

**Leibniz-Institut für
Oberflächenmodifizierung e.V.**

Abschlußbericht zum Vorhaben

**“Herstellungstechnologie und Charakterisierung von nitrierten
Metallgittersystemen für Breitstrahlionenquellen”**

FKZ: 50 TK 0010

Zuwendungsempfänger: Institut für Oberflächenmodifizierung e.V. Leipzig

Laufzeit des Vorhabens: 01. 04. 2001 bis 31. 03. 2004

I. Randbedingungen zur Durchführung des Vorhabens.....	4
Aufgabenstellung.....	4
Voraussetzungen.....	4
Planung und Ablauf der Bearbeitung	5
Wissenschaftlich-technische Stand bei Beginn des Vorhabens.....	6
Literaturverzeichnis.....	7
Bewertung der Zusammenarbeit mit Partnern bzw. Unterauftragnehmern.....	8
II. Ergebnisse	10
1. Oberflächenmodifizierung durch niederenergetische Ionen zur Reduktion der Oberflächenzerstäubung	10
Zerstäubungsabtrag	10
Thermochemische Oberflächenmodifizierung	11
Resultate für verschiedene Materialsysteme	15
SIMS – Untersuchungen zu den zwei verschiedenen Nitrierverfahren beim Ti.....	16
2. Bestimmung der Zerstäubungsraten metallischer Gittermaterialien.....	20
Experimenteller Aufbau	20
Meßfehler	22
Zerstäubungsrate Molybdän	22
Zerstäubungsrate des nitrierten Molybdäns	24
Zerstäubungsrate von Titan.....	24
Zerstäubungsrate von nitriertem Titan	26
3. Resultate der Evaluierung der Gitterlochherstellungstechnologie	27
Laserstrukturierung.....	28
Vorstellung des wasserstrahlgeführten Lasers.....	29
Einbringung der Löcher durch die Stanz-Technologie	33
3D-Bohrtechnologie.....	36
Entwicklung eines mechanischen 3D Messverfahrens.....	41
Bewertung der absoluten Bohrgenauigkeit.....	42
Chemische Ätztechnologie mit beidseitiger Photolithographie	42
4. Beschreibung und Bewertung der Tiefziehverfahren.....	48
Konzeption des Testprägewerkzeuges.....	48

Bearbeitungsempfehlungen	50
Ergebnisse der Testprägung.....	52
Hydraulische Tiefung.....	54
5. Bewertung der neuen Gitteraufhängung	56
6. Einsatz in einer ECR-Quelle mit 200mm Ionenstrahldurchmesser	59
7. Nutzen und Verwertbarkeit der Ergebnisse.....	61
8. Bewertung der Ergebnisse an Hand des derzeitigen internationalen Standes bei der Gitterfertigung.....	61
III Erfolgskontrollbericht.....	62
Ergebnisse, Synergien und wesentliche neue Erfahrungen.....	62
Patente und Erfindungen.....	62
Wirtschaftliche Erfolgsaussichten, Transferstrategien und deren Zeithorizont	63
Wissenschaftliche Ergebnisse und deren weitere Nutzung	64
Wirtschaftliche und wissenschaftliche Anschlußfähigkeit, Vorschlag für nächste innovatorische Schritte	64
Arbeiten , die zu keiner nutzbaren Lösung geführt haben	64
Präsentationsvorschläge	65
Bemerkungen zur Einhaltung von Kosten- und Zeitplanung.....	65

I. Randbedingungen zur Durchführung des Vorhabens

Aufgabenstellung

Breitstrahlionenquellen, die auf eine Triebwerksentwicklung der NASA (H.R. Kaufman, P.D. Reader) zu Beginn der 60er Jahre zurückgehen, werden heute in vielen Hochtechnologien als Werkzeug genutzt. Die Multiaperturionoptiken sind ein wesentlicher und technologisch bedeutsamer Teil dieser Ionenquellentypen. In den letzten Jahren wurden im Rahmen der europäischen Förderung (GSTP) und in Weiterführung in einem von der DLR betreuten Vorhaben (Optimierung von Gittersystemen für elektrostatische Triebwerke) im IOM Leipzig Voraussetzungen für eine validierte Modellierung der Strahlgeometrie geschaffen, die eine anwendungsorientierte Gittersystemgestaltung ermöglicht. Wichtige, offene Probleme waren Gittermaterialien – speziell metallische wie Invar, Mo und Ti und Herstellungstechnologien (Einbringung der Viellochordnung, Formgebung zur Stabilisierung und für die Vorzugsrichtung bei der thermischen Stressrelaxation), die den Anforderungen des Einsatzes der Breitstrahlionenquellen in verschiedenen, technologischen Bereichen (Optik, IT, Architekturglasbeschichtung, Werkstoffmodifizierung, Raumfahrt u.a.) geeignet Rechnung tragen.

Voraussetzungen

Die Breitstrahl-Ionenquellenentwicklung unter Nutzung der verschiedensten Plasmaanregungsprinzipien (Hot Filament, ECR, RF) hat im IOM eine langjährige Tradition. Damit einher ging die Entwicklung entsprechender Technologien für die Mikroelektronik, die Hochleistungsoptik und die Informationstechnologien. In den letzten Jahren wurden nun im IOM im Rahmen der europäischen Raumfahrtförderung die Voraussetzungen für eine validierte Modellierung der Strahlgeometrie geschaffen, die nun ein anwendungsorientiertes Gittersystemdesign für den industriellen Einsatz ermöglicht. Unter Verwendung verfügbarer Spezialsoftware [9] wurden die in einer Ionenquelle in komplexer Weise gleichzeitig ablaufenden Elementarprozesse in konsekutive fraktionelle Schritte gebrochen [10]. Für Breitstrahlionenquellen als Ionentriebwerke für die Raumfahrt konnten Sekundärprozesse berücksichtigt werden, die mit der Gittererosion durch Umladungen wesentlich die Lebensdauer dieser Thruster bestimmen. Kurzzeit-Erosionsmessungen zeigten ebenfalls eine gute Übereinstimmung mit den Resultaten der Simulation [11].

Die Einbeziehung der inhomogenen Plasmadichteverteilung in den Plasmaräumen der Breitstrahlquellen brachte einen weiteren, wesentlichen Fortschritt bei der Beschreibung realer Konfigurationen [12]. Gittersystemgestaltungen zur Formung eines wesentlich breiteren, homogenen Bereiches der Strahlstromdichteverteilung konnten berechnet werden. Die Fertigung dieser Gittersysteme mit variierenden Lochdurchmessern bzw. Gitterdicken ist anspruchsvoll. Sie wird für Graphit als Gittermaterial beherrscht und sollte im Rahmen dieses Vorhabens auf Metallgittersysteme übertragen werden.

Zur Unterstützung der Simulation mit Zerstäubungsdaten, die für die relevanten Material-Ion-Kombinationen bisher in der Literatur nicht vorlagen, wurden die energie- und winkelabhängigen Sputterraten und die räumliche Verteilung des zerstäubten Materials experimentell bestimmt [13]. Eine geeignete apparative Ausrüstung wurde im IOM aufgebaut und genutzt. Mit Hilfe dieser Zerstäubungsrate- und Verteilungsmessungen konnte der Effekt der Rückbeschichtung von Gittermaterial im Einzelloch der Anordnung in die Simulation einbezogen und damit die Gittersystemlebensdauerberechnung besser mit dem Experiment korreliert werden.

Gemeinsam mit einem mittelständigen Unternehmen (Fa. Ziegler Feinwerktechnik GmbH, Bermatingen) erfolgte die Erarbeitung der Technologie zur Herstellung sphärischer Graphitgitter. Diese Gitter kommen derzeit in allen im Institut und bei Partnern entwickelten Ionenstrahlenwendungen zum Einsatz.

Erfahrungen zum ionenstrahlgestützten Nitrierprozess wurden im Institut bei der Härtung von austenitischem Edelstahl mit dem Ziel der Beibehaltung seiner ausgezeichneten antikorrosiven Eigenschaften gesammelt [14]. Entsprechende Technologieerarbeitungen sind abgeschlossen und gemeinsam mit lokalen mittelständigen Unternehmen erfolgt der Aufbau einer Versuchsanlage für größere Werkstücke bzw. eine Batch-Bearbeitung bis zu 2 m Länge. Entsprechende Apparaturen und das erarbeitete Know How sind für die geplante Nitrierung an den metallischen Gittermaterialien sehr hilfreich und sowohl im IOM als auch bei Partnerfirmen verfügbar.

Planung und Ablauf der Bearbeitung

Drei Schwerpunkte waren im Rahmen des Vorhabens zu untersuchen: Die Formgebungsverfahren für die Metallgitter, die Art der Einbringung der Löcher und die Möglichkeiten zur Modifizierung der Metalle mit dem Ziel der Verlängerung der Lebensdauer des Gittersystems.

- Mechanische Formgebung der Metallrohlinge durch hydrostatisches Drücken. Konstruktion der Gittersysteme erfolgt im IOM (Anpassung an Breitstrahlionenquellen des Institutes), Erarbeitung der Verformungstechnologie im Unterauftrag, Evaluierung der erzielten Ergebnisse - Vergleich mit Resultaten durch Tiefziehen von Molybdän und Titan (ebenfalls im UA). Erwartet wurde eine wesentliche Qualitätsverbesserung durch das hydrostatische Verfahren.
Zur Lösung dieser Aufgaben erfolgte im Vorhaben die Suche nach geeigneten Unterauftragnehmern, die sowohl entsprechendes Umform - Know How als auch die Umformanlagentechnik zur Verfügung stellen konnten.
- Untersuchungen zur Präzision der 3D – Bohrtechnologie für Mo und Ti, Optimierung von Bohrergeometrien und Materialien bzw. Beschichtungen im Unterauftrag bei der Fa. Ziegler Feinwerktechnik GmbH. Aufbau von Testgittersätzen zur Erprobung in einer Breitstrahlquelle des IOM. Elektrische Messungen des Strahlprofils zu dieser Systemgeometrie.
- Untersuchungen zum Laserbohren mit geringem thermischen Eintrag und photolithographisch-chemisches Ätzen werden durchgeführt. Mit diesen Methoden hergestellte Gittersysteme werden mit mechanisch gebohrten Systemen verglichen (mechanische Vermessung der Präzision). Diese Aufgabenstellung konnte nicht vollständig im Institut selbst bearbeitet werden. Geeignete Unterauftragnehmer waren zu evaluieren.
- Untersuchungen zur Nitrierung von Mo und Ti mit Hilfe von Stickstoffionenimplantation und anschließender Diffusion. Zerstäubungsratebestimmung an den Materialien nach Tiefenprofilanalytik.
- Aufbau von 2 nitrierten Gittersystemen (Mo, Ti) nach Nachweis der Absenkung der Sputterrate und Lebensdaueruntersuchungen mit der für die Graphitgittersysteme im IOM erarbeiteten Methode.

Wissenschaftlich-technische Stand bei Beginn des Vorhabens

Breitstrahlionenquellen, die auf eine Triebwerksentwicklung der NASA zurückgehen [1], stellen heute ein wichtiges Werkzeug zur Materialbearbeitung und Oberflächenmodifizierung dar [2-4]. Auch als elektrische Antriebe und Steuertriebwerke für Raumfahrzeuge finden sie mit der ständigen Verbesserung ihres Technologieniveaus zunehmenden Einsatz für wissenschaftliche und kommerzielle Missionen [5,6].

Die perfekte Beherrschung der Ionenquellentechnologie ist eine wesentliche Grundlage für viele wirtschaftlich relevante Hochtechnologien. Dabei stehen derzeit Probleme wie lange Wartungsintervalle, Reproduzierbarkeit, Stabilität, Genauigkeit, aber auch die dem Problem angepasste Formung des Ionenstrahles im Zentrum der Entwicklung. Die Multiapertur-Extraktionsoptiken sind neben der Plasmaerzeugung der wesentliche und technologisch bedeutsame Teil dieser Ionenquellen. Mit ihnen wird zum einen die Form des Ionenstrahles selbst bestimmt, zum anderen sind aufgrund der Wechselwirkungen mit Bestandteilen des Ionenstrahles bestimmte Anforderungen an die chemische und die Sputterresistenz entsprechend dem Einsatzziel zu stellen. So muss z.B. bei Betrieb der Breitstrahlquelle mit reaktiven Gasen wie Sauerstoff das Gittermaterial chemisch gegen diesen resistent sein, die mechanische Stabilität spielt bei extremen Belastungen durch eine Beschleunigung beim Start von Satelliten eine Rolle und die Sputterresistenz des Gittermaterials bestimmt letztlich die Lebensdauer der gesamten Anordnung

Weitgehend beherrscht wird die Herstellung der Gittersysteme mit unterschiedlichen Geometrien aus hochdichtem Graphit. Jedoch ist es für vor allen reaktive Prozesstechnologien existenziell, metallische Materialien wie Molybdän, Invar oder Titan zu verwenden. Sie sind widerstandsfähiger gegen die eingesetzten Prozessgase und besitzen bessere mechanische Eigenschaften. Allerdings haben Metalle einen wesentlich größeren thermischen Ausdehnungskoeffizienten als Graphit. Deshalb müssen die Gitter schüsselförmig gefertigt werden, um eine geometrische Formstabilität während des Betriebes zu gewährleisten. Die Fertigungsanforderungen für die Metallgitter (geringe Toleranzen, Reproduzierbarkeit für die Passfähigkeit des Systems, schlechtere mechanische Bearbeitbarkeit der verwendbaren Metalle im Vergleich zu Graphit, Bohrungen in sphärischer Geometrie) sind extrem hoch und werden derzeit nur ungenügend beherrscht. Erste Versuche mit Titan-Extraktionsgittern [7] zeigten gute Resultate, aber auch Probleme durch die hohe thermische Ausdehnung.

Schließlich ist die volumetrische Erosionsrate der erwähnten Metalle bekanntermaßen höher als die von Graphit. Zur Verringerung dieser Zerstäubungsrate wird eine Nitrierung des Gittermaterials vorgeschlagen; erste vorgetragene Ergebnisse der Gruppe um Prof. Wilbur (Colorado State University)[8] versprechen eine um etwa 40% niedrigere Zerstäubungsrate des nitrierten Materials gegenüber dem reinen Metall und somit eine Lösung des Standzeitproblems.

Literaturverzeichnis

- [1] H. R. Kaufman, *Technology of electron-bombardment ion thrusters*, Adv. Electronics Electron Phys. 36 (1974) 265.

- [2] H. R. Kaufman, R. S. Robinson, *Ion source design for industrial applications*, AIAA Journal 20 (1982) 745.
- [3] J. Ishikawa, *Ion sources for industrial applications*, Rev. Sci. Instrum. 69 (1998) 863.
- [4] M. Zeuner, F. Scholze, H. Neumann, A. Hellmich, B. Ocker
A unique ECR broad beam source for thin film processing, Proximity 1999-2000.
- [5] J. E. Polk, R. K. Kakuda, J. R. Anderson, J. R. Brophy, M. J. Patterson, J. Hamley
Validation of the NSTAR ion propulsion systems on the Deep Space One mission, 35th Joint Propuls. Conf., Los Angeles, 20.-24.06.1999; Paper AIAA 99-2274.
- [6] R. Killinger, H. Bassner, J. Müller, *Development of an rf ion thruster for commercial application*, 26th Int. Electric Propuls. Conf., Kitakyushu, 17.-21.10.1999; Paper IEPC 99-140.
- [7] G. C. Soulas, J. E. Foster, M. J. Patterson, *Performance of titanium optics on a NASA 30cm ion thruster*, 36th Joint Propuls. Conf., Huntsville 17.-19.07.2000; Paper No. AIAA 2000-3814.
- [8] P.J. Wilbur, *private Mitteilung* 1999.
- [9] R. Becker, W. B. Herrmannsfeldt, *IGUN - A program for the simulation of positive ion extraction including magnetic fields*, Rev. Sci. Instrum. 63 (1992) 2756.
- [10] M. Tartz, E. Hartmann, F. Scholze, H. Neumann,
Modelling of broad beam ion sources, Rev. Sci. Instrum. 69 (1998) 1147.
- [11] M. Tartz, E. Hartmann, R. Deltschew, H. Neumann,
Validation of a grid erosion simulation by short-time erosion measurements, 26th Int. Electric Propuls. Conf., Kitakyushu 17.-21,10.1999; Paper IEPC 99-147.
- [12] M. Tartz, E. Hartmann, R. Deltschew, H. Neumann, *Approximation of the plasma inhomogeneity by broad-beam measurements and simulation*, Rev. Sci. Instrum. 71 (2000) 678.
- [13] R. Deltchev, M. Tartz, S. Jankuhn, E. Hartmann, H. Neumann
Redeposition of sputtered material on ion thruster grids
36th Joint Propuls. Conf., Huntsville 17.-19.07.2000; Surf. & Coat. Technol., im Druck.
- [14] F.Scholze, M. Zeuner, H. Neumann,
Low-energy ion beam nitriding of stainless steel, 7th Int. Conf. Plasma Surface Engineering – PSE, Garmisch-Partenkirchen 17.-21.09.2000; Surf. Coat. Technol., im Druck.

Bewertung der Zusammenarbeit mit Partnern bzw. Unterauftragnehmern

In der Planung waren drei Unterauftragnehmer – die Firma Ziegler Feinwerktechnik für die konventionellen Bohrtechnologien und mechanische Kontrollmessungen der Reproduzierbarkeit, die Firma IOT GmbH für die Laserbohrungen und die chemische Strukturierung und die Firma Formtech GmbH für die hydrostatische Formgebung der Gitter. Die Zusammenarbeit muss nun differenziert betrachtet werden.

- mit der Firma Formtech GmbH kam kein Vertrag zustande, da das aus Budgetgründen limitierte Volumen für die Firma nicht attraktiv war. Die geplanten Arbeiten verzögerten sich dadurch erheblich, da entsprechend qualifizierter Ersatz rechargiert

werden musste. So konnte mit dem IFUM der Universität Hannover eine Einrichtung mit Expertisen auf dem Gebiet der hydrostatischen Formgebung für die Untersuchungen gewonnen werden. Um einen Vergleich zu deutlich preiswerteren, herkömmlichen Tiefziehverfahren vornehmen zu können, wurde die lokal ansässige Firma Rolf Lude zur Mitarbeit an der Erarbeitung einer Tiefziehtechnologie gewonnen. Bei der Zusammenarbeit mit beiden Unterauftragnehmern war ein erheblicher organisatorischer Aufwand durch die Projektbearbeiter im IOM erforderlich. Terminverschiebungen waren aber auch dadurch nicht zu vermeiden.

- Die mechanischen Bohrtechnologien wurden bei der Fa. Ziegler Feinwerktechnik untersucht. Die Zusammenarbeit ist als gut einzuschätzen, wenngleich der Aufwand für die Erarbeitung der Kontrollmessverfahren von den dortigen Bearbeitern unterschätzt wurde, was zu einer erheblichen Verzögerung im Rahmen des Unterauftrages geführt hat. Die chemische Strukturübertragung und die Laserbohrverfahren sollten von der IOT GmbH im Unterauftrag untersucht werden. Die fast bis zum Ende der regulären Vorhabenslaufzeit nach massiver Mahnung vorgelegten Ergebnisse entsprachen etwa 25% der im Pflichtenheft geforderten Aktivitäten, so dass die Projektleitung zur Kündigung des UA entschloss, um mit den verbleibenden Mitteln in einer Verlängerungsphase durch Mitarbeiter des IOM die restlichen Fragestellungen des Pflichtenheftes für diesen wichtigen Teil des Vorhabens bearbeiten und über Auftragsvergaben organisieren zu können.

Zusammenfassend bleibt zu bemerken, dass bedingt durch die doch relativ begrenzten Volumina der Unteraufträge und die dadurch natürlich auch bei der Schwerpunktsetzungen bei den Partnern resultierende „Rangfolge“ derselben die Zusammenarbeit mit den Firmen für die Bearbeiter am IOM selbst sehr aufwendig war. Verzögerungen in der Vorhabensbearbeitung waren die unabdingbare Folge.

II. Ergebnisse

1. Oberflächenmodifizierung durch niederenergetische Ionen zur Reduktion der Oberflächenzerstäubung

Zerstäubungsabtrag

Der Zerstäubungsabtrag von Oberflächen beim Ionenbeschuss hängt sowohl von den einfallenden Ionen als von der Oberflächenbeschaffenheit ab. Im Energiebereich unterhalb 100 keV wird der Großteil der Ionenenergie über nukleare Stoßkaskaden an Targetatome übertragen. Wegen der Stochastik der Stoßprozesse kommt es auch zu Kaskaden bei denen ruhende Atome unter sehr großen Winkeln bis zu 90° relativ zum Impulsvektor des bewegten Teilchens ausgelenkt werden. Bei wiederholter Großwinkelablenkung innerhalb einer Kaskade können Atome sich entgegengesetzt zum einfallendem Ion bewegen. Bei ein Lokalisation der Kaskade nahe der Oberfläche würde so ein Teilchen den Festkörper verlassen, d.h. es findet Zerstäubungsabtrag statt.

Ausgehend von dieser atomistischen Beschreibung des Prozesses können sofort die entscheidenden Parameter identifiziert werden: Mit fallender Ionenenergie wird die Energiedeposition zur Oberfläche verschoben, so dass der Zerstäubungsabtrag ansteigt. Es existiert jedoch eine Schwellenergie, verbunden mit der Verlagerungsenergie im Festkörper, so dass der Zerstäubungsabtrag ein Maximum bei etwa 1 – 10 keV Ionenenergie besitzt und bei der Schwellenergie auf Null abfällt. Mit Variation des Einfallswinkels von der Normalen hin zu flacherem Einfall steigt ebenfalls die Zerstäubung an, da zum Verlassen des Festkörpers der Impuls nicht mehr um 180° sondern um kleinere Werte gedreht werden muß. Für sehr flache Winkel werden alle Ionen an der Oberfläche reflektiert bevor sie in den Festkörper eindringen können. Damit ergibt sich ein Maximum der Zerstäubung bei Einfallswinkeln von etwa $50 - 70^\circ$ von der Normalen.

Zusätzlich sind auch die Festkörpereigenschaften von Bedeutung. Der Energieübertrag zwischen den Atomen hängt von der relativen Masse ab, so dass durch die Verwendung von binären (oder ternären) Systemen die Zerstäubungsausbeute deutlich reduziert werden kann. Hier finden im Extremfall abwechselnd Kollisionen von A mit B und B mit A statt, wodurch bei unterschiedlichen Massen der Impulsübertrag im Vergleich zu reinen A-A-Stößen reduziert wird. Parallel dazu erniedrigt eine hohe Kohäsionsenergie und eine hohe Verlagerungsenergie die Ausbeute, da hier ein Großteil der kinetischen Energie zur Anregung über die Potentialbarriere verbraucht wird. Als ungefähre Anhaltspunkt kann ein hoher Elastizitätsmodul mit einem niedrigen Zerstäubungsabtrag korreliert werden.

