

Erfahrungen zum Einsatz von niedrigviskosen Bindersystemen beim Spritzgießen von keramischen Mikrobauteilen

Werner Bauer, Thomas Hanemann, Richard Heldele, Marcus Müller
 Forschungszentrum Karlsruhe GmbH
 Institut für Materialforschung III
 Hermann-von-Helmholtz-Platz 1
 76344 Eggenstein-Leopoldshafen

Kurzfassung

Um eine zuverlässige Entformung von mikrostrukturierten Kavitäten zu gewährleisten, wird beim keramischen Spritzgießen (Ceramic injection molding, CIM) häufig besonderer Wert auf die Verwendung von Feedstocks mit hoher Grünfestigkeit gelegt. Die damit einhergehende Abnahme der Fließfähigkeit der Feedstocks kann aber zu Schwierigkeiten bei der Befüllung von Mikrokavitäten führen. Korrigierende Maßnahmen, wie die Erhöhung der Prozesstemperaturen oder die Einführung von Variothermprozessen bewirken die Degradation der Binder oder resultieren in unwirtschaftlichen Prozesszeiten. Durch geeignete Thermoplasten, die Verwendung von Wachs oder Paraffin als Binderkomponenten oder durch die Dispergierung der Pulver in Reaktionsharzen lassen sich Fließfähigkeit und Feedstockhomogenität verbessern. Auf diese Weise lassen sich auch feinste Strukturen bei isothermer Prozessführung mit kurzer Zykluszeit abformen. Durch die geschickte Auswahl von Binderkomponenten oder eine angepasste Prozessführung kann zudem eine ausreichende Entformbarkeit der Mikrobauteile sichergestellt werden.

Zusätzlich zur verbesserten Formbefüllung bieten niedrigviskose Feedstocks häufig auch Vorteile im Entbinderungsverhalten, da sich ein Teil der Komponenten durch Löse- oder Ausschmelzprozesse bereits entfernen lässt, bevor die kritische pyrolytische Entbinderung beginnt. Weitere Vorteile sind der reduzierte Formverschleiß, wodurch sich eine vereinfachte Werkzeugfertigung ergibt, die sogar zur wirtschaftlichen Prototypen- und Kleinserienfertigung in niedrigsten, aber leicht zu strukturierenden Werkzeugmaterialien genutzt werden kann.

1 Einleitung

In den vergangenen 20 Jahren hat sich das Spritzgießen als ein Standardverfahren zur Herstellung von kleinformigen Teilen mit komplexer Geometrie etabliert. Speziell bei Mikrobauteilen, d.h. bei Bauteilen, die Details im Submillimeterbereich besitzen, ermöglicht das Verfahren eine endkonturnahe, nachbearbeitungsarme Fertigung, wobei wie im makroskopischen Bereich auch das Mikrospritzgießen von den Kunststoffen dominiert wird. Mit dem Pulverspritzgießen stehen aber mittlerweile Varianten zur Verfügung, die sich zur Abformung von metallischen und keramischen Mikrobauteilen einsetzen lassen [1,2]. Da praktisch alle wichtigen keramischen Werkstoffe in Pulverform erhältlich sind, kann besonders das keramische Spritzgießen (Ceramic Injection Molding, CIM) auf eine sehr große Materialpalette zurückgreifen.

Das Pulverspritzgießen existiert in verschiedenen Varianten. In seiner bekannteren Form, dem Hochdruck-Spritzgießen (High Pressure Ceramic Injection Molding, HPIM) eignet es sich besonders für die Fertigung von großen Serien. Allerdings liegt die Schwelle zur Wirtschaftlichkeit aufgrund der hohen Maschinen- und Werkzeugkosten auch in der

keramischen Technologie erst bei den hohen Stückzahlen. Mit dem Niederdruck-Spritzgießen (Low Pressure Ceramic Injection Molding, LPIM) steht aber eine Modifikation zur Verfügung, die auch die kostengünstige Abformung von Prototypen und Kleinserien erlaubt. Dies wird durch Verwendung eines niedrigviskosen Bindersystems auf Paraffinbasis erreicht, weshalb die Abformung bei sehr geringen Einspritzdrücken und damit in einfachen und kostengünstigen Werkzeugen durchgeführt werden kann. Eine weitere Variante, die ebenfalls auf der Verwendung von niedrigviskosen Bindern beruht, ist das Kompositreaktionsgießen. Hierbei werden die Pulver in polymerbasierte Reaktionsharze eingearbeitet, die durch UV- und Wärmestrahlung ausgehärtet werden.

Sowohl das Niederdruck-Spritzgießen als auch das Kompositreaktionsgießen können als Validierungswerkzeug in der Produktentwicklungsphase eingesetzt werden. Sie kommen damit einem Trend zur Produktindividualisierung entgegen, der schnellere Produktzyklen bei reduzierten Stückzahlen fordert.

