



Lehrstuhl für Raumfahrttechnik
Prof. Prof. h.c. Dr. Dr. h.c.
Ulrich Walter



Bachelorarbeit
Entwicklung eines Fertigungsverfahrens für
Dünnschicht-Hochfrequenzschaltungen in der Raumfahrt

RT-BA 2022-03

Autor:
Jona Hoppe

Betreuer: M.Sc. Nicolas Appel
Lehrstuhl für Raumfahrttechnik
Technische Universität München



Entwicklung eines Fertigungsverfahrens für
Dünnschicht-Hochfrequenzschaltungen in der Raumfahrt
Jona Hoppe

Erklärung

Ich erkläre, dass ich alle Einrichtungen, Anlagen, Geräte und Programme, die mir im Rahmen meiner Semester- oder Masterarbeit von der TU München bzw. vom Lehrstuhl für Raumfahrttechnik zur Verfügung gestellt werden, entsprechend dem vorgesehenen Zweck, den gültigen Richtlinien, Benutzerordnungen oder Gebrauchsanleitungen und soweit nötig erst nach erfolgter Einweisung und mit aller Sorgfalt benutze. Insbesondere werde ich Programme ohne besondere Anweisung durch den Betreuer weder kopieren noch für andere als für meine Tätigkeit am Lehrstuhl vorgesehene Zwecke verwenden.

Mir als vertraulich genannte Informationen, Unterlagen und Erkenntnisse werde ich weder während noch nach meiner Tätigkeit am Lehrstuhl an Dritte weitergeben.

Ich erkläre mich außerdem damit einverstanden, dass meine Master- oder Semesterarbeit vom Lehrstuhl auf Anfrage fachlich interessierten Personen, auch über eine Bibliothek, zugänglich gemacht wird, und dass darin enthaltene Ergebnisse sowie dabei entstandene Entwicklungen und Programme vom Lehrstuhl für Raumfahrttechnik uneingeschränkt genutzt werden dürfen. (Rechte an evtl. entstehenden Programmen und Erfindungen müssen im Vorfeld geklärt werden.)

Ich erkläre außerdem, dass ich diese Arbeit ohne fremde Hilfe angefertigt und nur die in dem Literaturverzeichnis angeführten Quellen und Hilfsmittel benutzt habe.

Garching, den _____

Unterschrift

Name: Jona Hoppe

Matrikelnummer: 03711500



Entwicklung eines Fertigungsverfahrens für
Dünnschicht-Hochfrequenzschaltungen in der Raumfahrt
Jona Hoppe

Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich bei all denjenigen bedanken, die mich während der Anfertigung dieser Bachelorarbeit unterstützt haben.

Zuerst gebührt mein Dank meinem Betreuer Nicolas Appel für seine hilfreichen und konstruktiven Anregungen sowie für die freie Hand, die er mir bei der Beschaffung des benötigten Materials ließ. In diesem Sinne gilt mein Dank auch dem Lehrstuhl für Raumfahrttechnik der Technischen Universität München von Professor Ulrich Walter im Allgemeinen, der die Arbeit in diesem Rahmen überhaupt erst ermöglichte.

Ich bedanke mich bei Tobias Abstreiter, für seine praktische Unterstützung und die anregenden Diskussionen, die wir im Rahmen dieser Arbeit geführt haben.

Ein großes Dankeschön geht an den Lehrstuhl für Medizintechnische Materialien und Implantate der Technischen Universität München von Professorin Petra Mela, ohne welchen die Auswertungen der durchgeführten Experimente so nicht möglich gewesen wären. Mein besonderer Dank gilt Markus Ahrens für die umfassende Unterstützung und das großen Vertrauen, das er mir von Beginn an entgegengebracht hat. Vielen Dank auch an Uli Ebner für die Fertigung der Plasmahalterung.

Darüber hinaus möchte ich mich bei Sabrina Fürst von der MARAWÉ GmbH & Co. KG für den regen Austausch bezüglich des Beschichtungsprozesses und bei Leon Stegmann für die enge und zuverlässige Kooperation bei der Fertigung des Wellenleiter-Prototypen bedanken.

Außerdem gilt mein Dank Christoph Birkholz für das Lektorieren der vorliegenden Arbeit.

Zu guter Letzt möchte ich die Gelegenheit nutzen und meiner Familie meinen großen Dank aussprechen. Dieser bezieht sich nicht nur auf die Überarbeitung der vorliegenden Arbeit, sondern vielmehr auf die Unterstützung, die ich in den letzten Jahren erfahren durfte.



Entwicklung eines Fertigungsverfahrens für
Dünnschicht-Hochfrequenzschaltungen in der Raumfahrt
Jona Hoppe

Zusammenfassung

Für die Entwicklung multifunktionaler Großraumstrukturen in der Raumfahrt wurden in dieser Arbeit erste Schichtverbunde gefertigt und untersucht. Diese können sowohl für den Antrieb eines Raumfahrzeugs durch Sonnensegel genutzt werden als auch für dessen Kommunikationssystem mit Anwendungen im X-Band. Nach einer nasschemischen Oberflächenmodifizierung wurde das Polyimid mit Kupfer lackiert. Anschließend erfolgte eine galvanische Verstärkung der Schicht. Im Rahmen dieser Arbeit wurden unterschiedliche mechanische und elektrische Eigenschaften untersucht, die erste Vorhersagen über das Verhalten derartiger Strukturen erlaubten. Dabei erwies sich eine Oberflächenmodifizierung durch eine Behandlung in einmolarer Lösung aus Natriumhydroxid als effektive Möglichkeit, um die freie Oberflächenenergie des Grundsubstrats zu erhöhen und damit die Adhäsion zwischen den Schichtpartnern zu steigern. So ließen sich sowohl Haftfestigkeit als auch Biegefestigkeit verbessern. Neben den thermischen Umgebungsbedingungen erwiesen sich auch mechanische Einflüsse als entscheidend für die Effizienz der Strukturen. Durch die Nutzung von Schattenmasken wurden erste Tests für die Strukturierung der Oberfläche zur Fertigung planarer Wellenleiter durchgeführt. Die untere Fertigungsgrenze des entwickelten Verfahrens lag bei etwa $150\ \mu\text{m}$. Nachteilig waren insbesondere die geringe Reproduzierbarkeit infolge der turbulenten Lackierung und die Bildung mikroskopischer Löcher bei Schichtdicken im unteren einstelligen Mikrometerbereich. Vorteile ergaben sich insbesondere durch die vergleichsweise unkomplizierte Durchführung ohne besonderen technischen Aufwand. Abschließend wurde ein Wellenleiter in Form eines Hohlleiters gefertigt, welcher sich in die Stützstrukturen des Antriebssystems integrieren ließe. Dadurch könnte gleichzeitig die Masse des Raumfahrzeugs reduziert werden könnte.



Entwicklung eines Fertigungsverfahrens für
Dünnschicht-Hochfrequenzschaltungen in der Raumfahrt
Jona Hoppe

Abstract

For the development of multi-functional large space structures, layer composites were constructed and investigated. These can be used as solar sails for the propulsion system as well as for the communication system with applications in the X-band. After a wet-chemical surface modification, the polyimide was painted with copper. Afterwards the layer was electrochemically reinforced. Within the scope of this work, different mechanical and electrical properties were investigated, which allowed initial predictions of the behaviour of these structures. Surface modification by treatment in a single-molar solution of sodium hydroxide proved to be an effective way to increase the surface free energy of the basic substrate. Thus, the adhesion between the materials was increased. In this way, both adhesive strength and flexural strength were improved. In addition to the thermal environmental conditions, mechanical influences also manifested to be decisive for the efficiency of the structures. By using shadow masks, initial tests were carried out to structure the surface in the form of planar waveguides. The lower production limit of the developed process was about $150\ \mu\text{m}$. Disadvantages were the low reproducibility due to the turbulent painting and the formation of microscopic holes at film thicknesses in the lower single-digit micrometer range. Advantages, on the other hand, resulted from the comparatively uncomplicated implementation without special technical effort. Finally, a waveguide was manufactured which could be integrated into the support structures of the solar sail. This could simultaneously reduce the mass of the spacecraft.



Entwicklung eines Fertigungsverfahrens für
Dünnschicht-Hochfrequenzschaltungen in der Raumfahrt
Jona Hoppe

Inhaltsverzeichnis

1	EINLEITUNG	1
1.1	Stand der Technik	1
1.1.1	Sonnensegel als Antriebsmöglichkeit für Raumfahrzeuge	1
1.1.2	Hochfrequenzschaltungen in der Raumfahrt	3
1.1.3	Herstellungsverfahren dünner Schichten	8
1.1.4	Raumfahrtmissionen	20
1.2	Verwandte Arbeiten	23
1.2.1	Oberflächenmodifizierung von Polyimid (PI) mittels nasschemischer Behandlung	23
1.2.2	Oberflächenmodifizierung von Polyimid (PI) mittels Plasmabehandlung	25
1.3	Überblick	27
2	EXPERIMENTELLE UNTERSUCHUNGEN	29
2.1	Entwicklung eines Fertigungsverfahrens für dünne Schichten	29
2.1.1	Voruntersuchungen	29
2.1.2	Oberflächenmodifizierung	33
2.2	Bestimmung der Schichtdicke	47
2.3	Bestimmung der mechanischen Eigenschaften	49
2.3.1	Bestimmung der Haftfestigkeit	50
2.3.2	Bestimmung der Biegefestigkeit	53
2.4	Bestimmung der Oberflächenrauheit	59
2.5	Bestimmung der Konduktivität	63
2.6	Untersuchung des thermischen Verhaltens	68
2.7	Fertigung von Dünnschicht-Hochfrequenzschaltungen	74
2.7.1	Strukturierung durch Schattenmasken	75
2.7.2	Fertigung eines Wellenleiter-Prototypen	78
3	FAZIT	87
4	AUSBLICK	89
	LITERATURVERZEICHNIS	91
A	TABELLENANHANG	97



Entwicklung eines Fertigungsverfahrens für
Dünnschicht-Hochfrequenzschaltungen in der Raumfahrt
Jona Hoppe

Abbildungsverzeichnis

Abb. 1–1:	Schematische Darstellung unterschiedlicher Varianten von Sonnensegeln für den Antrieb eines Raumfahrzeugs	2
Abb. 1–2:	Fresnel-Linsenantenne (FZPL-Antenne)	4
Abb. 1–3:	Vergleich der erreichbaren Schichtdicke unterschiedlicher Herstellungsverfahren für Mehrschichtverbunde	10
Abb. 1–4:	Schematische Darstellung einer Bedampfungsanlage	11
Abb. 1–5:	Schematische Darstellung des Ionenplattierens unter Verwendung einer Axial-Elektronenkanone	11
Abb. 1–6:	Schematische Darstellung der Kathodenzerstäubung	12
Abb. 1–7:	Schematische Darstellung der chemischen Gasphasenabscheidung (CVD)	13
Abb. 1–8:	Schematische Darstellung der Badgalvanik	14
Abb. 1–9:	Pulsabscheidungsverfahren	16
Abb. 1–10:	Schematische Darstellung der Steuerung der Sonnensegel der Mission LightSail 2	22
Abb. 1–11:	Allgemeine chemische Struktur des Imids	24
Abb. 1–12:	Allgemeine chemische Struktur des PMDA-ODA	24
Abb. 2–1:	Anlauferscheinungen nach Galvanisierung, Spülung und Trocknung von PET34 durch Oxidationsprozesse auf der Oberfläche	33
Abb. 2–2:	Messung des Kontaktwinkels Θ mit destilliertem Wasser (H_2O) am liegenden Tropfen nach Behandlung des Kaptons in einmolarer Lösung aus Natriumhydroxid ($NaOH$) für 60 min und einer Ruhephase von 15 d	35
Abb. 2–3:	Schematische Darstellung der Probenhalterung für die Plasmabehandlung	39
Abb. 2–4:	Messung der Oberflächenspannung γ_l des flüssigen Kupferleitlacks am hängenden Tropfen	42
Abb. 2–5:	Kurvenschar und Gerade aller Maxima der Wetting Envelopes mit der Oberflächenspannung γ_l des flüssigen Kupferleitlacks	44
Abb. 2–6:	Wetting Envelope einer unbehandelten Probe mit Darstellung der Oberflächenspannungen γ_l des flüssigen Kupferleitlacks und des Kupferleitlacks unter Druck	45
Abb. 2–7:	Wetting Envelope einer Probe nach Plasmabehandlung mit Darstellung der Oberflächenspannungen γ_l des flüssigen Kupferleitlacks und des Kupferleitlacks unter Druck	45
Abb. 2–8:	Wetting Envelope einer Probe nach Behandlung in einmolarer Lösung aus Natriumhydroxid ($NaOH$) mit Darstellung der Oberflächenspannungen γ_l des flüssigen Kupferleitlacks und des Kupferleitlacks unter Druck	46
Abb. 2–9:	Ergebnisse des Klebetests zur qualitativen Bestimmung der Haftfestigkeit der lackierten und galvanisierten Proben (a) PI53, (b) PI42 und (c) PI44	52

