanosolids*. *Physica B: Condensed Matter*, 368(1-4):46 – 50, 2005.
- [82] Rogers, B., J. Adams und S. Pennathur: *Nanotechnology: Understanding Small Systems, Second Edition*. Mechanical and Aerospace Engineering Series. Taylor & Francis, 2011.
- [83] Rösler, J., D. Mukherji, K. Schock und S. Kleindiek: *Forging of metallic nano-objects for the fabrication of submicron-size components*. *Nanotechnology*, 18(12):125303, 2007.
- [84] Rösler, J., O. Näth, S. Jäger, F. Schmitz und D. Mukherji: *Fabrication of nanoporous Ni-based superalloy membranes*. *Acta Materialia*, 53(5):1397 – 1406, 2005.
- [85] Safaei, A., M. A. Shandiz, S. Sanjabi und Z. Barber: *Modelling the size effect on the melting temperature of nanoparticles, nanowires and nanofilms*. *Journal of Physics: Condensed Matter*, 19(21):216216, 2007.
- [86] Saotome, Y., Y. Fukuda, I. Yamaguchi und A. Inoue: *Superplastic nanoforming of optical components of Pt-based metallic glass*. *Journal of Alloys and Compounds*, 434-435:97–101, 2007.
- [87] Schloesser, J.: *Umformen metallischer Nanoteilchen im Rasterelektronenmikroskop*. Diplomarbeit, Institut für Werkstoffe – Technische Universität Braunschweig, 2009.

- [88] Schumann, U., J. Schloesser, J. Rösler und D. Mukherji: *Herstellung und Präparation von Nano-Schmiedeblocken*. Prakt. Met. Sonderband, 40:73–78, 2008.
- [89] Schwarzacher, W.: *Electrodeposition: a technology for the future*. Interface, 15(1):32–35, 2006.
- [90] Sjöström, T. und B. Su: *Micropatterning of titanium surfaces using electrochemical micromachining with an ethylene glycol electrolyte*. Materials Letters, 65(23 - 24):3489 – 3492, 2011.
- [91] Son, Y., J. Yeo, C. Ha, S. Hong, S. Ko und D. Y. Yang: *Fabrication of submicron-sized metal patterns on a flexible polymer substrate by femto-second laser sintering of metal nanoparticles*. International Journal of Nanomanufacturing, 9(5-6):468–476, 2013.
- [92] Spur, G., R. Neugebauer und H. Hoffmann: *Handbuch Umformen*. Edition Handbuch der Fertigungstechnik. Carl Hanser Verlag GmbH & Company KG, 2012.
- [93] Spur, G. und T. Stöferle: *Handbuch der Fertigungstechnik, Band 2/2 Umformen*. Carl Hanser Verlag München Wien, 1984.
- [94] Spur, G. und T. Stöferle: *Handbuch der Fertigungstechnik*. Handbuch der Fertigungstechnik II/3. Umformen und Zerteilen. Hanser, 1985.
- [95] Stranz, A., Ü. Sökmen, J. Kähler, A. Waag und E. Peiner: *Measurements of thermoelectric properties of silicon pillars*. Sensors and Actuators A: Physical, 171(1):48 – 53, 2011.
- [96] Stranz, A., Ü. Sökmen, H. H. Wehmann, A. Waag und E. Peiner: *Fabrication and Characterization of Nanopillars for Silicon-Based Thermoelectrics*. Electronic Materials, 2009.
- [97] Tschätsch, H. und J. Dietrich: *Praxis der Umformtechnik: Arbeitsverfahren, Maschinen, Werkzeuge*, Bd. 11 d. Reihe Praxis : Fertigung. Vieweg+Teubner Verlag, 2013.
- [98] Uchic, M. D., P. A. Shade und D. M. Dimiduk: *Plasticity of micrometer-scale single crystals in compression*. Annual Review of Materials Research, 39:361–386, 2009.



- [99] Vaezi, M., H. Seitz und S. Yang: *A review on 3D micro-additive manufacturing technologies*. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 67(5-8):1721–1754, 2013.
- [100] Vollertsen, F.: *Micro Metal Forming*. Lecture Notes in Production Engineering. Springer, 2013.
- [101] Wautelet, M.: *Scaling laws in the macro-, micro-and nanoworlds*. European Journal of Physics, 22(6):601, 2001.
- [102] Wautelet, M.: *Introduction to the Nanoworld*. Key Engineering Materials, 444:1–15, 2010.
- [103] Wautelet, M. und B. Hoppe: *Nanotechnologie*. Oldenbourg, 2008.
- [104] Wu, S., J. Serbin und M. Gu: *Two-photon polymerisation for three-dimensional micro-fabrication*. Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry, 181(1):1–11, 2006.
- [105] Wu, X., N. Qu, Y. Zeng und D. Zhu: *Modelling of the liquid membrane electrochemical etching of a nano-tip*. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 69(1-4):723–729, 2013.
- [106] Yang, C., B. Li, M. Ren und H. Fu: *Studies of microstructures made of Zn-Al alloys using microcasting*. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 46(1-4):173–178, 2010.
- [107] Zhang, N., C.J. Byrne, D.J. Browne und M.D. Gilchrist: *Towards nano-injection molding*. Materials Today, 15(5):216 – 221, 2012.