Mikrobauteile weisen häufig eine erhöhte Komplexität auf. Die Ursache hierfür liegt in dem hohen Aufwand, der mit dem Handling und der Assemblierung von mikrostrukturierten Teilen verbunden ist. Es liegt deshalb nahe, das Bauteil möglichst bereits mit allen

Strukturdetails abzuformen und dadurch weitere Assemblierungsschritte zu vermeiden. Zudem ist auch die Nachbearbeitung von Mikrobauteilen sehr mühsam, so dass eine nachträgliche Strukturierung nicht sinnvoll ist. Insbesondere Strukturdetails, die ein hohes Aspektverhältnis, d.h. ein hohes Höhen- zu Querschnittsverhältnis, aufweisen, stellen aber besondere Anforderungen an die Abformung mittels Spritzgießen. Die Schwierigkeiten liegen dabei häufig weniger bei der Befüllung der Kavitäten als beim Entformen des Bauteils. Die relativ große Oberfläche der Mikrobauteile führt dazu, dass die Grünlinge im Werkzeug haften und sich nur schwer aus der Kavität lösen lassen. Feine Strukturen reißen daher leicht ab, was dazu führt, dass die Kavität verstopft bleibt und auch nachfolgende Abformungen unvollständig ausgeführt werden. Dies verschlechtert die Ausbeute und unterbricht den Produktionsablauf durch die erforderliche Reinigungsphase.

In der Praxis wird daher häufig verstärkt darauf geachtet, Formmassen mit hoher Zug- und Torsionsfestigkeit einzusetzen. Diese enthalten hochpolymere Komponenten, die aber zu einer reduzierten Fließfähigkeit des Feedstocks führen. Eine ausreichende Feedstock- und Bauteilhomogenität lässt sich damit häufig nur mit hohem Aufwand erzielen. Bei sehr feinen Strukturen muss zudem die Fließfähigkeit durch eine Erhöhung der Prozesstemperaturen verbessert werden um die Formfüllung zu begünstigen. Dies führt zur Binderdegradation und zu einer variothermen Prozessführung mit wirtschaftlich ungünstigen Prozesszeiten. Eine Reduzierung der Feedstockviskosität führt dagegen zu gut homogenisierbaren Formmassen, die ein verbessertes Formfüllungsverhalten aufweisen und auch Vorteile beim Entbinderungsverhalten besitzen können.

Beim Hochdruck-Spritzgießen kann eine verbesserte Fließfähigkeit durch die Zugabe von Wachs-komponenten zum Thermoplastbinder erreicht werden. Aber auch die Auswahl des Thermoplasten spielt eine wichtige Rolle bei der Optimierung der Formmassen. Bei geeigneter Abstimmung der Anteile lassen sich zugleich gutes Formfüllungsvermögen und ausreichende Grünfestigkeit des Binders sicherstellen. Beim Niederdruck-Spritzgießen werden ausschließlich niedrigviskose Binderkomponenten auf Paraffinbasis eingesetzt. Die geringe Festigkeit dieser Binder führt bei der Verwendung von konventionellen Metallformen zu Entformungsproblemen. Eine Alternative stellen flexible Formen aus Silikonkautschuk dar, aus denen sich auch komplexe Mikrostrukturen gut entformen lassen. Beim Kompositreaktionsgießen findet die Dispergierung in polymeren Gießharzen mit ebenfalls niedriger Viskosität statt. Durch photochemische oder thermische Aushärtung der Harze wird die Grünfestigkeit aber vor der Entformung erhöht und so die Entformung vereinfacht.

Nachfolgend werden Fallbeispiele für die verschiedenen Spritzgießvarianten vorgestellt, in denen Maßnahmen zur Viskositätsreduzierung beschrieben sind, die zu einer Verbesserung von keramischen Mikrobauteilen geführt haben. Sie beschreiben anhand von praktischen Erfahrungen die Auswahl von viskositätsreduzierenden Binderkomponenten und stellen die Besonderheiten dar, die sich aus der Verarbeitung von niedrigviskosen Bindern ergeben.

2 Formmassen für das Hochdruck-Pulverspritzgießen

Das Hochdruck-Pulverspritzgießen stellt hohe Anforderungen an die verwendeten Feedstockmaterialien. Während das Pulver die gewünschten Bauteileigenschaften nach dem Entbindern und Sintern bestimmt, müssen die Bindermaterialien die Prozessierbarkeit der Formmasse bei deren Herstellung und der darauf folgenden Abformung und Nachbehandlung gewährleisten.

Die wesentlichsten Anforderungen an den Binder sind eine möglichst geringe Viskosität über den gesamten Verarbeitungsbereich, eine gute Dispergierbarkeit des Pulvers in der polymeren Matrix, eine hohe Festigkeit bzw. elastische Dehnbarkeit um die Stabilität des Bauteils beim Entformen aus der Spritzgießkavität und der weiteren Handhabung zu gewährleisten und eine einfache und vollständige Entbinderbarkeit während der thermischen Nachbehandlung.