Abb. 2–10:	Schematische Darstellung des Versuchs zur qualitativen Bestimmung der Biegefestigkeit	54
Abb. 2–11:	Ablösungserscheinungen an Falten der lackierten und galvanisierten Probe PI5 nach 100 Biegevorgängen	55
Abb. 2–12:	Vergleich der Oberfläche der zweiten Messstelle der lackierten und galvanisierten Probe PI44 nach (a) 0 Biegevorgängen und (b) 50 Biegevorgängen mit Markierungen von Oberflächenveränderungen	56
Abb. 2–13:	Vergleich der Histogramme der ersten Messstelle der lackierten und galvanisierten Probe PI36 nach 100 Biegevorgängen im Vergleich zu der unbelasteten Probe	58
Abb. 2–14:	Vergleich der Histogramme der zweiten Messstelle der lackierten und galvanisierten Probe PI44 nach 100 Biegevorgängen im Vergleich zu der unbelasteten Probe	58
Abb. 2–15:	Schematische Darstellung des Modells des stochastischen Schichtwachstums	59
Abb. 2–16:	Primärprofil, Welligkeitsprofil und Rauheitsprofil des ersten Datensatzes der lackierten Probe PI48 nach Entfernung der Endeffekte	61
Abb. 2–17:	Schematische Darstellung der Van-der-Pauw-Methode zur Bestimmung der Konduktivität σ dünner Schichten	64
Abb. 2–18:	Darstellung der Konduktivität σ der untersuchten Proben in absoluten Werten samt Ausgleichskurven unter der Annahme eines modifizierten logistischen Wachstums	67
Abb. 2–19:	Darstellung der Konduktivität σ der untersuchten Proben relativ zu dem Vollmaterial samt Ausgleichskurven unter der Annahme eines modifizierten logistischen Wachstums	67
Abb. 2–20:	Eindringtiefe δ elektromagnetischer Wellen in Abhängigkeit der Konduktivität σ bei einer Frequenz f von 8,45 GHz	68
Abb. 2–21:	Schematische Darstellung der Versuchsaufbauten zur Bestimmung der Konduktivität σ vor und nach zyklischer Temperaturbelastung	69
Abb. 2–22:	Schematische Darstellung eines Zyklus der Temperaturbelastung	71
Abb. 2–23:	Vergleich der ersten Messstelle der lackierten und galvanisierten Probe PI9 (a) vor und (b) nach zyklischer Temperaturbelastung	71
Abb. 2–24:	Vergleich der Histogramme der ersten Messstelle der lackierten und galvanisierten Probe PI46 vor und nach zyklischer Temperaturbelastung	72
Abb. 2–25:	Ergebnis der Lackierung bei Befestigung der Schattenmaske mit Federklemmen	76
Abb. 2–26:	Schematische Darstellung der Magnetanordnung zur Befestigung der Schattenmaske	76
Abb. 2–27:	Ergebnis der Lackierung der Hauptstruktur des planaren Wellenleiters bei Befestigung der Schattenmaske mit Magneten	77
Abb. 2–28:	Ergebnis der Lackierung der Anbindung des planaren Wellenleiters bei Befestigung der Schattenmaske mit Magneten	77
Abb. 2–29:	Elektrochemisch abgeschiedene Kupferschicht auf dem leitfähigen PLA3 nach Galvanisierung für 400 min	79

Abb. 2–30:	Primärprofil der Oberflächen von PLA2, PLA5 und PLA9 nach Behandlung in einmolarer Lösung aus Natriumhydroxid (NaOH)	81
Abb. 2–31:	Ergebnisse der Gitterschnittprüfung zur qualitativen Bestimmung der Haftfestigkeit der lackierten Proben (a) PLA1, (b) PLA13 und (c) PLA9	82
Abb. 2–32:	Extraktion des Gitterschnittprofils von PLA9 über eine Flächenmessung nach Helligkeitsabstufung bei automatischer Entfernung kleiner Partikel und manueller Begradigung	83
Abb. 2–33:	Ergebnisse des Klebetests zur qualitativen Bestimmung der Haftfestigkeit der lackierten Proben (a) PLA1, (b) PLA13 und (c) PLA9	83
Abb. 2–34:	Ergebnis der Gitterschnittprüfung zur qualitativen Bestimmung der Haftfestigkeit der lackierten und galvanisierten Probe PLA7	85
Abb. 2–35:	Prototyp des Wellenleiters mit der Hauptstruktur in Form eines Hohlleiters und den kreisrunden Endstücken	86



Entwicklung eines Fertigungsverfahrens für
Dünnschicht-Hochfrequenzschaltungen in der Raumfahrt
Jona Hoppe

Tabellenverzeichnis

Tab. 1–1:	Vergleich zentraler Eigenschaften von Folien aus biaxial orientiertem Polyethylenterephthalat (BO-PET) und Polyimid (PI)	3
Tab. 1–2:	Vergleich von Parabolreflektor und Fresnel-Linsenantennen (FZPL-Antennen) unterschiedlichen Durchmessers bei einem Verhältnis von Brennweite zu Durchmesser $\frac{b}{D} = 1$ und einer Frequenz $f = 8,41$ GHz	6
Tab. 1–3:	Eindringtiefe elektromagnetischer Wellen in Aluminium δ_{Al} und Kupfer δ_{Cu} in ausgewählten Frequenzbändern unter Angabe der zugehörigen Frequenz f und Wellenlänge λ	9
Tab. 1–4:	Galvanisierungsverfahren zur Abscheidung von Aluminium (Al)	17
Tab. 1–5:	Änderung der quadratischen Rauheit R_q und der Oberflächenzusammensetzung des Polyimids (PI) nach einer Plasmabehandlung mit Argon (Ar) und Ammoniak (NH ₃)	26
Tab. 1–6:	Kontaktwinkel Θ , freie Oberflächenenergie γ_s , Mittenrauwert R_a , das Oberflächenverhältnis von Sauerstoff zu Kohlenstoff O/C und die 180°-Schälfestigkeit $c_{schäl}^{180^\circ}$ des Kapton H nach Plasmabehandlung unter Verwendung von Argon (Ar), Stickstoff (N ₂), Stickstoffmonoxid (NO), Stickstoffdioxid (NO ₂), Sauerstoff (O ₂), Kohlenstoffmonoxid (CO) und Kohlenstoffdioxid (CO ₂)	27
Tab. 2–1:	Dauer t und Temperatur T der nasschemischen Behandlung des Kaptons	34
Tab. 2–2:	Kontaktwinkel Θ_{H_2O} und $\Theta_{CH_2I_2}$ sowie freie Oberflächenenergie der Proben γ_s mit dispersem und polarem Anteil γ_s^d und γ_s^p nach nasschemischer Behandlung und einer Ruhephase von 24 h	37
Tab. 2–3:	Kontaktwinkel Θ_{H_2O} und $\Theta_{CH_2I_2}$ sowie freie Oberflächenenergie der Proben γ_s mit dispersem und polarem Anteil γ_s^d und γ_s^p nach nasschemischer Behandlung und einer Ruhephase von 15 d	37
Tab. 2–4:	Kontaktwinkel Θ_{H_2O} und $\Theta_{CH_2I_2}$ sowie freie Oberflächenenergie der Proben γ_s mit dispersem und polarem Anteil γ_s^d und γ_s^p nach Plasmabehandlung bei variierendem Abstand s und Anzahl der Durchgänge n	40
Tab. 2–5:	Prozentualer Anteil und Oberflächenspannung γ_l der Lösungsmittel Aceton (C ₃ H ₆ O), n-Butylacetat (C ₆ H ₁₂ O ₂), Xylol (C ₈ H ₁₀) und n-Butanol (C ₄ H ₁₀ O) des Kupferleitlacks unter Druck	43
Tab. 2–6:	Bestimmung des arithmetischen Mittelwerts $\overline{x_{Gauß}}$ und der empirischen Standardabweichung des Mittelwerts $s(\overline{x_{Gauß}})$ der Typ-A Messunsicherheit nach fünf Wägungen der lackierten Proben PI35, PI40 und PI42	48
Tab. 2–7:	Arithmetisches Mittel der Bildüberdeckung der drei Messstellen der lackierten und galvanisierten Proben PI5, PI36, PI42 und PI44 nach 10, 25, 50 und 100 Biegevorgängen im Vergleich zu den unbelasteten Proben	56



Tab. 2–8:	Rauheitskennwerte R_z , R_a und R_q der Einzelmessstrecken beider Profile der lackierten Probe PI48	63
Tab. 2–9:	Rauheitskennwerte R_z , R_a und R_q der Einzelmessstrecken beider Profile der lackierten und galvanisierten Probe PI51	63
Tab. 2–10:	Spannung U , Stromstärke I , spezifischer Widerstand ρ und Konduktivität σ der lackierten und galvanisierten Proben PI53, PI35 und PI45 vor und nach zyklischer Temperaturbelastung	73
Tab. 2–11:	Kontaktwinkel $\Theta_{\text{H}_2\text{O}}$ und $\Theta_{\text{CH}_2\text{I}_2}$ sowie Oberflächenenergie γ_1 mit dispersem und polarem Anteil γ_1^d und γ_1^p von PLA2, PLA5 und PLA9 vor und nach der Behandlung in Natriumhydroxid (NaOH) nach einer Ruhephase von 6 h	80
Tab. A–1:	Temperatur T , Abstand zwischen Kathode und Anode s , Dauer des stromlosen Eintauchens t_{stromlos} und der Galvanisierung t_{Galv} , Spannung U , Stromstärke I , Schichtdicke der Lackschicht d_{Lack} und des galvanisch abgeschiedenen Kupfers (Cu) d_{Galv} sowie Anmerkungen der Beschichtung von ES301035	98
Tab. A–2:	Temperatur T , Abstand zwischen Kathode und Anode s , Dauer des stromlosen Eintauchens t_{stromlos} und der Galvanisierung t_{Galv} , Spannung U , Stromstärke I , Schichtdicke der Lackschicht d_{Lack} und des galvanisch abgeschiedenen Kupfers (Cu) d_{Galv} sowie Anmerkungen der Beschichtung von Kapton 20EN	100
Tab. A–3:	Temperatur T , Abstand zwischen Kathode und Anode s , Dauer des stromlosen Eintauchens t_{stromlos} und der Galvanisierung t_{Galv} , Spannung U , Stromstärke I , Schichtdicke der Lackschicht d_{Lack} und des galvanisch abgeschiedenen Kupfers (Cu) d_{Galv} sowie Anmerkungen der Beschichtung von Polyactid (PLA)	102
Tab. A–4:	Spannung U und Stromstärke I der Van-der-Pauw-Messung zur Bestimmung der Konduktivität σ dünner Schichten	103

Einheiten

Symbol	Einheit	Beschreibung
A	m^2	Fläche
\ddot{A}_e	g C^{-1}	elektrochemisches Äquivalent
a	m s^{-2}	Beschleunigung
B	Hz	Bandbreite
b	m	Brennweite
$c_{\text{schäl}}$	N m^{-1}	Schälfestigkeit
d	m	Schichtdicke
E	N m^{-2}	E-Modul
E^0	V	Standardelektrodenpotential
F	N	Kraft
f	Hz	Frequenz
I	A	elektrische Stromstärke
l	m	Länge
M	g mol^{-1}	molare Masse
m	kg	Masse
n	mol	Stoffmenge
P	W	Leistung
p	N s	Impuls
p	bar	Druck
R	Ω	ohmscher Widerstand
R_a	Å	Mittenrauwert
R_m	N mm^{-2}	Zugfestigkeit
R_q	Å	quadratische Rauheit
R_z	Å	größte Höhe des Profils
T	K	Temperatur
t	s	Zeit
v	m s^{-1}	Geschwindigkeit
W	J	Arbeit
z	-	Oxidationszahl
α	m^{-1}	Dämpfungskonstante
α_{th}	ppm K^{-1}	Wärmedehnungskoeffizient
γ	mJ m^{-2}	Oberflächenenergie



Symbol	Einheit	Beschreibung
δ	m	Eindringtiefe
ϵ_b	-	Bruchdehnung
ϵ_r	-	relative Permittivität
η	-	Wirkungsgrad
Θ	°	Kontaktwinkel
Λ_{mol}	$\text{mS m}^2 \text{mol}^{-1}$	molare elektrische Leitfähigkeit
λ	m	Wellenlänge
μ	H m^{-1}	magnetische Leitfähigkeit (Permeabilität)
ρ	kg m^{-3}	Dichte
ρ	Ωm	spezifischer Widerstand
ρ_A	kg m^{-2}	Flächendichte
σ	S m^{-1}	elektrische Leitfähigkeit (Konduktivität)
ω	rad s^{-1}	Winkelgeschwindigkeit

Akronyme

BOR-FDTD	Finite-Differenzen-Methode im Zeitbereich für Rotationskörper
CFK	kohlenstofffaserverstärkter Kunststoff
CPW	koplanarer Wellenleiter
CVD	chemische Gasphasenabscheidung
DFD-Verfahren	Depth from Defocus-Verfahren
DSN	Deep Space Network
FZPL-Antenne	Fresnel-Linsenantenne
IKAROS	Interplanetary Kite-craft Accelerated by Radiation Of the Sun
ITU	Internationale Fernmeldeunion
JAXA	japanische Raumfahrtagentur
LRT	Lehrstuhl für Raumfahrttechnik
MarCO	Mars Cube One
MMI	Lehrstuhl für Medizintechnische Materialien und Implantate
NBS-Bad	National Bureau of Standards-Bad
OWRK-Verfahren	Verfahren nach Owens, Wendt, Rabel und Kaelble
PEC	perfekter elektrischer Leiter
REAL-Verfahren	Room temperature Electroplated Aluminium-Verfahren
SIGAL-Verfahren	Siemens Galvano Aluminium-Verfahren
TRAC	Triangular Retractable And Collapsible
TUM	Technische Universität München
WBAN	Wireless Body Area Network