Thermochemische Oberflächenmodifizierung

Die Komplementarität von Oberflächen- und Volumeneigenschaften wird immer häufiger von der Industrie ausgenutzt um durch gezielte Modifizierung Oberflächeneigenschaften einzustellen, die unabhängig vom Elastizitätsmodul, Festigkeit oder Fließgrenze des eigentlichen Bauteils sind. Die Ionenimplantation ist hier ein modernes und immer häufiger eingesetztes Verfahren. Es sind sehr vielseitig da alle Elemente in oder unter die Oberfläche implantiert werden können. Gleichzeitig wird die lokale Mobilität der Atome während der Stoßkaskaden durch nicht-thermische Effekte erhöht. Die effektive Temperatur der Oberfläche liegt sehr kurzzeitig deutlich über der tatsächlichen Temperatur. Dadurch kann mit energetischen Ionen die Effektivität von konventionellen thermochemischen Behandlungen wie Gas- oder Plasmanitrieren deutlich verstärkt werden.

Zusätzlich treten bei der Ionenimplantation keine Probleme mit mangelhafter Schichtadhäsion aufgrund von Eigenspannungen oder unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten auf. Das Ausbilden neuer oder metastabiler Phasen unter dem Ionenbeschuss eröffnet gleichzeitig neue Wege in der traditionellen Materialwissenschaft. Durch innovative Technologien wie der Plasma-Immersions-Ionenimplantation (PIII), wo dreidimensionale Wertstücke simultan von allen Seiten schnell und kosteneffektiv implantiert werden, wird die, sonst der Halbleiterindustrie vorbehaltenen, Ionenimplantation auch für Metallurgen zugänglich.

Typische Prozessparameter bei den thermochemischen Ionenimplantationen sind eine Beschleunigungsspannung von 1 – 50 kV und Dosisraten von $10^{15} - 10^{17}$ Ionen/cm²s. Dabei wird die einsetzbare Stromdichte primär von der Prozesstemperatur bestimmt, wie in Abb. 1 für ein gepulstes Regime gezeigt wird. Die Parameter Stromdichte und Ionenenergien sind außer für die Temperatur auch noch für die erreichbare Schichtdicke verantwortlich. Primär bestimmt die Temperatur die Diffusionsgeschwindigkeit über die Aktivierungsenergie. Abhängig vom betrachteten System variiert sie zwischen 0.2 und 1.5 eV, was sich in der unterschiedlichen Steigung der Kurven in Abb. 2 ausdrückt.

Bei konstanter Temperatur bedingt eine Verdoppelung der Ionenenergie eine Halbierung der Stromdichte, was nicht unbedingt zu einer Reduktion der Schichtdicke bei gleicher Implantationszeit führen muss. Die Schichtdicke ist im allgemeinen nur eine Funktion der Zeit t und nicht der Stromdichte und steigt mit $t^{1/2}$ an, d.h. eine Vervierfachung der Zeit führt zu einer Verdoppelung der Schichtdicke. Jedoch findet bei der Ionenimplantation immer auch

ein Abtrag aufgrund von Oberflächenzerstäubung statt. Wie in Abb. 3 zu sehen ist, können Werte von 0.4 nm/s bei Stromdichten von 1 mA/cm² auftreten. Dieser lineare Abtrag führt zusammen mit der nichtlinearen Diffusionsgeschwindigkeit zu einer Sättigung der maximalen Schichtdicke bei endlicher Stromdichte.

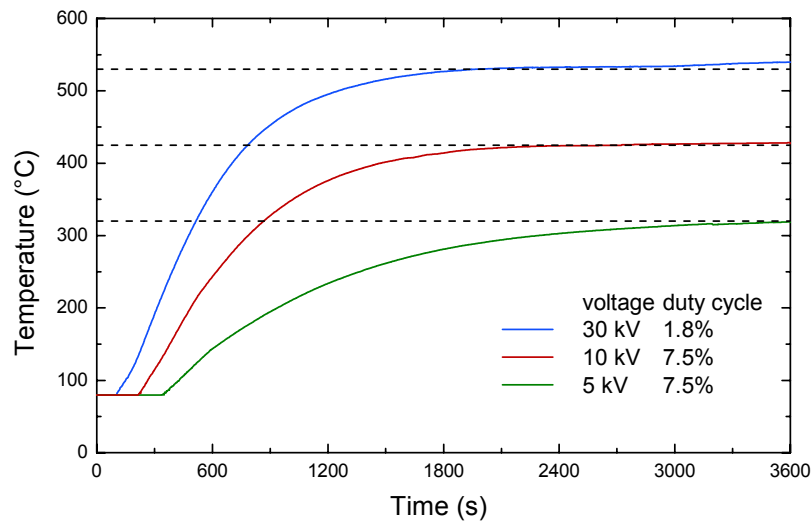


Abb. 1: Gleichgewichtssprozeßtemperatur bei verschiedenen Spannungen und Tastverhältnissen.

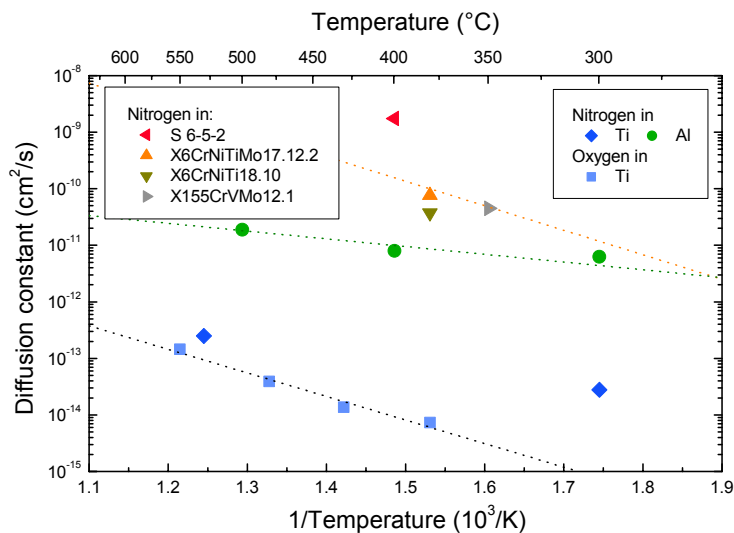


Abb. 2: Diffusionskonstante als Funktion der Temperatur.

Eine Reduktion der Ionenenergie um den Faktor 10 führt daher bei gleichzeitiger Erhöhung der Stromdichte um den gleichen Faktor bei konstanter Proben temperatur daher immer zu einer Verringerung der Schichtdicke (Abb. 4). Gleichzeitig reduziert sich die sinnvolle Prozesszeit in der noch ein Anwachsen der Schichtdicke festzustellen ist. In dem Beispiel von Abb. 4 ist für 0.1 mA das Gleichgewicht nach über 200 Stunden noch nicht erreicht während

bei 1 mA nach 20 Stunden kein Schichtwachstum mehr festzustellen ist. Zerstäubungsabtrag und Diffusion sind hier schon im Gleichgewicht.

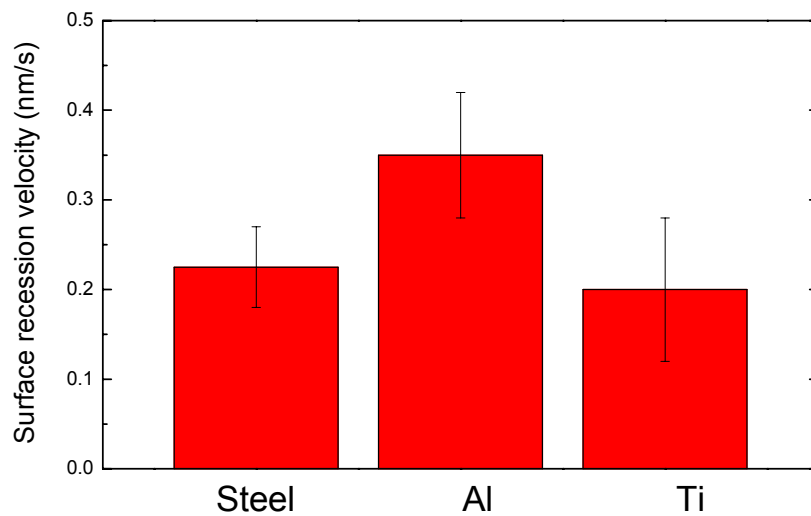


Abb. 3: Oberflächenabtragsgeschwindigkeit bei einer Stromdichte von 1 mA/cm^2 bei Beschuss mit Stickstoffionen.

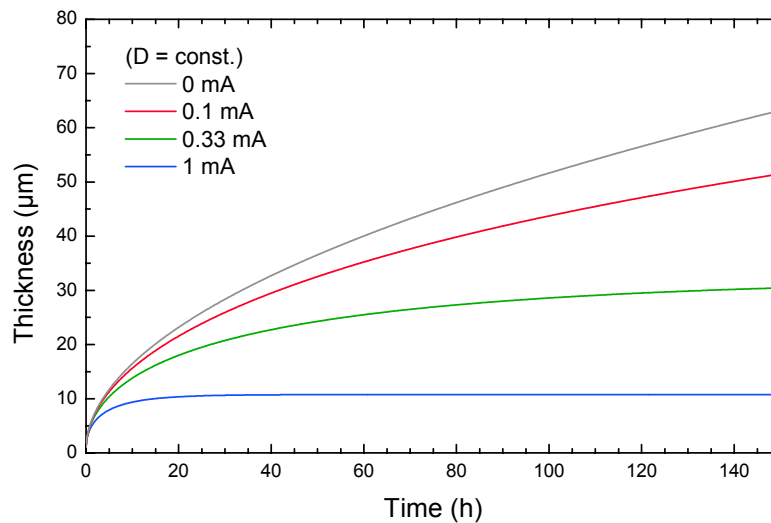


Abb. 4: Entwicklung der Schichtdicke mit der Zeit bei konstanter Diffusivität und variabler Stromdichte.

Die maximale Schichtdicke ist umgekehrt proportional zur Stromdichte, d.h. Faktor in der Stromdichte entspricht einem Faktor 0.1 in der Schichtdicke. Jedoch unterscheiden sich die absoluten Werte zwischen verschiedenen Materialsystemen. Ein Vergleich von Abb. 2 und Abb. 5 zeigt den erwarteten Verlauf: Eine hohe Diffusivität erlaubt eine entsprechend höhere Stromdichte bei einer gleichzeitig dickeren modifizierten Randschicht im Material.

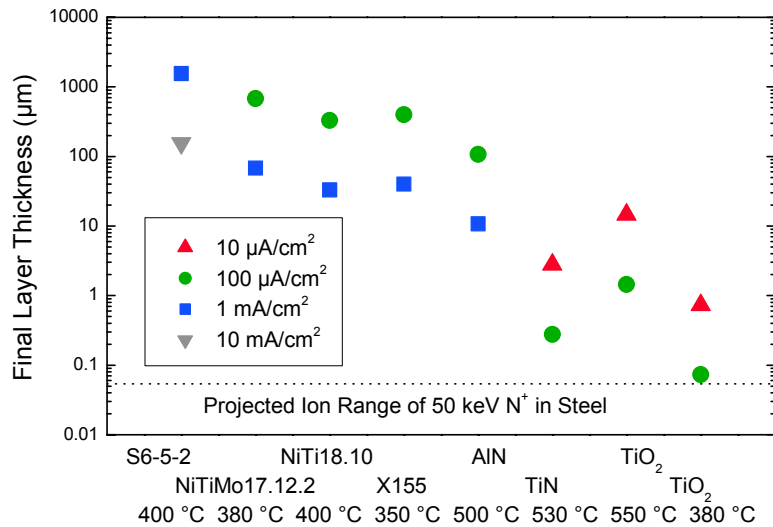


Abb. 5: Maximale Schichtdicke für verschiedene Materialsysteme als Funktion der Stromdichte.

Neben der größeren Schichtdicke ergibt sich bei einer schnelleren Diffusion auch ein kürzerer Prozess. Aus dieser Sicht sind Edelstähle für die hier betrachteten thermochemischen Ionenimplantationsexperimente vorteilhafter, Aluminium hat eine Zwischenstellung während Titan schwieriger zu behandeln ist. Die Diffusivität von Stickstoff in Molybdän liegt nochmals um 1 – 2 Größenordnungen unterhalb der von Stickstoff in Titan, so dass hier noch geringere Schichtdicken erzielt werden.

Resultate für verschiedene Materialsysteme

Edelstahl

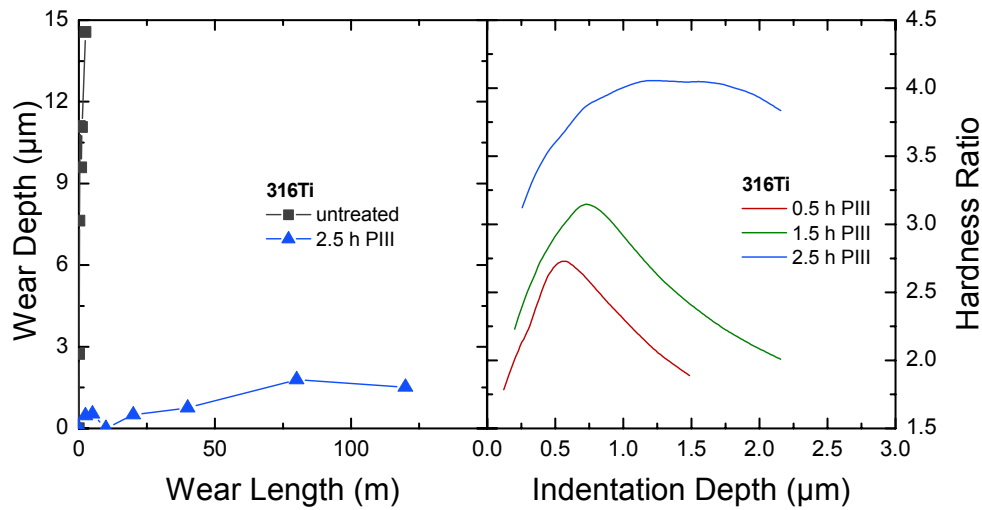


Abb. 6: Oberflächenverschleiß und -härte von Edelstahl nach Stickstoffimplantation.

Rostfreier Edelstahl lässt sich im Temperaturbereich von 350 bis 400 °C durch Stickstoffionenimplantation mit einer sehr harten und sehr verschleißresistenten Oberflächenschicht versehen, welche die Korrosionsresistenz von Edelstahl beibehält. Für den in Abb. 6 als Beispiel gezeigten Stahl AISI 316Ti (DIN 1.4571 / X5CrNiTiMo17.12.2) wird die Härte von weniger als 300 Vickers auf über 1000 Vickers erhöht. Gleichzeitig reduziert sich der spezifische Verschleiß im ungeschmierten Versuch gegen eine Wolframkarbidkugel um etwa 3 Größenordnungen, was an der unterschiedlichen Steigung der Kurven zu sehen ist.

Titan

Ein anderen Leichtbauwerkstoff, Titan, zeigt nach Stickstoffimplantation ein deutlich besseres Verhalten. Sauerstoffverunreinigungen sind unkritisch, die Prozesstemperatur kann bei Reintitan und vielen Legierungen auch 700 – 800 °C betragen. Nach Kurzzeitimplantationen die Schichtdicken von weniger als 0.4 µm, der maximalen Informationstiefe der verwendeten Meßmethode für die Tiefenprofile in Abb. 7, ergeben sich Profile die bis zu 5 – 10 µm Tiefe extrapoliert werden können. Entsprechend längere Zeiten ergeben auch noch dickere Schichten da hier durch eine geeignete Wahl der Spannung und Stromdichte noch weit unterhalb der Sättigung operiert wurde.

Ein genauerer Blick auf die erzeugten Phasen zeigt aber zwei unterschiedliche Prozesse. Unterhalb 500 °C findet man die Bildung von TiN mit einer Stickstoffkonzentration von etwa 45 – 50% mit der bekannten goldgelben Farbe. Oberhalb dieser Temperatur findet man nur eine geringe Reduktion des Stickstoffgehalt, aber kein TiN sondern nur eine Gitteraufweitung im Titan. Gleichzeitig ändert sich die Farbe zu einem fahlen weiß-gelb, was auf profunde Änderungen in der Elektronenstruktur hindeutet die sich vermutlich auch in der Zerstäubungsausbeute äußern.

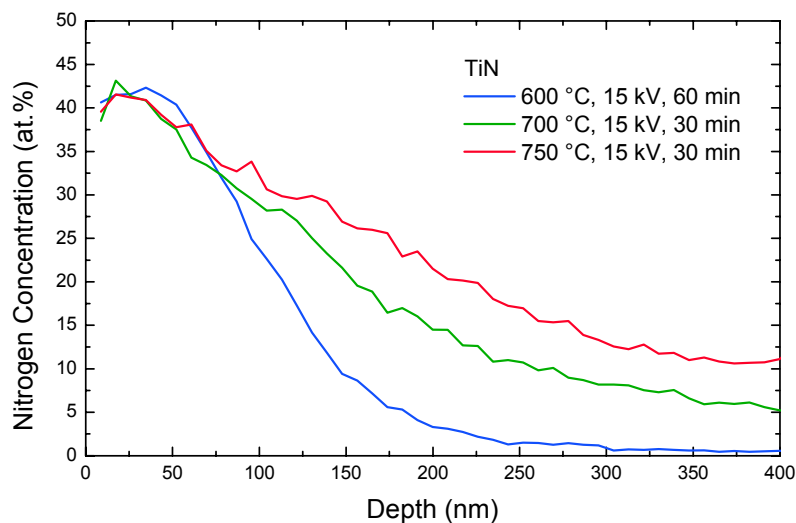
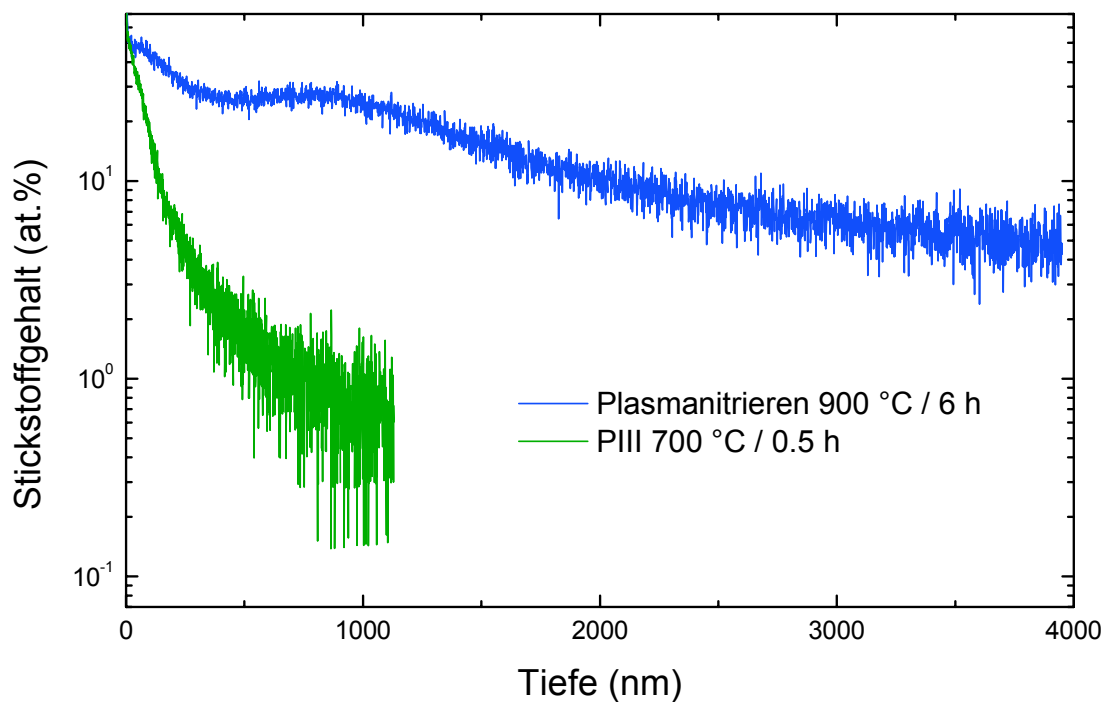


Abb. 7: Stickstofftiefenprofile in Titan bei verschiedenen Temperaturen.

SIMS – Untersuchungen zu den zwei verschiedenen Nitrierverfahren beim Ti

Zusätzlich wurden von ausgewählten Proben SIMS-Tiefenprofile aufgenommen. Die folgende Abbildung zeigt den Vergleich von Stickstofftiefenprofilen einer Probe, die bei 900 °C für sechs Stunden plasmanitriert wurde mit einer Probe, in der bei 700 °C für 30 Minuten durch PIII Stickstoff implantiert wurde. Unterschiedliche Zerstäubungsausbeuten des reinen Titans und des TiN beeinflussen hier nicht die Tiefenkalibrierung, da mit einer Kombination von Sauerstoff- und Galiumbeschuss gearbeitet wurde und eine starke Oxidbildung an der Oberfläche vorliegt, die zu einer einheitlichen Zerstäubungsausbeute führt, die hier ungefähr 0.8 nm/s beträgt.



Die Bestimmung der Stickstoffkonzentration erfolgte durch Vergleich mit Spektren, die aus Schwerionentrückstreuexperimenten (ERDA) gewonnen wurden. Diese erlauben zwar eine absolute Aussage, jedoch nur über eine begrenzte maximale Informationstiefe von 200 bis 400 nm. Für die beiden hier betrachteten Proben konnte kein Unterschied mit ERDA festgestellt werden, es lag jeweils eine leicht abfallende Stickstoffkonzentration von 50 – 40 at.% vor.

In tieferen Bereichen ist jedoch sehr wohl eine unterschiedliche Anreicherung mit Stickstoff zu sehen. Die PIII-Probe bei 700 °C zeigt einen exponentiellen Abfall bis in einer Tiefe von etwa 1.0 µm das Rauschniveau (~ 0.7 at.%) erreicht wird. Hingegen ist bei der Probe, die bei höherer Temperatur behandelt wurde, außer einem deutlich langsameren Abfall der Stickstoffkonzentration – entsprechend einer um den Faktor 10 – 12 erhöhten Diffusivität – ein Plateau bei 30 – 35 at.% über eine Tiefe von 0.5 bis 1.2 µm zu sehen. Zusätzliche Experimente und Untersuchungen mit Röntgenbeugung lassen den Schluß zu, daß hier die Bildung einer geschlossenen Ti₂N-Schicht zu sehen ist. Mit steigender Temperatur ist es sowohl von der Energetik (Aufbringen der Aktivierungsenergie mit steigender thermischer Bewegung) als auch von der Kinetik (erhöhte Prozeßgeschwindigkeit) her möglich, daß sich in fester Lösung auf Zwischengitterplätzen im Titangitter befindliche Stickstoff zu einer Phasenneubildung mit einer zusätzlichen Umordnung der Titanatome führt. Insbesondere

kann davon ausgegangen werden, daß diese Mikrostruktur einen Einfluß auf die Zerstäubungsausbeute hat.

