Technische Universität Ilmenau	*PROJEKT-Abschlussbericht*	ECG
		Datum 30.09.2006

Projektbezeichnung: **Eisen- Nickel- Legierungsabscheidung**

Projekt-Nr.: **16IN0141**

Thema: **Abschlussbericht an den Projektträger : LIGA-4H (16INO140) Parameterentwicklung für schnelle Abscheidung von NiFe in Mikrostrukturen**

Projekt-Phase: **Abschluss**

Berichtsart: **Abschlussbericht**

Kunde: **VDI/VDE-it/IL**

Schlüsselwörter: LIGA, Ni-Fe-Legierungen, Stromdichte Potentialkurven

Verfasser: Thomas Mache, Prof. Christine Jakob

Verteiler: **VDI/VDE, FZK-IMT**

Anzahl der Seiten:

Die Gliederung des nachfolgenden Berichtes zum Abschluss des Teilprojektes des innonet-Förderprojektes LIGA–4H (16IN0140) entspricht den Vorgaben des Innonet Programms des vdivde-it. Wiederholungen lassen sich nicht vermeiden.

I. Überblick zum Teilprojekt des Förderprojektes LIGA-4H 3

1. Aufgabenstellung 3
2. Voraussetzungen, unter denen das Vorhaben durchgeführt wurde 3
3. Planung und Ablauf des Vorhabens 3
4. Wissenschaftlicher und technischer Stand, an den angeknüpft wurde 4
5. Angaben zur verwendeten Forschungsarbeiten im Fachgebiet 4
6. Zusammenarbeit mit anderen Stellen 6

II. Eingehende Darstellung zum Teilprojekt 7

1. Erzielte Projektergebnisse 7
2. Verwertbarkeit der Projektergebnisse 11

3. Projektrelevante Entwicklungen bei anderen Stellen 11
4. Veröffentlichungen der Projektergebnisse 11

III. Kurzfassung des Schlussberichts 13

IV. Anlagen: 15

I. Überblick zum Teilprojekt des Förderprojektes LIGA-4H

1. Aufgabenstellung

Bei der Etablierung des LIGA- Verfahrens zur Herstellung metallischer Strukturen für mikromechanische Anwendungen kommt der Galvanotechnik eine besondere Bedeutung zu. Der Einsatz verschiedener Legierungen und die Variation der metallischen Werkstoffe erlaubt die Nutzung einer breiten Palette von Eigenschaften der eingesetzten Materialien.
Die Abscheidung metallischer Werkstoffe in Mikrostrukturen unter Einhaltung der extremen Genauigkeits- und Qualitätsanforderungen, der Reproduzierbarkeit und der Zuverlässigkeit der Technologien bei geringsten Toleranzen in den Eigenschaften der Schichten sowie die Anpassung und Abstimmung der Werkstoffparameter zwischen Masken- und Schichtwerkstoff erfordert die Optimierung der Abscheidungstechnologien und den Einsatz qualifizierter spezieller Messtechnik im industriellen Einsatz.
Die Ergebnisse der Forschung können im Rahmen dieses Projekts in interdisziplinärer Zusammenarbeit direkt und auf dem kurzem Weg einer industriellen Nutzung zugeführt werden. An der TU Ilmenau wurde ein Ni- Fe- Legierungselektrolyt entwickelt der eine zehnfache Abscheidungsstromdichte und damit eine Verkürzung der Abscheidungszeit erlaubt. Dadurch wird die Eingliederung in die Prozesskette der Fertigung von LIGA Strukturen erleichtert.

2. Voraussetzungen, unter denen das Vorhaben durchgeführt wurde

Das 1997 gegründete Institut für Werkstofftechnik umfasst alle vorwiegend werkstofforientierten Fachgebiete an der Technischen Universität Ilmenau. Es spiegelt die Bedeutung der Werkstoffe, der Werkstofftechnik und der Herstellungstechnologien für das Ingenieurwesen, insbesondere für die Elektrotechnik/Elektronik und den Maschinenbau wider. Fragestellungen mikrogalvanischer Verfahren werden seit vielen Jahren im Fachgebiet Elektrochemie und Galvanotechnik bearbeitet, welches in den Aufbau wachsender mikrotechnischer Kompetenz an der TU Ilmenau eng eingebunden ist. Die Laborausrüstung ist auf dem neuesten Stand der Technik, erlaubt Forschungsschwerpunkte u.a. Abscheidung von Legierungen in Mikrostrukturen, galvanische Hochgeschwindigkeitsabscheidung, Mikrogalvanoplastik und rechnergestützte Elektrolytüberwachung.
Das Potential für LIGA Technik wurde in vielen Studienjahresarbeiten, Diplomarbeiten sowie Dissertationen nachgewiesen.