Um diesen Anforderungen zu genügen, werden im Hochdruckpulverspritzgießen meist mehrkomponentige Bindersysteme verwendet, wobei die verschiedenen Komponenten unterschiedliche Zwecke erfüllen. Die Gruppe der Wachs-Thermoplastbasierten Bindersysteme ist die in der Literatur verbreitetste Variante, wobei auch hier die Eigenschaften des Binders stark von den Einzelkomponenten abhängig sind. Der Grundaufbau des Binders ist aber stets ähnlich. Die mechanische Festigkeit des Binders wird durch einen Thermoplast bestimmt. Zum Einsatz kommen hierbei meist Polyolefine wie Polyethylen oder Polypropylen mit Anteilen von ca. 20 bis 50 Gew%. Da reine Thermoplaste eine zu hohe Viskosität für hoch gefüllte Formmassen aufweisen, werden diese oft durch Paraffinwachs, die sich in Polyolefinen lösen, verdünnt. Um eine gute Dispergierwirkung zu erzielen, werden dem Binder Dispergatoren zugesetzt, die den erreichbaren Pulverfüllgrad und die Verarbeitbarkeit der Formmasse wesentlich beeinflussen. Diese Bindersysteme ermöglichen auch eine mehrstufige Entbinderung, wobei in einem ersten Schritt die Wachskomponenten durch einen Lösungsprozess entfernt werden, der typischerweise in n-Alkanen wie Hexan oder Heptan erfolgt. Der übrige Thermoplast, der dem Grünteil weiterhin eine ausreichende Festigkeit verleiht, kann nun in einem

zweiten, thermischen Entbinderungsschritt bei Temperaturen bis ca. 600°C entfernt werden. Beispiele für Wachs-Thermoplast basierte Binder sind in folgenden Literaturstellen zu finden [3,4,5].

In den folgenden Beispielen werden zwei verschiedene Thermoplast-Feedstockvarianten gegenübergestellt. Bei Thermoplast A handelt es sich um ein Polyethylen (LDPE) mit einem geringen Melt-Flow-Index (MFI) von 1,6 g/10 min. Thermoplast B ist ein gut fließendes Polypropylen für dünnwandige Bauteile mit einem MFI von 75 g/10 min. Beide Kunststoffe wurden anteilig mit einer festen Zusammensetzung aus Paraffinwachs und Stearinsäure (Dispergator) verdünnt. Die Bindersysteme wurden auf einem Kegel-Platte-Rheometer der Firma Bohlin (CVO50) in Oszillation vermessen. **Bild 1** zeigt den Betrag der komplexen Viskosität der Bindersysteme in Abhängigkeit der Thermoplastkonzentration bei einer Frequenz von 10^{-2} Hz und einer Temperatur von 160°C.

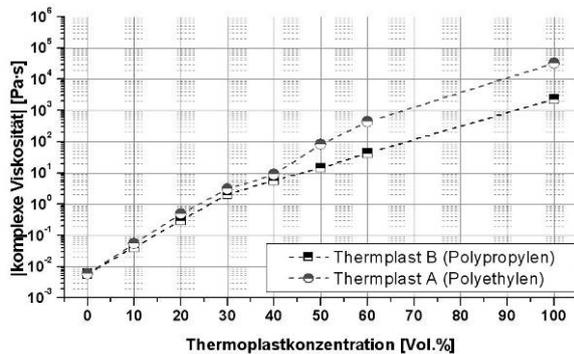


Bild 1 Komplexe Viskosität der Bindermischungen.

Man erkennt, dass bei einem Thermoplastanteil von unter 40 Vol.% sich die Viskositäten der verschiedenen Bindermischungen um ca. einen Faktor 2 unterscheiden. Bei höheren Kunststoffanteilen beginnt der Einfluss der Polymere zu dominieren und der Viskositätsunterschied der Binderlösungen steigt auf ca. einen Faktor 10 an, wobei der Binder basierend auf Polyethylen die höhere Viskosität aufweist.

Die Verfestigungstemperaturen der Bindersysteme sind in Bild 2 dargestellt. Die Temperaturen wurden mit Hilfe einer Temperaturrampe am Kegel-Platte-Rheometer in Oszillation ermittelt, wobei ein Phasenwinkel von 45° zur Auswertung herangezogen wurde. Deutlich zu erkennen ist, dass die Erstarrungstemperaturen, die für die Temperaturführung und das Nachdruckverhalten im Spritzgießprozess eine wichtige Rolle spielen, deutlich vom Typ des Polymeren und von dessen Konzentration abhängen. Das Bindersystem mit der niedrignschmelzenden Polyethylenvariante weist im Vergleich zum Polypropylen über fast den gesamten Mischungsbereich eine deutlich niedrigere Verfestigungstemperatur auf.