Molybdän

Für Molybdän findet man eine sehr geringe Diffusivität mit Schichtdicken unterhalb 200 nm (Abb. 8), im Vergleich weniger als 10% der Werte für Titan. Die Oberflächenkonzentration liegt bei 30 – 35 at.% wobei die Dicke dieser Oberflächenschicht im wesentlichen durch die Ionenenergie bestimmt wird. Unterhalb von 580 °C findet man keine nennenswerte Verbreiterung der Implantationsprofile durch Diffusion. Jedoch findet man oberhalb dieser Temperatur sowohl eine Diffusionszone mit abnehmendem Stickstoffgehalt in das Material hinein als auch eine Verbreiterung der Oberflächenschicht mit konstanter Stickstoffkonzentration. Die Aktivierungsenergie für den Volumenprozess wurde zu 1.3 eV bestimmt. Das Wachstum der Oberflächenschicht zeigt eine kleinere Aktivierungsenergie was auf einen anderen Diffusionsmechanismus hindeutet. Die mobilen Spezies können allerdings hier nicht identifiziert werden.

Gleichzeitig findet man bei 580 °C eine Umwandlung des kubischen Mo₂N zu einem tetragonal verzerrtem Gitter (Abb. 9). Die Umwandlung einer texturierten Schicht in eine mit zufälliger Kristallorientierung kann aus den Daten ausgeschlossen werden. Die Übereinstimmung der Einsatztemperaturen bei der Diffusion und bei der Gitterumwandlung muss als zufällig interpretiert werden, da eine Korrelation der mikroskopischen Umordnung im Gitter mit der mikroskopischen Diffusion über mehrere 100 Gitterabstände nicht zu erwarten ist.

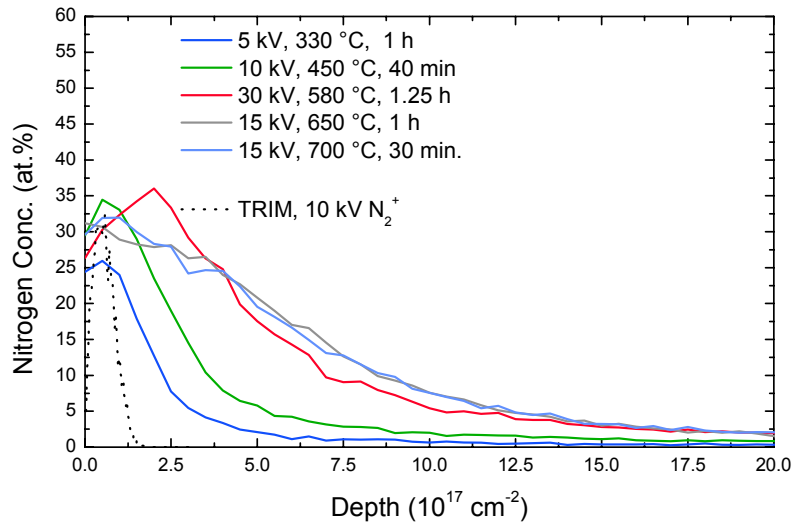


Abb. 9: Stickstofftiefenprofile in Molybdän bei verschiedenen Temperaturen.

2. Bestimmung der Zerstäubungsraten metallischer Gittermaterialien

Experimenteller Aufbau

Zur Bestimmung der Zerstäubungsraten wurde eine spezielle UHV-Anlage aufgebaut (Abbildung 10). Die Kammer wird durch eine Turbopumpe (2000 l/s) auf einen Basisdruck von besser 10^{-8} mbar evakuiert. Während des Betriebes der Ionenquelle stieg der Druck aufgrund des Gasflusses durch die Quelle in den 10^{-5} mbar-Bereich. Die Zusammensetzung des Restgases wurde regelmäßig mit einem Quadrupol-Massenspektrometer kontrolliert, da einige Gase wie z.B. Sauerstoff einen zusätzlichen chemischen Beitrag zum Zerstäubungsprozess liefern können. Elementare Sauerstoffpeaks waren im Massenspektrum nicht auszumachen, als einzige Sauerstoffquelle verbleibt Wasser (vgl. Abbildung11). Der

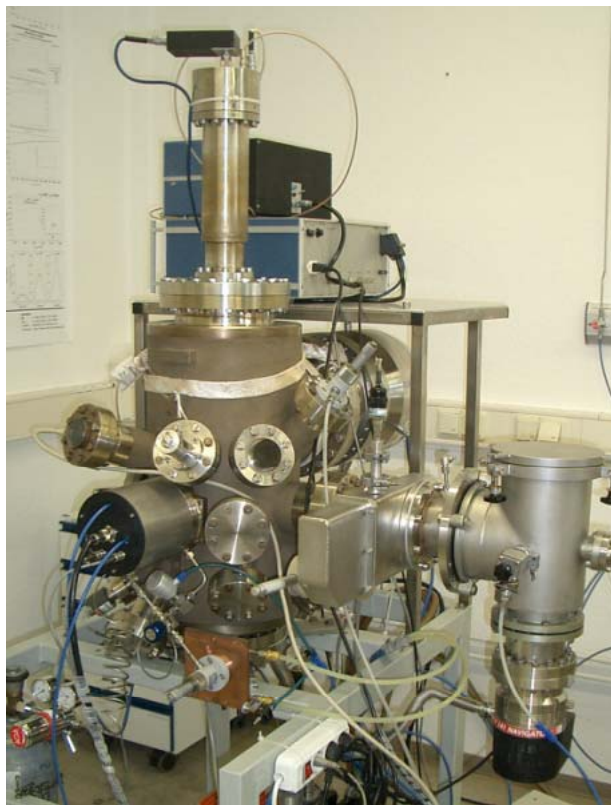


Abbildung 10: Anlage zur Bestimmung der Zerstäubungsraten.

Sauerstoffpartialdruck wurde um 7 Größenordnungen kleiner abgeschätzt als der des Arbeitsgases Xenon, damit kann zusätzliches chemisches Ätzen ausgeschlossen werden. Um dieses sehr saubere Vakuum zu erhalten, wurde die Anlage nach jedem Öffnen (Wartung, Reparaturen) längere Zeit ausgeheizt und kontinuierlich betrieben. Die Proben werden durch eine Schleuse eingebracht. Um den Eintrag an Restgasen durch die Schleuse gering zu halten, wurde die Probe in der Vorkammer vor dem Einschleusen mindestens 20 min gepumpt. Weiterhin wurde die Schleuse zum Probenwechsel mit trockenem Stickstoff oder Argon

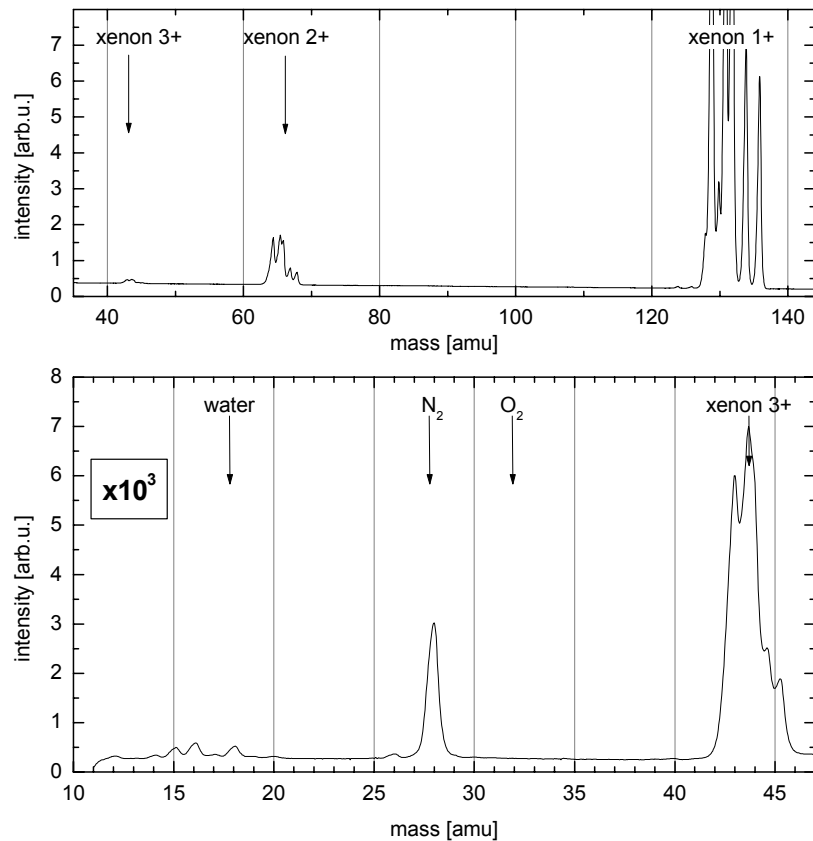


Abbildung 11: Restgasspektrum bei Quellenbetrieb.

geflutet, um Wechselwirkungen mit der noch heißen Probenoberfläche auszuschließen und den Eintrag von Wasser in die Hauptkammer zu minimieren.

Der Ionenstrahl wird von einer 4 cm HF Ionenquelle ISQ40RF (Abbildung 12) generiert. Der

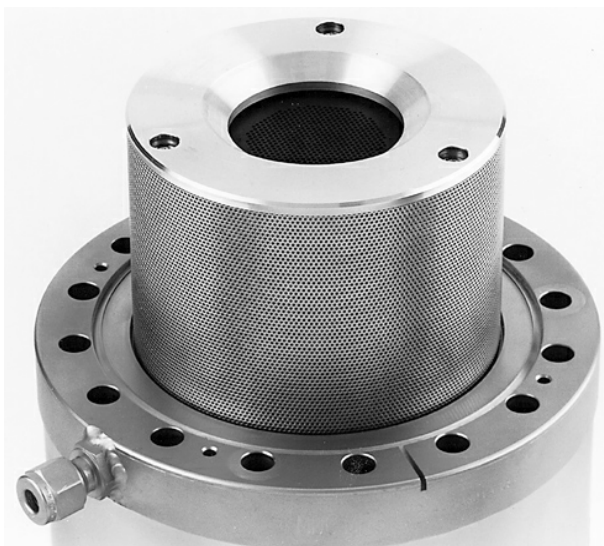


Abbildung 12: Ionenquelle ISQ40RF.

anfängliche Strahldurchmesser beträgt 4 cm. Die Ionenquelle ist mit einem 2-Gittersystem ausgerüstet, das einen Ionenstrahl mit niedriger Strahldivergenz extrahiert. Die Stromdichte auf dem Target in 12 cm Abstand beträgt bis zu 3 mA/cm^2 (bei 1400 V Ionenenergie). Die Ionenquelle kann bei Energien ab 50 eV bis über 2000 eV betrieben werden, die verwendete Stromversorgung begrenzt den nutzbaren Energiebereich auf 1500 V.

Die Proben werden auf einem Targethalter festgeklemmt unter verschiedenen Winkeln zum Ionenstrahl. Eine Blende vor dem Target begrenzt den Strahl. Der Strom auf das Target wird direkt gemessen.

Die Zerstäubungsrate wird aus dem Massenverlust der Probe bestimmt. Dazu wird die Probe vor und nach der Behandlung mit einer Präzisionswaage Sartorius MC1 gewogen. Der Targetstrom muss um den Anteil der am Restgas umgeladenen Ionen korrigiert werden, da diese Ionen nach der Umladung als ungeladene Atome weiterhin am Zerstäubungsprozess teilnehmen, aber von der Strommessung nicht mehr erfasst werden. Die Zerstäubungszeit wurde immer so gewählt, dass ein ausreichend großer Massenverlust auftrat (s.u.).

Alle relevanten Parameter werden von einem PC kontinuierlich protokolliert, dies ermöglicht einen 24 h Betrieb des Experimentes.

Meßfehler

Die Genauigkeit der Waage wird mit 20 µg angegeben. Um den Wägefehler gering zu halten, sollte der Massenverlust der Probe mindestens 1000 µg betragen. Bei niedrigen Ionenenergien erfordert dies eine recht lange Bestrahlungszeit.

Der absolute Fehler der Strommessung des 12-bit AD-Wandlers beträgt bei den niedrigsten Targetströmen (ca. 20 µA) 2%, bei höheren entsprechend weniger. Hinzu kommt ein systematischer Fehler aus der vernachlässigten Sekundärelektronenemission auf dem Target. Hierfür liegen jedoch keine Emissionskoeffizienten vor, der resultierende Messfehler sollte nur wenige Prozent betragen.

Die Strahldivergenz verfälscht insbesondere bei niedrigen Ionenenergien das Ergebnis, da sie den eingestellten Einfallswinkel in einen Winkelbereich verändert. Die Größe dieses Bereiches hängt von der Ionenergie ab und kann durch die Beschleunigungsgitterspannung beeinflusst werden, typische simulierte Werte für das verwendete Gittersystem liegen zwischen 2° bei 1400 V und I_{\text{beam}}). Der entsprechende experimentelle Fehler wird in den Abbildungen als Fehlerbalken für den Einfallswinkel vermerkt.

Zerstäubungsrate Molybdän

Abbildung 13 zeigt die energie- und winkelabhängige Zerstäubungsrate von Molybdän unter Xenon-Ionenbeschuss. Die energieabhängige Zerstäubungsrate stimmt gut mit anderen veröffentlichten experimentellen Daten überein. Für die Winkelabhängigkeit liegen nur für 1 keV Ionenenergie Daten vor [Williams 03]*, deren Werte liegen aber alle um 35% unterhalb der hier gemessenen und der sonstigen Daten.

[Bhattacharjee 97] : Bhattacharjee et al., Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B 129 (1997) 123.

[Blandino 96] : J. J. Blandino, D. G. Goodwin, C. E. Garner, AIAA 96-3203, 32. JPC, 1996.

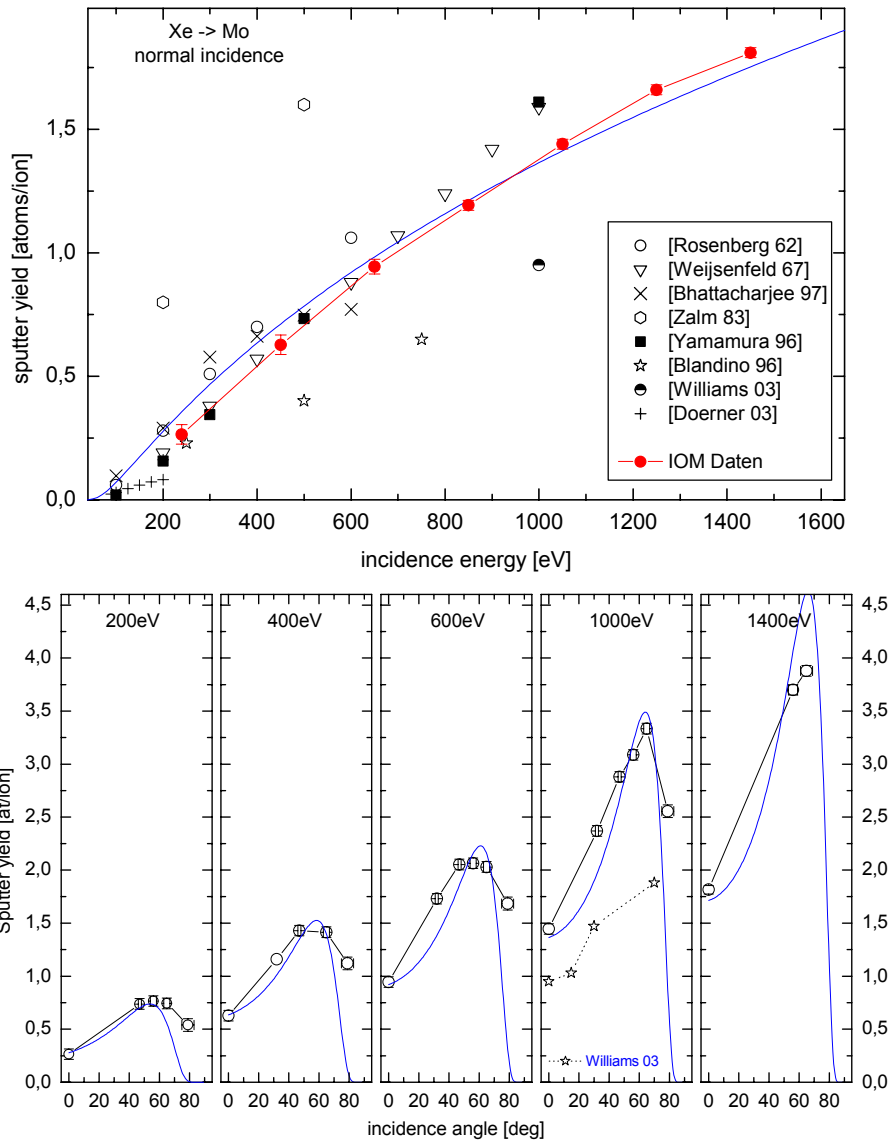


Abbildung 13: Zerstäubungsrate von Molybdän unter Xenon-Ionenbeschuss. Die durchgezogenen Linien (blau) sind simulierte Raten.

Die Zerstäubungsrate wurde simuliert mit der Bohdansky-Formel für die Energieabhängigkeit und der Yamamura-Formel für die Winkelabhängigkeit. Mit den Literaturwerten wurde eine hervorragende Übereinstimmung mit den gemessenen Werten erzielt (vgl. Abbildung 13), insbesondere wird auch die Lage des optimalen Einfallswinkels gut wiedergegeben. Zu Details über die Simulation der Zerstäubungsrate siehe [Tartz 04]*.

[Doerner 03]: R. Doener, D. Goebel, AIAA-2003-4561.

[Rosenberg 62]: D. Rosenberg, G. K. Wehner., J. Appl. Phys. 33 (1962) 1842.

[Weissenfeld 67]: C H. Weissenfeld, Philips Research Reports Suppl. Nr.2 (1967).

[Williams 03]: J. Williams, M. Gardner, P. Wilbur, IEPC-2003-130.

[Yamamura 96]: Y. Yamamura, Y. Itikawa, N. Itoh, Report IPPJ-AM-26, Nagoya University.

[Zalm 83] : P. C. Zalm, L. J. Beckers, F. H. M. Sanders, Nucl. Instrum. Meth. 209 (1983) 561

* M. Tartz, B. Fritsche, H. Neumann, H. J. Leiter, J. Esch, AIAA-2004-4114.

Der sehr flache Abfall der gemessenen Raten bei sehr großen Winkeln verglichen mit der simulierten Kurve ist auf den Einfluss der Strahldivergenz zurückzuführen.

Zerstäubungsrate des nitrierten Molybdäns

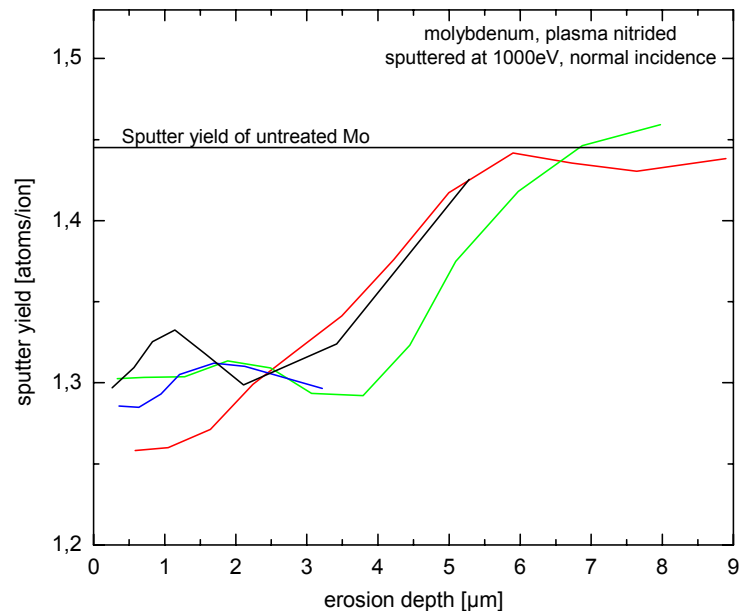


Abbildung 14: Zerstäubungsrate von nitriertem Molybdän als Funktion der Erosionstiefe.

Um die Tiefe der implantierten Schichten zu überprüfen, wurde die Zerstäubungsrate in kurzen, aufeinanderfolgenden Messungen bestimmt. Es wurden 4 Proben vermessen, die sich durch die Behandlungszeit (1 h, 2 h) unterschieden. Abbildung 14 zeigt die Raten als Funktion der Erosionstiefe (auf reines Molybdän bezogen). Eine Reduzierung der Zerstäubungsrate um 10% konnte nachgewiesen werden, was vergleichbar ist zu den Werten von [Wilbur 01]**. Die Implantationstiefe beträgt nur etwa 4 µm, was für eine Anwendung als Gittermaterial für Ionentriebwerke unzureichend ist. Es wurde kein Unterschied zwischen den verschiedenen Proben festgestellt.

Zerstäubungsrate von Titan

Abbildung 15 zeigt die energie- und winkelabhängige Zerstäubungsrate von Titan unter Xenon-Ionenbeschuss. Für diese Ion-Target-Kombination liegen nur sehr wenige Literaturdaten vor. Es ergibt sich eine sehr gute Übereinstimmung mit den Daten von Rosenberg *et. al.*, während die Werte von Williams *et. al.* um 25% niedriger liegen. Da diese Autoren auch für Molybdän sehr niedrige Zerstäubungsraten erhalten haben, ist hier ein systematischer Fehler in der Messung zu vermuten.