3. Planung und Ablauf des Vorhabens

Das Gesamtvorhaben wurde in 8 Arbeitspakete unterteilt. Diese werden an dieser Stelle nur kurz genannt. Die TU Ilmenau war hauptsächlich in das Pakte Nr. 4 und teilweise im Paket Nr. 7 eingebunden. Die Ergebnisse werden im Abschnitt II dargelegt. Die Ergebnisse der anderen Arbeitspakte sind im Abschlussbericht des Forschungszentrum Karlsruhe enthalten.

Auflistung der Arbeitspakete:

1. Lastenheft der Kunden
2. Lastenheft an den Prozessschnittstellen
3. Lithographie
4. Galvanik (vergleiche Punkt II)
5. Strippen
6. Qualitätsüberprüfung
7. Musterfertigung (vergleiche Punkt II)
8. Interne Erfolgskontrolle
9. Zusätzliches Arbeitspaket Finishing

4. Wissenschaftlicher und technischer Stand, an den angeknüpft wurde

Die Legierungsabscheidung und die hydrodynamisch unterstützte Hochgeschwindigkeitsabscheidung von Metallen und Legierungen werden seit langem im Fachgebiet Elektrochemie und Galvanotechnik [II],[III],[IV] untersucht. Sowohl die magnetischen Eigenschaften der Ni-Fe- Legierungen, der Fe-Co- Legierungen oder der reinen Co- Schichten [I],[V],[X], [XI] als auch die mechanischen Eigenschaften wie Festigkeit, Struktur, Mikrohärte und innere Spannungen wurden in einem gemeinsamen Projekt mit dem Institut für Mikrostrukturtechnik am Forschungszentrum Karlsruhe untersucht und die relevanten Elektrolyte entwickelt [XX],[V], [VI].
Prozessüberwachung und Steuerung der Prozessparameter mit dem Ziel der Erhöhung der Abscheiderate unter den spezifischen Bedingungen der diffusionkontrollierten Abscheidung in Mikrostrukturen mit hohem Aspektverhältnis [XII], [XI] erforderten auf der Basis der langjährigen Erfahrung eine Anpassung der Anlagentechnik.
Die Untersuchung von Stofftransportmechanismen dienten der Erhöhung der Abscheidungsgeschwindigkeit und der Beeinflussung bzw. der Vermeidung von Eigenschaftsgradienten über der Strukturhöhe.
Die Abscheidung von Dispersionsschichten mit nanoskaligen Keramikpartikeln in Mikrostrukturen [XII],[XIV], [XV],[XVI],[XVII],[XIX] und im umgekehrten Fall, die Auffüllung von nanoporigen Aluminiumoxidmembranen mit Nickel oder Cobalt [IX],[VIII],[XI],[XIII] erweitern die Werkstoffpalette und ermöglichen die Anwendung von Verbundwerkstoffen in der Mikrosystemtechnik.

5. Angaben zur verwendeten Forschungsarbeiten im Fachgebiet

[I] W. Müller, K. Müller, A. Weinmeister, A. Winterstein
Zum magnetischen Verhalten galvanisch abgeschiedener senkrechtanisotroper Co-Ni-Schichten
Wiss. Zeitschrift THI 3 (1990), 129

[II] W. Rempt, K.D. Baum, H. Liebscher
Hochgeschwindigkeitsabscheidung auf Drähten
Galvanotechnik 82 (1991) 4, S. 1197

[III] H. Liebscher, R. Nutsch
Abscheidung von Sn-, Ag- und Ni-Legierungsschichten für Kontakte
13. Ulmer Gespräch, 1991

[IV] A. Thommes, W. Stark, W. Bacher, C. Jakob, R. Nutsch, H. Liebscher
Untersuchungen zur Galvanoformung von Mikrostrukturen aus weichmagnetischen Fe-Ni-Legierungen
Oberflächentechnik 1993, Leuze Verlag Saulgau

[V] A. Thommes, W. Stark, W. Bacher, C. Jakob, R. Nutsch, H. Liebscher
Untersuchungen zur Galvanoformung von Mikrostrukturen aus weichmagnetischen Fe-Ni-Legierungen
Vortrag zur DGO-Jahrestagung, Friedrichroda 1993

[VI] A. Thommes, W. Stark, K. Leyendecker, W. Bacher, H. Liebscher
LIGA-Microstructure from a NiFe Alloy; Preparation by Electroforming and their Magnetic Properties
3rd Int. Symp. On Magnetic Materials, Processes and Devices New Orleans USA, 10/15 Okt. 1993