Chemische Begrifflichkeiten

ABS	Acrylnitril-Butadien-Styrol
Ag	Silber
AgNO₃	Silbernitrat
Al	Aluminium
Al³⁺	Aluminium(III)-Kation
AlBr₃	Aluminiumbromid
AlCl₃	Aluminiumchlorid
Ar	Argon
BO-PET	biaxial orientiertes Polyethylenterephthalat
CH₂I₂	Diiodmethan
CH₂O	Formaldehyd
CH₄O	Methanol
CN	Nitrilgruppe
CO	Kohlenstoffmonoxid
CO₂	Kohlenstoffdioxid
[C₂H₃Cl]_n	Polyvinylchlorid
C₂H₄O₂	Ethansäure
C₂H₆O	Dimethylether
C₂H₆O	Ethanol
C₂H₆OS	Dimethylsulfoxid



C₃H₆	Propen
C₃H₆O	Aceton
C₃H₈O	Isopropanol
C₄H₆O₂	γ-Butyrolacton
C₄H₈O	Tetrahydrofuran
C₄H₁₀O	Diethylether
C₄H₁₀O	n-Butanol
C₅H₉NO	N-Methyl-2-pyrrolidon
C₆F₉O₆Al	Aluminiumtrifluoracetat
C₆H₆	Benzolring
C₆H₈N₂	m-Phenylendiamin
C₆H₁₁N₂Cl	1-Ethyl-3-methylimidazoliumchlorid
C₆H₁₂O₂	n-Butylacetat
C₆H₁₅Al	Triethylaluminium
C₇H₈	Toluol
C₈H₁₀	Xylol
C₉H₁₄CIN	1-Butylpyridiniumchlorid
C₁₀H₂O₆	Pyromellitsäuredianhydrid
C₁₂H₁₂N₂O	4,4'-Oxydianilin
C₁₂H₂₇Al	Triisobutylaluminium
C₁₇H₆O₇	Benzophenon-3,3',4,4'-tetracarbonsäuredianhydrid
C₂₂H₁₀N₂O₅	Poly(pyromellitdianhydrid-alt-4,4'-oxydianilin)
C₂₂H₁₄N₂O₇	Poly(pyromellitdianhydrid-co-4-4'-oxydianilin)
Cr	Chrom
CrO₃	Chromtrioxid
Cu	Kupfer
H⁺	Wasserstoff(I)-Kation
HCl	Chlorwasserstoff
HCl_{aq}	Salzsäure
H₂	Wasserstoff
H₂CrO₄	Chromsäure
H₂O	Wasser
H₂SO₄	Schwefelsäure
H₂SO₄ / CrO₃	Chromschwefelsäure
H₃PO₄	Phosphorsäure
KF	Kaliumfluorid
LiAlH₄	Lithiumaluminiumhydrid
LiCl	Lithiumchlorid
LiH	Lithiumhydrid
MBr	Metallbromid
NH₃	Ammoniak
NO	Stickstoffmonoxid
NO₂	Stickstoffdioxid
N₂	Stickstoff
N₂H₄	Hydrazin

NaOH	Natriumhydroxid
NaPO₂H₂ · H₂O	Natriumhypophosphinat
Ni	Nickel
O₂	Sauerstoff
PI	Polyimid
PLA	Polyactid
PP	Polypropylen
Pd	Palladium
Pd²⁺	Palladium(II)-Kation
PdCl₂	Palladiumchlorid
R₄NBr	Tetraalkylammoniumbromid
Sn	Zinn
SnCl₂	Zinnchlorid
TiN	Titannitrid



Entwicklung eines Fertigungsverfahrens für
Dünnschicht-Hochfrequenzschaltungen in der Raumfahrt
Jona Hoppe

1 Einleitung

In den vergangenen Jahren und Jahrzehnten hat die Erforschung des Weltraums stark zugenommen. Dabei ist der Blick längst nicht mehr nur gen Erde gerichtet. Insbesondere das Interesse an der Erforschung des Deep Space wächst durch den technischen Fortschritt zusehends. Aufgrund der großen Reisedistanzen sind die Missionen durch den hohen Treibstoffbedarf herkömmlicher chemischer Antriebe limitiert. Eine neue Möglichkeit für die erfolgreiche Durchführung solcher Operationen bieten Kleinsatelliten, die durch Sonnensegel angetrieben werden. Dabei ist der durch die auftreffenden Photonen übertragene Impuls pro Fläche sehr gering. Aus diesem Grund müssen die Raumfahrzeuge so leicht wie möglich gestaltet werden. Ein plausibler Ansatz, um diesem Ziel näherzukommen, ist die Entwicklung von multifunktionalen Großraumstrukturen. Dazu wird am Lehrstuhl für Raumfahrttechnik (LRT) der Technischen Universität München (TUM) erforscht, inwieweit die Antennenstrukturen des Kommunikationssystems in die Struktur der Sonnensegel integriert werden können. Neben der Bestimmung physikalischer und technischer Grenzen derartiger Strukturen besteht das finale Ziel in der Herstellung eines Demonstrators. Forschungsgegenstand der vorliegenden Arbeit ist die Entwicklung eines geeigneten Fertigungsverfahrens zur Herstellung eines dünnen Schichtverbunds aus Trägermaterial und Metallbeschichtung, welcher für erste Machbarkeitsstudien dienen soll. Dafür wird in Abs. 1.1 der Stand der Technik zentraler Forschungsgebiete zusammengefasst. Danach werden in Abs. 1.2 verwandte Arbeiten im Bezug auf die Metallisierung von Folien aus Polyimid (PI) vorgestellt. Abgeschlossen wird die Einleitung in Abs. 1.3 mit einem detaillierteren Überblick über die in dieser Arbeit durchgeführten Arbeiten und damit verbundenen Forschungsziele.

1.1 Stand der Technik

Die Entwicklung multifunktionaler Raumfahrtstrukturen ist ein komplexes Unterfangen, welches ganz unterschiedlicher Disziplinen bedarf. In den folgenden Abschnitten wird der Stand der Technik einiger Themenkomplexe mit besonderer Relevanz für diese Arbeit zusammengefasst, um ein Verständnis für die Verquickung der unterschiedlichen Forschungsgebiete zu schaffen. In Abs. 1.1.1 wird das Konzept des Sonnensegels als Antriebsmöglichkeit vorgestellt. Abs. 1.1.2 widmet sich dem Thema der Hochfrequenzschaltungen für die Nutzung im Rahmen des Kommunikationssystems eines Raumfahrzeugs. Vor diesem Hintergrund und mit Blick auf die Anforderungen zur multifunktionalen Nutzung werden in Abs. 1.1.3 gängige Herstellungsverfahren erläutert. Zum Abschluss wird in Abs. 1.1.4 ein Blick auf ausgewählte Raumfahrtmissionen geworfen, die sich mit der hier beschriebenen Thematik befassen.

1.1.1 Sonnensegel als Antriebsmöglichkeit für Raumfahrzeuge

Wie E. Messerschmid und S. Fasoulas beschreiben, ist die Idee der Nutzung von Sonnensegeln als Antriebstechnologie so alt wie die Raumfahrt selbst. Bereits 1873 entdeckte J. C. Maxwell, dass reflektiertes Licht einen Strahlungsdruck erzeugt. Zu Beginn

des vergangenen Jahrhunderts formulierte K. Ziolkowsky erste Ideen, wie dieses Prinzip als Grundlage eines Antriebs für Raumfahrzeuge fungieren könnte. Seitdem gab es unterschiedliche Projekte, die diese Technologie untersuchten. Das Grundprinzip ist dabei stets dasselbe. Die entfaltbare Großraumstruktur des Segels wird mit einem hochreflektierenden Material beschichtet und durch den Impuls p angetrieben, der bei der Reflexion der auftreffenden Photonen des Sonnenlichts übertragen wird. Dieser ergibt sich aus der Beziehung

$$p = \frac{h \cdot f}{c}. \quad (1-1)$$

So kann Treibstoff gespart und die Startmasse reduziert werden. Die charakteristische Beschleunigung a ergibt sich aus der interplanetaren Bahnmechanik zu

$$a = \frac{F}{m_{Segel}} = \frac{p_s \cdot (2 - \alpha) \cdot A_{Segel}}{m_{Segel}} \quad (1-2)$$

und kann nicht über die Raketengleichung bestimmt werden, wie dies für herkömmliche chemische Antriebe der Fall ist[1].

Die NASA unterscheidet dabei zwischen drei Typen, die schematisch in Abb. 1–1 zu sehen sind. Während für das quadratische Segel eine Dreiachsstabilisierung vorgesehen ist, werden die anderen beiden Varianten spinstabilisiert[2].

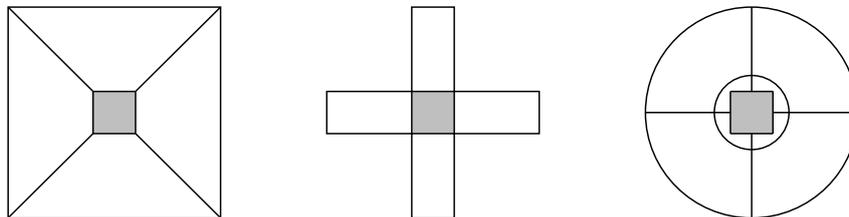


Abb. 1–1: Schematische Darstellung unterschiedlicher Varianten von Sonnensegeln für den Antrieb eines Raumfahrzeugs (angelehnt an [2])

Der treibende Faktor bei der Herstellung ist die Reduktion der Flächendichte[3]. Aus diesem Grund wird den verwendeten Materialien ein besonderer Forschungsaufwand zuteil. Stand der Technik ist die Nutzung von Folien aus biaxial orientiertem Polyethylenterephthalat (BO-PET) oder Polyimid (PI). Gemeinhin sind sie auch unter den Markennamen Mylar und Kapton bekannt. Die Anforderungen an diese Trägermaterialien sind vielseitig und wurden von Z.-Q. Liu et al. zusammengefasst. Zunächst sollte die Schicht einen hohen E-Modul und eine hohe Scherfestigkeit bei geringer Dichte und Dicke aufweisen. Gleichzeitig ist es erforderlich, dass das Material einen geringen Wärmedehnungskoeffizienten und einen hohen Widerstand gegen Weltraumstrahlung aufweist. In Tab. 1–1 wurden Folien aus BO-PET und PI unterschiedlicher Dicke d und Dichte ρ anhand ihres E-Moduls E , der Zugfestigkeit R_m und Bruchdehnung ϵ_b sowie dem Wärmedehnungskoeffizienten α_{th} und der UV-Resistenz verglichen. Dabei wurde ersichtlich, dass das Kapton dem Mylar überlegen zu sein schien. Deshalb werden die Folien aus PI in der Raumfahrt präferiert[4]. Bei der Herstellung von Sonnensegeln, wie C. Garner et al. sie beschreiben, wird eine Seite des Trägermaterials mit

einer Aluminiumschicht (Al) metallisiert, um ein hohes Reflexionsvermögen über einen möglichst großen Bereich des kontinuierlich abgestrahlten Spektrums der Sonne zu gewährleisten. Die andere Seite wird meist mit Chrom (Cr) überzogen. Über diese Schicht wird Wärme durch Strahlung emittiert, um die Struktur passiv zu kühlen. In der nahen Zukunft sind auf diese Weise Flächendichten von 20 g m^{-2} herstellbar. Bei einer Halbierung wären mittelfristig einfache Missionen innerhalb des Sonnensystems denkbar. Für sehr fortgeschrittene Missionen, beispielsweise auf nicht-keplerschen Bahnen, wären Flächendichten unter 3 g m^{-2} notwendig[3].

Tab. 1–1: Vergleich zentraler Eigenschaften von Folien aus biaxial orientiertem Polyethylenterephthalat (BO-PET) und Polyimid (PI) (entnommen aus [4])

Eigenschaft	Einheit	BO-PET		PI	
		Mylar 48	Mylar 75	Kapton 20EN	Kapton 50EN
d	[μm]	12	19	5	12,5
ρ	[g cm^{-3}]	1,40	1,38	1,42	1,42
E	[GPa]	3,79	3,79	5,0	5,0
R_m	[MPa]	186 ¹ , 234 ²	200 ¹ , 244 ²	335	380
ϵ_b	[%]	110 ¹ , 80 ²	130 ¹ , 100 ²	55	62
α_{th}	[ppm K ⁻¹]	20 ³ , 60 ⁴	20 ³ , 60 ⁴	16	16
UV-Resistenz	[-]	niedrig	niedrig	hoch	hoch

¹ Längsrichtung

² Querrichtung

³ 50 °C

⁴ 200 °C

1.1.2 Hochfrequenzschaltungen in der Raumfahrt

Durch den technischen Fortschritt werden die Forschungsziele von Raumfahrtmissionen immer ambitionierter. Nicht selten steigt dadurch auch die Menge der zu übertragenen Daten. Aus diesem Grund trägt das Kommunikationssystem entscheidend zum Erfolg einer Mission bei. Insbesondere bei großen Übertragungsdistanzen muss der Antennengewinn entsprechend hoch sein. Ein weiteres Desiderat stellt die Reduktion der Masse dar. Deshalb sollen im Folgenden unterschiedliche planare Strukturen betrachtet werden, die gemeinhin leichter sind als herkömmlich mitgeführte Antennensysteme. In Abs. 1.1.2.1 wird der Blick auf die sogenannten Fresnel-Linsenantennen (FZPL-Antennen) gelenkt. In Abs. 1.1.2.2 und Abs. 1.1.2.3 werden Dualband-Antennen und passive Mikrowellenschaltungen betrachtet. Neben den Hochfrequenzeigenschaften werden dabei auch erste Fertigungsverfahren umrissen.