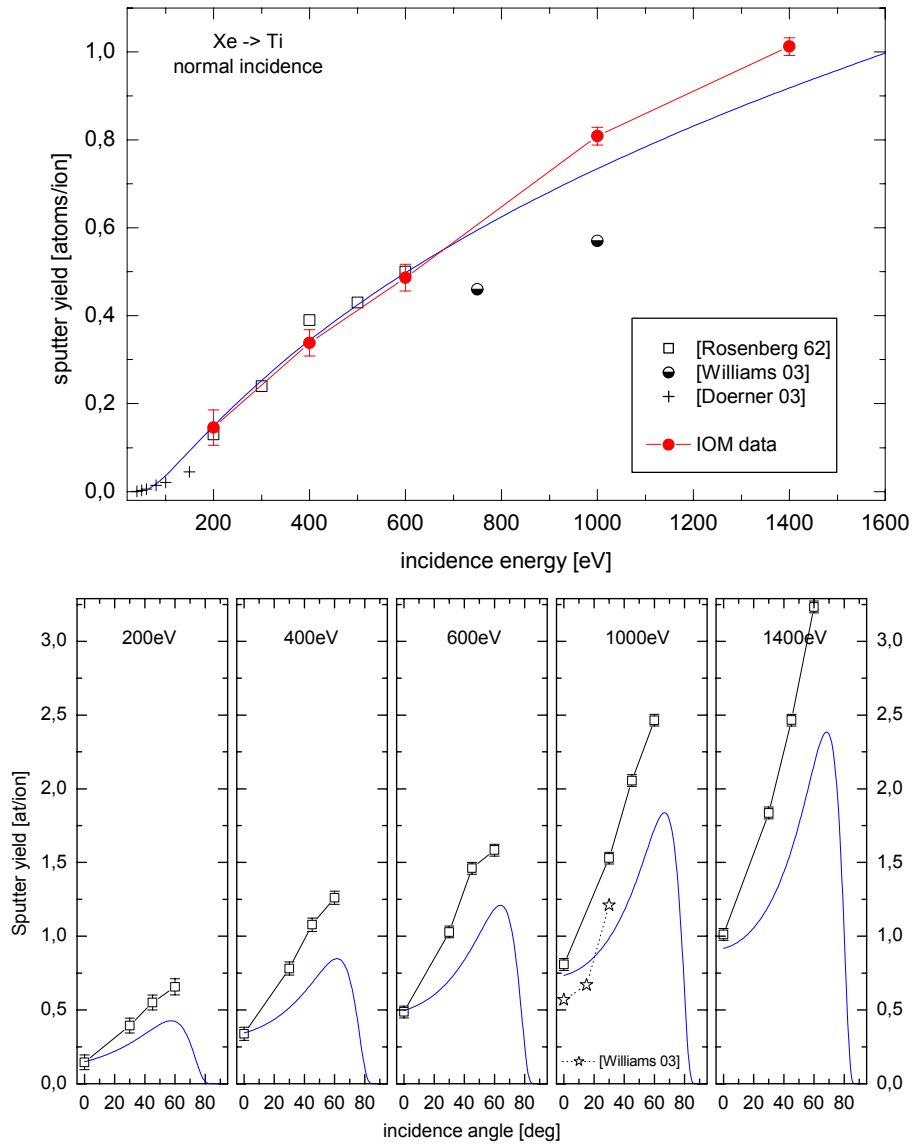


Abbildung 15: Zerstäubungsrate von Titan unter Xenon-Ionenbeschuss. Die durchgezogenen Linien (blau) sind simulierte Raten.

Auch für dieses Material stimmen die simulierten Zerstäubungsraten gut mit den experimentellen Daten überein, das Maximum in der Winkelverteilung wird jedoch um etwa 30% niedriger berechnet.

** P. Wilbur, J. Miller, D. Williamson, IEPC 2001-117.

Zerstäubungsrate von nitriertem Titan

Um den prognostizierten Effekt der Verringerung der Zerstäubungsrate durch eine Nitrierung des Titans nachzuweisen und die von den beiden eingesetzten Verfahren PIII im Stickstoffplasma und Plasmanitrieren generierten Unterschiede diesbezüglich quantitativ am Ausgangsmaterial zu fassen, wurden Zerstäubungsexperimente durchgeführt. Abb. 16 zeigt die Ergebnisse dieser Zerstäubungsratemessungen in der oben beschriebenen Apparatur mit Xe-Ionen und Energien von 1000 eV. Die applizierten Stromdichten lagen bei $2,5 \text{ mAcm}^{-2}$.

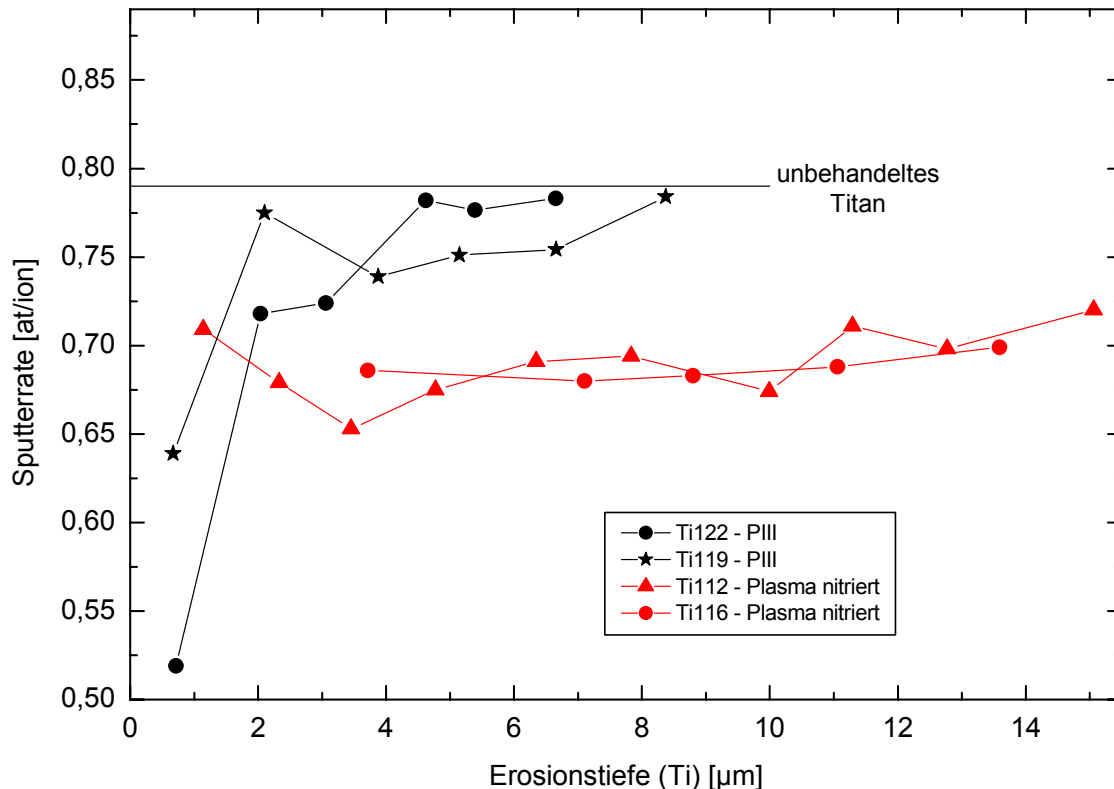


Abb. 16: Zerstäubungsratemessungen an nitrierten Ti-Proben in Abhängigkeit von der Zerstäubungszeit

Es ist zu erkennen, dass die mit PIII nitrierte Ti-Probe an der Oberfläche bis zu $1,5 \mu\text{m}$ eine deutlich abgesenkte Zerstäubungsrate aufweist, die dann zu größeren Tiefen ansteigt und bei $6-8 \mu\text{m}$ den Ausgangswert für das unbehandelte Ti erreicht. Die Untersuchungen an zwei unabhängigen Proben liefern ähnliche Resultate, so daß von einer Reproduzierbarkeit der Daten auszugehen ist. Diese Aussage ist auch für die beiden bei $900 \text{ }^\circ\text{C}$ durch einen konventionellen Plasmanitrierprozess hergestellten Proben nach Vergleich der Zerstäubungsrateentwicklung über die Tiefe zu treffen. Interessant ist bei diesen Proben, dass die Absenkung der Zerstäubungsrate über die Tiefe zwar nicht so stark ist (Effekt liegt zwischen 10 und 20%) aber dafür beständiger scheint, d.h. selbst nach $15 \mu\text{m}$ ist kein signifikanter Anstieg in der Zerstäubungsrate zu beobachten.

Diese Untersuchungen zeigen, dass die Aufstickung bei Ti und bei Mo eine Erniedrigung zwischen 10 und 20% in der Zerstäubungsrate bewirken können. Das Problem des Einflusses dieses Effekts auf die Lebensdauer besteht darin, dass dieser Effekt nur im Falle der plasmanitrierten Probe über eine für die Gesamtlebensdauer relevante, größere Tiefe erzielt werden kann. Neben diesen Zerstäubungsexperimenten wurden deshalb Untersuchungen an Testgittersystemen vorgenommen, die Möglichkeiten der Betriebsparameterwahl für die Ionenquelle aufgezeigt haben, wie dieser Effekt lebensdauerrelevant erzielt werden kann. Unter Standardtestbedingungen für die subscale-Tests am IOM und Standardgeometrien (bezogen auf ein RIT Evo Testgittersystem) betrug die Abtragsrate für ein reines Ti - Acceleratorgitter 0,65 mg/h. Durch Anwendung von aus patentrechtliche Gründen an dieser Stelle nicht näher erläuterten Methoden ist es gelungen, diese Abtragsrate auf ca. 0,13 mg/h zu senken und damit einen deutlichen lebensdauererweiternden Effekt für ein Ti-Gittersystem nachzuweisen.

3. Resultate der Evaluierung der Gitterlochherstellungstechnologie

Obwohl die Herstellungstechnologien für Multiaperturgitter aus Graphit in großer Güte und Genauigkeit und insbesondere in hoher Reproduzierbarkeit von den Gitterfertigern angearbeitet wurden und beherrscht werden, gelten für die Umsetzung dieser Erfahrungen in die Fertigung metallischer Gitter wesentlich andere Bedingungen. So war zu erwarten, dass auf Grund der Materialeigenschaften bei der Fertigung auftretende mechanische und thermische Spannungen zu starken Veränderungen der geprägten Kalottenform führen und ebenfalls von diesen Eigenschaften das Gitterdesign diktiert wird, d.h. die Stegbreiten können bei der Bemusterung nur soweit minimiert werden, wie es der Gefügeverband zulässt. Um alle Einflussgrößen hinreichend zu studieren und um letztendlich ein optimiertes Arbeitsergebnis zu erreichen, wurden drei Herstellungstechnologien der Gitterlocheinbringung im Einzelnen untersucht:

- Laserstrukturierung bei 1060nm Wellenlänge (Nd:YAG) und wasserstrahlgeführter Laser bei gleicher Wellenlänge
- Mechanisches Bohren zur 3-D-Fertigung auf Mehrachsen-Bohrwerken unter Verwendung von Werkzeugen mit spezieller Schneidengeometrie und Bohrerbeschichtung
- Chemische Ätztechnologie mit beidseitiger Photolithographie

Neben den jeder Technologie immanenten Problemen zeichnet sich als wesentliches Hindernis für alle drei Verfahren die Lochmusterdarstellung auf der sphärischen Geometrie der geprägten Kalotte ab.

Aus dem Ergebnis des Vergleiches der vorgenannten Verfahren und mittels Kosten – Nutzen-Analyse sollte die Aussage getroffen werden, ob die Bemusterung unbedingt nach der Prägung stattfinden sollte oder die Prägung einer bereits bemusterten planen Ronde zeit- und kostengünstiger bei ausreichender Genauigkeit ist.

Zur Evaluierung wurden entsprechende Testgittersätze beim Unterauftragnehmer hergestellt. Die Erarbeitung von Messtechnologien für die Qualitätskontrolle nach der Einbringung der Löcher erfolgte sowohl bei den Unterauftragnehmern als auch am Institut selbst – hier aber speziell zur Charakterisierung der Veränderung der Lochgeometrien beim Einsatz der Gittersysteme in Abhängigkeit von der Einsatzzeit und den Einsatzbedingungen.

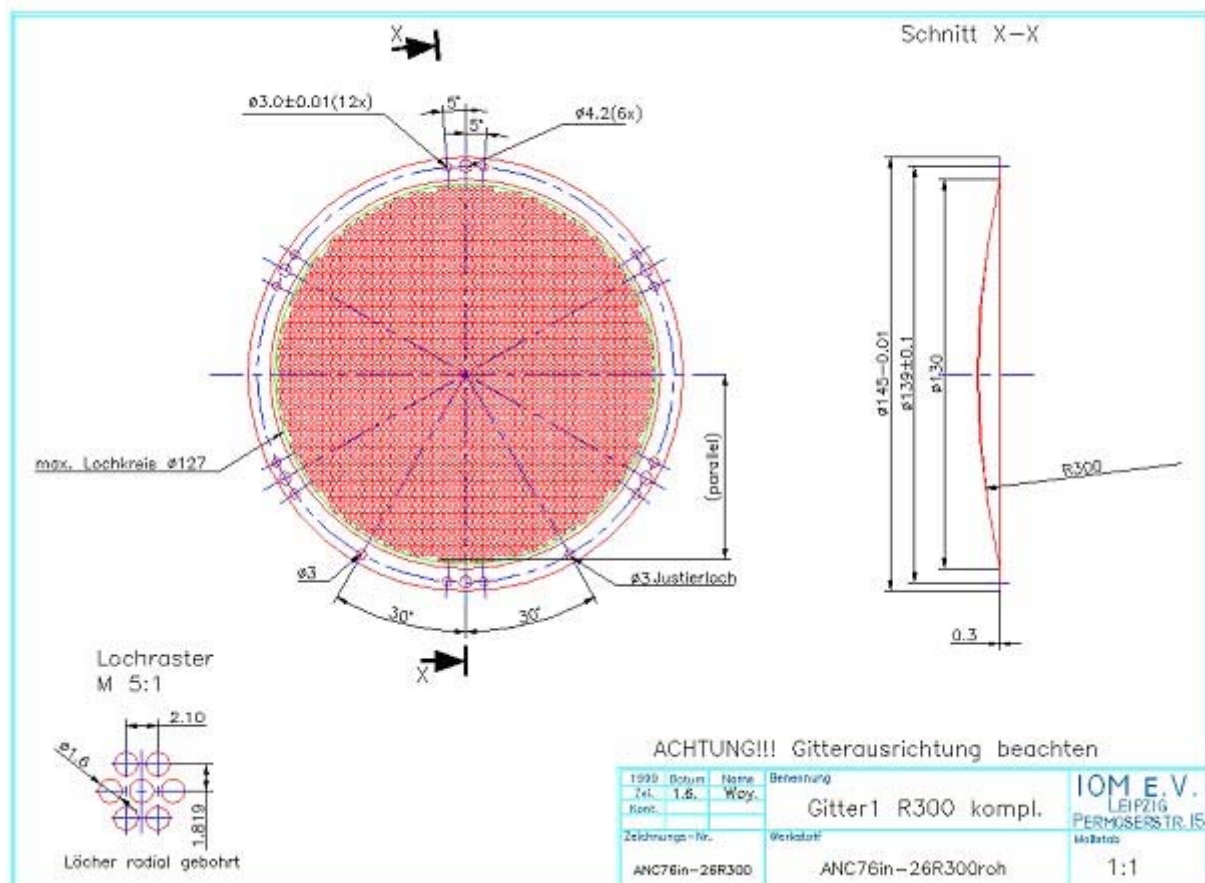


Abb. 17: Darstellung der Testkalotte mit vollständiger Gitterstruktur

Laserstrukturierung

Aus einem Spektrum applizierter Laserverfahren, der Großteil wurde aus Kosten- ; Zeit- oder qualitativen Gründen des Arbeitsergebnisses verworfen, qualifizierten sich 2 Verfahren für die Gitterfertigung. Das war zum Einen der Einsatz eines gepulsten Nd:YAG Lasers, der sich

schon lange als konventionelles Fertigungsmittel etabliert hat und zum Zweiten der Laser-Mikro-Jet. Wie Verfahren 1 entstand auch der **Laser-Mikro-Jet (LMJ)** auf Basis des gepulsten Nd:YAG Lasers, jedoch birgt diese Hybridtechnologie eine Reihe von Möglichkeiten der effizienten Lösung der bei der Gittergenerierung anstehenden Probleme.

Vorstellung des wasserstrahlgeführten Lasers

Der an der Eidgenössischen Technischen Hochschule in Lausanne entwickelte wasserstrahlgeführte Laser wurde wie bereits genannt, als Laser-Mikro-Jet bekannt. Dieses Verfahren

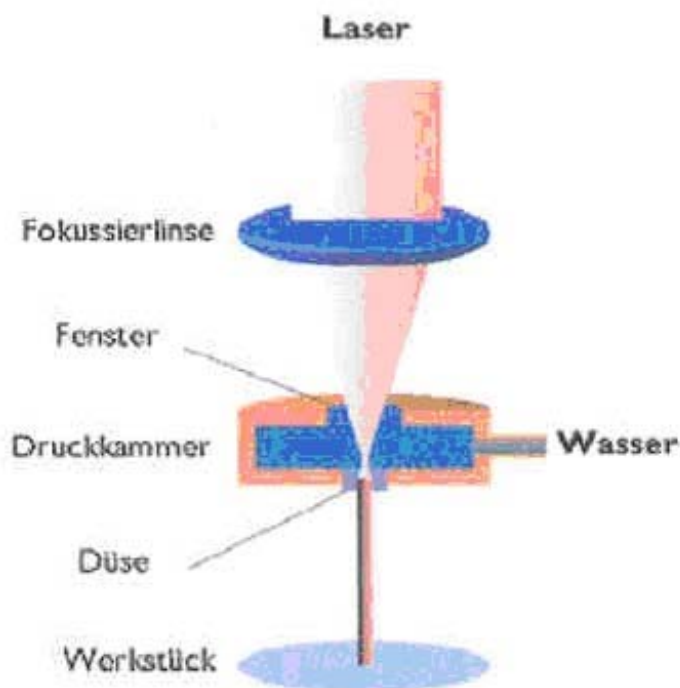


Abb.18: Prinzip des wasserstrahlgeführten Lasers

wird auch als Hybridverfahren des Schneidens mit Laser und Wasser bezeichnet. Der Laserstrahl wird durch eine wassergefüllte Druckkammer hindurch in die Düse fokussiert. Der von dort ausgehende Wasserstrahl leitet den Laserstrahl durch Totalreflexion an der Wasser-Luft-Grenzfläche, in genau der gleichen Weise wie ein Glasfaserkabel. Man kann deshalb den Wasserstrahl als flüssigen optischen Wellenleiter veränderlicher Länge bezeichnen. Da Wasser praktisch transparent für den verwendeten Laserstrahl ist, kommt es erst beim Auftreffen auf einen Körper zur Absorption und Erhitzung der Auftreffstelle bis zur Plasmabildung. Das Plasma trennt Wasser und Werkstück und bringt die Laserenergie punktgenau in das zu bearbeitende Material ein. Dies jedoch nur für die Dauer des Pulses, in der anderen Zeit kühlt der kontinuierlich fließende Wasserstrahl den Schnittspalt und

verringert so den Wärmeeintrag entscheidend. Der Hauptvorteil dieses Systems ist eine exzellente Schnittqualität.

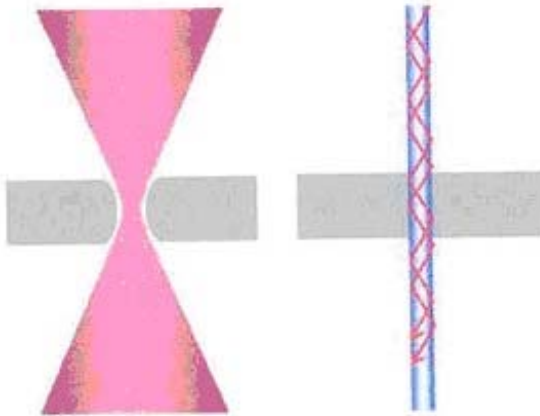
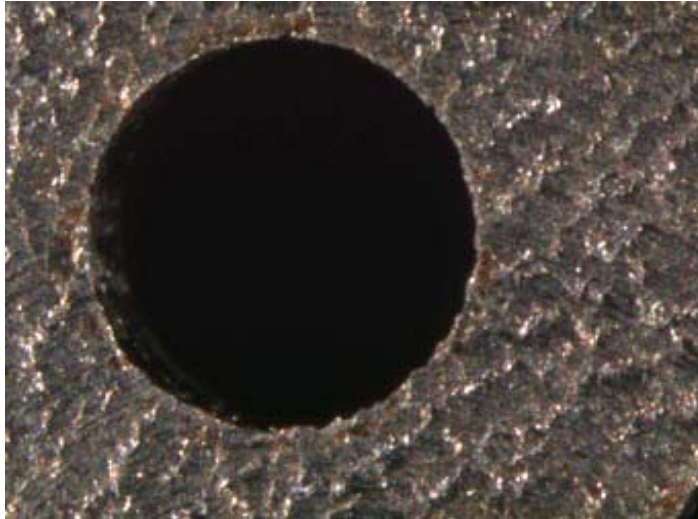


Abb.19: Vergleich des wasserstrahlgeführten Verfahrens mit dem „konventionellen Laserschneiden

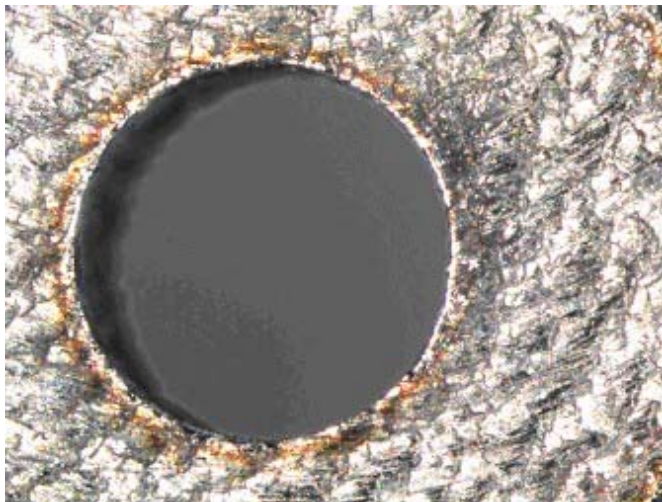
Wie aus der Skizze (Abb. 19) hervorgeht, entstehen wegen der zylindrischen Form des Wasserstrahles parallele scharfe Schnittkanten, ganz im Gegensatz zum konventionellen Laserschneidverfahren. Beim bisherigen Laserschneiden entstehen doppelkegelige Bohrungen, vorausgesetzt der Fokus-Punkt wird in der Werkstückmitte gehalten. Wegen der schwierigen Führung der Fokalebene ist die beim LMJ gegebene Möglichkeit der 3D-Bearbeitung beim konventionellen Laser-Schneiden nicht realisierbar. Die Kühlwirkung des Wassers vermeidet thermisch induzierte Schädigungen, man spricht auch vom „kalten Laserschneiden“, und mechanische Belastungen der zu strukturierenden Werkstücke. Durch die bessere Ausspülung der Ablationsprodukte wird auch die Gratbildung entscheidend verringert.