[VII] U. Pilz, H. Liebscher
Betrachtungen zum Stofftransport in Mikrostrukturen
Metalloberfläche 47 (1993) 327

[VIII] H. Schwanbeck, H. Liebscher
Neue Werkstoffe durch galvanotechnische Verfahren – Mikroverbundwerkstoffe“
Vortrag zur Jahrestagung GDCh-Fachgruppe Angewandte Elektrochemie Dresden, 1994

[IX] H. Schwanbeck, H. Liebscher
Neue Werkstoffe durch galvanotechnische Verfahren – Mikroverbundwerkstoffe Elektrochemie und Werkstoffe
DECHEMA-Monographie 1995 , S. 455

[X] U. Becher, C. Schmidt, W. Ehrfeldt, H. Löwe
Galvanische Abscheidung von Nickel-Phosphor-Legierungen in Mikrostrukturen
Galvanotechnik 86 (1995) H. 10, S. 3180-3186

[XI] H. Schwanbeck, S. Brettschneider, H. Liebscher, K. Müller, V. Winterstein, G. Rauscher, Chr. Raub
Untersuchungen über die elektrolytische Abscheidung von Cobalt und Metallen der Eisengruppe sowie deren Legierungen in anodischen Aluminiumoxidschichten als grundlage magnetischer Speichersysteme
Galvanotechnik 87 (1996) 2556

[XII] F. Erler, P. Kutzschbach, C. Jakob, C. Schmidt
Untersuchungen zur elektrolytischen Nickeldispersionsabscheidung mit nanoskaligen Dispergaten“
44. IWK 9, 1999 Tagungsband 2, S. 554 – 560

[XIII] C. Jakob, R. Nutsch, B. Halbedel
Galvanische Beschichtung von Sinterkeramik
Galvanotechnik 90, 1999, Nr. 10, S. 2696-2700

[XIV] M. Petrova, Z.B. Noncheva, C. Petrov, C. Schmidt
Stromlos abgeschiedene Nickel-Dispersionsschichten auf Kunststoffen“, Teil 2 Nanoskalige Disperoide
Galvanotechnik 91 (2000) 12, 3378

[XV] M. Petrova, C. Petrov, C. Schmidt
Stromlos abgeschiedene Nickeldispersionsschichten auf Kunststoffen”
Galvanotechnik 91 (2000) 12, S. 1262

[XVI] S. Steinhäuser, B. Wielage, A. Zschunke, C. Jakob, F. Erler, R. Nutsch
Galvanische Verbundwerkstoffe – Ni-Dispersionsschichten mit nanoskaligen Partikeln
Galvanotechnik 92 (2000) 1, S. 78 – 84

[XVII] C. Jakob, F. Erler, R. Nutsch, S. Steinhäuser, B. Wielage, A. Zschunke:
Electroplated Nickel – Ceramic Composite Coatings with Nanoscaled Particles for Micro technology“
Tagungsband 15th Interfinish 2000 of the IUSF Garmisch-Partenkirchen, 13.-15.09.2000

[XVIII] C. Jakob, F. Erler , R. Nutsch, S. Steinhäuser, B. Wielage, A. Zschunke
Electroplated Composite Coatings with nanoscaled Particles
197 Meeting of the Elektrochemical Society, Inc. Toronto Canada 14 – 18.05. 2000

[XIX] S. Steinhäuser, B. Wielage, A. Grzybek, C. Jakob
Nickeldispersionsabscheidung mit nanoskaligen Partikeln
Metalloberfläche 54 (2000) 9, S. 50 – 57

[XX] Entwicklungsarbeiten zur galvanischen Abscheidung von Mikrostrukturen aus Fe-Ni-Legierungen
Auftragsnummer 325/01005660/0370
Berichte 1992,1993, 1994, 1996

[XXI] T. Mache:
Entwicklung eines Nickelelektrolyten zur Abscheidung von Mikrobauteilen mit hoher Präzision bei Raumtemperatur für das LIGA– Verfahren
Diplomarbeit, Ilmenau 2002

6. Zusammenarbeit mit anderen Stellen

Während der gesamten Projektlaufzeit wurden gemäß dem Stand von Wissenschaft und Technik Partner zur Bewältigung der anstehenden Aufgaben gesucht und eingebunden.