1.1.2.1 Fresnel-Linsenantenne (FZPL-Antenne)

Die FZPL-Antenne besteht aus einer rotationssymmetrischen Anordnung von reflektierenden und nicht reflektierenden Kreiszonen auf einer planaren Oberfläche, wie es in

Abb. 1–2 dargestellt ist und von B. Khayatian und Y. Rahmat-Samii beschrieben wird. Derartige Systeme wurde im bereits erfolgreich für Bodensysteme und im Rahmen von Digital Broadcast Satelliten eingesetzt. Die Zonen fokussieren ein eintreffendes elektromagnetisches Signal und erhöhen dadurch die Richtwirkung der Antenne[5]. Idealerweise besteht die für elektromagnetische Wellen transparente Schicht aus einem perfekten elektrischen Leiter (PEC). Im Falle des Sonnensegels wird sie durch die aufgetragene Metallschicht realisiert. Die undurchlässige Zone ist durch das Trägermaterial gegeben. Eine solche Anordnung wird auch als Soret-Antenne bezeichnet[6].

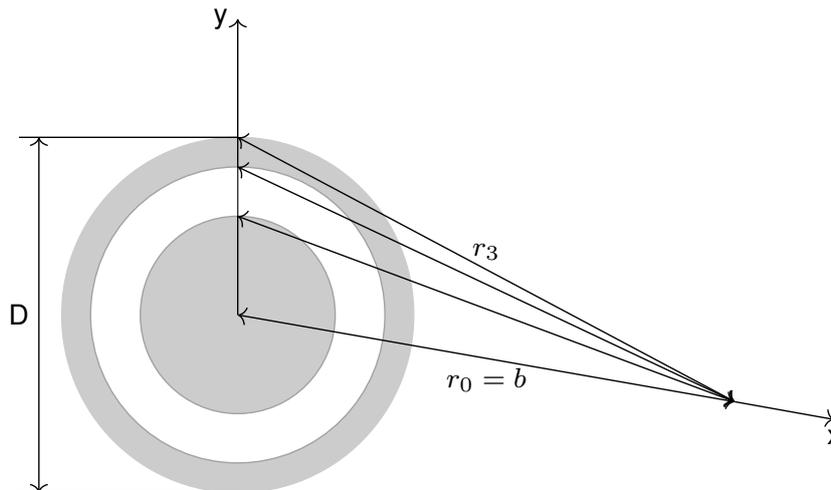


Abb. 1–2: Fresnel-Linsenantenne (FZPL-Antenne) (angelehnt an [5])

Nachteilig ist die geringe Aperturreffizienz η_{apertur} von 10 % durch die Abschirmung eines signifikanten Teils der Leistung durch die Metallringe[7]. Nach H. Bayer beschreibt diese das Verhältnis zwischen Antennenwirkfläche A_{wirk} und physikalischer Fläche A_{phys} und berechnet sich zu

$$\eta_{\text{apertur}} = \frac{A_{\text{wirk}}}{A_{\text{phys}}} = D_{\text{wirk}} \cdot \left(\frac{\lambda}{\pi \cdot D_{\text{phys}}} \right)^2. \quad (1-3)$$

Die Antennenwirkfläche beschreibt die tatsächlich genutzte Fläche unter Berücksichtigung von Abschattungseffekten. Die physikalische Fläche kennzeichnet die Gesamtfläche der Antenne. Bei der Aperturreffizienz handelt es sich folglich um ein Gütemaß für die realisierte Aperturbelegung. Als Vergleichswert sei die Aperturreffizienz einer Cassegrain-Parabolantenne aus metallisiertem kohlenstofffaserverstärktem Kunststoff (CFK) mit einem Durchmesser von 60 cm genannt, wie H. Bayer sie bestimmte. Der Subreflektor wurde von vier Streben gehalten, die durch ihre flache Form zu einer geringen Abschattung führten. Bei einer Anwendung im empfohlenen Arbeitsbereich des Ka-Bands ergab sich eine Aperturreffizienz von 77,4 % [8].

Nach B. Khayatian und Y. Rahmat-Samii lässt sich die Geometrie der Kreiszone einer Soret-Antenne durch Auswerten der Gleichungen

$$r_{n+1} - r_n = \frac{\lambda}{2}, \quad (1-4)$$

$$r_n - r_0 = n \cdot \frac{\lambda}{2} \quad (1-5)$$

und

$$R_n^2 = \left(\frac{n \cdot \lambda}{2}\right)^2 + n \cdot \lambda \cdot b \quad (1-6)$$

bestimmen. Dabei beschreibt r_n den n -ten Strahlengang, λ die zu verwendende Wellenlänge, R_n den Außenradius der n -ten Kreiszone und b die Brennweite[5].

Durch den begrenzten Bauraum und die Geometrie des Satelliten muss das Verhältnis zwischen Brennweite und Durchmesser bereits in der Planungsphase festgelegt werden. Darüber hinaus sollte außerdem die Bandbreite B entsprechend den Anforderungen an die Mission festgesetzt werden. Für diese ergibt sich nach

$$B = \frac{2 \cdot \Delta\omega}{\omega_0} \approx \frac{1}{N} \quad (1-7)$$

eine Abhängigkeit von der Anzahl der Fresnelzonen N . Je größer die Antenne ist, desto größer ist auch die Anzahl der Zonen und desto geringer ist die Bandbreite. Außerdem sorgt ein großer Durchmesser für eine Defokussierung. Werden hingegen kleinere Durchmesser verwendet, ergeben sich gute Antennendiagramme für Reflektor und Linse, wie sie von B. Khayatian und Y. Rahmat-Samii erstellt wurden. Dazu verwendeten sie eine Folie aus Polyimid (PI), die mit $5 \mu\text{m}$ Kupfer (Cu) beschichtet wurde. Bei einer Frequenz von 13 GHz ergab sich bei einem Durchmesser von 10,00 cm und einer Zone ein Antennengewinn von 12,33 dB. Bei einem Radius von 5,55 cm lag dieser bei 14,40 dB. Bei Verwendung von zwei Zonen mit Radien von 5,55 cm und 8,94 cm stieg der Gewinn auf 17,56 dB. Wurden drei Zonen mit äußeren Radien von 5,55 cm, 8,94 cm und 10,00 cm genutzt, betrug der Gewinn durch eine mangelhafte Dimensionierung nur 15,92 dB. In jedem Fall konnte die Antenne dabei gleichermaßen als Reflektor und Linse verwendet werden. Aufgrund der gegenläufigen Entwicklung von Bandbreite und Antennengewinn bei Veränderung der Ringzahl ergibt sich für diese ein frequenzabhängiges Optimum von

$$N = \frac{r_n - r_0}{\lambda}. \quad (1-8)$$

Aus diesem Grund kann es passieren, dass die Antenne nicht mehr in der Lage ist, sowohl den Up- als auch den Downlink zu bedienen. Anstatt jedoch eine zweite Antenne zu installieren, kann auch ein zweiter Feed verwendet werden. Dieser muss in verändertem Abstand zur Oberfläche der Antenne montiert werden, so dass sich für diesen eine identische Anzahl an Fresnelringen ergibt. Der Abstand wird über den Zusammenhang

$$b_{\text{neu}}^2 + \left(\frac{D}{2}\right)^2 = (b_{\text{neu}} + N \cdot \lambda_{\text{neu}})^2 \quad (1-9)$$

berechnet. Indem der maximale Phasenfehler der beiden Feed-Konfigurationen minimiert wird, führt eine zusätzliche Analyse der normierten Phase zu einer weiteren Optimierung der Brennweite[5].

B. Khayatian und Y. Rahmat-Samii beschreiben darüber hinaus zu beachtende Effekte, die durch eine zusätzliche Dämpfung zu einer Minderung des Antennengewinns führen. Beispielsweise sorgen fertigungsbedingte Oberflächenfehler oder Oberflächendefekte durch umherfliegende Teilchen im Weltraum zu einer Reduzierung der Keulen des Antennendiagramms[5]. Die Ebenheit der planaren Antenne hat einen starken Einfluss auf die Leistungsfähigkeit der Strukturen. Eine Simulation der Shanghai Jiao Tong Universität zeigte, dass die Grundfrequenz der Segel stärker durch die Spannung der Membran, als durch die Flächendichte beeinflusst wurde. Dies ist nur ein Beispiel dafür, dass dynamische Einflüsse für die Effizienz äußerst relevant sind. Auswirkungen der Rahmenstruktur wurden in der Studie allerdings vernachlässigt[4]. Des Weiteren führt die Auslegung auf zwei Frequenzbänder zu einer geringeren nutzbaren Oberfläche der Antenne durch eine partielle Abschattung der hintereinander angeordneten Feeds. Darüber hinaus kommt es zu einem Frequenzverlust L_f von

$$L_f = 20 \cdot \log_{10} \left(\frac{f_2}{f_1} \right). \quad (1-10)$$

Auch die Abschattung des Raumfahrzeugs leistet ebenfalls ihren Beitrag zur Minderung des Gewinns. All diese Verluste spiegeln sich in den Werten der Tab. 1–2 wider[5].

Tab. 1–2: Vergleich von Parabolreflektor und Fresnel-Linsenantennen (FZPL-Antennen) unterschiedlichen Durchmessers bei einem Verhältnis von Brennweite zu Durchmesser $\frac{b}{D} = 1$ und einer Frequenz $f = 8,41$ GHz (entnommen aus [5])

Geometrie	berechneter 2D-Antennengewinn-/verlust				geschätzter 3D-Antennengewinn	
	Gewinn [dB]	Verlust [dB]	Gewinn [dB]	Verlust [dB]	Gewinn [dB]	Gewinn [dB]
	$D = 4$ m	$D = 4$ m	$D = 10$ m	$D = 10$ m	$D = 4$ m	$D = 10$ m
Parabolreflektor (Referenz)	28,05	0,00	32,00	0,00	50	58
Flächenantenne	10,58	-17,47	10,52	-21,48	17	17
Zonenplatte mit $\frac{\lambda}{4}$ -Ebene (0° bis 180°)	24,10	-3,95	28,50	-3,50	45	53
Zonenplatte ohne $\frac{\lambda}{4}$ -Ebene (0° bis 180°)	19,24	-8,81	23,18	-8,82	40	48
Zonenplatte ohne $\frac{\lambda}{4}$ -Ebene mit durchschnittlich 100 Samples (0° bis 180°) und...						
... $\pm \frac{\lambda}{30}$ maximalem zufälligem Oberflächenfehler	19,09	-8,96	22,99	-9,01	k.A. ¹	k.A. ¹
... $\pm \frac{\lambda}{20}$ maximalem zufälligem Oberflächenfehler	18,84	-9,21	22,67	-9,33	k.A. ¹	k.A. ¹
... $\pm \frac{\lambda}{10}$ maximalem zufälligem Oberflächenfehler	17,53	-10,52	21,08	-10,92	k.A. ¹	k.A. ¹

¹ keine Angabe

Nach D. R. Reid und G.S. Smith kann die theoretische Analyse von FZPL-Antennen mit $\left(\frac{b}{D}\right)^2 \gg 1$ über eine geometrische Betrachtung erfolgen. Gilt dies nicht, muss auf die Kirchhoffsche Beugungstheorie zurückgegriffen werden. Bei der Integration der Strukturen im Rahmen von Raumfahrzeugen ist $\left(\frac{b}{D}\right)^2 \approx 1$ realistisch. In diesem Fall können Analyse und Simulation beispielsweise über eine Finite-Differenzen-Methode im Zeitbereich für Rotationskörper (BOR-FDTD) erfolgen[6].

Bei der gefalteten Zonenplatte wird nach D. R. Reid und G.S. Smith eine zweite Phasenstufe in einem Abstand von $\frac{\lambda}{4}$ hinter der ersten positioniert, die vollständig aus dem für elektromagnetische Wellen intransparenten Material besteht. Durch die Erhöhung der Beugungseffizienz η_{beugung} infolge der Verdopplung der Phasenstufen kann die Amplitude am Fokuspunkt ebenfalls nahezu verdoppelt werden[6]. Dieser Trend setzt sich bei weiterer Steigerung der Anzahl an Phasenstufen L gemäß

$$\eta_{\text{beugung}} = \left(\frac{\sin\left(\frac{\pi}{L}\right)}{\frac{\pi}{L}} \right)^2, L > 1 \quad (1-11)$$

fort. Für eine unendliche Anzahl an Phasenstufen nähert sich die Beugungseffizienz 100 % und damit dem Wert einer parabolischen Antenne bei Vernachlässigung der Beleuchtungseffizienz an[5]. Für die hier betrachtete multifunktionale Anwendung ist die gefaltete Zonenplatte aufgrund der Struktur und der zusätzlichen Masse durch weitere Phasenstufen weniger relevant.

Alternativ zu den bisher besprochenen Konstruktionen mit unterschiedlich stark reflektierenden Zonen, gibt es Untersuchungen von J. Pourahmadazar und T. A. Denidni zu additiv gefertigten Antennen. Dabei sind die einzelnen Kreiszonen durch unterschiedliche Permittivitäten charakterisiert, welche durch variierende Porositäten des Polymers erzeugt werden[9].