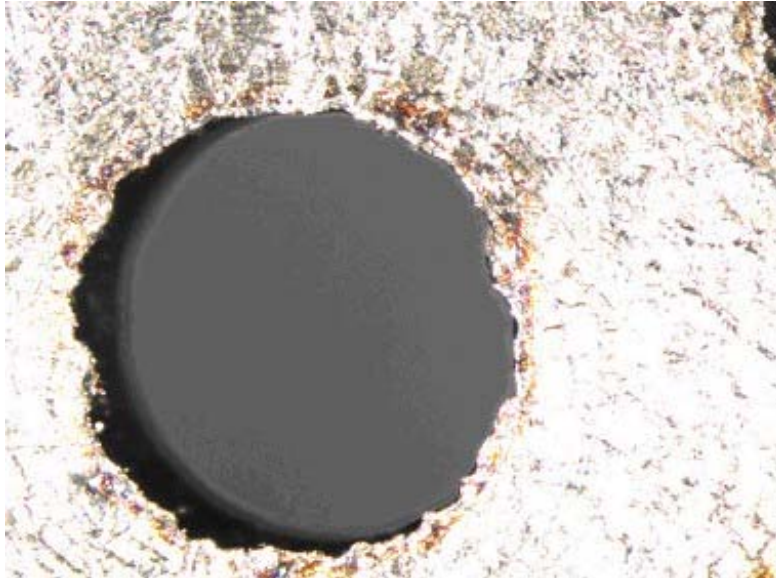
Bei einem Wasserdruck von 20-500 bar, das entspricht einer Wasserstrahlgeschwindigkeit von 300 m/s und einem Wasserstrahldurchmesser von 40 bis 100 Mikrometer dauert die Bearbeitung einer Bohrung 5 s , d.h., für das Bemustern eines Gitters mit 1500 Löchern werden 2 Stunden benötigt.

Bei gut justierter Fokuslage lassen sich auch mit konventionellem gepulsten Nd:YAG Laser ansprechende Bearbeitungsergebnisse erreichen. Die Bilder zeigen Strahleintritts- und – austrittsseite im Molybdängitter.

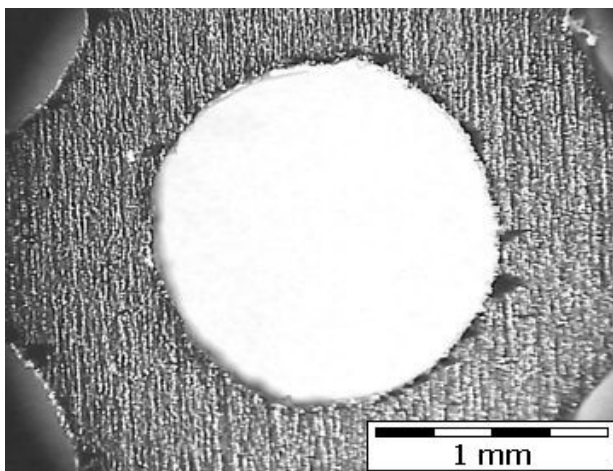
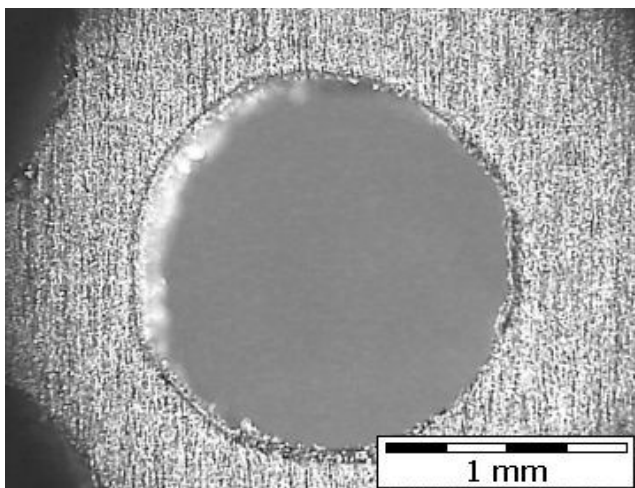


Deutlich sichtbar ist der Unterschied in der Randschärfe des geschnittenen Loches, bedingt durch die Fokussierung des Lasers an der Oberfläche des planen Gitters. Die im Messmikroskop festgestellte Konizität liegt bei einer Durchmessergrößerung von 30 bis 70 Mikrometer. Bei Verschiebung der Fokalebene um wenige Mikrometer, oft durch Nichtparallelität des Werkstückes hervorgerufen, kann die Qualität des Schnittes sehr stark absinken. Nachfolgende Bilder zeigen das Arbeitsergebnis bei solcher Verschiebung. Besonders beim Strahlaustritt aus dem Werkstück ist ein ungleichmäßiger Abbrand festzustellen. Die Qualität solcher Gitter ist stark herabgesetzt.





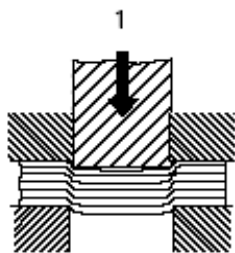
Im Gegensatz dazu sind bei LMJ - geschnittenen Löchern die Schnittkanten parallel und Eingangs –und Ausgangsloch kongruent.



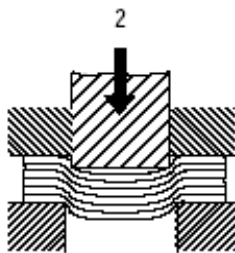
Mit dem wasserstrahlgeführten Nd:YAG – Laser geschnittene Löcher – Oberseite (oben) und Unterseite (unten)

Einbringung der Löcher durch die Stanz-Technologie

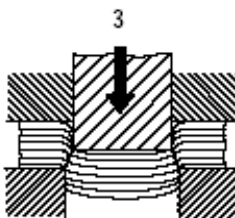
Neben dem Laserschneiden gibt es ein anderes sehr effizientes Verfahren, Blech zu schneiden: das Stanzen oder Nibbeln ("Knabberschneiden"). Über einen gleitend gelagerten Tisch wird die Blechtafel unter einem Schneidkopf bewegt. Dieser schneidet mit kurzen, schnell aufeinander folgenden Schnitten die Löcher in das Blech. Das Blech kann dabei mit hohen Geschwindigkeiten (bis zu 60 m/min) bewegt werden. Anders als beim Stanzen sollte dabei deutlich weniger Grat entstehen und somit weniger Nacharbeit erforderlich sein. Das Stanzen/Nibbel wurde als effizientes Verfahren für die Einbringung der Löcher in die Mo- und Ti- Gitter ebenfalls getestet. Die folgende Abbildung zeigt den Ablauf des Verfahrens.



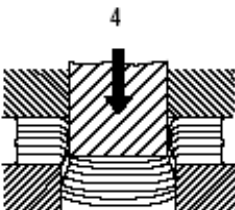
Phase 1: Verformung des Bleches



Phase 2: Schnitt



Phase 3: Bruch



Phase 4: Ausstoß des Stanzbutzens

Abb. 20: Prozessablauf beim Stanzen/Nibbeln

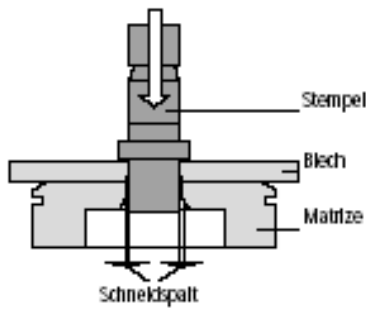


Abb. 20 Schneidspaltdarstellung

Die Breite des Schneidspaltes beeinflusst wesentlich die Qualität der Stanzung, d.h. die Matrizenwahl beeinflusst das Schnitt-Bruch-Verhältnis (Phase 1 und 3) beim Stanzen. Bei einem Schneidspalt von $0,1 \times \text{Materialdicke}$ beträgt das Verhältnis Schnitt- zu Bruchanteil $1/3$ zu $2/3$. Ist der Schneidspalt kleiner, erhöht sich der Schnittanteil auf $2/3$. Im folgenden Bild ist ein Beispiel für solch einen $2/3$ -Schnittanteil gezeigt.

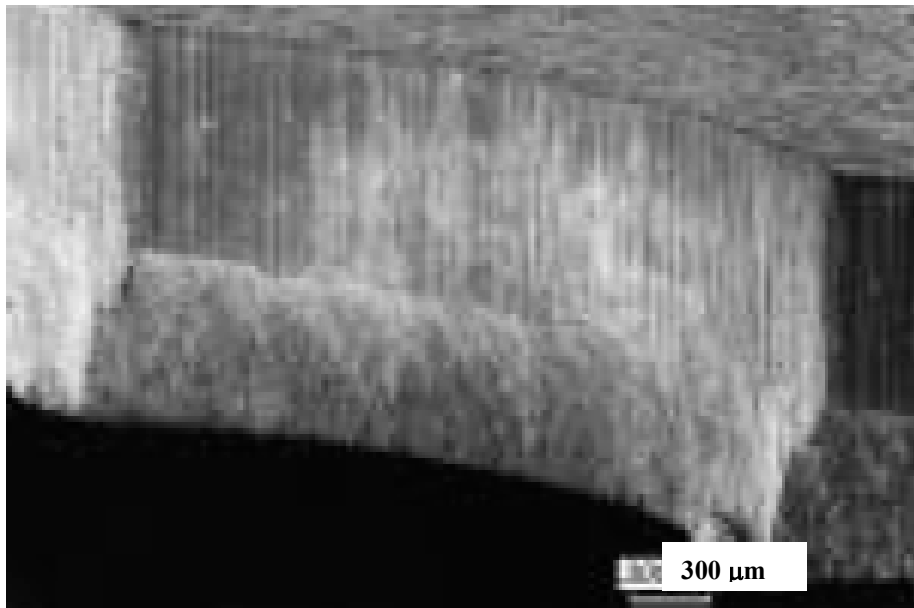
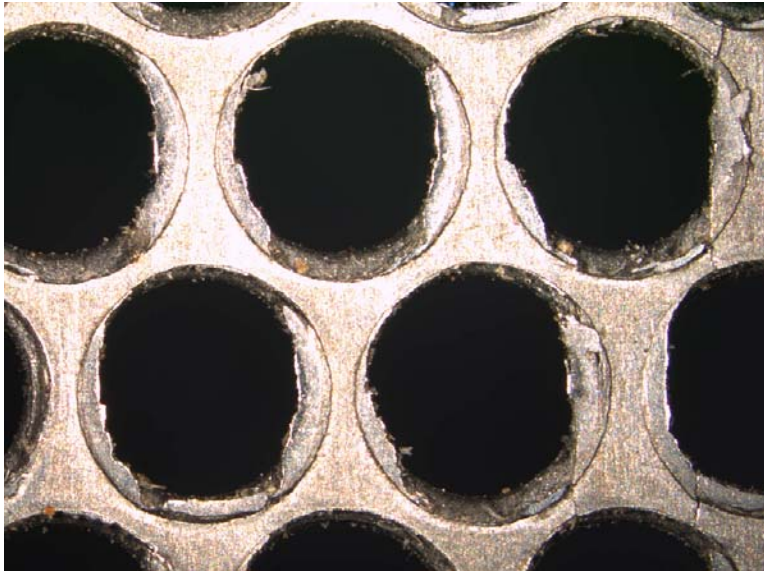


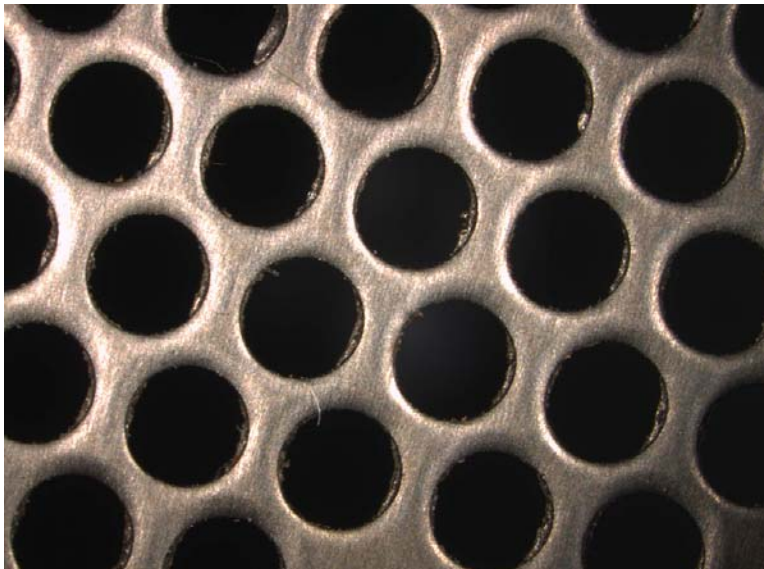
Abb.21: Schnitt durch ein gestanztes Loch mit Gradbildung

Die Abbildung 21 zeigt die Gefahr bei dieser Technologie – es kann abhängig von den Werkzeugen und vom Material ein Grad auftreten, der beim Einsatz der Gitter zu Überschlagen und damit zum instabilen Betrieb des Gittersystems führt. Im folgenden sind Bilder der Ergebnisse erster Tests bei Molybdän-Blechen von 0,5 mm Dicke dargestellt.



Die Vergrößerung der Löcher zeigt das am Austritt des Stempels verbliebene Material noch deutlicher .

Auf der Eintrittsseite des Stempels beträgt der Lochdurchmesser 1.71 mm bei 1,6 mm Soll Durchmesser, die Löcher sind zwar rund, der Rand ist aber eingedrückt.



Nach diesen ersten Untersuchungen wurde die Technologie nicht weiter verfolgt, zumal auch noch eine undefinierte Verformung der gesamten bearbeiteten Kalotte auftrat. Das Verfahren ist zwar aufgrund der möglichen hohen Arbeitsgeschwindigkeit und der damit reduzierten Kosten reizvoll, die Erarbeitung einer die Anforderungen erfüllenden Technologie konnte aber im Rahmen des Vorhabens vor allen aus Budgetgründen nicht fortgeführt werden.

3D-Bohrtechnologie

Trotz Erfahrung der Gitterfertigung mit exotischen Materialien musste für die Fertigung in Mo und Ti eine neue Strategie entwickelt werden. Folgende Bearbeitungsparameter verdienten besondere Beachtung:

- Schnittgeschwindigkeit
- Bohrerwerkstoff
- Schneidengeometrie
- Arbeitsschrittfolge und Werkstückplatzierung

Bei folgenden Parameter-Kombinationen wurden in dieser Hinsicht die besten Ergebnisse erzielt:

Parameter	Mo Gitter	MoN Gitter	Ti Gitter	TiN Gitter
Schnittgeschwindigkeit	2-3 m/min	2-3 m/min	10-15 m/min	10-15 m/min
Schneidstoffe	VHM K10	VHM K10	VHM K10	VHM K10
Schneidengeometrie	VA/Al	VA/Al	VA/Al	VA/Al
Kühlschmierstoffe	Schneidöl Opta 2000	Schneidöl Opta 2000	Schneidöl Opta 2000	Schneidöl Opta 2000

Tabelle 1: Parameter der ermittelten, günstigsten, mechanischen Bohrtechnologie

Zusammenfassend lässt sich erkennen, dass sich Titan leichter als Molybdän bearbeiten lässt und dass bei den nitrierten Varianten offensichtlich nur ein marginaler Unterschied zu den metallischen Versionen besteht. Es war z.B. kein höherer Bohrerverschleiß feststellbar. Nach Rücksprache mit dem AG stellte sich heraus, dass dieses Ergebnis auf Grund der geringen Schichtdicken zu erwarten war.

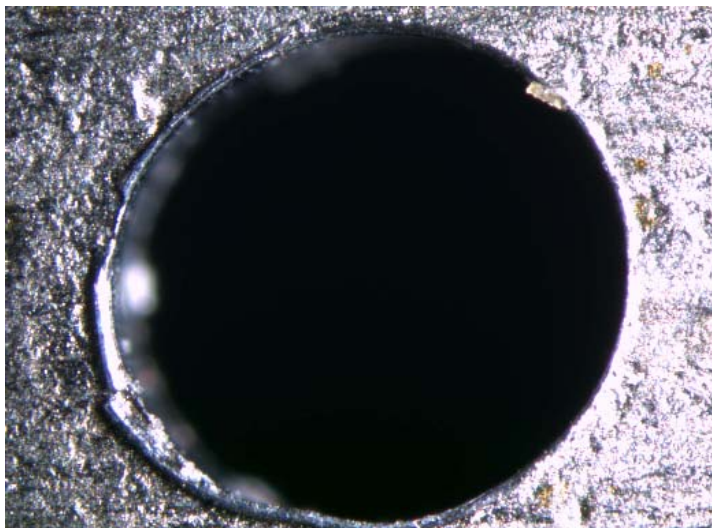
Insgesamt musste mit vergleichsweise geringen Schnittgeschwindigkeiten gefahren werden. Als Schneidstoff haben sich Vollhartmetallbohrer K10 bewährt. Die optimale Schneidengeometrie entspricht der von VA/Alu und als Schmiermittel ist ein Gewindeschneidöl am Besten.

Eindeutig erkennbar war auch, dass Molybdän eher zur Bildung von unrunden Löchern neigt als Titan. Dies hat zur Konsequenz, dass bei Molybdän ein höherer Aufwand betrieben werden muss um gleich gute Ergebnisse wie bei Titan zu erreichen

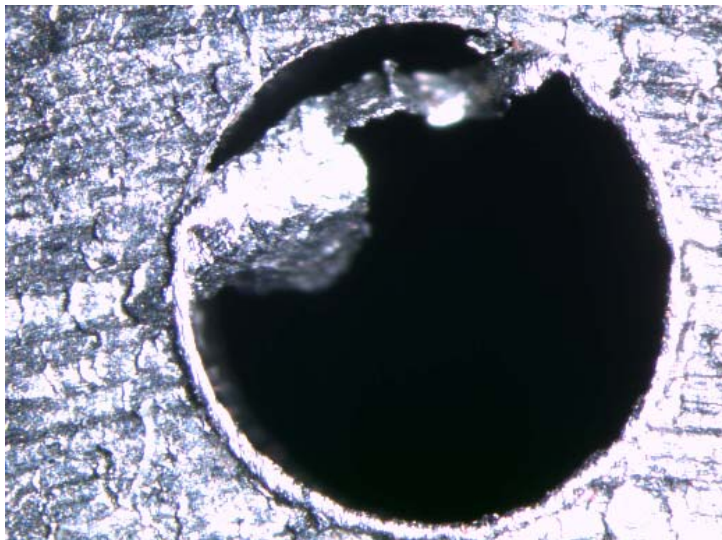
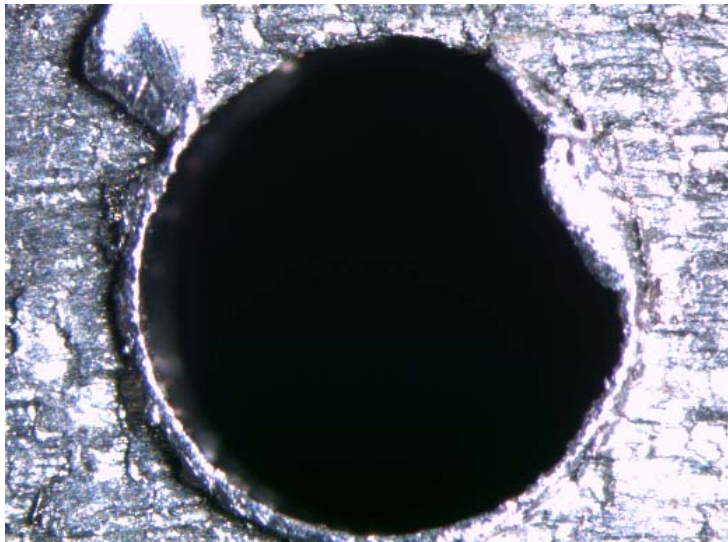
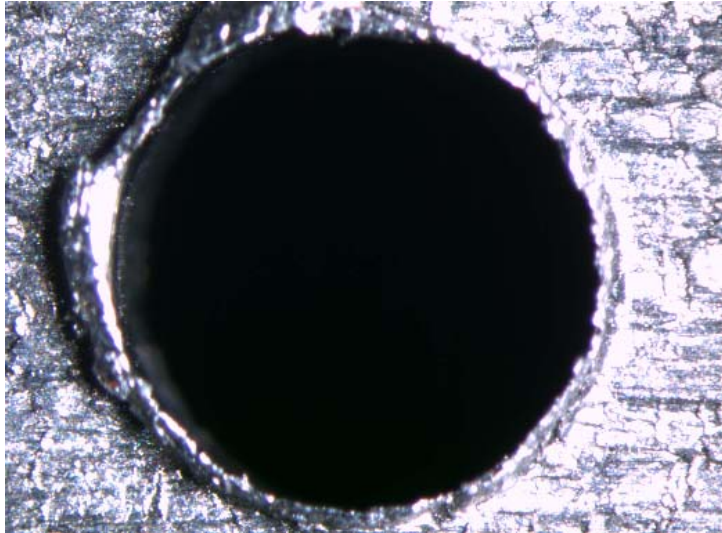
Als Ergebnis der durchgeführten Versuche kann zur mechanischen 3D- Bearbeitung folgende Aussage getroffen werden:

- Eine Fertigung von schüsselförmigen Gittern aus Vollmaterial ist nicht realisierbar
- Kalottenförmige Gitter müssen immer in Normalenrichtung gebohrt werden um eine ausreichende Abbildungsgenauigkeit zu erzielen
- Die Fertigung muss in mehreren Einzelschritten (Vorbohren/ Nennmaß bohren/ entgraten) erfolgen

Einschätzend muss gesagt werden, dass die mechanische Fertigung sehr zeit -und kostenintensiv ist und bei nicht gleichbleibenden Werkzeugvoraussetzungen qualitative Unterschiede zu erwarten sind.