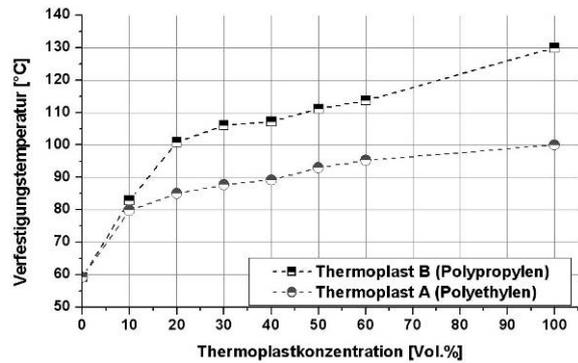


Bild 2 Verfestigungstemperaturen der Bindersysteme in Abhängigkeit der Thermoplastkonzentration.

Somit gewährleistet der Binder mit Thermoplast A eine niedrige Verfestigungstemperatur und ermöglicht damit eine längere Nachdruckzeit, besitzt allerdings eine vergleichsweise hohe Grundviskosität. Thermoplast B hingegen ermöglicht eine sehr niedrige Grundviskosität des Binders, erstarrt allerdings während des Spritzgießens in ein gekühltes Werkzeug schneller.

Neben diesen Überlegungen spielen weitere Faktoren wie beispielsweise das Schwindungsverhalten, die Festigkeit und die Elastizität des Binders eine wesentliche Rolle. Auch diese Eigenschaften werden erheblich von den Thermoplasten beeinflusst.

Für die nachfolgende Formmassenherstellung wurde eine Konzentration von 50 Vol.% für Thermoplast A und 40 Vol.% für Thermoplast B gewählt. Als Pulver wurde ein ZrO₂ der Firma Tosoh (TZ-3YS-E) mit einer mittleren Partikelgröße von 0,4 µm und einer BET-Oberfläche von ca. 6 m²/g gewählt. Der Pulverfüllgrad der Formmassen beträgt in beiden Fällen 50 Vol.%. **Bild 3** zeigt die scheinbare Viskosität der Feedstocks als Funktion der Scherrate bei einer Temperatur von 160°C. Die Messung wurde an einem Hochdruckkapillarrheometer mit einer Düse von 1 mm Durchmesser und 30 mm Länge durchgeführt.

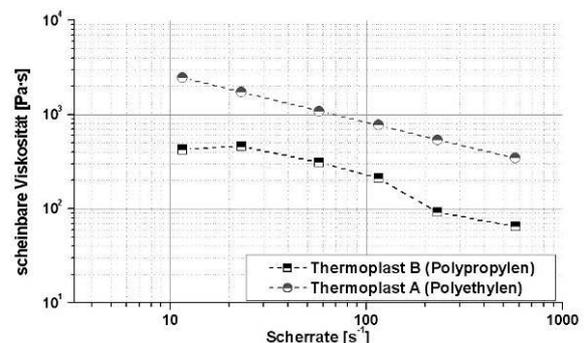


Bild 3 Feedstockviskosität für zwei verschiedene Bindervarianten.

Die Formmasse auf Basis von Polyethylen zeigt eine deutlich höhere Viskosität als mit Polypropylen. Die

niedrige Viskosität ermöglicht eine erleichterte Füllung der Kavität während des Spritzgießens. Weiterhin zeigt der Feedstock mit Thermoplast B eine deutlich reduzierte thermische Schwindung und lässt sich aufgrund seines geringeren Polymeranteils von 40 Vol.% leichter entbindern. Ein weiterer Vorteil der niedrigen Viskosität ist, dass Verunreinigungen durch Abrieb während der Prozesskette vermindert werden. Beide hier vorgestellten Formmassen eignen sich zur isothermen Abformung von mikrostrukturierten Bauteilen. **Bild 4** zeigt eine Grün- und Sinterteil einer Mikrobiegeprobe mit Angussystem auf Basis des Thermoplast B.

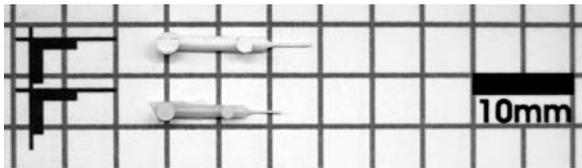


Bild 4 Grün- und Sinterteil einer ZrO_2 -Mikrobiegeprobe für Materialuntersuchungen

Die Ergebnisse zeigen, dass gerade im Bereich der Wachs-Thermoplast basierten Bindersysteme die Eigenschaften des Binders hinsichtlich Rheologie und thermischen Verhalten durch eine Variation der Einzelkomponenten über einen weiten Bereich eingestellt werden können. Dies ermöglicht eine gezielte Anpassung und Optimierung der Bindermaterialien für verschiedene Bauteilgeometrien im Mikropulverspritzgießen.