- Arbeitspaket Materialeigenschaften: Leibniz Universität Hannover, Institut für Mikrotechnologie, Physikalisches Institut Jena,
- Arbeitspaket Musterfertigung: TU Ilmenau Fachgebiet Fertigungstechnik, Firma Precision Engineering

II. Eingehende Darstellung zum Teilprojekt

1. Erzielte Projektergebnisse

Alle im Projektantrag aufgeführten Punkte konnten während der Bearbeitung erfüllt und in vielen Bereichen übertroffen werden.
Ziel des Arbeitspaketes 4 der TU Ilmenau war, Nickel/Eisenlegierungen mit homogener Zusammensetzung und Materialstruktur (und damit Materialeigenschaften) mit deutlich erhöhter Abscheidungsgeschwindigkeit um den Faktor 10 in hohe Resiststrukturen in einer optimierten, fertigungsgerechten Anlage unter Erfüllung der im Lastenheft geforderten Materialdaten abzuscheiden. Dazu wurde eine Entwicklung sowohl hinsichtlich der Elektrolytzusammensetzung, der konvektiven Bewegung im Elektrolyten als auch hinsichtlich der Anlagentechnik durchgeführt.
Bei der Elektrolytentwicklung sind unter Berücksichtigung von anderen Nickel/Eisen-Prozessen sowie den Besonderheiten der Mikrotechnik entscheidende Parameter identifiziert worden. In einem Versuchsprogramm wurde der entwickelte Elektrolyt optimiert auf hohe Abscheidungsgeschwindigkeit und Schichteigenschaften.
Werkstofftechnische Untersuchungen zu Härte, inneren Spannungen, Struktur, Dauerfestigkeit, magnetische und elektrische Eigenschaften der Schichten sowie die Elektrolytentwicklung sind zusammen mit den detaillierten Ergebnissen in den Zwischenberichten 1 bis 5 zu finden.

Es wurden Elektrolyte mit hohem Nickelgehalt (2 Mol Nickel als Sulfamat) und geringen Eisenkonzentrationen (1/10 bis 1/100 Mol Eisen als Sulfamat) untersucht und ausgewertet. Dabei standen folgende Punkte im Vordergrund.

- **Variation der Arbeitstemperatur zwischen 20°C und 55°C**

In der Diplomarbeit [XXI] konnte nachgewiesen werden, das der Einsatz von Nickelelektrolyten auf Sulfamatbasis sehr gut für die Abscheidung von Nickel in LIGA Mikrostrukturen bei niedrigen Arbeitstemperaturen geeignet ist. Mit Hilfe von neu entwickelten speziellen Zusätzen und unter Einhaltung bestimmter Prozessbedingungen wurden Nickelschichten mit niedrigen Inneren Spannungen von nur ± 10 N/mm² bei Raumtemperatur erzeugt. Aufbauend auf diesen Ergebnissen sind die Nickel- Eisen- Legierungselektolyte entwickelt worden. Somit konnten Nickel- Eisen-Legierungsabscheidungen bei Raumtemperatur mit niedrigen Inneren Spannungen von ± 20 N/mm² erzeugt werden. Die Erhöhung der Arbeitstemperatur auf 55 °C ist mit einer Steigerung der Abscheidgeschwindigkeit um Faktor 10 bis 20 verbunden, welches die Prozesszeit hoher LIGA Strukturen erheblich verkürzt.

- **Variation der Konvektion durch eine entwickelte und optimierte Strömungszelle**

Gegenstand der Arbeiten war die Konstruktion einer Zelle, die Bestimmung der hydrodynamischen Bedingungen vor der Kathode und Abscheidungen von Nickel- Eisen- Legierungsschichten in LIGA Mikrostrukturen sowie deren Charakterisierung. (Siehe 4. Zwischenbericht (

Die Zelle erfüllt folgende Bedingungen.

1. effektiver Abtransport der entstehenden Gasblasen
2. Volumen möglichst gering
3. variable Beeinflussung der Hydrodynamik
4. Prozessbeobachtung durch transparentes Zellenmaterial
5. Realisierung verschiedener galvanische Prozessschritte

Die hydrodynamischen Bedingungen der Zelle sind jeweils mit einem Paar Lochdüsen und einem Paar Spaltdüsen ermittelt worden. Dabei wurde die mittlere Austrittsgeschwindigkeit an den Düsenöffnungen und die Strömungscharakteristik über der Katode durch Strömungsplastiken, k_l – Werte und die strömungsabhängige Schichtzusammensetzung ermittelt.

Die Lochdüsen erzeugen an ihren Austrittsöffnungen im Vergleich zu den Spaltdüsen mit 2,3 m/s (Ni- Fe- Sulfamatelektrolyt) eine mehr als doppelt so große mittlere Strömungsgeschwindigkeit, welches für die Anwendung hoher Stromdichten bei der Erzeugung von Strukturen sehr günstig ist.