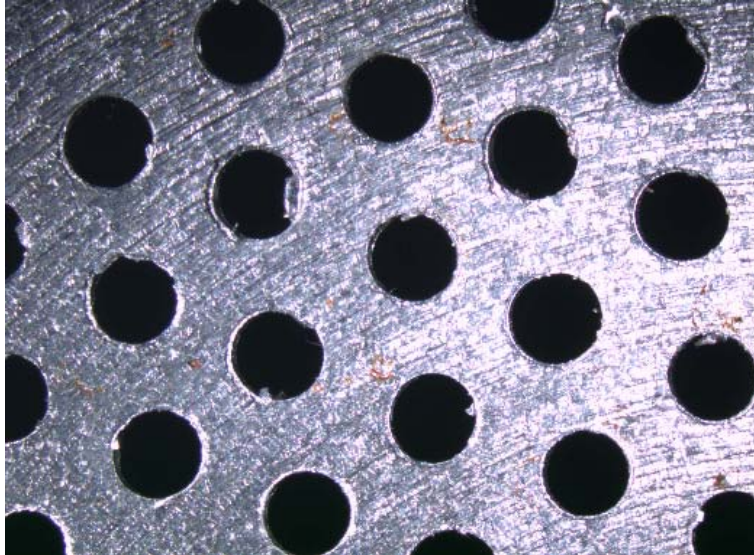


Unrundes Loch durch Verlaufen auf den Materialnarben beim Anbohren in Mo



Gratbildung auf der bohrerabgewandten Seite des Mo-Gitters

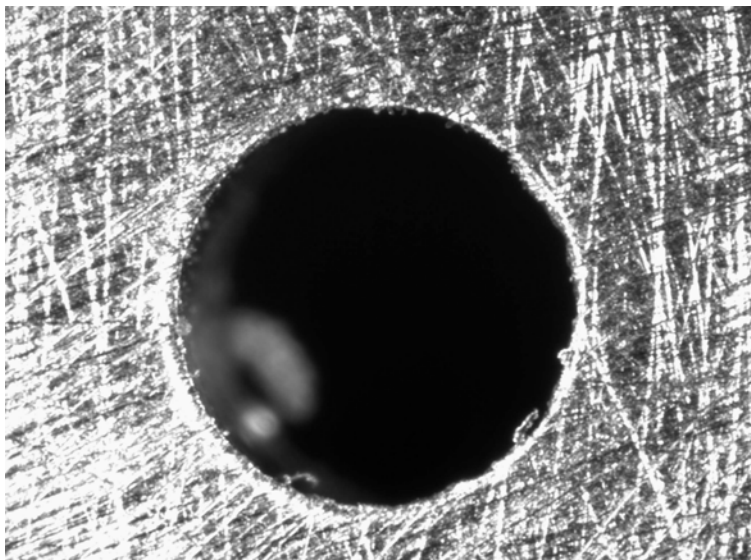
Das Übersichtsbild zeigt, dass unbedingt eine Nachbearbeitung durch Reiben oder Entgraten erforderlich ist, um zu einem befriedigenden Ergebnis zu gelangen.



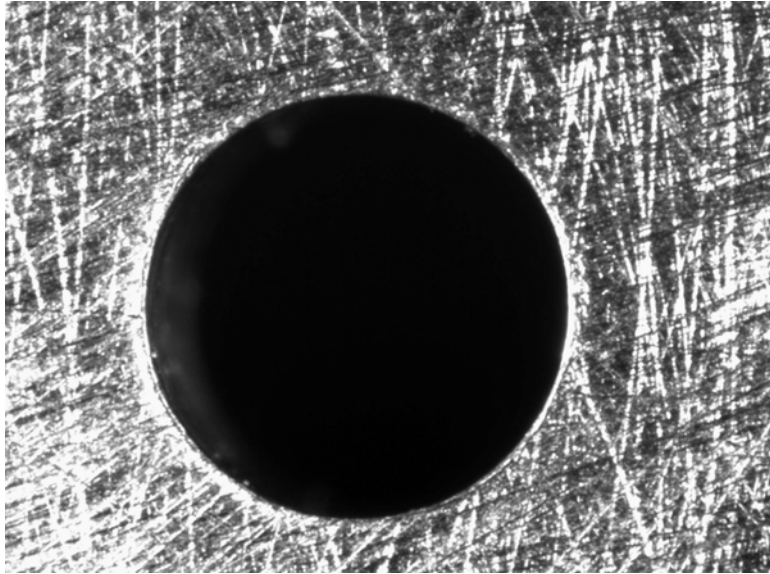
Das Glättungsergebnis ist in den nächsten Bildern sichtbar.

Titan Accelgitter

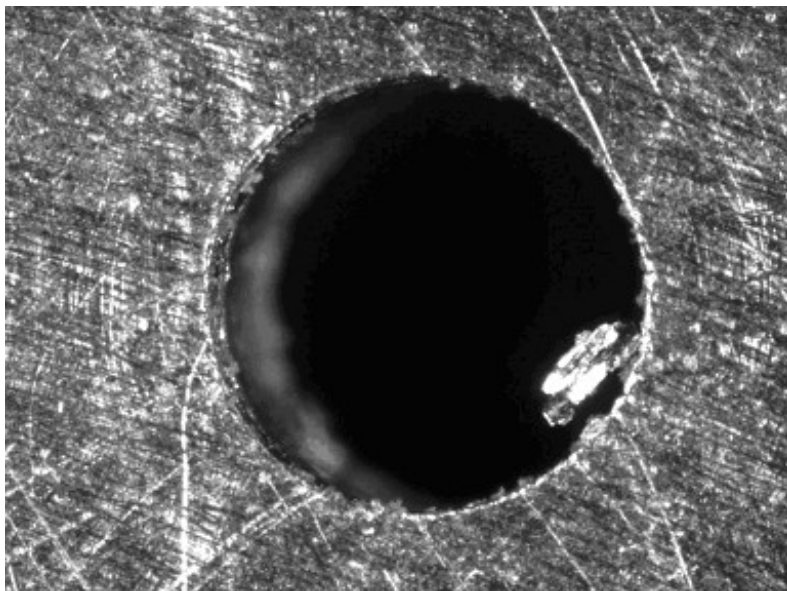
vorher



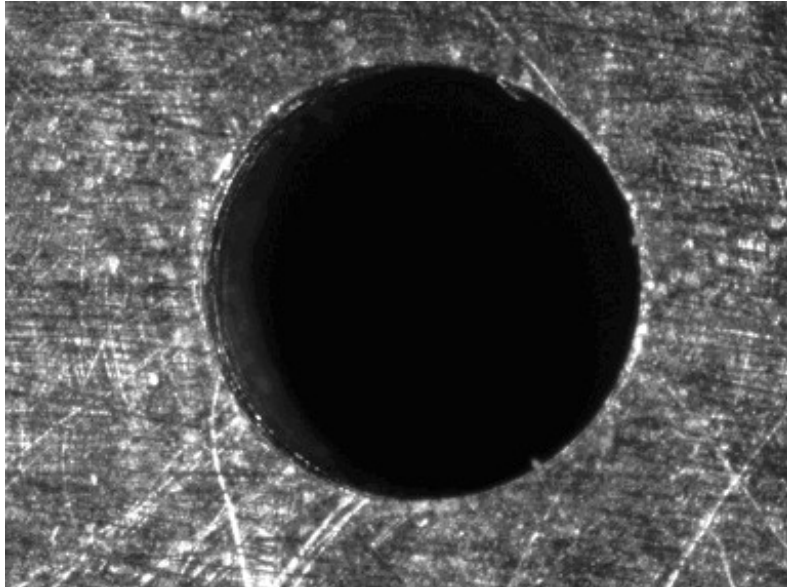
nach dem Reiben



Rückseite vorher



nach dem Reiben



Wie aus den Aufnahmen ersichtlich ist, zeigen sowohl Vorder- als auch Rückseite nach der mechanischen Bearbeitung eine hinreichend gute Lochqualität.

Entwicklung eines mechanischen 3D Messverfahrens

Wie bereits erwähnt war hier ein beträchtlicher Teil an Entwicklungs- und Erprobungsarbeit zu leisten.

Ausgehend von der Ausstattung und Erfahrung mit der optischen Vermessung von planaren Graphitgittern versuchte der Unterauftragnehmer anfangs die Lochpositionen bei schüsselförmigen Gittern ebenso zu kontrollieren.

Dabei war zunächst die räumliche Verzerrung der von oben betrachteten Lochpositionen zu kompensieren. Man versuchte dies mit Wertetabellen und deren Umrechnung in Exceltabellen. Nach ersten Versuchen wurde festgestellt, dass zum einen die Umrechnung fehlerbehaftet zu sein schien und zum anderen Fokussierungsschwierigkeiten bei der exakten Bestimmung der im Verhältnis zur Lichtrichtung räumlich gekippten Lochränder genauere Messungen auf diese Art und mit dem vorhandenen optischen Messgerät aufgrund von Schattenbildungen nicht möglich waren.

Daraufhin wurde folgende Strategie ausgewählt, die dann auch zu Erfolg führte:

Aus den Zeichnungsdaten wurde mit einer sich bereits im Einsatz befindlichen Software ein 3D- Volumenmodell (Solid) der Gitter erzeugt. Die Erstellung von 3D-Modellen der Gitter ist entsprechend komplex und zeitaufwändig. Für die Erstellung eines Modells wurden ca. acht

Stunden benötigt. Im Vorfeld stand dabei aber eine Vielzahl von Fehlversuchen, bis ein brauchbares Ergebnis erzielt wurde. Deshalb sollte in diesem Zusammenhang bei zukünftigen Aufträgen bewertet werden, inwieweit Stichproben für eine laufende Qualitätskontrolle ausreichend sind.

Die Solids konnten anschließend als IGS- Dateien exportiert und in dieser Form in die Software der Messmaschine übernommen werden. An dieser Stelle muss erwähnt werden, dass bei der Entwicklung dieser Messmethode die großen Dateien von über 40MB und die langen Prozesszeiten (>1h) für den Import in die Messmaschinensoftware nicht unproblematisch waren. Sie bedingten längere Wartezeiten und verzögerten die Entwicklung der Technologie doch sehr.

Nach dem Import konnte an der Messmaschine bei beliebigen, stichprobenartig gewählten Punkten auf der Oberfläche oder in Bohrungen ein Soll/Ist Vergleich erfolgen. Bemerkenswert war die damit erreichte große Flexibilität bei der Vermessung der Gitter.

Bewertung der absoluten Bohrgenauigkeit

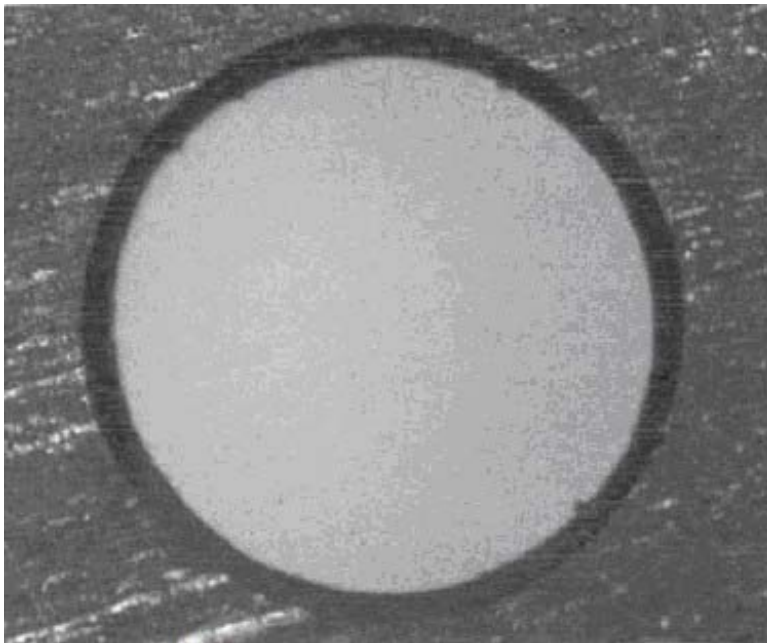
Wie bereits beschrieben war bei planen Gittern die Bewertung der absoluten Bohrgenauigkeit sofort möglich. Die Ergebnisse lagen im Bereich von ca. 0,05mm bei Positionsfehlern und bei ca. 0,02mm bei der Formgenauigkeit der Bohrungen.

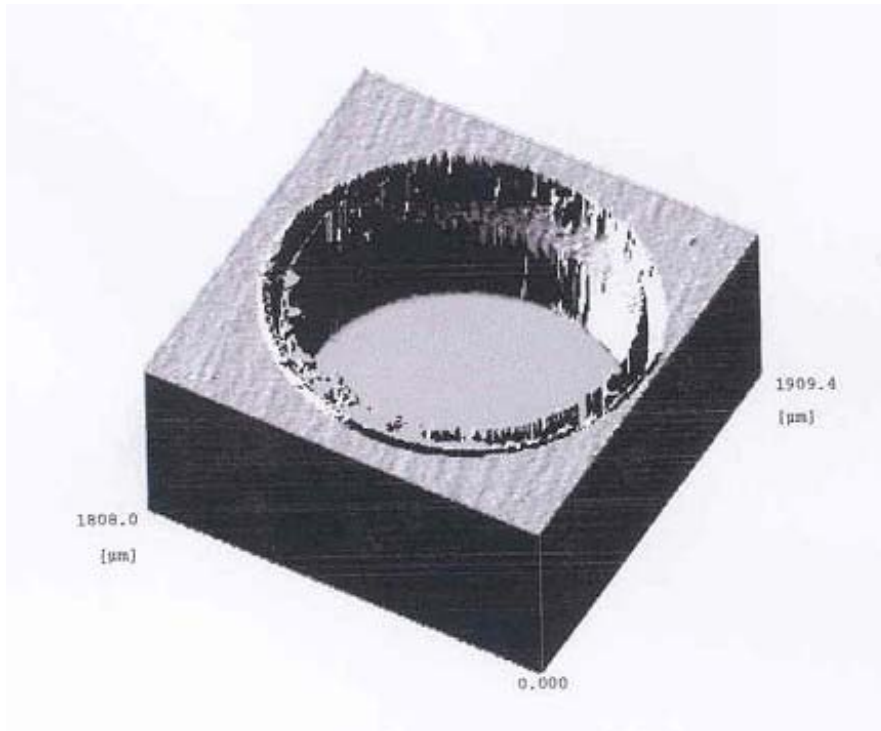
Bei sphärischen Gittern wurden im Mittel Positionsfehler von ca. 0,10mm und Formfehler von ebenfalls 0,02mm erreicht.

Chemische Ätztechnologie mit beidseitiger Photolithographie

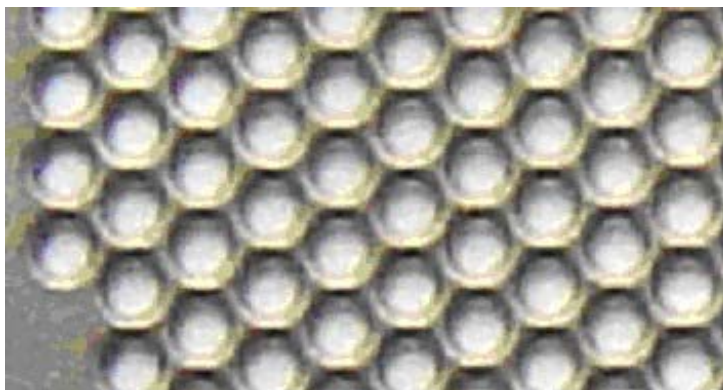
Als stressärmste Strukturierungsverfahren, hierbei entfällt der Eintrag zusätzlicher thermischer oder mechanischer Spannungen, zeichnen sich photochemische und elektrochemische Ätztechnologien aus. Als besonders vorteilhaft erweisen sich bei Beherrschung der Präzisionsbearbeitung exotischer Materialien die hohe Plotgenauigkeit für die erzeugten Film- und Glasplots. So können bei Filmplots bei einer Plotgenauigkeit von größer 32000 dpi Toleranzen von kleiner 5 Mikron erreicht werden, bei Glasplots sogar kleiner 1 Mikron. Der zu erbringende Programmieraufwand ist vergleichsweise gering, da die direkte Verwendung von AUTOCAD DXF -files möglich ist. Bei geringen Werkzeugkosten erhält man also bei absoluter Formtreue und Grاتفreiheit Werkstücke hoher Präzision. Mit dem Unterauftragnehmer wurden Versuche zur Direktbelichtung von Kalottenformen.

Prägen metallmaskierter Ronden bei anschließender Ätzung doppelseitig photolithographisch erzeugter Strukturen auf planen Ronden durchgeführt. Während die beiden erstgenannten Versuchsformen zu keinem nennenswerten Erfolg führten, konnten mithilfe der auf planen Ronden erzeugten Strukturen und dem nachfolgenden Tiefziehprozess Gitter ansprechender Qualität erzeugt werden. Die Direktbelichtung von Kalotten war durch den sich vom Mittelpunkt aus ständig vergrößernden Fokalabstand und die damit verbundene Unschärfe der Abbildung nicht realisierbar. Im zweiten Fall war die auf einer Vermittlerschicht aus Cr/Ni aufgebrachte strukturierte Au-Schicht nicht duktil genug, um die Verformung beim anschließenden Prägen riss- und abriebfrei zu überstehen. Die entstandenen Fehler und Leckstellen in der Goldschicht manifestierten sich in irreparablen Ätzschäden. Die Qualität der geätzten Strukturen auf planen Ronden gleicht denen der nachgearbeiteten Strukturen nach mechanischer Bearbeitung, wie aus der nachfolgenden 2-D und 3-D-Darstellung ersichtlich ist.





Beide Darstellungen zeigen die in Molybdän eingebrachten Gitterlöcher von 1,6 mm Durchmesser gemäß der vorgestellten Teststruktur. In der dreidimensionalen Aufnahme ist besonders gut die Nadelbildung durch einen wesentlich aggressiveren Ätzangriff an den Korngrenzen des Sintermaterials Molybdän zu beobachten. Die Metallart, wobei schon wenige Hunderstel Prozent Legierungsbeimengungen zu signifikanten Ätzratenänderungen führen können, und die Dicke des Materials bestimmen im Wesentlichen die Ätztoleranzen des Endproduktes. Schon die Fehllieferung Titan Grade 2 statt Grade 1 führte bei der Ätzung zum Unterätzen und Ablösen der Maske, wobei der Zieldurchmesser nicht erreicht wurde.



Eine strenge Kontrolle der Chargenreinheit des eingesetzten Werkstoffes und eine ständige Überwachung der Prozessführung sind für eine Zero – Defects – Produktion bei so material- und fertigungskostenintensiven Verfahren zwingend notwendig. Die beiden nachfolgenden Messprotokolle (jeweils für die Ätzung von Titan und Molybdän von 0,5 mm Dicke) dokumentieren die Ergebnisse der optischen Nachkontrolle. Im Vergleich der erreichten Lochdurchmesser (jeweils 16 Messwerte) für die Zielgrößen A / B / und C kann die vom Unterauftragnehmer gemachte Aussage:“ Toleranz gleich plus / minus 10% der geätzten Materialdicke“ , bestätigt werden. Die erreichte Ätzgenauigkeit entspricht also den Erwartungen und genügt den Anforderungen.

 Precision etching & electroforming	MEET RAPPORT		Blad van bladen : 1/1
	document D-KWA-02.0		Q.A.
Klant : IOM.E.V.	Tekeningnr. : ANC G1G3305		
Ordernr. Klant : 2004-10228	Materiaal : Titaan		
Ordernr. Etchform : S-2004-21	Plaat afmetingen : 0,5x265x265mm		
Produkt : Titaan gitter	Aantal platen : 5		

Tekening spec.			Metingen						
Maatnr.		Tol. (µm)							
A	4,2	+/-50		4,148	4,266	4,182	4,211	4,252	
B	3	+/-50		2,928	3,053	2,968	3,008	3,036	
D	1,6	+/-50		1,549	1,568	1,564	1,564		
				1,652	1,649	1,655	1,673		
				1,562	1,568	1,586	1,571		
				1,616	1,619	1,611	1,615		
				1,667	1,663	1,655	1,656		
Opmerkingen/Kistnr.15/10									
Controleur: I. van der Stelt					Q.C. : E. Kemperman				
Datum : 16-09-2004					Datum : 16-09-2004				

Tabelle 2: Messprotokoll nach der Titanätzung

 <p>Precision etching & electroforming</p>	MEET RAPPORT		Blad van bladen : 1/1
	document D-KWA-02.0		Q.A.
	Klant : IOM		
Ordernr. Klant : 2004-10228		Materiaal : Molybdeen	
Ordernr. Etchform : S-2004-22		Plaat afmetingen : 265x265x0,5mm	
Produkt : MO Gitter		Aantal stuks : 4	

Tekening spec.			Metingen						
Maatnr.		Tol. (µm)							
A	4,2	+/- 50	4,292	4,334	4,203	4,275	4,283	4,264	
			4,241	2,237	4,239	4,222	4,165	4,297	
			4,270	4,225	4,252	4,242			
B	3	+/- 50	3,066	2,991	3,071	3,004	3,081	3,070	
			3,057	3,047	3,02	3,023	2,953	2,942	
			3,055	3,047	3,001	3,013			
D	1,6	+/- 50	1,643	1,661	1,616	1,589	1,620	1,670	
			1,638	1,619	1,594	1,581	1,548	1,603	
			1,577	1,56	1,602	1,635			
Opmerkingen/Kistnr.415/11									
Controleur : E. Rovers					Q.C. : E. Kemperman				
Datum : 03-05-2004					Datum : 03-05-2004				

Tabelle 3: Messprotokoll nach der Molybdänätzung

4. Beschreibung und Bewertung der Tiefziehverfahren

Der Umformungsprozess kann vergleichsweise über einen konventionellen Tiefziehprozess und einen hydrostatischen Tiefziehprozess erfolgen. Die Vorversuche mit beiden Verfahren lieferten verwertbare Ergebnisse beim Einsatz von bereits strukturierten Scheiben unter der Randbedingung der begrenzten Transparenz. Wichtig ist dabei die Untersuchung des verwendeten Materials hinsichtlich seiner Duktilität, der erreichten mechanischen Stabilität nach der Formgebung und der Spatterrate, da diese lebensdauerbestimmend für das Extraktionsgittersystem ist. Die wachsende mechanische Festigkeit bei Substitution der Graphitgitter durch Gitter aus metallischen Werkstoffen ist mit einer Erhöhung der thermischen bedingten Ausdehnung verbunden. Durch die gezielte spanlose Verformung wird der thermischen Dehnung eine Richtungsabhängigkeit erteilt und somit geometrische Unregelmäßigkeiten, die verbunden sind mit einer Veränderung der Parameter des Gittersystems selbst bis hin zur kompletten Funktionsstörung durch Kurzschlüsse zwischen den einzelnen Gittern des Gittersystems eingeschränkt. Im Gegensatz zu bekannten Gitterformen wird bei der neuen Gittertiefungstechnologie eine Schutzsicke gegen die Beschichtung der Isolatorkugeln beim Umformen selbst eingebracht, die eine selbstjustierende Montage der Gitterelemente und einen wahlweisen Einsatz von 2 bzw. 3 Gittern ermöglicht. Das so entstehende, stapelfähige Gittersystem ist darüber hinaus noch verwindungssteifer.

Die für beide Umformverfahren zu konzipierenden Werkzeuge müssen Prägungen ermöglichen, die die geforderten Ansprüche an Formtreue und Wiederholgenauigkeit in hohem Maße erfüllen. Dabei bereitet die Konstruktion auch eines Standardwerkzeuges Probleme, da durch das unterschiedliche elastische Verhalten der eingesetzten Werkstoffe am Werkstück eine Rückfederung hervorgerufen wird, die aufgrund der großen Anzahl von Einflussgrößen eine endgültige Beschreibung des Prozesses unmöglich macht. Die Auslegung des Werkzeuges muss also sowohl durch Erfahrung als auch durch aufwendige empirische Untersuchungen erfolgen.