Ein abschließender Ansatz zur Optimierung der FZPL-Antenne nach A. Petosa et al. liegt in der Konstruktion einer phasenkorrigierenden Fresnel-Antenne. Sie besteht aus einem Material mit gleichbleibender Dielektrizitätskonstante. Durch Zonen unterschiedlicher Tiefe wird die Phase der eintreffenden Welle korrigiert. Das Prinzip ist somit ganz ähnlich zu der Methode der gefalteten Zonenplatte. Die einfachste Konfiguration besteht aus zwei Ebenen und kann den Wirkungsgrad im idealen Fall auf 40 % steigern. Wird die Anzahl der Ebenen verdoppelt, kann dieser sogar auf 80 % gesteigert werden. In der Praxis sind derart hohe Wirkungsgrade jedoch meist nicht zu erreichen, da es zu Verlusten durch Reflexion und Abschattung an den einzelnen Stufen kommt. Der Wirkungsgrad hängt außerdem stark von der relativen Permittivität des Materials ϵ_r , dem Verhältnis von Brennweite zu Durchmesser $\frac{b}{D}$ und der Schichtdicke d ab. Letztere ergibt sich in Abhängigkeit der Anzahl der Stufen N aus dem Zusammenhang

$$d = \frac{\lambda}{N \cdot (\sqrt{\epsilon_r} - 1)} [7]. \quad (1-12)$$

1.1.2.2 Dualband-Antenne auf Basis von Polyimid (PI)

Im Rahmen eines Wireless Body Area Networks (WBANs) entwickelten H. K. Raad et al. eine flexible Dualband-Antenne, die über einen koplanaren Wellenleiter (CPW) gespeist wurde. Das verwendete Polyimid (PI) wies eine relative Permittivität von 3,4 und einen Verlustfaktor von 0,002 auf. Die Fertigung erfolgte über einen Tintenstrahldruck unter Verwendung von tintenbasierten Nanopartikeln aus Silber (Ag). Über eine Vierpunktprobe ließ sich für diese eine Leitfähigkeit von $8,9 \cdot 10^5 \text{ S m}^{-1}$ ermitteln. Durch eine

anschließende thermische Glühung wurden verbliebene Lösungsmittel verdampft und die Konduktivität gesteigert. Darüber hinaus konnte eine Oxidation der Oberfläche vermieden werden. Das Design der Antenne basierte auf einer rechteckigen Monopolantenne mit U-förmigen Schlitzen. Über eine Vermessung mit einem Netzwerkanalysator wurden die S-Parameter der Konfiguration bestimmt. Für eine Frequenz von 2,46 GHz und einer Bandbreite von 648 MHz belief sich die Rückflusdämpfung auf 22,4 dB. Bei einer Frequenz von 5,48 GHz und einer Bandbreite von 1378 MHz ergab sich diese zu 23,7 dB. Bei einer Messung des Fernfelds zeigte sich ein omnidirektionales Verhalten mit Antennengewinnen bei obigen Frequenzen von 1,68 dBi respektive 1,64 dBi. Darüber hinaus untersuchten H. K. Raad et al. auch das Verhalten nach mechanischer Beanspruchung. Durch eine Biegebeanspruchung zeigten sich keine Risse in der Beschichtung. Es ergab sich jedoch ein geringer Einfluss auf das Hochfrequenzverhalten. Bei einer Biegung mit einem Radius von 9 mm beziehungsweise 7 mm verschoben sich die Resonanzfrequenzen zu etwas geringeren Werten[10].

1.1.2.3 Passive Mikrowellenschaltung auf Basis von Polyimid (PI)

Die Nachfrage nach flexiblen Antennenstrukturen hat in der Vergangenheit stark zugenommen. Gegenüber steifen Strukturen, sind diese meist robuster, leichter, günstiger und besser zu transportieren[11]. Aufgrund der hervorragenden physikalischen Eigenschaften und einer hohen chemischen Stabilität, stellen Folien aus Polyimid (PI) ein für die Herstellung geeignetes Material dar[12]. Für eine adäquate Beschichtung kommen unterschiedliche Herstellungsverfahren in Frage, wie der Siebdruck, der Tintenstrahldruck oder die Fotolithografie. Die ersten beiden Verfahren sind besonders kostengünstig. Allerdings lassen sich mit ihnen nur Strukturen bis zu einer Auflösung von 20 μm fertigen[13]. Aus diesem Grund entschieden sich Z. Yang et al. bei der Fertigung ihrer Hochfrequenzstruktur für letzteres Verfahren[14]. Dabei wird das Substrat zunächst mit der Funktionsschicht und einem Fotoresist überzogen. Anschließend erfolgt eine Belichtung durch einer Maske. Die darauffolgende Ätzung entfernt die Bereiche, in denen der Fotoresist nicht bestrahlt wurde. Abschließend können dessen Reste manuell entfernt werden und übrig bleibt die strukturierte Funktionsfläche[15]. So ließ sich eine Kreuzschlitz-Dipolantenne fertigen, die von einem CPW gespeist wurde. Aus einer Simulation bestimmte sich der maximale Antennengewinn bei einer Frequenz von 60,2 GHz zu 4,02 dBi. Durch eine Messung mit einem Ringresonator ließ sich für das verwendete PI eine relative Permittivität von 3,2 und eine Verlustfaktor von 0,002 bestimmen[14].

1.1.3 Herstellungsverfahren dünner Schichten

Bei der Wahl eines geeigneten Herstellungsverfahrens für die Beschichtung der Sonnensegel muss neben den zu verwendenden Materialien und den Anforderungen an die Beschichtung auch die gewünschte Schichtdicke berücksichtigt werden. Bei unifunktionalen Sonnensegeln sollte diese unter Einhaltung der gegebenen Anforderungen so dünn wie möglich sein, um die Masse zu minimieren. Werden die Segel darüber hinaus für das Kommunikationssystem genutzt, spielen weitere Faktoren wie die Eindringtiefe von elektromagnetischen Wellen in das Beschichtungsmaterial eine Rolle,

die in Abs. 1.1.3.1 behandelt wird. In Abs. 1.1.3.2, Abs. 1.1.3.3, Abs. 1.1.3.4 und Abs. 1.1.3.5 erfolgt die Beschreibungen einiger gängiger Beschichtungsverfahren nach R. A. Haefer [16]. In Abs. 1.1.3.6 erfolgt schlussendlich eine ausführliche Darstellung des Verfahrens der Galvanisierung. Dabei wird auch auf die Besonderheiten der elektrochemischen Beschichtung unedler Metalle und von Kunststoffen eingegangen.

1.1.3.1 Skintiefe

D.M. Pozar beschreibt die Skintiefe entsprechend der allgemeinen Definition als die Strecke, nach welcher die Amplitude einer elektromagnetischen Welle in einem leitenden Medium um den Faktor $\frac{1}{e}$ abgeklungen ist. Sie lässt sich berechnen zu

$$\delta = \frac{1}{\alpha} = \sqrt{\frac{2}{\omega \cdot \mu \cdot \sigma}} = \sqrt{\frac{1}{\pi \cdot f \cdot \mu_0 \cdot \sigma}} \quad (1-13)$$

mit der Dämpfungskonstante α . Diese ergibt sich als Realteil der komplexen Ausbreitungskonstante einer elektromagnetischen Welle zu

$$\alpha = \operatorname{Re} \left((1 + j) \sqrt{\frac{\omega \cdot \mu \cdot \sigma}{2}} \right) [17]. \quad (1-14)$$

Mit den Konduktivitäten von Aluminium (Al) ($\sigma_{\text{Al}} = 3,816 \cdot 10^7 \text{ S m}^{-1}$ [17]) und Kupfer (Cu) ($\sigma_{\text{Cu}} = 5,813 \cdot 10^7 \text{ S m}^{-1}$ [17]), sowie der magnetischen Feldkonstante ($\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7} \text{ N A}^{-2}$ [17]) wurde die Eindringtiefe bei ausgewählten Frequenzen berechnet und in Tab. 1–3 dargestellt. Dabei handelte es sich um übliche Frequenzbänder in der Raumfahrt, die sich an den Vorgaben der internationalen Fernmeldeunion (ITU) orientierten[18]. Die Wellenlänge λ ergab sich aus

$$\lambda = \frac{c}{f} [17]. \quad (1-15)$$

Tab. 1–3: Eindringtiefe elektromagnetischer Wellen in Aluminium δ_{Al} und Kupfer δ_{Cu} in ausgewählten Frequenzbändern unter Angabe der zugehörigen Frequenz f und Wellenlänge λ

Frequenzband, Link	f [GHz]	λ [cm]	δ_{Al} [μm]	δ_{Cu} [μm]
S-Band, Uplink	2,110	14,21	1,77	1,44
S-Band, Downlink	2,300	13,04	1,70	1,38
X-Band, Uplink	7,145	4,20	0,96	0,78
X-Band, Downlink	8,450	3,55	0,89	0,72
Ka-Band, Downlink	31,800	0,94	0,46	0,37
Ka-Band, Uplink	34,700	0,86	0,44	0,35

Je nach Integration der Antennenstruktur auf dem Segel muss die zu verwendende Frequenz bei der Fertigung berücksichtigt werden. Die Eindringtiefe elektromagnetischer Wellen in Al und Cu wird mit steigender Frequenz immer geringer. Bei Anwendungen im X-Band, wie sie in dem Projekt des LRT angestrebt wird, genügt bei

entsprechenden Materialparametern eine Metallbeschichtung von 1 μm Dicke, um die elektromagnetischen Wellen um den Faktor $\frac{1}{e}$ abzdämpfen. Die Anzahl der berücksichtigten Skintiefen hängt dabei von der Missionsplanung ab. Abb. 1–3 visualisiert die erreichbare Schichtdicke unterschiedlicher Beschichtungsverfahren, die für die Herstellung derartiger Schichtverbunde geeignet erscheinen.

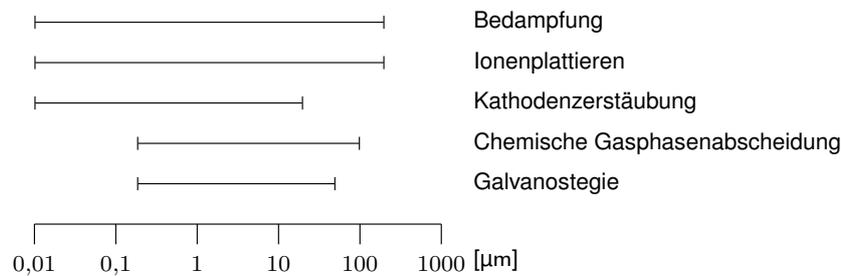


Abb. 1–3: Vergleich der erreichbaren Schichtdicke unterschiedlicher Herstellungsverfahren für Mehrschichtverbunde (angelehnt an [16] und [19])

1.1.3.2 Bedampfung

Mit der Bedampfung können nach Abb. 1–3 Schichten bis zu einer Dicke von 200 μm gefertigt werden. Der Prozess findet bei Drücken unterhalb von $1 \cdot 10^{-5}$ mbar im Hochvakuum statt. Eine schematische Darstellung des Aufbaus einer Bedampfungsanlage ist in Abb. 1–4 zu sehen. Die zu beschichtende Folie wird auf dem Substratträger befestigt und durch die Substrateheizung erwärmt. Das aufzudampfende Material befindet sich auf der Verdampfungsquelle. Bei dieser kann es sich um eine induktive Heizung oder um einen Elektronenstrahlverdampfer handeln. Das Aufdampfmaterial wird erhitzt und in die Gasphase überführt. Bei Erreichen der Zieltemperatur wird die Blende gedreht und die Teilchen in der Gasphase breiten sich nahezu geradlinig und ohne Kollisionen aus. Auf dem Substrat wird eine gleichmäßige Schicht des Aufdampfmaterials abgeschieden. Die Homogenität kann durch eine Rotation des Substratträgers erhöht werden. Um eine möglichst reine Aufdampfung zu erzielen, kann das Material nach Herstellung des Vakuums optional über eine Glimmentladung gereinigt werden[16].

1.1.3.3 Ionenplattieren

Der Prozess des Ionenplattierens erfolgt ebenfalls im Vakuum und führt entsprechend Abb. 1–3 zu Schichtdicken von bis zu 200 μm . Der schematische Aufbau einer derartigen Anlage ist in Abb. 1–5 zu sehen. Zunächst wird die Reaktionskammer evakuiert und mit einem Inertgas befüllt. Anschließend wird das Substrat mit einem negativen Potential durch eine Glimmentladung gereinigt. Für den finalen Beschichtungsprozess wird das Beschichtungsmaterial wahlweise über eine Elektronenkanone oder einen widerstandsbetriebenen Verdampfer in die Gasphase überführt. Der erzeugte Dampf wechselwirkt mit dem eingeführten Gas und ionisiert teilweise. Anschließend lagert sich dieser als Schicht auf der Substratoberfläche ab. Neben der gezeigten Ausführungsform existieren zahlreiche weitere, wie das Ionenplattieren mit separater Ionenquelle, mit Hochfrequenz-Entladung oder das plasmagestützte Ionenplattieren[16].