- **Variation der Stromdichte (0,5 – 10 A/dm²)**

Die Erhöhung der Stromdichte (siehe Zwischenbericht 3) bewirkt für den Legierungselektrolyten eine Abnahme des Eisengehaltes in der Schicht. Für j größer 5 A/dm² stellte sich im ruhenden Elektrolyten ein konstanter Eisengehalt ein. Die Inneren Spannungen gingen von etwa 80 N/mm² auf –20 N/mm² zurück.

- **Stromdichte- Potentialkurven, bzw. Teilstromdichte Potentialkurven in Abhängigkeit von der Hydrodynamik**

Legierungen des anormalen Legierungssystems Nickel- Eisen- zeichnen sich besonders durch die Abhängigkeit der Legierungszusammensetzung von der Diffusionsschichtdicke aus. Die anormale Legierungsabscheidung zeichnet sich dadurch aus, das durch die gegenseitige Beeinflussung der Metalle stets mehr Eisen in der Schicht abgeschieden wird als die Elektrolytzusammensetzung vermuten lässt. (Siehe auch Punkt Elektrolyt- und Legierungszusammensetzung).

Deshalb ist die Legierungszusammensetzung bei der Mikrogalvanoformung vor allem stark vom Aspektverhältnis der Strukturen und von den in der Abscheidungszelle/Strömungszelle vorhanden hydrodynamischen Bedingungen an der Katodenoberfläche und in den Strukturen abhängig. Um diese Abhängigkeit genauer zu charakterisieren, wurden an Nickel- Eisen- Legieungselektrolyten mit unterschiedlichen Eisengehalten Teilstromdichte- Potentialkurven für Nickel, Eisen und Wasserstoff in Abhängigkeit der Hydrodynamik bzw. Stromdichte aufgenommen und ausgewertet. Es zeigt sich das mit fallender Stromdichte der Wasserstoff zunimmt, und die Stromausbeute unabhängig von der Hydrodynamik sinkt.(Vergleich Bericht Nr. 5 im Anhang).

- **Untersuchungen der Stromausbeute, der Stromdichteverteilung**

Hohe Stromdichten lieferten durchweg eine gute Stromausbeute (größer 85 %) der Ni-Fe-Legierungsabscheidung. Es wurde weiterhin festgestellt, dass die Stromausbeute mit zunehmender Hydrodynamik und Eisengehalt im Elektrolyten abnimmt. (Vergleich Bericht Nr. 5 im Anhang).

- **Elektrolyt- und Legierungszusammensetzung, vergleichende Untersuchungen**

Bei der anomalen Legierungsabscheidung beeinflussen sich die einzelnen Metalle gegenseitig. Dies hat zur Folge, dass bei der Legierungsabscheidung immer mehr Eisen abgeschieden wird als es das Nickel- Eisen- Konzentrationsverhältnis im Elektrolyten erwarten lässt.
Bei der Abscheidung von Legierungsschichten aus den verschiedenen Elektrolyten kann man grundsätzlich sagen, dass je höher die Eisenkonzentration im Elektrolyten ist, auch die Legierung mehr Eisen enthält. Es wurde folgende Elektrolytzusammensetzungen untersucht.

Elektrolytzusammensetzung:
2 Mol Nickel als Nickelsulfamat konstant
0,026 bis 0,343 Mol Eisen als Eisensulfamat
20g/l Borsäure
10g/l Natriumbromid
2g/l Saccharin
5ml/l Netzmittel

Elektrolyte mit hohem Eisengehalt zeigten nur bei sehr hohen Stromdichten zufrieden stellende Ergebnisse. So wurden z.B. aus einem Ni-Fe- Sulfamatelektrolyten mit 0,343 mol Eisen erst ab *40 A/dm*^{2} brauchbare Schichten abgeschieden. In den Elektrolyten mit einem Eisengehalt von (0,026 - 0,110) Mol und bei mittleren Stromdichten von (2,5 – *10 A/dm*^{2}) waren die Ergebnisse am besten. Mit Variation der Stromdichte und der Konvektionsbedingungen ließ sich der Eisengehalt in der Legierung zwischen (2,5 und 65) % gezielt einstellen. (Vergleich Bericht Nr. 5 im Anhang).

Im Hinblick auf die Materialeigenschaften wurden die Daten zum Teil anhand der Musterfertigung gewonnen, zum Teil mussten separate Proben spezieller Geometrie gefertigt werden (z. B. Mikrozugproben). Bezüglich der Dauerfestigkeit erfolgten Temperversuche.
Innerhalb des Arbeitspaketes wurden bei Verfügbarkeit der strukturierten Wafer kontinuierlich Muster nach jeweils aktuellstem Stand der Fertigungs- und Prüftechnik hergestellt. Die Endanwender konnten die Produkte hinsichtlich ihrer speziellen Anforderungen evaluieren.