Konzeption des Testprägewerkzeuges

Um die Duktilität, die erreichbare Reproduzierbarkeit und die Maßhaltigkeit der Gitterkalotten aus verschiedenen Materialien zu testen, wurde ein Single- action- Werkzeug , bestehend aus Stempel, Matrize und Niederhalter gefertigt. Der Prägevorgang wird als Tiefziehen im Erstzug bezeichnet, d.h. , die angestrebte Hohlkörperform wird in einem Pressendurchgang aus einem ebenen Zuschnitt geformt.

Die Werkstückgeometrie orientiert sich an den Abmessungen der bereits für die Ionenquelle ECR ISQ 76 gefertigten Graphitgitter, d.h. eine Adaption der geprägten und strukturierten Metallgitter für eine anschließende Erprobung im Labor des IOM ist realisierbar.

Für die Werkstückgeometrie sind sowohl der Rondendurchmesser als auch die zu verarbeitende Blechstärke des Materials bestimmend. Sie entscheiden Ziehringradius und Matrizenndurchmesser des Werkzeuges.

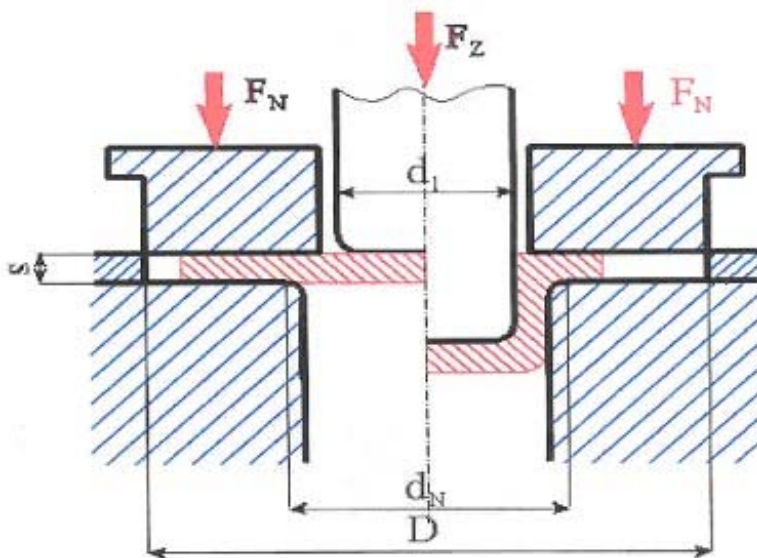


Abb. 23: zu den Geometrien des Tiefziehwerkzeuges

Im vorliegenden Fall wurde der Matrizenndurchmesser $d_1 = 600$ mm gleich dem geforderten Kalottendurchmesser gewählt und bei der geringen zu erreichenden Tiefung von 7,4 mm ein Ziehringradius von 0,3 mm willkürlich festgelegt. Gemäß Zeichnung ANC 76in- 26 R300 roh beträgt der Zentrierringdurchmesser $D = 145,0^{+0,1}$ mm und fixiert die Ronde vor der Prägung so genau, dass beim Stapeln der einzelnen geprägten Gitterelemente zu einem Gittersystem ein ausreichender Strukturüberdeckungsgrad entsteht. Ein federnder Niederhalter hält das Werkstück in seiner Lage und verhindert die Faltenbildung.

Der notwendige Niederhalterdruck wird über am Umfang verteilte Druckfedern eingestellt.

Material		Molybdän	Invar	Titan
Dichte	g/cm ³	10,2	8,13	4,54
Schmelzpt.	°C	2625	1450	1800
El.-Mod.	Mpa	336300	145000	105200
Wärmelf.	W/mK	138	12,5	21,9
Th.Dehng.	$\times 10^{-6}/K$	5	0,9	10,8
bei 20 °C				

Tabelle 4: Daten der ausgewählten Materialien

Bearbeitungsempfehlungen

Molybdän

Molybdän gilt unter Beachtung gewisser Randbedingungen als gut bearbeitbar. Wichtig ist die Beachtung der „Übergangstemperatur“, die die Temperaturschwelle kennzeichnet, unterhalb der die Metalle mit kubisch-raumzentrierten Gittern infolge Sprödigkeit und Härte kaum spanlos verformbar sind. Oberhalb dieser Grenze geht dieses Material zur Duktilität über. Die Höhe der Übergangstemperatur ist abhängig vom Verformungsgrad und der chemischen Zusammensetzung des Werkstoffes.

Bei der Warmbearbeitung, wie auch beim Einsatz von Molybdän bei höheren Temperaturen erfordert eine zweite Temperaturschwelle Aufmerksamkeit, die Rekristallisationstemperatur. Oberhalb dieser erfolgt eine Kornneubildung, die mit einer Verminderung der Festigkeit und Härte und einer Erhöhung der Bruchneigung verbunden ist. Bei Verwendung von dotiertem Molybdän wird diese Grenze wesentlich erhöht und das Material bleibt auch nach der Rekristallisation duktil.

Zwischen beiden genannten Grenzen liegt der Arbeitsbereich der vor und nach dem spanlosen Formgeben eingehalten werden sollte.

Dünne, starkverformte Bleche besitzen eine ausgeprägte Verformung in Längsrichtung. Deshalb sollten Bleche und Bänder stets quer zur Walzrichtung gebogen werden, oder aber wenn die Abmessung der Fertigteile die Halbzeuggröße nicht überschreitet ist der Einsatz kreuzgewalzten Molybdäns vorzusehen.

Invar (FeNi36)

Die Eisen – Nickel – Legierung Invar (FeNi36) gehört neben Reineisen, Fe-Si-, Fe-Co-Legierungen und den Ferriten zu den weichmagnetischen Werkstoffen.

Das magnetische Verhalten wird auch dazu genutzt, Legierungen mit einem bestimmten Ausdehnungskoeffizienten, mit temperaturabhängigem Elastizitätsmodul und guter Dämpfungsfähigkeit herzustellen. Dies gelingt aber stets nur für ein bestimmtes Temperaturband, in dem die normale Wärmedehnung (durch thermische Gitterschwingungen) durch die Magnetostriktion (meist positiv) kompensiert wird. Mit steigenden Nickelgehalten nimmt der Magnetostriktionseffekt ab und die Curie- Temperatur zu. Dieses Temperaturband liegt bei Invar im Bereich 0 – 200 °C . Darüber steigt der Wärmeausdehnungskoeffizient

überproportional an und erreicht bei 450 °C bereits gleiche Werte wie in der Vakuumtechnik verwendete Edelstähle.

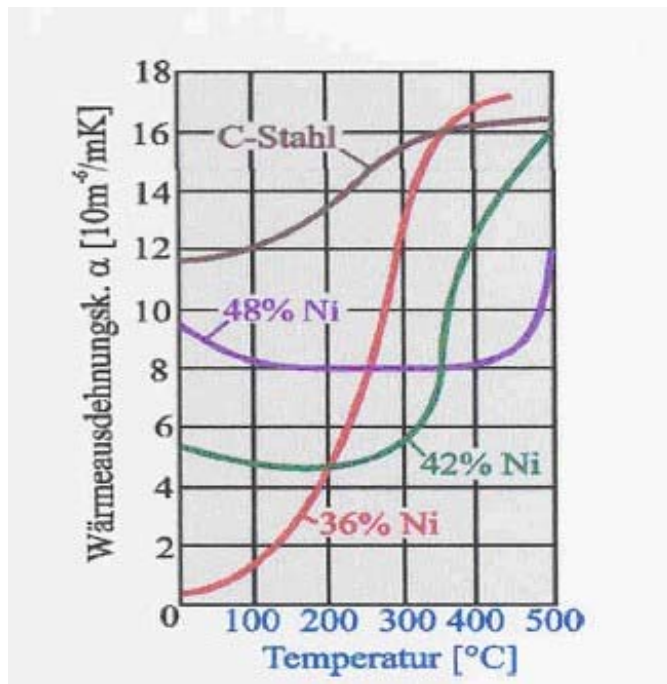


Abb. 24: Wärmeausdehnungskoeffizienten für Eisen-Nickellegierungen mit unterschiedlichen Nickelanteilen im Vergleich zu Stahl

Die Bearbeitungseigenschaften der FeNi-Legierungen sind vergleichbar mit denen austenitischer Stähle. Die Neigung zum „Schmieren“ beim Trennen ist ausgeprägt. Um einen großen Werkzeugverschleiß zu verhindern, sollte die Schnittgeschwindigkeit 50% geringer als bei ferritischen oder martensitischen Edelstählen sein. Aufgrund der geringen Wärmeleitfähigkeit der Legierung und der großen Reibung zwischen Werkstück und Werkzeug sollte bei spanender Bearbeitung am besten eine Überflutungskühlung vorgesehen werden.

Bei der spanlosen Bearbeitung ist die Verwendung der Werkstoffe im weichgeglühten Zustand zu empfehlen. Nach der Wärmebehandlung befinden sich Bänder der FeNi-Legierung in einem isotropen Zustand der bei hoher Duktilität beim Tiefziehvorgang einer „Zipfelbildung“ vorbeugt. Die kontrollierte Korngröße minimiert die Gefahr des „Orangenhaut-Effektes“.

Bei schwierigen Ziehvorgängen kann es nötig werden, eine Zwischenglühung mit 800°C bis 900°C unter Inertgas oder im Vakuum einzuschalten.

Titan

Titan ist ein dimorphes Übergangsmetall und tritt unterhalb von 855°C als hexagonales Alpha-Titan und oberhalb als kubisch-raumzentriertes Beta-Titan auf. Die Umwandlungstemperatur muss beim Spannungsfrei- und Rekristallisationsglühen beachtet werden und soll wegen der hohen Affinität zu verschiedenen Elementen nur im Vakuum stattfinden. Bemerkenswert ist die hohe Festigkeit bei geringer Dichte, die aber bei höheren Temperaturen (400°C) an Luft durch eine durch die Aufnahme von Sauerstoff, Stickstoff und Wasserstoff initiierte Versprödung schnell zurückgeht. Duktilität ist nur beim reinen, weichen, unlegierten Titan der Güte 3.7025 (Grade 1) gegeben , welches sich als einziges zum Kalttiefziehen eignet. Die härteren Güten erfordern bei der gesamten Palette der spanlosen Umformverfahren z.B. Biegen, Abkanten, Drücken, Bördeln, Falzen usw. größere Ziehradien und höhere Umformkräfte und es tritt eine stärkere Rückfederung auf. Eine Kalt-Warmumformung bei 250-400 °C ist also ähnlich dem Molybdän vorzuziehen.

Die zum Invar gegebenen Hinweise zur spanenden Bearbeitung treffen vollinhaltlich auch auf das Titan zu. Auch hier soll mit verringerter Schnittgeschwindigkeit bei maximaler Kühlmittelzufuhr gearbeitet werden.

Ergebnisse der Testprägung

Das erreichte Ergebnis kann positiv bewertet werden. Die gefertigten Kalotten sind von guter Maßhaltigkeit und weichen innerhalb der für jedes Material gefertigten Serie weniger als 50 Mikrometer in der Tiefung und im Außendurchmesser voneinander ab. Der mittlere verringerte Außendurchmesser betrug 144,7 mm. Die Tiefung der Kalotten war durch die elastische Rückfederung des Materials wesentlich geringer als geometrisch ermittelt. Die Rückrechnung ergab folgende Kalottenradien:

Titan	470 mm
Invar	430 mm
Molybdän	440 mm

bei der Verwendung einer Matrize des Radius 300 mm.

Die Erzeugung definierter Radien zwecks Einstellung eines Fokuspunktes bedürfen der empirischen Anpassung der Matrize, wobei noch die thermische Dehnung des Materials bei Einsatztemperatur beachtet werden muss. Die erhöhte Fließfähigkeit strukturierten Materials

lässt eine Annäherung von Kalotten- und Matrizenradius durch geringere Rückfederung erwarten.

Die als positiv bewerteten Ziehergebnisse wurden erst nach einer Prozessoptimierung erreicht. Dabei mussten der Niederhalterdruck und der Ziehradius mehrfach verändert werden, weil es in den Scheitelpunkten des Ziehradius, also dem Grenzbereich zwischen den eingetragenen Zug –und Druckspannungen zu Rissbildungen kam. Ebenso verdiente der Niederhalterdruck wesentliche Aufmerksamkeit, da dieser so eingestellt werden musste, dass aus dem Randbereich beim Durchzug zwar ausreichend Material nachfließen konnte, aber ein Faltenwurf am Rand unterblieb. Die Verwendung von tiefziehfähigem kreuzgewalzten Molybdän hätte sicher auch die Anzahl von Optimierungsversuchen verringert. Da dieses Material aber als Halbzeug nur bis zu einer gewissen Breite angeboten wird, musste die Fertigung großformatiger Gitter mit dem in einer Richtung gewalzten Standardmaterial erfolgen.

Die Warmverformungsversuche gestalteten sich aufgrund der eingeschränkten technischen Möglichkeiten schwierig. Eine Verformung der Ronde im Übergangstemperaturbereich wäre sicher wünschenswert, ist aber wegen der hohen Werkzeugkosten für ein heizbares Werkzeug bei der geringen zu fertigenden Werkstückzahl nicht realisierbar. Die externe Erwärmung bis kurz unter die Rekristallisationstemperatur war zwar möglich, brachte aber nicht den gewünschten Erfolg. Gerade die kritischen Spannungsbereiche kamen als erste in Werkzeugkontakt und kühlten wegen der geringen Wärmekapazität des Werkstückes deshalb auch als erste wieder in den unerwünschten Ausgangszustand ab.

Die Erhitzung der Ronde bis in den besagten Bereich führte zur Verwerfung des Materials in Walzrichtung. Da die gewählte Materialgüte in ihrer Zusammensetzung der Tiefziehqualität am nächsten kam und eine nur geringfügige Tiefung erzielt werden musste (Fließfähigkeit bis dicht an den Bereich der Erichsen - Tiefung war nicht erforderlich) wurde für die gewählte Materialdicke von 0,5 mm der Kaltzug favorisiert.

Um ein Prägeergebnis zu erreichen, das den Anforderungen sowohl an Formtreue als auch an Maßhaltigkeit entsprach, musste eine zusätzliche Modifizierung des Werkzeuges erfolgen. Der Niederhalter musste dahingehend verändert werden, dass bei der Kalottenprägung auch das unter dem Niederhalter befindliche plane Rondenmaterial ausreichend und ohne Faltenbildung fließen konnte. Erst nach abgeschlossenem Erstzug und danach erfolgter Rückfederung wurde als zweiter Schritt die Sicke ausgeformt. Die Ermittlung des optimalen Niederhalterdruckes erfolgte empirisch unter Zuhilfenahme von Gummifederelementen.

Hydraulische Tiefung

Zweites untersuchtes Verfahren der Formgebung war das der hydraulischen Tiefung. Dieses Tiefziehen mittels eines Wirkmediums basiert auf der Möglichkeit, mithilfe eines Fluides (Wirkmedium) eine Ronde, einen Zuschnitt oder einen Hohlkörper in eine starre Matrize hineinzuziehen oder aber derartige Werkstücke an einen starren Stempel anzulegen. Dabei kann das Medium das Werkstück berühren oder von diesem durch eine Dichtung (Membran, Beutel) getrennt sein.

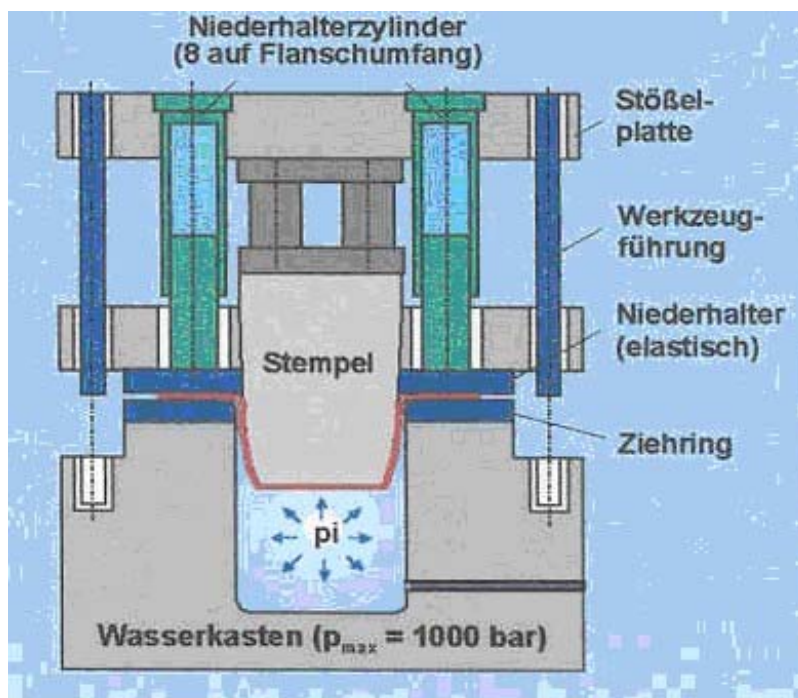
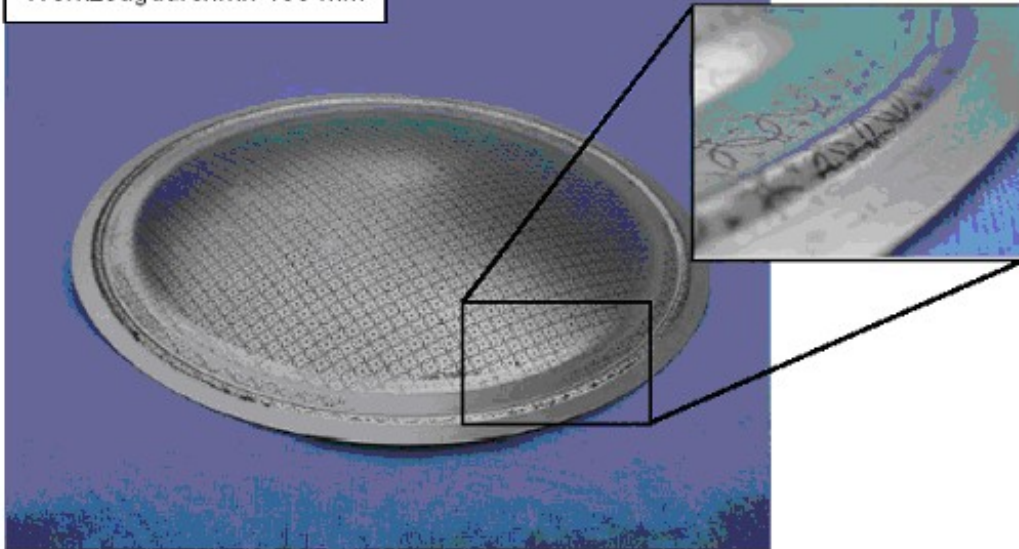


Abb. 25: Prinzip der hydrostatischen Tiefung

Das Verfahren wird auch als Tiefziehen mit Wirkmedien mit kraftgebundener Wirkung bezeichnet und besitzt den Vorteil, dass der Eintrag der statischen Kraftwirkung nicht gerichtet erfolgt. Dadurch wurde ein besseres Fließverhalten erwartet.

Die Grundversuche mit den bereits genannten Materialien, der dargestellten Geometrie und unterschiedlichen Materialdicken, ergaben vergleichbare Ergebnisse zum anfangs beschriebenen Tiefziehen.

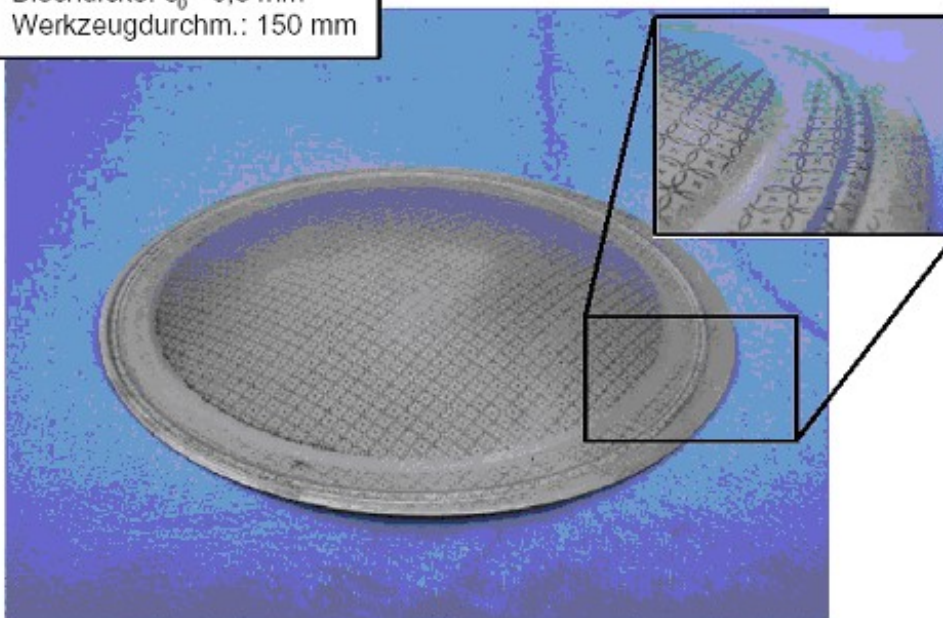
Werkstoff: Molybdän
Blechdicke: $s_0 = 0,3$ mm
Werkzeugdurchm.: 150 mm



Bauteil mit Sicke, Molybdän, $s_0 = 0,3$ mm

Ein weiterer Fokus lag auf der Ausbildung der Sicke, die im vorgesehenen realen Bauteil sowohl der Erhöhung der Stabilität, als auch als Bedampfungsschutz der Isolatoren dienen soll.

Werkstoff: Molybdän
Blechdicke: $s_0 = 0,5$ mm
Werkzeugdurchm.: 150 mm



Bauteil mit Sicke, Molybdän, $s_0 = 0,5$ mm

In beiden Blechdicken (siehe Bilder) war das Ausformen einer Sicke ausreichender Stabilität möglich, eine Aussage die ihren Niederschlag bei der Konstruktion des realen Werkzeuges finden musste. Um die zu erwartende, unterschiedliche Fließfähigkeit

unbemusterter und bemusterter Kalotten bewerten zu können, wurden im Testprägwerkzeug geätzte plane Ronden verformt. Die Maßhaltigkeit nach der Verformung entsprach den Erwartungswerten. Bei den bei der Ätzung vermessenen Zielgrößen A , B und C kam es aufgrund des Fliessverhaltens in Walz- und quer zur Walzrichtung zu einer Zentrumsabweichung von 4 Mikrometer. Das folgende Bild stellt das Testgitterdesign dar, an dem nach der Verformung, Außendurchmesser; Tiefung ; Lochdurchmesser und Lochkreisdurchmesserveränderung gemessen wurden.