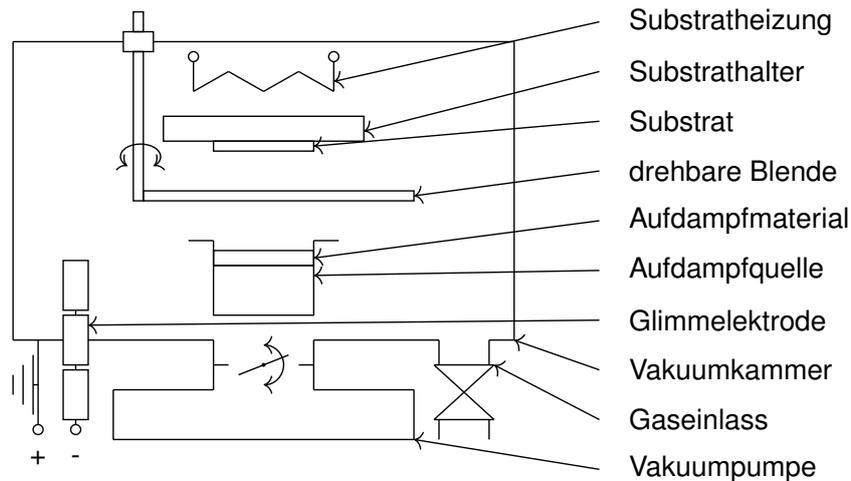


Abb. 1–4: Schematische Darstellung einer Bedampfungsanlage (angelehnt an [16])

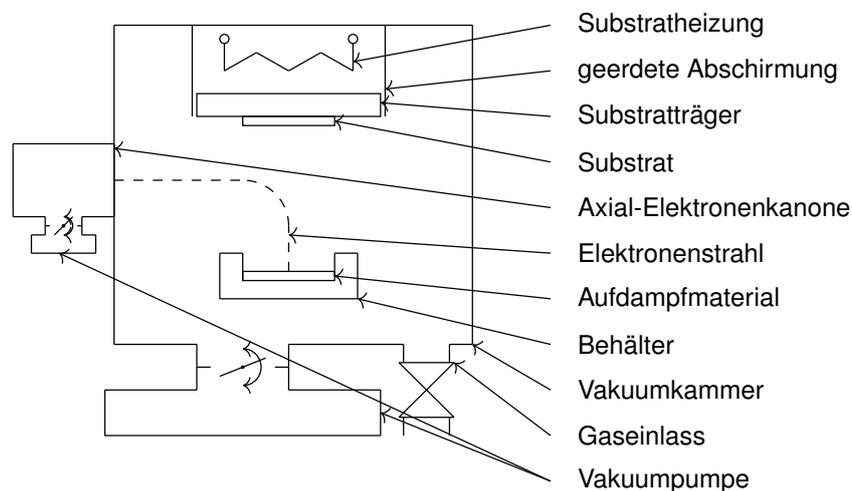


Abb. 1–5: Schematische Darstellung des Ionenplattierens unter Verwendung einer Axial-Elektronenkanone (angelehnt an [16])

1.1.3.4 Kathodenzerstäubung

Die Kathodenzerstäubung, auch Sputtern genannt, führt nach Abb. 1–3 zu Schichtdicken von bis zu 20 μm . Der Aufbau von Sputteranlagen variiert je nach Art des Prozesses. Das Grundprinzip ist dabei stets dasselbe und in Abb. 1–6 zu sehen. In einer Vakuumkammer befinden sich Substrat und Beschichtungsmaterial. Nach der Evakuierung der Kammer wird ein inertes Gas eingeleitet. In Abb. 1–6 a) wird dieses Gas zunächst ionisiert. Anschließend findet eine Elektronenemission aus dem Beschichtungsmaterial in Abb. 1–6 b) und aus der Anode in Abb. 1–6 c) statt. Des Weiteren kommt es zu einer Emission von Neutralteilchen ausgehend vom Beschichtungsmaterial, wie sie in Abb. 1–6 d) dargestellt ist. Abb. 1–6 e) zeigt schlussendlich die Umladung der Teilchen. Um das Ionenbombardement stabil zu halten, existieren unterschiedliche Möglichkeiten. Die einfachste besteht in einer anomalen Glimmentladung, die über den gesamten Prozess aufrechterhalten werden muss. Ein großer Vorteil der Kathodenzerstäubung

stäubung ist die Abscheidung durch Impulsübertragung. Aufgrund der geringen thermischen Belastung kann das Verfahren für die Beschichtung nahezu aller Materialien verwendet werden[16].

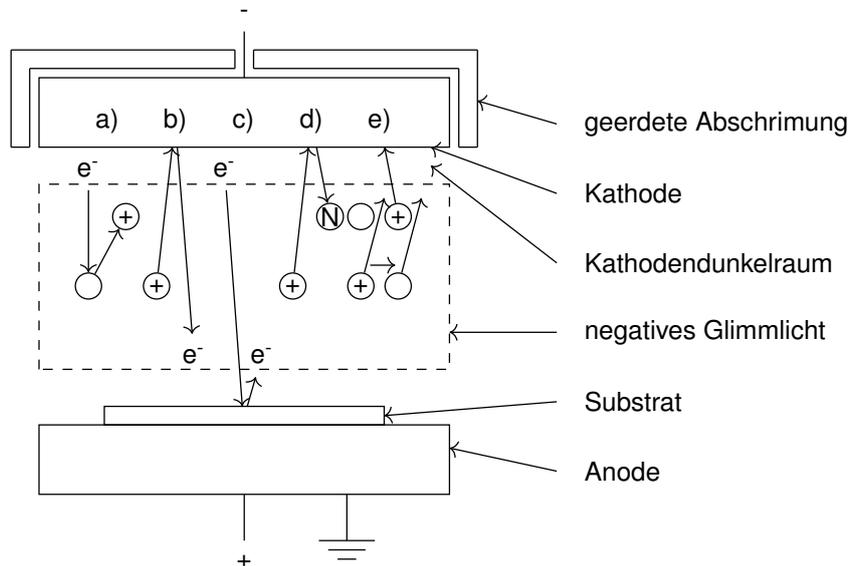


Abb. 1–6: Schematische Darstellung der Kathodenzerstäubung (angelehnt an [16])

1.1.3.5 Chemische Gasphasenabscheidung (CVD)

Mit der chemischen Gasphasenabscheidung (CVD), wie sie schematisch in Abb. 1–7 dargestellt ist, können nach Abb. 1–3 Schichtdicken von bis zu 100 µm erzeugt werden. Das erwärmte Beschichtungsmaterial befindet sich unter Inertgasatmosphäre innerhalb einer Reaktionskammer. In einer vorgeschalteten Heizkammer werden die Reaktionspartner in die Gasphase überführt und anschließend in die Reaktionskammer eingeleitet. Die Abscheidung erfolgt über unterschiedliche chemische Reaktionen innerhalb der Gasphase. Neben den gewünschten Festkörperprodukten entstehen meist auch flüchtige Nebenprodukte. Zur Abscheidung von Aluminium (Al) wird wahlweise auf die Chemosynthese oder die Pyrolyse zurückgegriffen. Bei der Chemosynthese reagieren Halogenide durch Zufuhr reduzierender oder oxidierender Gase. Exemplarisch sei hier die Reaktion $2 \text{AlCl}_3 + 3 \text{H}_2 \longrightarrow 2 \text{Al} + 6 \text{HCl}$ genannt. Die Zersetzung des Aluminiumchlorids (AlCl_3) erfolgt bei 262 °C. Das Substrat muss einer solchen thermischen Belastung über den gesamten Prozess standhalten. Bei der Pyrolyse findet eine thermische Zersetzung von Hybriden, Iodiden und Karbonylen statt. Im Falle des Aluminiums handelt es sich hierbei um Triisobutylaluminium ($\text{C}_{12}\text{H}_{27}\text{Al}$), welches ab 68 °C in die Gasphase überführt werden kann. Damit das Verfahren erfolgreich abläuft, ist eine chemische Stabilität des Substrats gegenüber den Reaktanden erforderlich[16].

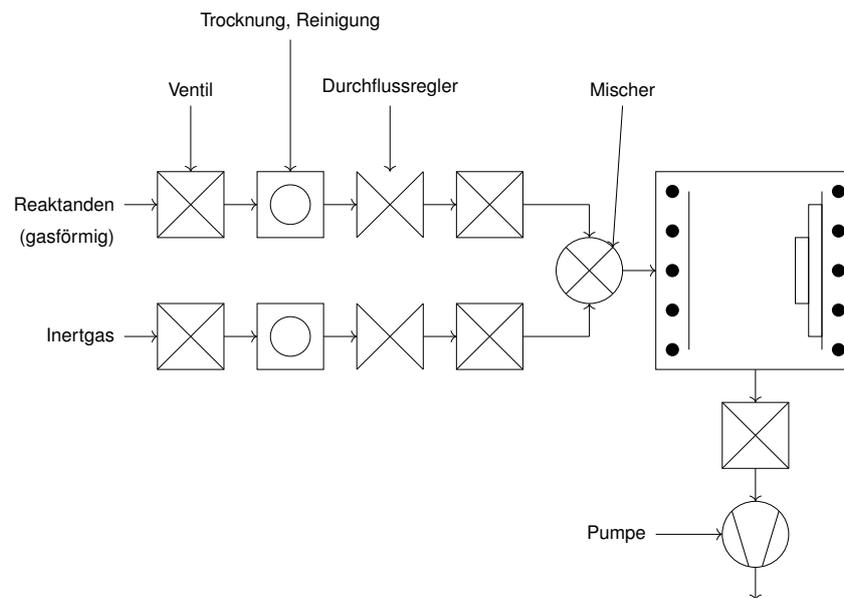


Abb. 1–7: Schematische Darstellung der chemischen Gasphasenabscheidung (CVD) (angelehnt an [16])

1.1.3.6 Galvanisierung

In Vorbereitung der experimentellen Untersuchungen in Abs. 2 wird der Prozess der Galvanisierung an dieser Stelle ausführlicher besprochen. Nach einer allgemeinen Einführung in das Verfahren und einer Darstellung der zugrundeliegenden Gesetzmäßigkeiten und Prozessparameter werden Probleme und Besonderheiten der Galvanisierung unedler Metalle und von Kunststoffen vorgestellt. Dabei spielt insbesondere die Modifizierung der Oberfläche eine zentrale Rolle.

In seinem Lehr- und Handbuch beschreibt T. W. Jelinek das elektrochemische Verfahren der Galvanisierung zur Abscheidung metallischer Schichten auf einem Grundkörper. In der Literatur wird je nach Schichtdicke des Überzugs zwischen drei Verfahren unterschieden. Bei der Galvanostegie werden metallische Schichten mit einer Dicke unterhalb von $50\ \mu\text{m}$ erzeugt. Dabei sollen dem Substrat bestimmte Eigenschaften des Metallüberzugs verliehen werden. In der Galvanoplastik wird der Grundkörper je nach Werkstoffkombination mit dicken Schichten im Millimeterbereich überzogen, so dass dieser sämtliche Eigenschaften des abgeschiedenen Metalls aufweist. Bei der Galvanoformung wird der Grundkörper darüber hinaus chemisch abgelöst und entfernt, so dass das finale Werkstück nur aus dem abgeschiedenen Metall besteht[19].

Basierend auf dieser Unterteilung lässt sich die Herstellung von Schichtverbunden für multifunktionale Raumfahrtstrukturen dem Bereich der Galvanostegie zuordnen. Die Abscheidung dieser Schichten erfolgt meist unter Verwendung der Badgalvanik, wie sie in Abb. 1–8 schematisch dargestellt ist. Nach T. W. Jelinek muss das Substrat für qualitativ hochwertige Abscheidungsergebnisse gewisse geometrische Anforderungen erfüllen, die bei planaren Strukturen im Allgemeinen gegeben sind. Darüber hinaus be-

darf es einer elektrisch leitfähigen Oberfläche, damit eine elektrochemische Abscheidung erfolgen kann. Neben den Elektroden und der Stromversorgung ist der Elektrolyt eine der entscheidenden Komponenten der Badgalvanik. Im einfachsten Fall handelt es sich dabei um eine wässrige Lösung, welche bei einem pH-Wert < 7 als sauer und bei einem pH-Wert > 7 als alkalische bezeichnet wird. Zusätzlich werden die Elektrolyte je nach Art des enthaltenen Metallsalzes und dem Aussehen der Überzüge in Matt-, Halbglanz- und Glanzbäder unterteilt. Die Qualität der abgeschiedenen Schichten wird ganz entscheidend über die Parameter Temperatur, Spannung, Stromstärke und Zeit bestimmt. Des Weiteren lassen sich sowohl die mechanischen als auch die optischen Eigenschaften der Schicht durch das Hinzufügen von Additiven wie Glanzbildnern oder Einebnern beeinflussen[19].