Folgende Untersuchungen wurden durchgeführt.

- **Mikrohärte**

Die Härte wurde als Mikrohärte an den abgeschiedenen Nickel- Eisen- Legierungsschichten bestimmt. Es zeigt sich, das mit geringer Zulegierung ab ca. 2,5 Masse % von Eisen die Schichthärte gegenüber rein Nickel von 300 HV 0,025 auf 600 HV 0,025 steigt. Eine weitere Steigerung des Eisenanteils erhöht die Härte der Legierungsschicht nur noch gering. (Vergleich Zwischenbericht 3 und Abschlussbericht FZK).

- **Innere Spannungen**

Mit steigender Elektrolyttemperatur sinken die Inneren Spannungen der Schichten. Die beste Schichtqualität lieferten Schichten, die bei 55°C abgeschieden wurden. Für 20°C Elektrolyttemperatur können nur niedrige Stromdichten angewendet werden. Saccharin vermindert die Zugspannungen bei der Legierungsabscheidung um betragsmäßig etwa 120 N/mm² und bewirkt eine Verschiebung in Richtung von Druckspannungen. Gleichzeitig wird die Schichthärte um 10% auf Werte bis zu 600 - 650 HV 0,025 – 30 erhöht.
Je nach Arbeitsbedingungen während der Abscheidung lassen sich die Inneren Spannungen gezielt auf einen Wert zwischen ± 10 N/mm² einstellen. (Vergleich Zwischenbericht 3).

- **Struktur und Textur**

Die Querschliffuntersuchungen zeigten das die Nickel- Eisen- Legierungsschichten im rhythmisch lamellaren Strukturtyp abgeschieden werden.
Die Ergebnisse der röntgendiffraktometrische Untersuchung der Legierungsschichten dokumentieren, dass das Eisen offensichtlich in Form der intermetallischen Phase $FeNi_3$ (Awaruite) in die Schicht eingebaut wird. (Siehe Zwischenbericht 4).

- **Dauerfestigkeit**

Die Nickel- Eisen- Legierungen wurden einer Temperung bei bis zu 500 °C und bis zu 5 h ausgesetzt. Es zeigte sich, dass die Legierungen eine niedrigere Rekristallisationsneigung aufweisen als reine Nickelschichten. Durch die Temperung wandelt sich der rhythmisch lamellare Strukturtyp zu einen UD Typ um. Die Härte der Schichten nimmt von 600 HV 0,025 auf 400- 350 HV 0,025 ab.

- **Zugfestigkeit**

Es zeigte sich, das Schichten mit einen höhern Eisengehalt eine höhere Zugfestigkeit von ca. 2000 MPa bei 20 % Fe aufweisen, hingegen ging die Dehnung gegenüber reinen Nickelschichten von 10 % auf 3 % zurück. (Siehe Diplomarbeit St. Cyriaci, TU Ilmenau).

- **Magnetische Eigenschaften**

Um den Einfluss des Eisengehaltes in der Schicht auf die magnetischen Eigenschaften der abgeschiedenen Schichten genauer quantifizieren zu können, wurden die magnetischen Momente (M) in Abhängigkeit der magnetischen Feldstärke (H0) bzw. die magnetischen Felder (B) in Abhängigkeit

der Feldstärke (H) mit einem Probenvibrationsmagnetometer Model 2900 aufgenommen und ausgewertet. Die Daten zeigen die aus der Literatur bekannten Werte des magnetischen Verhaltens von Nickel- Eisen- Legierungen.

2. Verwertbarkeit der Projektergebnisse

Alle Erkenntnisse und Ergebnisse aus den Untersuchungen zur Entwicklung der Nickel- Eisen-Legierungen konnten bei der Entwicklung eines Hartgoldbeschichtungsverfahren für die Firma Precision Engineering genutzt werden. Die Firma besitzt damit für die Herstellung der Uhrenbauteile Anker und Ankerrad aus Hartgold nach dem LIGA Verfahren ein Alleinstellungsmerkmal in der Uhrenindustrie (vergleich Abschlussbericht FZK Nr. 201 – 101).
Die Firma Temicon hat zudem die Absicht, den entwickelten Nickel- Eisen- Legierungselektrolyt auf Sulfamatbasis anzuwenden und zu vermarkten, wenn LIGA- 4H Mikrostrukturen ins Portfolio der Firma übernommen werden (vergleiche Abschlussbericht FZK Nr. 201 – 101).