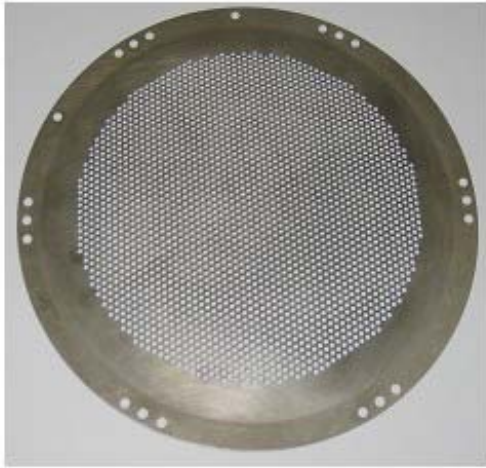


Abb.26: Testgitter für Ionenstrahldurchmesser von 100 mm für eine ECR-Ionenstrahlquelle

Mithilfe des realen Werkzeuges (Werkzeug 2) wurden stapelfähige Gitter erzeugt deren Deckungsgleichheit von so hoher Güte war, dass die Zwangsjustierung über Aluminiumoxid-Kugeln erfolgen konnte. Es muss allerdings darauf verwiesen werden, dass bei unterschiedlichem Material (Elastizitätsmodul) oder aber unterschiedlichen Lochdurchmessern (Fliessverhalten) stets ein neues Werkzeug erforderlich ist.

Dabei wird für die im Stapel befindlichen Gitter die gleiche Tiefung gefordert, d. h. nach der Prägung und Rückfederung müssen die zu kombinierenden Gitter gleiche Radien besitzen. Die empirisch zu findenden Formen werden vor ihrem endgültigen Einsatz gehärtet um Kaltaufschweißungen vorzubeugen.

5. Bewertung der neuen Gitteraufhängung

Die neue Gitteraufhängung erweist sich als sehr praktikabel , obwohl zur betriebsfähigen Endlösung an der Gitterstruktur noch einige Modifizierungen notwendig sind.



Abb. 27: 2-Gittersystem aus Molybdän mit selbstjustierender Montage komplett verschraubt für den Einsatz in einer ECR- Ionenstrahlquelle mit 200 mm Ionenstrahldurchmesser

Die zwölf Gitterverschraubungen befinden sich jeweils zwischen 2 um 5° versetzten Aufnahmebohrungen, die der Fixierung und Lagejustierung der Gitter mithilfe Keramikkugeln aus Aluminiumoxid dienen. Dabei ist der Gitterabstand über den Kugeldurchmesser variierbar. Sollte das Gittersystem als Dreigittervariante ausgeführt werden, werden zusätzlich die außenliegenden Bohrungen mit diesen Isolierkugeln besetzt, um dort Gitter 3 zu lagern und zu justieren. Um eine größere Variabilität zu erreichen, sollten beim Neuentwurf eines Gittersystems und bei der Erzeugung eines neuen Filmplots die Kugelaufnahmebohrungen einen Durchmesser von 2,5 mm erhalten und die 12 Gitterverschraubungsbohrungen zu zum Außendurchmesser geöffneten Langlöchern gestaltet werden.

Damit ist es möglich den Abstand zwischen den Gittern in feineren Stufen zu verändern und fertigungsbedingte Toleranzen der Keramikkörper bei der Gitterbefestigung abzufangen.

Messungen nach der Prägung ergaben, dass der Materialfluss zur Kalottenform ausschließlich vom Material innerhalb der geprägten Sicke bestimmt ist, so dass eine Zwangsjustage auch zwischen Gittern unterschiedlicher Stegbreiten, bzw. Lochdurchmesser, möglich ist.



Abb.28:Keramisolatorokugeln und Selbstjustierung der Gitter

Das entstandene Gittersystem weist eine hohe mechanische Stabilität und Verwindungssteifigkeit auf. Eine Justage der Gitter zueinander ist nicht erforderlich, da die Kugeln über die mit den Gitterbohrungen gleichzeitig eingebrachten Löchern eine Selbstjustage bedingen. Die Lagebestimmung erfolgt durch die konstruktive Ausbildung einer Zwangsjustierung Gitter – Kugel – Gitter und erreicht dadurch einen ausgezeichneten Strukturüberdeckungsgrad, wie in Abb. 29 (Blick auf einen Gitterausschnitt mit Bohrungen von 1,2 mm Durchmesser durch einen Ausschnitt mit Bohrungen 1,6 mm Durchmesser) zu sehen ist.

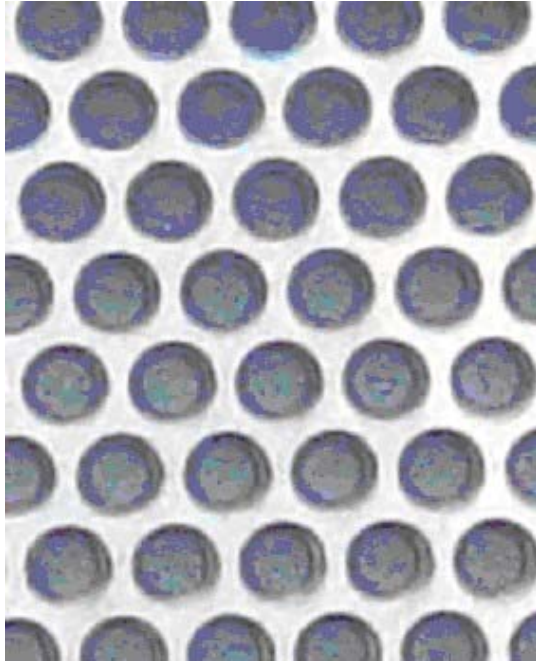


Abb.29: Überdeckung der Gitter mit unterschiedlichen Lochdurchmessern

6. Einsatz in einer ECR-Quelle mit 200mm Ionenstrahldurchmesser

Die nach dem Ätzen gedrückten Mo-Gitter wurden in einer ECR- Ionenstrahlquelle des IOM eingesetzt und somit erste Erfahrungen beim Betrieb dieses Gittersystems aus Molybdän gewonnen. Bei der Benutzung der für den geplanten Gitterabstand eingesetzten Keramikugeln trat innerhalb der Betriebszeit von ca. 30 Stunden keine Beschichtung der Keramikugeln auf, d.h. die Wirksamkeit der beim Drücken eingebrachten Sicke als Bedampfungsschutz konnte nachgewiesen werden. Der Ionenquellenbetrieb war nicht durch Probleme der thermischen Ausdehnung der Gitter gestört, Das Profil nach einer Einlaufzeit von einer halben Stunde stabil.. Die Messungen wurden in einem Testpumpstand von $2,5 \text{ m}^3$ mittels einer Faradaysonde, die auf einem 3-Achsentschsystem montiert ist durchgeführt. Die folgende Abbildung zeigt die Ergebnisse der Abstandsvariation der Messung des Profils.

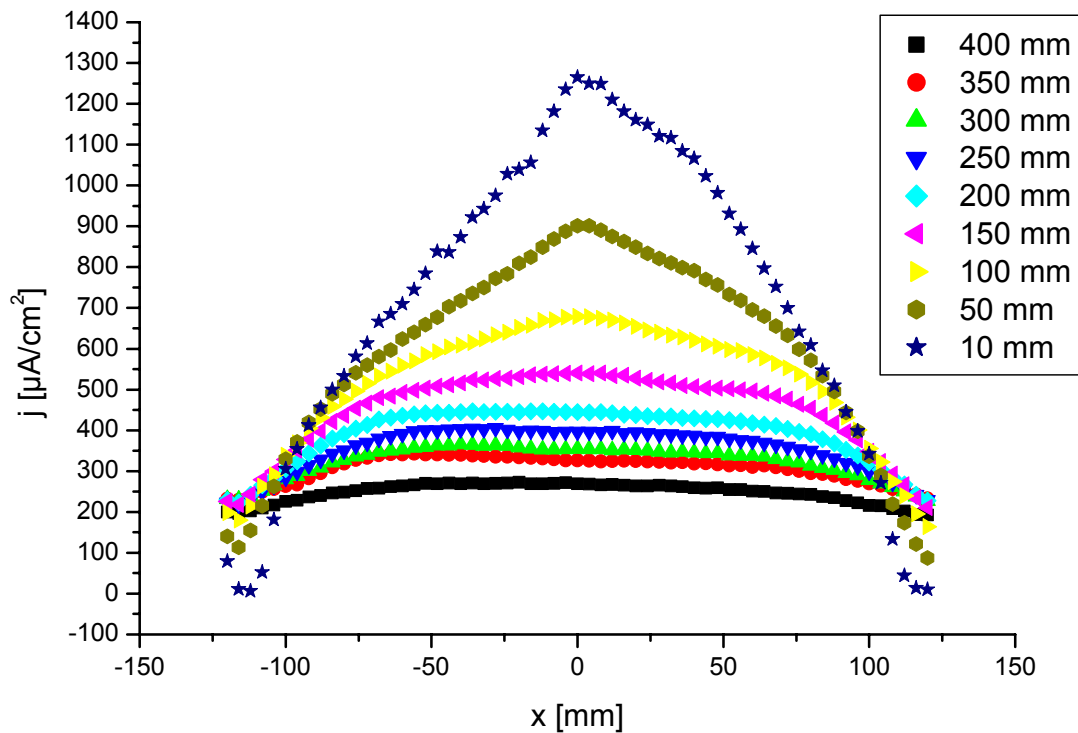


Abb.30: Ionenstromdichteverteilung bei verschiedenen Abständen, 2 Gittersystem aus Molybdän MW –Leistung = 300W, gleiche Lochdurchmesser (1,2 mm), Raster 2,1mm; Transparenz 30%; Argon- Fluß 17 sccm; Strahlspannung/Gesamtstrom 800 V/ 230 mA; Acceleratorspannung/-strom -300 V/ 5 mA

Die Messzeit beträgt für einen Schnitt ca. eine halbe Stunde, d.h. in dieser Zeit ist die Konstanz des Ionenstromes auch ein Maß für die Qualität des Gittersystems (thermische Verformung). Die gemessenen Ionenstromdichteverteilungen entsprechen denen mit einem Graphitgittersystem gemessenen, wenn man die unterschiedlichen Transparenzen in die Bewertung einbezieht.

Probleme traten auf, wenn Gitter mit unterschiedlichen Lochdurchmessern in einem System kombiniert werden sollen. Die durch den Tiefziehprozess eingebrachte Tiefung variiert mit den Dicken der verbleibenden Stege – ein wesentlicher Nachteil davon, dass die Strukturierung am ebenen Substrate erfolgen muss. Dieser Effekt ist speziell ein Problem, wenn die Gitter nach außen gewölbt eingebaut werden – ein Kurzschluss durch die Erwärmung des aufgrund der größeren Lochdurchmesser stärker gewölbt Schirmgitters mit dem Acceleratorgitter nach kurzer Betriebszeit ist die Folge. Bei der Wölbung nach innen erfolgt aber eine z.T. unerwünschte Fokussierung des Ionenstrahls, so dass diese „Problemlösung“ nur bedingt eingesetzt werden kann.

Bei der Verwendung von angepassten Gittersystemen mit unterschiedlichen Lochdurchmessern ist also eine Anpassung des Druckwerkzeuges an die Transparenz des

Gitters zwingend notwendig, um Gitterradialen für beide Gitter nach der Erwärmung im annähernd gleichen Bereich zu erhalten.

7. Nutzen und Verwertbarkeit der Ergebnisse

Das im Rahmen des Vorhabens erarbeitete Know How wird sowohl für die technologische Nutzung der Ionenstrahltechnik im Institut selbst als auch in Verbindung mit neuen Entwicklungen des IOM auf der Ionenquellenstrecke bei den industriellen Partnern Roth&Rau AG, Ostec GmbH Meißen und SenVac GmbH genutzt werden. Da im Vorhaben doch eher die Evaluierung von Fertigungs- und Behandlungstechnologien im Vordergrund standen, ist im Verwertungsfall immer eine Anpassung der Ergebnisse erforderlich. Die Nutzung wird mittelfristig in den nächsten 3-5 Jahren erfolgen.

8. Bewertung der Ergebnisse an Hand des derzeitigen internationalen Standes bei der Gitterfertigung

Die erzielten Ergebnisse zu den Gitterfertigungstechnologien widerspiegeln den modernsten, technologischen Stand bei der Fertigung von Metallgittersystemen, wie er z.B. partiell durch die NASA beim NSTAR- Triebwerk von der Mission Deep Space 1 eingesetzt wurde. Die Methoden zur Herstellung von Metallgittern für ionenstrahltechnologische Arbeiten bei der US-amerikanischen Firma Veeco sind nicht öffentlich, es ist aber zu vermuten, dass hier auch Gittertechnologien aus den Entwicklungen der NASA zum Einsatz kommen. Durch die Ergebnisse dieses Vorhabens kann für die im Verwertungsplan genannten deutschen Firmen eine adäquate Technologie zur Verfügung gestellt werden. Die Gittersystemaufhängung und die Stabilisierungssicke, die gleichzeitig einen Bedampfungsschutz für die Gitterisolatoren darstellt, sind so aus der Literatur nicht bekannt. Die in diesem Bericht aus patentrechtlichen Gründen nicht näher erläuterte Methode der Lebensdauererweiterung durch Variation der Betriebsparameter ist bisher in der Literatur nicht vorgestellt worden. Eine Patentanmeldung dazu ist im IOM in Vorbereitung.

III Erfolgskontrollbericht

Ergebnisse, Synergien und wesentliche neue Erfahrungen

Im Rahmen des Vorhabens ist es gelungen, die verschiedenen Verfahren der Gitterformung, der Einbringung des Lochmusters und der Modifizierung des Materials zur Erhöhung der Zerstäubungsresistenz miteinander zu vergleichen und ihre Eignung zur Herstellung von Gittersystemen für Breitstrahlionenquellen und elektrostatische Raumantriebe zu bewerten. Auf Grund des hohen Aufwandes bei der Organisation der Unteraufträge mit Unternehmen und Einrichtungen und der daraus resultierenden Zeitverzögerungen sind die Ergebnisse dieser Bewertung noch nicht in vollem Umfang bestätigt. Die Möglichkeiten zur Erprobung und weiterführenden Tests zur Wärmeausdehnung und dem damit verbundenen Verhalten der Gittersysteme im Einsatz auf den Ionenstrahlquellen waren im Zeitrahmen des Vorhabens nur eingeschränkt durchzuführen. Es ist aber aus den ersten Untersuchungen abzuschätzen, dass die Metallgittersysteme in der vorgeschlagenen Form unter Einsatz der Ätztechnologie und des Tiefziehverfahrens erfolgversprechend und kostengünstig hergestellt werden können und auf den zirkularen Breitstrahlionenquellen einsetzbar sind. Entsprechende konstruktive Lösungen für Linearquellen sollen auf der Basis dieser technologischen Erfahrungen aufgebaut und erprobt werden. Die Nitrierung von Ti-Gittersystemen ist weiter zu untersuchen, um gesicherte Aussagen zum Nutzen und zum Einsatz dieser Materialmodifizierung zur Lebensdauererlängerung von Ionenstrahlgittersystemen machen zu können.

Patente und Erfindungen

Zwei Experimente zur Absenkung der Sputterrate durch Parameteränderung bei den Zerstäubungsexperimenten am Ti-Gittersystem wurden durchgeführt. Ein relativ großer Effekt (Faktor > 4!) konnte gemessen werden, wenn Parameter im Prozess auf eine definierte Weise geändert wurden. Dieser Effekt übersteigt die in den Zerstäubungsratemessungen gewonnenen Ergebnisse doch erheblich (siehe Abschnitt zum Ti in diesem Bericht). Eine Schutzrechtsanmeldung durch das IOM wird zeitnah in 2005 erfolgen. Naheliegende Auslandsanmeldungen werden mit EADS Space Transportation abgestimmt.

Wirtschaftliche Erfolgsaussichten, Transferstrategien und deren Zeithorizont

Außerhalb der Raumfahrtanwendungen, für die Metallgitter mit hohen Standzeiten und exzellenten mechanischen Eigenschaften von großer Bedeutung sind, werden auch bei allen derzeitigen terrestrischen Anwendungen von Breitstrahlionenquellen Metallgittersysteme aufgrund ihrer Robustheit und ihrer Resistenz vor allen bei Sauerstoffprozessen und im harten, industriellen Einsatz bevorzugt. Die im Vorhaben untersuchten Gitterherstellungstechnologien sind in ihrer Komplexität nicht allgemein patentrechtlich zu schützen. Sie werden in den nächsten 3-5 Jahren partiell nach entsprechenden Anpassungen an die jeweiligen Ionenquellentypen Anwendung bei den Partnern des Instituts für die Vermarktung der Ionenquellenentwicklung (Roth&Rau AG, Ostec Meißen GmbH, SenVac GmbH) finden.

Der Einsatz von Metallgittersystemen als Ersatz für die derzeit ausschließlich verwendeten Graphitgittersysteme in den verschiedenen Breitstrahlionenquellentypenentwicklungen des IOM ist durch entsprechende Tests und Anpassungen vorbereitet. Speziell bei Applikationen, bei denen es um eine partikelfreie Ionenstrahlerzeugung geht (z.B. Maskblank - Beschichtung für die EUVL), ist eine zeitnahe Prüfung der Performance der neuen Gitter geplant. Auch bei anderen, industriellen Applikationen der Ionenstrahltechnologien, wie z.B. einer speziellen Edelmetalllaufstickungstechnologie, Reinigungs- und Beschichtungsanwendungen im großtechnischen Maßstab sind Metallgittersysteme auf Grund ihrer Robustheit den Graphitsystemen vorzuziehen. Die im Vorhaben erarbeiteten, speziellen Herstellungstechnologien (konstruktive Gestaltung, Locheinbringung, Formgebung, Materialmodifizierung) sind die Basis für den Einsatz der Metall- bzw. Hybridgittersysteme. Weltweit werden Gittersysteme zwar in ähnlicher Form (aber ohne die im Vorhaben untersuchten Materialmodifikationen) nur im Raumfahrtbereich (NASA, Boeing) angeboten. Die Industriepartner Roth&Rau AG, Ostec Oberflächentechnik GmbH und SenVac GmbH werden in den terrestrischen Anwendungen der Ionenbreitstrahltechnologien entsprechende Ionenquellen mit Metallgittersystemen ausrüsten und dabei auf die Erfahrungen aus dem Vorhaben zurückgreifen können. Für die Anwendungen in der Gestaltung von elektrostatischen Raumantrieben ergeben sich vor allem im Bereich größerer Schübe (>150 mN) neue Möglichkeiten für den Einsatz von Metallgittern in den Triebwerken der RIT – Familie von EADS - Space Transportation. Ein Wissenstransfer ist durch enge Kooperationsbeziehungen zu den genannten Partnern und darüber hinaus bei den terrestrischen und Raufahrt - Anwendungen gewährleistet.

Wissenschaftliche Ergebnisse und deren weitere Nutzung

Die Nutzung der im Vorhaben gewonnenen Erfahrung für Anwendungen der Ionenstrahltechnik im weiten Bereich von Forschungs- und Entwicklungsaufgaben (z. B. Abscheidung von MO/Si- Multilayern für die EUV- Lithographie, Oberflächenhärtung von austenitischen Edelstahl ohne Verlust seiner Korrosionsbeständigkeit) ist durch die Technologieentwicklungen am IOM selbst und seine guten Kooperationsbeziehungen zu anderen Forschungseinrichtungen in Deutschland (z.B. enge Zusammenarbeit mit dem INP in Greifswald) gegeben. Auch für Raumfahrtanwendungen (elektrostatische Antriebe) sind, sollten sich die Ergebnisse der Untersuchungen an den Modellgittersystemen bestätigen, Ergebnisse aus dem Vorhaben von Interesse. Weiterführende Untersuchungen wie z.B. Lebensdauertests sind aber zur abschließenden Bewertung der Ergebnisse erforderlich und werden in Abhängigkeit von Finanzierungsmöglichkeiten mit dem Partner EADS Space Transportation geplant.

Wirtschaftliche und wissenschaftliche Anschlußfähigkeit, Vorschlag für nächste innovatorische Schritte

Die Ergebnisse der Werkstoffuntersuchungen sind auch für das Verständnis der Grundlagen der Stickstoffdiffusion in den Werkstoffen Mo und Ti von großem Interesse. Die Untersuchungen dazu und das tiefere Verständnis der Auswirkung der Materialmodifizierung auf den Zerstäubungsprozess können eine Reihe anderer Grundlagenuntersuchungen und Anwendungen erschließen helfen..

Die Ergebnisse zur Aufstickung von Mo und Ti werden im Rahmen anderer Untersuchungen z.B. zu biokompatibelen Schichten im Institut selbst genutzt.

Zur Verwertung der Vorhabensergebnisse werden weiterführende Maßnahmen zur Anpassung der Gitter an die entsprechende Ionenquellentechnik gemeinsam mit den bereits genannten Industriepartnern diskutiert und Strategien zu deren Finanzierung erarbeitet.

Arbeiten , die zu keiner nutzbaren Lösung geführt haben

Die Nitrierung von Mo gelingt aufgrund des kleinen Diffusionskoeffizienten von Stickstoff bisher nur bis in Tiefen von ca. 3-5 μm , die für die betrachteten Gittersysteme nur zu kurzfristigen Standzeiterhöhungen führen und den Aufwand für die Nitrierung nicht rechtfertigen.

Die Tiefung von Gittern mit hoher Transparenz (>65%) und geringer Dicke (< 0,5 mm) konnte mit beiden untersuchten Verfahren nicht erfolgreich (ohne Rissbildung) durchgeführt werden.

Die mechanische Einbringung der Gitterbohrungen in die Mo- und Ti- Gitter ist das mit Abstand aufwendigste Verfahren und wird aus diesem Grund in der Praxis nur bei extremen Anforderungen Anwendung finden können.

Präsentationsvorschläge

Die Ergebnisse zum Aufsticken und zur Erhöhung der Zerstäubungsresistenz von Metall-Gittersystemen sollen auf Konferenzen wie Joint Propulsion Conference und International Electric Propulsion Conference 2005 im Rahmen von Vorträgen vorgestellt werden.

Bemerkungen zur Einhaltung von Kosten- und Zeitplanung

Die Kostenplanung konnte in vollem Umfang eingehalten werden. Die durch die Kündigung eines UA freigesetzten Mittel wurden im wesentlichen für die Personalfinanzierung zur Organisation und Bewertung der „Restarbeiten“ aus diesem UA im Institut selbst eingesetzt.

Ein größeres Problem stellte die Zeitplanung dar. Dies wird auch in den zur Erreichung der Vorhabensziele notwendig gewordenen Vorhabensverlängerungsanträgen ersichtlich. Wesentliche Faktoren für diese Zeitverschiebungen waren die schwierige Organisation der Zusammenarbeit mit den Unterauftragnehmern (Vergabe von UA, Termintreue bei der Übernahme und Ausführung der Aufgaben) und die unerwarteten Misserfolge bei der 3D-Strukturierung durch chemische Ätztechnologien.