3 Abformung durch Niederdruck-Spritzgießen

Niederdruck-Spritzgießen, auch Heißgießen genannt, entspricht in seinen Grundzügen dem konventionellen Hochdruck-Spritzgießen. Der wesentliche Unterschied besteht darin, dass zur Plastifizierung der keramischen Pulver keine viskosen Thermoplaste, sondern ausschließlich niedragschmelzende Paraffine oder Wachse eingesetzt werden [6]. Die Feedstocks sind daher niedrigviskos, was zur Folge hat, dass eine Formbefüllung bereits bei erheblich niedrigeren Drücken und Temperaturen möglich ist als beim Hochdruck-Spritzgießen. Übliche Verarbeitungsbedingungen beim Niederdruck-Spritzgießen liegen bei Formmassentemperaturen von unter 100°C und Spritzdrücken von weniger als 5 MPa. Aufgrund der relativ geringen mechanischen, thermischen und abrasiven Belastungen können die Spritzgießformen aus einem weichen Werkstoff bestehen, der verhältnismäßig unkompliziert in Mikrodimensionen zu strukturieren ist. Der Aufwand bei der Herstellung des Werkzeuges ist daher erheblich geringer als beim Hochdruck-Spritzgießen. Niederdruck-Spritzgießen kann deshalb

bereits für kleine Serien, sogar für einzelne Prototypen, wirtschaftlich sein [7].

Nachteilig bei der Verwendung von Paraffinbindern ist die geringe Festigkeit der daraus gefertigten Formmassen. Da die Feedstocks häufig auch gut an Metalloberflächen haften, lassen sich insbesondere Mikrobaueteile nur sehr schlecht aus Metallformen entnehmen. Eine Lösung für dieses Problem besteht in der Verwendung von Formen aus einem flexiblen Silikonkautschuk (**Bild 5**). Die Paraffinfeedstocks kleben nicht an dem Silikon, außerdem kann eine Silikonform aufgrund ihrer Nachgiebigkeit leichter von empfindlichen Strukturen abgezogen werden als starre Formen. Selbst Hinterschnitte stellen kein prinzipielles Entformungshindernis dar, so dass auf eine komplizierte Werkzeuggestaltung verzichtet werden kann.

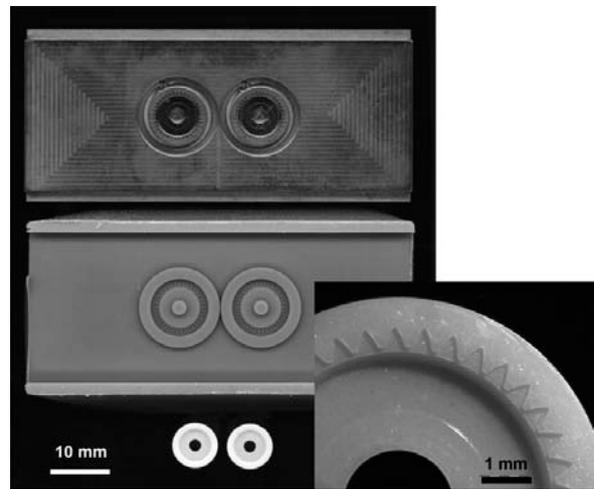


Bild 5 Ausgangsmodell (oben), Silikonkautschukformeinsetzung (mitte) und abgeformte ZrO_2 -Bauteile (Ausschnitt rechts)

Obwohl die Abformung in Silikonformen aufgrund der geringen Prozessdrücke beim Niederdruck-Spritzgießen grundsätzlich machbar ist, erfordert die Nachgiebigkeit der Silikonform einige Anpassungen bei den Spritzgießparametern, um eine ausreichende Maßhaltigkeit sicherstellen zu können. Mikrobaueteile eignen sich dabei besonders für die Abformung in Silikonformen, da ihr geringes Eigengewicht nicht zur gravitationsbedingten Deformation der Form führt. Da die Verwendung von Silikonformen derzeit eine Prozessautomatisierung nicht zulässt, eignet sich die Methode ausschließlich für die Abformung von kleinen Stückzahlen.

Die Viskositäten von Formmassen zum Niederdruck-Spritzgießen von Mikroteilen liegen üblicherweise im Bereich von 2 bis $20 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ (bei einer Scherrate von 100 s^{-1}). Hohe Pulverfüllgrade lassen sich in paraffinbasierten Formmassen dabei nur erreichen, wenn geeignete Dispergierungsmittel zugesetzt werden. In den Bildern 6 a und b sind Beispiele für zwei unterschied-

lich gut dispergierbare Keramikpulver gezeigt. In **Bild 6a** wurde ein Aluminiumoxidpulver (Martoxid MR52, Fa. Martinswerk) in kommerziellen Bindermischungen (Siliplast LP13 und LP65, Fa. Zschimmer & Schwarz) dispergiert. In **Bild 6b** sind die Fließkurven eines Zirkoniumdioxidpulvers (TZ-3YS-E, Fa. TOSOH) mit einer mittleren Partikelgröße von $0,4\ \mu\text{m}$ und einer BET-Oberfläche von ca. $6\ \text{m}^2/\text{g}$ in Paraffin gezeigt. Als Dispergierungsmittel wurden Siliplast LP65, Octadecylamin oder Polyethylenglycolstearylether verwendet. Trotz eines wesentlich höheren Feststoffgehalts von 69 Vol.% (gegenüber 50 Vol.% für Zirkoniumdioxid) weisen die Aluminiumoxidmassen geringere Viskositäten auf.