3. Projektrelevante Entwicklungen bei anderen Stellen

Zur Zeit laufen Bemühungen mit der Firma Micro Resist Technologie, die Erkenntnisse an den LIGA Strukturen aus PMMA Resistmaterial auf SU 8 Resistmaterial zu übertragen. Das betrifft insbesondere die Untersuchung der Eigenschaften des SU 8 Materials unter den verschiedenen Elektrolyteinwirkungen, die Haftfestigkeit auf der Galvanikstartschicht, die Strukturierbarkeit und die Empfindlichkeit für Fehlabscheidung an Strukturwänden bzw. der Strukturoberfläche.

4. Veröffentlichungen der Projektergebnisse

T. Mache, C. Jakob, P. Kutzschbach, T. Petzoldt
„Nickel-Eisen-Legierungsabscheidung mit hohen Stromdichten im ruhenden Sulfamatelektrolyten für die Mikrosystemtechnik“
Vortrag Mehrländertagung – Oberflächentage 22. bis 24. Sept. Dresden (2004), S. 318, ISBN 3-9806061-2-0

T. Mache, C. Jakob, P. Kutzschbach, T. Petzoldt
„Nickel-Eisen-Legierungsabscheidung mit hohen Stromdichten im ruhenden Sulfamatelektrolyten für die Mikrosystemtechnik“
Zeitschrift „Galvanotechnik“, 95 (2004), Heft 12, S. 3028 – 3033

P. Kutzschbach
Ausgewählte Methoden zur Charakterisierung der hydrodynamischen Bedingungen bei der elektrolytischen Metallabscheidung“
Zeitschrift „Galvanotechnik, Band 96 (2005), Heft 3, S. 560 – 570;

T. Mache
„Edelmetallabscheidung für die Mikrosystemtechnik unter definierten hydrodynamischen

Bedingungen“
Tagungsband – Mehrländertagung – Oberflächentage 21. bis 23. Sept. Innsbruck (2005), CD – ROM, S. 156 – 167, ISBN 3-9806061-4-7

T. Mache
„Hartgoldabscheidungen für die Mikrosystemtechnik unter definierten hydrodynamischen Bedingungen“
51. Internationales Wissenschaftliches Kolloquium der TU Ilmenau (2006), 11. – 15. Sept., Tagungsband, S. 491 – 492

T. Mache
„Definierte Legierungsabscheidungen für die Mikrosystemtechnik“
Vortrag Mehrländertagung – Oberflächentage 27. bis 29. Sept. Dresden (2006)

Diplomarbeiten:

T. Petzoldt
Untersuchung zur Abscheidung von Nickel - Eisen - Legierungen
TU Ilmenau, Diplomarbeit, 2004

R. Kallenbach
Untersuchung des Einflusses der Diffusionsschichtdicke bei der anormalen Ni-Fe-Legierungsabscheidung in LIGA-Strukturen
TU Ilmenau, Diplomarbeit 2005, 300-2005-23/282

St. Cyriaci
Mikrozugversuche an Dünnschichtstrukturen
TU Ilmenau, FG Werkstoffe der Elektrotechnik, Diplomarbeit 2005,

III. Kurzfassung des Schlussberichts

Aufgabe des Teilprojektes „Parameterentwicklung für schnelle Abscheidung von NiFe in Mikrostrukturen“ welches im LIGA – 4H Gesamtprojekt eingebunden ist, war die Entwicklung und Erprobung eines Nickel- Eisen- Legierungselektrolyten für eine schnelle um Faktor 10 höhere NiFe-Legierungsabscheidung in LIGA Mikrostrukturen.

Dabei wurden folgende Punkte untersucht und wissenschaftlich ausgewertet.

- Variation der Arbeitstemperatur zwischen 20°C und 55°C

  Durch die Erfahrungen aus vorangegangen Arbeiten konnten Nickel- Eisen-Legierungsabscheidungen bei Raumtemperatur mit niedrigen Inneren Spannungen von ± 20 N/mm² erzeugt werden. Die Erhöhung der Arbeitstemperatur auf 55 °C ist mit einer Steigerung der Abscheidgeschwindigkeit um Faktor 10 bis 20 verbunden, welches die Prozesszeit hoher LIGA Strukturen erheblich verkürzt.
- Variation der Konvektion durch eine entwickelte und optimierte Strömungszelle

  Die Zelle erfüllt folgende Bedingungen.
  1. effektiver Abtransport der entstehenden Gasblasen
  2. Volumen möglichst gering
  3. variable Beeinflussung der Hydrodynamik
  4. Prozessbeobachtung durch transparentes Zellenmaterial
  5. Realisierung verschiedener galvanische Prozessschritte
- Beurteilung der Strömungszustände