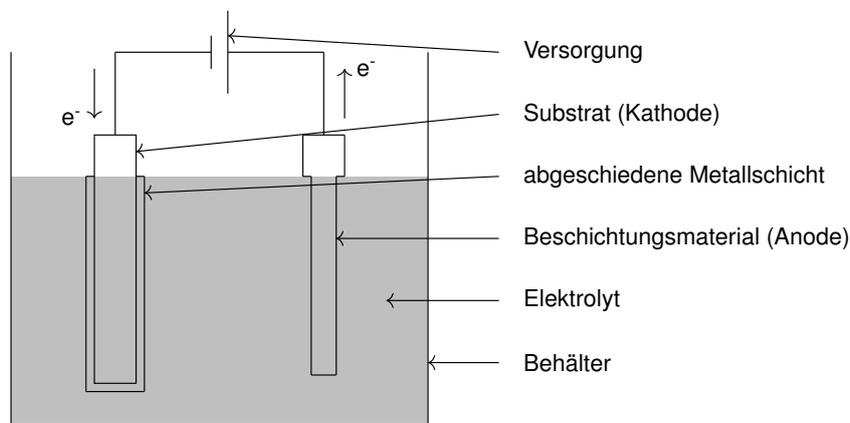


Abb. 1–8: Schematische Darstellung der Badgalvanik (angelehnt an [16])

T. W. Jelinek beschreibt eine Unterteilung der Galvanisierungsprozesse in Umsteck- und Durchlaufverfahren. Bei ersterem werden die Grundkörper nach den einzelnen Bearbeitungsschritten manuell von einem Substrathalter auf den nächsten umgesteckt. Letzteres Verfahren läuft dagegen größtenteils automatisiert und ohne ein Umstecken der Substrate ab. Somit werden je nach Verfahren unterschiedliche Anforderungen an die verwendeten Bäder gestellt. Um eine metallische Oberfläche elektrochemisch beschichten zu können, bedarf es einer Vorbehandlung des Grundkörpers bestehend aus der Entfettung, dem Beizvorgang und der Dekapierung. Die Entfettung dient einer ersten Reinigung des Werkstücks. Dabei muss die Reinigungslösung unterschiedliche Anforderungen erfüllen. Sie sollte die Oberflächen- und Grenzspannung reduzieren, ein Komplexbindevermögen für eingetragene Metallionen aufweisen, ein hohes Schmutztragevermögen haben und eine Verseifungswirkung erzielen. Während des Beizvorgangs wird eine metallisch reine und oxidfreie Oberfläche durch das Eintauchen in eine Säure oder Lauge erzeugt. Die Dekapierung erfolgt unmittelbar vor der Galvanisierung. Dabei werden störende Salzreste und dünne Oberflächenfilme über eine Neutralisierungsreaktion in einem Elektrolyten bei erhöhter Stromdichte und Temperatur entfernt. Zwischen jedem Arbeitsschritt muss das Werkstück gespült werden, um Flüssigkeitsreste des jeweils vorangegangenen Bades zu entfernen und die folgenden Bäder nicht zu verunreinigen. Anschließend ist das Werkstück bereit für die galvanische Metallabscheidung[19].

Nach T. W. Jelinek werden durch das Anlegen eines Gleichstroms zwischen den Elektroden Reaktionen eingeleitet und bei korrekter Einstellung der Prozessparameter und der Elektrolytzusammensetzung aufrechterhalten. Dabei führt die allgemeine Reaktionsgleichung $M^{z+} + z e^- \longrightarrow M$ zur Abscheidung des Metalls auf der Kathode. Die Faradayschen Gesetze bilden die physikalische Grundlage der Metallabscheidung. Zum einen ist die an der Kathode abgeschiedene Stoffmenge proportional zu der durch den Elektrolyten geflossenen Elektrizitätsmenge. Den Proportionalitätsfaktor bildet das elektrochemische Äquivalent \ddot{A}_e . Dieses ist definiert als

$$\ddot{A}_e = \frac{M}{z \cdot F} \quad (1-16)$$

und beschreibt die Masse, die von 1 C abgeschieden wird. Zum anderen verhält sich die aus verschiedenen Elektrolyten durch gleiche Elektrizitätsmengen abgeschiedene Stoffmenge wie ihre Äquivalentmassen. Aus diesen beiden Gesetzmäßigkeiten und unter Berücksichtigung des Wirkungsgrads η lässt sich die Masse m des abgeschiedenen Metalls als

$$m = \ddot{A}_e \cdot i \cdot t \cdot \eta \quad (1-17)$$

berechnen. Dabei beschreibt der Wirkungsgrad η , häufig auch als Stromausbeute bezeichnet, den prozentualen Anteil des Gesamtstroms, der für die Metallabscheidung an der Kathode oder der Metallauflösung an der Anode verwendet wird. Bei einer idealen Galvanisierung gilt, dass $\eta_{\text{Kathode}} = \eta_{\text{Anode}}$. Dies wird jedoch nur bei wenigen Elektrolyten erreicht. So muss externes Metall hinzugefügt werden, wenn $\eta_{\text{Kathode}} > \eta_{\text{Anode}}$, um der fortschreitenden Metallverarmung des Elektrolyten entgegenzuwirken. Aufbauend auf diesen Überlegungen lassen sich nun unterschiedliche Größen ableiten, die die Spannungs- und Stromverhältnisse während der Galvanisierung charakterisieren. Zur Analyse der Leitfähigkeit dienen der Dissoziationsgrad, welcher die Leitfähigkeit des Elektrolyten beschreibt und die Wandergeschwindigkeit der Ionen. Diese Überführung wird durch das zwischen den Elektroden entstehende Potenzial gefördert und durch die entstehenden Wasserhüllen um die Ionen gehemmt. Darüber hinaus steigt die elektrische Leitfähigkeit durch die zunehmende Teilchenbewegung bei höheren Temperaturen. Um die Leitfähigkeit unterschiedlicher Konfigurationen besser beurteilen zu können, wird die molare Leitfähigkeit Λ_{mol} definiert als Konduktivität σ bezogen auf die Stoffmenge n . Sie ergibt sich somit als

$$\Lambda_{\text{mol}} = \frac{\sigma}{n} = \frac{l}{R \cdot A} \cdot \frac{1}{n} \quad (1-18)$$

Die ablaufenden chemischen Reaktionen werden durch unterschiedlichste Phänomene gehemmt, die zusammenfassend als Polarisation bezeichnet werden und sich gegenseitig beeinflussen. Um die Metallabscheidung trotz dessen aufrecht zu erhalten, muss eine Spannung in Höhe der Klemmspannung angelegt werden. Diese definiert die notwendige Spannung zur Überwindung der Zersetzungsspannung durch Polarisierungseffekte und der inneren Widerstände durch den ohmschen Widerstand des Elektrolyten. All diese Phänomene werden in Stromdichte-Potentialkurven berücksichtigt,

welche die Arbeitsweise des Elektrolyten beschreiben. Sie können experimentell für Anode und Kathode bestimmt werden und bei der Findung der Parametereinstellungen für eine erfolgreiche Galvanisierung helfen[19].

Zusätzlich kann die Qualität der abgeschiedenen Metallschicht nach J. Lodermeyer durch eine Pulsabscheidung verbessert werden. Dabei wird die angelegte Spannung periodisch verändert, wie es in Abb. 1–9 dargestellt ist. Durch einen erhöhten Anfangsimpuls in Abb. 1–9 a) wird die Bildung von Keimen gefördert und eine dendritische Abscheidung verhindert. Durch eine regelmäßige Reduzierung der Stromstärke auf null, wie es in Abb. 1–9 b) zu sehen ist, werden Ruhephasen geschaffen und eine Relaxation der abgeschiedenen Schicht ermöglicht. So können innere Spannungen abgebaut werden und eine glatte Oberfläche wird gefördert. Darüber hinaus begünstigen mehrere kurze Vorimpulse mit entsprechenden Relaxationsphasen in Abb. 1–9 c) eine homogene Abscheidungen. Optimale Abscheidungsergebnisse werden durch das Pulsschema in Abb. 1–9 d) erzielt. Dabei wird die Bildung von Kristallisationskeimen durch einen Vorimpuls gefördert und das Keimwachstum durch einen geringen Impuls angeregt. In einem darauffolgenden anodischen Stromimpuls können Unregelmäßigkeiten entfernt werden. Abschließend dient eine Relaxationsphase der Förderung einer glatten Oberfläche[20].

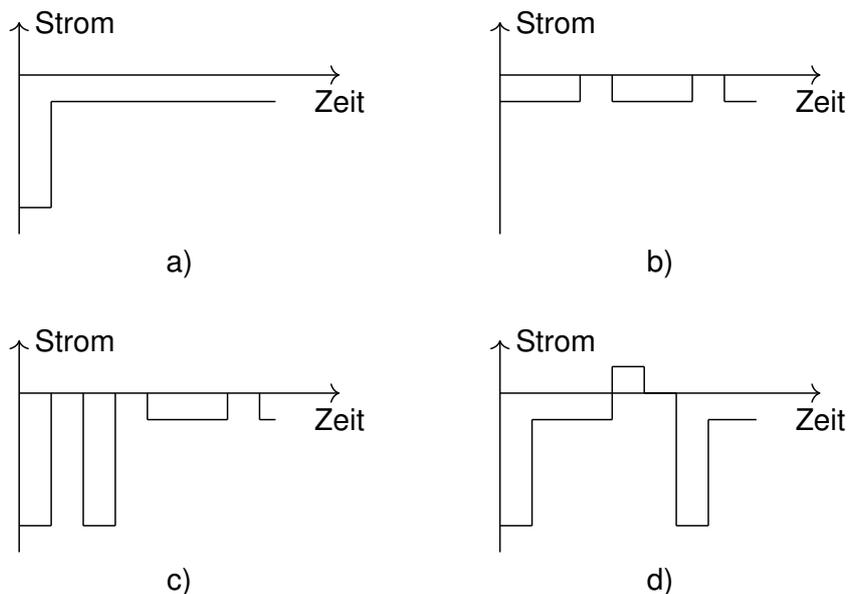
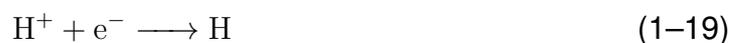
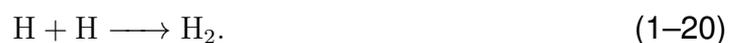


Abb. 1–9: Pulsabscheidungsverfahren (angelehnt an [20])

Nach T. W. Jelinek kommt es bei der Galvanisierung neben der Metallabscheidung unter bestimmten Bedingungen zu einer unerwünschten Wasserstoffabscheidung. Dieser bildet sich bei einer angelegten Überspannung durch die Konkurrenzreaktionen



und



Der Wasserstoff (H_2) entweicht als Gas oder lagert sich auf dem Substrat an. Für die Abscheidung edler Metalle wie etwa der galvanischen Verkupferung in saurem Milieu stellt dies kein Problem dar. Eine Erklärung liefert die elektrochemische Spannungsreihe. Nach dieser ist das Standardelektrodenpotential E^0 von Kupfer (Cu) ($E_{Cu^+}^0 = 0,521\text{ V}$, $E_{Cu^{2+}}^0 = 0,337\text{ V}$ [21]) größer als das Standardelektrodenpotential der Standardwasserstoffelektrode ($E_{H^+}^0 = 0,000\text{ V}$ [21]). Außerdem ist die Stromdichte während der Abscheidung vergleichsweise gering. Sollen jedoch unedle Metalle wie Aluminium (Al) ($E_{Al^{3+}}^0 = -1,662\text{ V}$ [21]) abgeschieden werden, die ein stark negatives Standardelektrodenpotential besitzen, werden die Wasserstoff(I)-Kationen (H^+) des wässrigen Elektrolyten zuerst abgeschieden. Dies hat in jedem Fall negative Auswirkungen auf die abzuscheidende Metallschicht und kann bis hin zu einer Versprödung führen[19].

Eine Alternative bieten nichtwässrige aprotische Lösungsmittel oder Salzschnmelzen, wie sie von J. Loder Meyer beschrieben werden. Die Anforderungen an diese Elektrolyte sind deutlich höher als an wässrige Lösungen. Sie sollten einen großen Flüssigkeitsbereich und einen niedrigen Dampfdruck besitzen, damit die Handhabung innerhalb des Prozesses praktikabel bleibt. Um bestmögliche Abscheidungsergebnisse zu erzielen, sollte das Lösungsvermögen für Kationen und Anionen hoch und die Viskosität gering sein. Außerdem sind ein breites elektrochemisches Potentialfenster und eine chemische sowie thermische Stabilität entscheidend. Aus diesem Grund sollten die Elektrolyten keine aktiven Wasserstoffbindungen enthalten. All diese Forderungen lassen sich zu einer zentralen Anforderung zusammenfassen. Maßgebend für eine erfolgreiche Abscheidung unedler Metalle aus nichtwässrigen aprotischen Lösungsmitteln ist die Ausbildung eines schwachen Komplexes zwischen Elektrolyt und gelöster Ionenspezies. Ohne diesen ist die elektrische Leitfähigkeit zu gering. Ist der Komplex zu stabil, ist sie zwar entsprechend hoch, eine Abscheidung ist aufgrund der Stabilität allerdings nicht möglich. Daraus ergeben sich unterschiedliche Verfahren, die zum Teil bereits in großtechnischem Maßstab angewendet wurden und in Tab. 1–4 aufgelistet sind[20].

Tab. 1–4: Galvanisierungsverfahren zur Abscheidung von Aluminium (Al) (entnommen aus [20])

Aluminiumquelle	Lösungsmittel	Name
$AlCl_3$ / LiH bzw. $LiAlH_4$	$C_4H_{10}O$	NBS-Bad
$AlCl_3$ / $LiAlH_4$	C_4H_8O	REAL-Verfahren
$AlBr_3$ + MBr bzw. R_4NBr	Aromaten	
$C_6H_{15}Al$ + $C_{12}H_{27}Al$ / KF	C_7H_8	SIGAL-Verfahren
$AlCl_3$ / LiCl (2:1)	C_2H_6OS	
$C_6F_9O_6Al$	CH_4O	
$AlCl_3$ / $AlBr_3$	$C_6H_{11}N_2Cl$ / $C_9H_{14}ClN$	Halogenaluminatschnmelzen

Besonders hervorgehoben seien das REAL-Verfahren und das SIGAL-Verfahren[20].