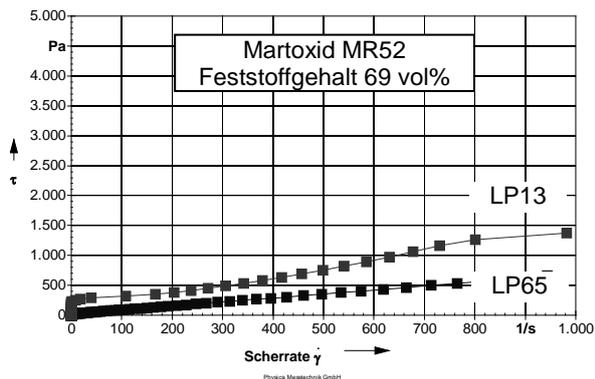


Bild 6a Fließkurven von Al_2O_3 -Paraffinformmassen mit verschiedenen Dispergierungsmitteln

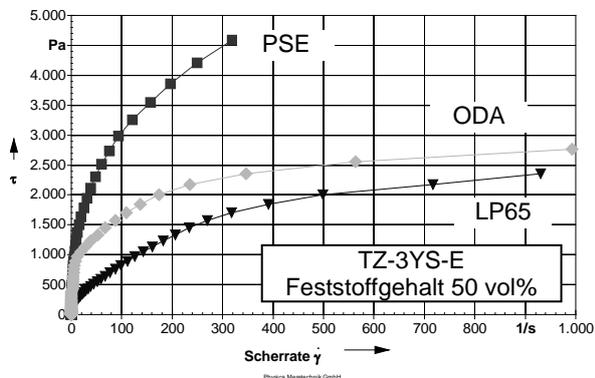


Bild 6b Fließkurven von ZrO_2 -Paraffinformmassen mit verschiedenen Dispergierungsmitteln

Bei sehr dünnflüssigen Feedstocks kann es Probleme beim Entbindern geben, da die Bauteile nach dem Schmelzen der Binderkomponente sehr weich werden und es unter Einfluss von Oberflächenspannung oder Gravitation zur Deformation oder Verrundung von feinen Strukturen kommen kann (**Bild 7**). Stabilisierende Maßnahmen, wie das Entbindern der Bauteile in einem Pulverbett lassen sich bei Mikrobauteilen nur begrenzt anwenden. Durch den Kontakt mit den losen Pulverpartikeln können sich festsitzende Ablagerungen bilden, die sich bei Makrobauteilen tolerieren lassen, bei Mikrobauteilen aber die Bauteiloberfläche signifikant verschlechtern können. Die Entbinderung im Pulverbett kann auch aufgrund der

begrenzten Wiederauffindbarkeit von Mikrobauteilen nicht praktikabel sein. Bei der Auslegung von Formmassen sollte deshalb eine ausreichend hohe Fließgrenze eingestellt werden, die die Entstehung von Deformationserscheinungen verhindert.

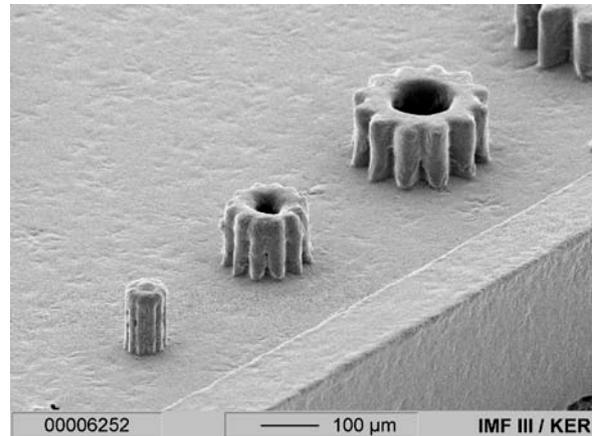


Bild 7 Oberflächenspannungsbedingte Deformation von ZrO_2 -Mikrostrukturen während des Entbinderns

Das Weichwerden der Feedstocks beim Entbindern kann allerdings auch positive Konsequenzen für die Bauteilfestigkeit haben. Bei Mikrobauteilen nimmt die volumenbedingte Fehlerwahrscheinlichkeit ab, so dass Oberflächendefekte eine größere Bedeutung als Versagensursache gewinnen. Durch die Oberflächenspannung lassen sich diese Defekte bei hinreichend dünnflüssigen Formmassen ausheilen, so dass die Festigkeit der Mikrobauteile deutlich zunimmt [8]. Allerdings führt der Nivellierungsvorgang auch zu einer starken Kantenverrundung, die im Extremfall zum Verschwinden der Konturen führen kann. Eine gezielte Einstellung des Deformationsgrades ist derzeit nur bedingt möglich, die Beherrschung des Prozesses aber Gegenstand aktueller Forschungsarbeiten.