  An der Kathodenoberfläche bzw. erstmalig indirekt an den mikrostukturierten Bauteilen durch die Unersuchung der Legierungszusammensetzung von Nickel/Eisen war eine Beurteilung der Strömungszustände möglich. Damit ist eine Optimierung der Arbeitsbedingungen im hinblickt auf Stromdichte, Hydrodynamik und verkürzte Abscheidzeiten für eine effiziente LIGA Technologie gegeben.
- Einfluss der Stromdichte (0,5 – 10 A/dm²) auf Legierungszusammensetzung, Stromausbeute und Stromdichteverteilung

  Mit Erhöhung der Stromdichte nimmt der Eisenanteil in der Legierungsschicht ab. Bei mittleren Stromdichten zwischen 5 – 7,5 A/dm² ist eine homogene Legierungsabscheidung über die Strukturhöhe möglich.

  Bei niedrigen Stromdichten ist die Stromausbeute etwas geringer, im allgemeinen liegt sie bei größer 85 %. Es wurde weiterhin festgestellt, dass die Stromausbeute mit zunehmender Hydrodynamik und Eisengehalt im Elektrolyten abnimmt.
- Stromdichte- Potentialkurven, Teilstromdichte- Potentialkurven

  Diese dienten zu Charakterisierung der Elektrolyte. Weiterhin wurden Teilstromdichte-Potentialkurven aufgenommen und ausgewertet. Die Teilstromdichte- Potential- Kurven zeigen, dass bei niedrigen Stromdichten mehr Wasserstoff entsteht, welches die Gefahr der Wasserstoffversprödung der Legierungsschichten in sich birgt.
- Elektrolyt- und Legierungszusammensetzung

  2 Mol Nickel als Nickelsulfamat konstant

0,026 bis 0,232 Mol Eisen als Eisensulfamat
Mit Variation der Stromdichte und Konvektion lässt sich ein Eisengehalt in der Legierung zwischen (2,5 und 65) % gezielt einstellen.

Im Hinblick auf die Materialeigenschaften wurden Daten zum Teil anhand der Musterfertigung gesammelt, zum Teil mussten separat Proben spezieller Geometrie gefertigt werden (z. B. Mikrozugproben). Bezüglich der Dauerfestigkeit erfolgten Temperversuche.

Folgende Untersuchungen wurden durchgeführt.

- Mikrohärte
  Erhöhung der Härte gegenüber rein Nickelschichten von 300 HV 0,025 auf 600 HV 0,025
- Innere Spannungen
  Je nach Arbeitsbedingungen während der Abscheidung lassen sich die Inneren Spannungen gezielt auf einen Wert von ± 10 N/mm² einstellen.
- magnetische Eigenschaften
  Die aufgenommenen Daten zeigen den aus der Literatur bekannten Zusammenhang der Legierungszusammensetzung auf das magnetische Verhalten von Nickel- Eisen-Legierungen.
- Struktur und Textur
  Röntgendiffraktometrische Untersuchung der Legierungsschichten dokumentieren, dass das Eisen offensichtlich in Form der intermetallischen Phase $FeNi_3$ (Awaruite) abgeschieden wird. Die Nickel- Eisen- Legierung liegt als rhythmisch lamellarer Strukturtyp vor.
- Dauerfestigkeit
  Nickel- Eisen- Legierungsschichten zeigen ein geringes Rekristallisationsverhalten. Bei einer Temperaturbehandlung von 5h und 500 °C wandelt sich der rhythmisch lamellare Strukturtyp zu einen UD Typ um. Die Härte der Schichten nimmt von 600 HV 0,025 auf 400- 350 HV 0,025 ab.
- Zugfestigkeit
  Mit Erhöhung des Eisengehaltes in der Schicht wird die Zugfestigkeit der Legierung größer dafür wird die Dehnung geringer.

Die erreichten Ergebnisse sind in den Zwischenberichten 1-5 und in der Promotionsarbeit von Thomas Mache ausführlich beschrieben und ausgewertet. Mit den durchgeführten Untersuchungen konnten alle im Projektantrag gestellten Aufgaben erfüllt und in vielen Bereichen übertroffen werden.
In zahlreiche Veröffentlichungen und Vorträgen wurden die Ergebnisse der Öffentlichkeit zur Verfügung gestellt. Im Rahmen des Projektes entstanden Studienjahresarbeiten, Diplomarbeiten und ein Promotion.
Eine Überführung der Resultate ist von der Firma Temicon und der Firma Precision Engineering geplant.

IV. Anlagen:

1. Kurzgefasster Erfolgskontrollbericht

2. Abschlussbericht Nr. 5 „Teilstromdichte- Potential- Kurven und Hydrodynamische Untersuchungen der Nickel- Eisen- Legierungsabscheidung“