4 Kompositreaktionsgießen

Polymerbasierte Reaktionsharze bestehen aus einem Polymer, z.B. PMMA oder ungesättigtem Polyester (UP), gelöst in seinem Monomer wie Methylmethacrylat oder Styrol. Die Viskosität des Reaktionsharzes lässt sich durch Variation des Monomergehalts nahezu beliebig einstellen. In Analogie zu Feedstocksystemen, welche beim Niederdruck- bzw. beim Hochdruck-Spritzgießen verwendet werden, wird das Pulver zum Reaktionsharz, sowie verschiedene Additive wie Trennmittel, Dispergatoren u. a., mechanisch bei Raumtemperatur eingerührt. Die resultierende Formmasse lässt sich in einem Reaktionsgießverfahren, welches ursprünglich zur schnellen Herstellung von mikrostrukturierten Kunststoffbauteilen aus Reaktionsharzen entwickelt wurde,

abformen [9]. Das Abformverfahren nutzt eine leistungsstarke Quecksilberdampfampe, welche neben der UV- und sichtbaren Strahlung Wärmestrahlung emittiert und zur thermischen Härtung unter Verwendung geeigneter organischer Peroxide als thermischer Initiatoren genutzt werden kann.

Polymere Gießharze weisen, je nach Verdünnungsgrad bereits bei Raumtemperatur eine sehr niedrige Viskosität auf. Dies ermöglicht eine einfache Komposit- bzw. Feedstockherstellung mit einfachen Labordissolvern. Exemplarisch wurde das nanoskalige Aluminiumoxid TM DAR von Taimei (spezifische Oberfläche: $12.8 \text{ m}^2/\text{g}$, mittlere Partikelgröße 170 nm) als Feststoffkomponente gewählt. Die Viskosität der Mischungen lassen sich durch eine Monomerzugabe deutlich absenken (UPM2: ungesättigtes Polyesterharz mit 52 Gew.% Polymer und 48 Gew.% Styrol, UPM3: 39 Gew.% Polymer und 61 Gew.% Styrol). Allerdings sinkt die Benetzungsfähigkeit des Binders mit steigendem Monomeranteil, so dass die Verwendung von Dispergatoren bzw. Benetzungsmitteln zwingend notwendig wird. Mit zunehmendem Feststoffgehalt nimmt die Viskosität bei konstanter Temperatur und Scherrate stark zu (**Bild 8**).

Der Abformprozess besteht aus vier Schritten:

1. Verschließen und Evakuieren des Werkzeuges
2. Einpressen der Formmasse
3. Thermisches Aushärten
4. Entformung des Grünlings

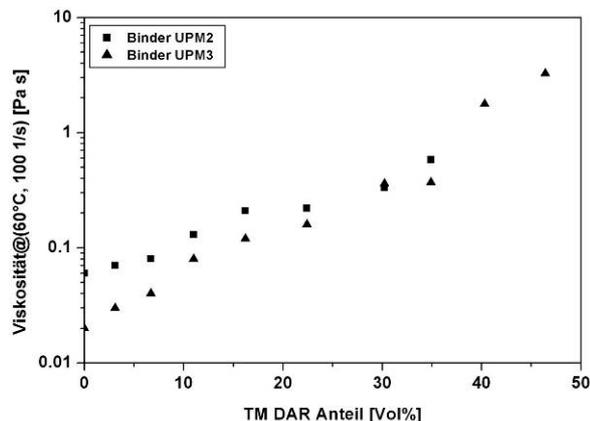


Bild 8 Feedstockviskosität als Funktion der Binderzusammensetzung und TM DAR-Gehalt

Die Formmasse muss vor dem Befüllen entgast werden, um Lunker im fertigen Bauteil zu vermeiden. Eine vollständige Formfüllung kann nur erreicht werden, wenn das Abformwerkzeug evakuiert wird. Prototypische Bauteile mit fluidischen Mikrostruktur lassen sich unter Verwendung geeigneter Formeinsätze in guter Qualität herstellen. Die Kanalstrukturen weisen Breiten im Bereich von $180\text{-}210 \mu\text{m}$ auf (**Bild 9**).

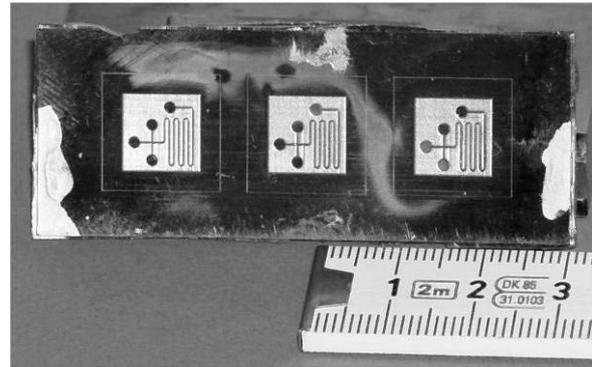


Bild 9 Grünkörper mit mikrofluidischer Struktur, Oberfläche für REM-Aufnahme vergoldet

Die erhöhte Sinteraktivität des nanoskaligen Aluminiumoxids erlaubt eine reduzierte Sinter-temperatur von 1400°C . Folgendes, kombiniertes Entbindungs-Sinter-Temperaturprogramm ermöglicht die Herstellung dichter Al_2O_3 -Bauteile (99.2 % th. D.):

1. Aufheizen von 25°C auf 430°C mit $2^\circ\text{C}/\text{min}$
2. Halten bei 430°C für 30 min
3. Aufheizen von 430°C auf 1400°C mit $10^\circ\text{C}/\text{min}$
4. Halten bei 1400°C für 6 Stunden
5. Abkühlen auf Umgebungstemperatur mit $5^\circ\text{C}/\text{min}$

Bild 10 zeigt exemplarisch zwei Beispiele dichter Aluminiumoxidbauteile mit unterschiedlichen Mikrostrukturen an der Oberfläche. Der Oberflächenrauwert R_a beträgt $2.8 \mu\text{m}$. Die Toleranz der Mikrostrukturen an der Bauteiloberfläche beträgt $\pm 1\%$. Das Kompositreaktionsgießverfahren kann ebenfalls zur Prototypenherstellung von Bauteilen aus ZrO_2 bzw. Fe und 17-4PH eingesetzt werden [10,11].

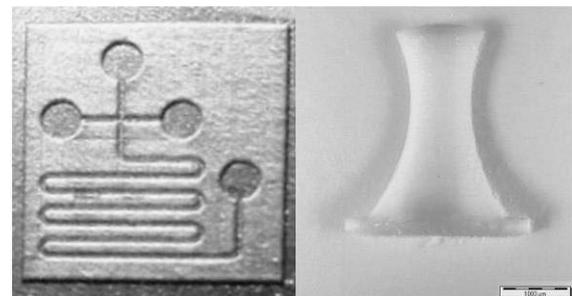


Bild 10 Gesinterte mikrostrukturierte Aluminiumoxidbauteile, links: mikrofluidische Struktur, rechts: 3D-Freiformfläche

Danksagung

Die Autoren danken der Deutschen Forschungsgemeinschaft für die Unterstützung der Arbeiten im Rahmen des Sonderforschungsbereichs 499.

5 Literatur

- [1] Rota, A.; Duong, T.V.; Hartwig, T.: Micro powder metallurgy for the replicative production of metallic microstructures; *Microsystem Technologies*, 8 (2002) pp. 323-325
- [2] Bauer, W.; Piotter, P.: Pulverspritzgießen von keramischen Mikrobauteilen. *Keramische Zeitschrift*, 56 (2004) [5] pp. 292-297
- [3] Baltes, H.; Brand, O.; Fedder, G.K.; Hierold, C.; Korvink, J.G.; Tabata, O. (Eds.): *Micro-engineering of Metals and Ceramics*; ISBN 3-527-31208-0, Wiley-VCH-Verlag, Weinheim, 2005
- [4] German, R.M.; Bose, A.: *Injection Molding of Metals and Ceramics*, Metal Powder Industries Federation 1997, Princeton, NJ.
- [5] Suri, P., et al., *Effect of mixing on the rheology and particle characteristics of tungsten-based powder injection molding feedstock*. *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 2003. 356 (1-2) pp. 337-344
- [6] Lenk, R.: Heißgießen von Keramik. In: H. Reh (Hrsg.): *Das Keramiker Jahrbuch 2002*. Göller Verlag, Baden-Baden, 2002, pp. 13-26
- [7] Bauer, W.; Knitter, R.: Development of a Rapid Prototyping Process Chain for the Production of Ceramic Microcomponents. *J. Mat. Sci.*, 37(2002) pp. 3127-3140
- [8] Kasanicka, B.; Müller, M.; Auhorn, M.; Schulze, V.; Bauer, W.; Beck, T.; Ritzhaupt-Kleissl, H. J.; Löhe, D.: Correlations between production process, states and mechanical properties of microspecimens made of zirconia. *Microsystem Technologies*, 12 (2006) pp. 1133–1141
- [9] Hanemann, T.; Bauer, W.; Knitter, R.; Woias, P.: Rapid prototyping and rapid tooling techniques for the manufacturing of silicon, polymer, metal and ceramic microdevices. *MEMS/NEMS Handbook: Techniques and Applications*, Ed. C. T. Leondes, Springer Publisher, Berlin, 2006, Vol. 3, pp. 187-255
- [10] Hanemann, T.; Honnef, K.; Haußelt, J.: Process chain development for the rapid prototyping of microstructured polymer, ceramic and metal parts: Composite flow behaviour optimization, replication via reaction molding and thermal postprocessing, *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2007, im Druck.
- [11] Hanemann, T.; Heldele, R.; Honnef, K.; Rath, S.; Schumacher, B.; Haußelt, J.: Eigenschaften und Anwendungen von Polymer-Nanopartikel-Kompositen: Vom Funktionspolymer bis zur gesinterten Keramik. *Fortschrittsberichte der DKG - Verfahrenstechnik* (Hrsg. A. Roosen), 2006, Vol. 20(1), pp. 220-229