Bei ersterem werden Aluminiumchlorid (AlCl_3) oder Lithiumaluminiumhydrid (LiAlH_4) als Aluminiumquelle in einem Ether wie beispielsweise Tetrahydrofuran ($\text{C}_4\text{H}_8\text{O}$) gelöst. Vorteile liegen in der hohen Stromausbeute von bis zu 100 % und der Reinheit des abgeschiedenen Al. Nicht erwünscht sind allerdings die Entstehung der Gase H_2 und Chlorwasserstoff (HCl)[20].

Letzteres Verfahren wurde Mitte des vergangenen Jahrhunderts von H. Lehmkuhl und K. Ziegler entworfen, von der Siemens AG weiterentwickelt und patentrechtlich gesichert. Es werden metallorganische Verbindungen in Toluol (C_7H_8) gelöst[20]. Die metallische Aluminiumabscheidung findet unmittelbar aus den Aluminium(III)-Kationen (Al^{3+}) oder durch Reaktionen wie



und



statt[22]. J. Lodermeier beschreibt, dass auch bei diesem eine Stromausbeute von 100 % erzielt werden kann. Allerdings erfordert das Verfahren besonders hohe Sicherheitsvorkehrungen, da insbesondere die eingesetzten metallorganischen Aluminiumverbindungen selbstentzündlich sind. Die Betriebstemperatur sollte konstant zwischen 90 °C und 100 °C liegen. Dabei muss das Lösungsmittel über eine Kühlung wiedergewonnen werden. Damit die Qualität des abgeschiedenen Al nicht durch Oxidationsvorgänge beeinträchtigt wird, ist es zwingend erforderlich, dass der gesamte Prozess unter Schutzgasatmosphäre abläuft. Dazu bedarf es einer automatisierten und abgeschlossenen Anlage, mit entsprechender Sensorik zur Überwachung der Betriebsparameter und einer Prüfung auf Leckagen[20].

Auch die Galvanisierung von Kunststoffen stellt nach T. W. Jelinek eine besondere Herausforderung dar. Mit Ausnahme der intrinsisch leitfähigen Polymere weisen sie keine elektrisch leitende Oberfläche auf. Dennoch finden galvanisch beschichtete Kunststoffe in der Industrie vielfach Anwendung. Neben den technischen Vorzügen wie dem Abschirmungseffekt oder dem Schutz vor UV-Strahlung sind sie außerdem leichter und preiswerter als Metalle. Des Weiteren lassen sie sich aufgrund der gängigen Produktionsverfahren sehr schnell in großen Stückzahlen herstellen[19].

Der elektrochemische Beschichtungsvorgang von Kunststoffen ist zweigeteilt. Während der stromlosen Vorbehandlung werden die Polymere gebeizt oder geätzt, aktiviert und stromlos beschichtet. Danach erfolgt die elektrochemische Metallabscheidung[23]. Die größte Herausforderung besteht darin, eine ausreichende Haftfestigkeit zwischen abgeschiedener Metallschicht und dem Kunststoff zu schaffen[24]. Diese hängt ganz entscheidend von den Oberflächenmodifikationen infolge des Beiz- oder Ätzvorgangs ab. Wird in dieser Phase keine submikroskopisch gleichmäßige Porenstruktur erzeugt, wird das Polymer bei der anschließenden Beschichtung lediglich von dem Metall umhüllt und es wirken nur schwache Adsorptionskräfte[23]. Wie sich in der Praxis gezeigt

hat, ist eine mechanischen Aufrauung nicht ausreichend, um eine entsprechende Haftfestigkeit zu erzeugen. Es muss auf andere Verfahren zurückgegriffen werden. Standardmäßig findet eine nasschemische Beizung oder Ätzung des Grundsubstrats statt. Um die Wirkungsweise dieser Behandlung zu verstehen, bedarf es eines Blicks auf die chemische Struktur der Polymere. In der großtechnischen Anwendung wird zwischen zwei Verfahren unterschieden, die im Folgenden an den Beispielen des Acrylnitril-Butadien-Styrols (ABS) und des ungefüllten Polypropylens (PP) nach den Beschreibungen von R. Weiner et al. dargestellt werden.

Bei ABS handelt es sich um einen Thermoplasten bestehend aus drei Komponenten und zwei Phasen. Das Styrol-Acrylnitril-Copolymerisat bildet die kohärente harte Phase. Das Acrylnitril-Butadien-Copolymer ist als kautschukelastische Phase in der kohärenten Phase verteilt. Die Eigenschaften des ABS bestimmen sich unter anderem durch das Verhältnis der Stoffe innerhalb der jeweiligen Phase, dem Verhältnis der Phasen selbst, der Teilchengröße und des Pflopfgrads. Wird das ABS in eine Beize aus Chromschwefelsäure ($\text{H}_2\text{SO}_4/\text{CrO}_3$) getaucht, so greift das sechswertige Chrom (Cr) des Oxidationsmittels Chromtrioxid (CrO_3) die Doppelbindungen der Kautschukphase an. Da das kohärente Styrol-Acrylnitril-Copolymerisat doppelbindungsfrei ist und der enthaltene Benzolring (C_6H_6) äußerst widerstandsfähig ist, läuft die Verseifung der Nitrilgruppen (CN) deutlich langsamer ab als die Beizung der kautschukelastischen Phase. Es bildet sich eine aufgeraute Oberfläche mit submikroskopisch verteilten Kavernen, welche gute Voraussetzungen für die Aktivierung und stromlose Metallabscheidung bietet. Bei zu langer Beizung des Pflopfpolymerisats kommt es zur Überbeizung und damit zu einer unerwünschten Schädigungen der kohärenten Phase[23].

Auch PP ist ein Thermoplast, welcher jedoch nur aus dem Monomer Propen (C_3H_6) besteht. Dennoch weist das Polymerisat sowohl amorphe als auch teilkristalline Phasen auf. Durch die Behandlung mit einem Lösungsmittel aus der Gruppe der Chlorkohlenwasserstoffe wird die amorphe Phase aufgequollen. Durch eine anschließende Ätzung in stark phosphorsäurehaltiger Chromsäure ($\text{H}_3\text{PO}_4 + \text{H}_2\text{CrO}_4$) bei Temperaturen von $85\text{ }^\circ\text{C}$ bis $90\text{ }^\circ\text{C}$ werden diese Bereiche abgetragen. Sind die beiden Phasen gleichmäßig verteilt, können auch hier gute Voraussetzungen für die Verankerung der Metallbeschichtung geschaffen werden. Die Aktivierung führt durch eine Reduktion zu der Bildung von Keimen an den Wänden der entstandenen Kavernen. Dafür werden meist Edelmetalle wie Palladium (Pd) oder Ag verwendet, da sich diese nicht so schnell mit passiven Deckschichten überziehen[23].

Nach den Beschreibungen von B. Andreas findet bei Anwendung des Umsteckverfahren eine Sensibilisierung mit dem unspezifischen Reduktionsmittel Zinnchlorid (SnCl_2) in konzentrierter Salzsäure (HCl_{aq}) statt. Die Bekeimung erfolgt aus Palladiumchlorid (PdCl_2) oder Silbernitrat (AgNO_3) jeweils gelöst in konzentrierter HCl_{aq} . Dabei laufen die Reduktionsreaktionen



oder



ab. Nachteilig ist die Bekeimung der Substrathalterungen durch das unspezifische Reduktionsmittel[24].

Durch Verwendung alternativer Lösungen kann bei Nutzung eines Durchlaufprozesses verhindert werden, dass diese ebenfalls stromlos beschichtet werden. Darüber hinaus wird bei diesem Verfahren die Reihenfolge umgekehrt. Zunächst findet die Edelmetallisierung und erst danach die Reduktion statt. Dabei muss zwischen einer kolloidalen Aktivierung und der Aktivierung aus einem ionogenen System unterschieden werden. Bei ersterer kommt eine Lösung aus metallischem Pd mit Zinn (Sn) als Schutzkolloid zum Einsatz[24]. Um eine adäquate Aktivierung zu erzielen, ist ein pH-Wert zwischen 1,5 und 2,0 obligatorisch. Dadurch wird die Badinstandhaltung verhältnismäßig aufwendig. Erfolgt die Aktivierung hingegen in einem Bad aus metallischem Pd und einer Säure mit einem pH-Wert < 1 , wie es von D. Menz et al. entwickelt wurde, wird die Anpassung der Lösung vereinfacht. Auch eine Filtration ist nicht weiter notwendig, da das Pd nicht hydrolisieren kann[25]. Bei der ionogenen Aktivierung wird das Substrat in verdünnte HCl_{aq} oder Schwefelsäure (H_2SO_4) getaucht, die mit Palladium(II)-Kationen (Pd^{2+}) versetzt ist. Die Kationen des Pd werden von der Oberfläche des Polymers adsorbiert. Anschließend wird der Körper in ein Reduktionsmittel wie beispielsweise Hydrazin (N_2H_4) getaucht und die Ionen werden zu Metallkeimen reduziert[24].

Abschließend sei auf die Möglichkeit der Beizaktivierung hingewiesen, welche im Rahmen eines speziellen Durchlaufverfahrens erfolgt. Dabei findet die Aktivierung bereits in der Beize aus $\text{H}_2\text{SO}_4 / \text{CrO}_3$ statt, die mit Pd^{2+} versetzt ist. In der großtechnischen Anwendung findet nach der erfolgreichen Bekeimung des Substrats eine stromlose Metallabscheidung von Nickel (Ni) oder Kupfer (Cu) durch eine Reduktion statt. Das Substrat wird mit einer dünnen Metallschicht überzogen, die anschließend elektrochemisch verstärkt werden kann. Die stromlose Nickelabscheidung erfolgt meist mit Natriumhypophosphinat ($\text{NaPO}_2\text{H}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) oder Borwasserstoffen[24].

Bei der stromlosen Verkupferung wird in der Regel auf Formaldehyd (CH_2O) zurückgegriffen. Da neben der Hauptreaktion der Metallabscheidung weitere Nebenreaktionen ablaufen, liegt die Ausbeute häufig unter 50%. In Analogie zum Wirkungsgrad wird darunter der prozentuale Anteil des Reduktionsmittels verstanden, der für die Hauptreaktion genutzt wird. Die stromlose Metallabscheidung läuft auch dann weiter, wenn die Edelmetallkeime bedeckt sind, da sowohl Ni als auch Cu in der Lage sind die Reaktion zu katalysieren, solange sich auf ihrer Oberfläche keine nichtleitende Deckschicht bildet[24].

1.1.4 Raumfahrtmissionen

Neben den in erster Linie theoretischen Betrachtungen der vorhergegangene Kapitel sind experimentelle Untersuchungen unerlässlich, um die entstandenen Ideen und

aufgestellten Theorien unter realen Bedingungen zu prüfen. Auch die Raumfahrttechnik macht hierbei keine Ausnahme. Aus diesem Grund werden in Abs. 1.1.4.1, Abs. 1.1.4.2 und Abs. 1.1.4.3 einige ausgewählte Missionen beschrieben, die mit den in dieser Arbeit beschriebenen Subsystemen in enger Verbindung stehen.

1.1.4.1 Interplanetary Kite-craft Accelerated by Radiation Of the Sun (IKAROS)

Wie Y. Tsuda et al. beschreiben, stellte die Mission IKAROS der japanischen Raumfahrtagentur (JAXA) aus dem Jahre 2010, einen Meilenstein in der Erforschung des in dieser Arbeit betrachteten Antriebskonzepts dar. Das Raumfahrzeug wurde mit einem quadratischen Sonnensegel mit einer Fläche von 200 m^2 ausgestattet. Gefertigt wurde es aus einer $7,5 \mu\text{m}$ dicken Folie aus metallisiertem Polyimid (PI). Im Rahmen der Mission wurde erstmals nachgewiesen, dass der Strahlungsdruck auf ein Sonnensegel im Weltraum zu einer Geschwindigkeitsänderung führt. Dabei betrug die Kraft auf das Segel $1,12 \text{ mN}$ in einer Entfernung von 1 AE . Dieser Messwert entsprach 96% der Kraft, die für ideale Bedingungen berechnet wurde. Abweichungen ergaben sich aus Imperfektionen der Oberfläche[26].

Nach Y. Tsuda et al. erfolgte die Entfaltung des Segels in drei Schritten. Zunächst wurden vier Massen bei geringer Rotation des Satelliten separiert. Diese waren an den Spitzen des quadratischen Sonnensegels fixiert, welches wiederum um das Raumfahrzeug gewickelt war. In der quasi-statischen Phase wurde die Rotation erhöht und die Massen entfernten sich durch die Zentrifugalkraft, wodurch sich auch das Segel abwickelte. Durch angebrachte Stopper wurde verhindert, dass sich dieses bereits in der Fläche ausbreitete. Stattdessen bildete es ein Kreuz. In der dynamischen Phase wurden die Stopper entfernt und das Segel entfaltete sich in der Fläche. Durch die Verwendung der Pilotmassen konnte auf starre Stützstrukturen verzichtet werden. So wurde eine zusätzliche Reduktion der Masse erzielt. Die Form des Segels hielt sich allein durch Seile, die zwischen Satellit und Pilotmassen angebracht waren. Durch Messung der Zentrifugalkraft in einer der Massen konnte die Spannung des Segels durch Regelung der Rotationsgeschwindigkeit des Raumfahrzeugs aufrechterhalten werden[26].

1.1.4.2 LightSail 2

Die Mission LightSail 2 war eine im Jahre 2019 gestartete Mission, die von der Planetary Society gesponsert wurde. D. A. Spencer et al. beschreiben den Ablauf des Projekts von der Entwicklung bis hin zu den Missionsergebnissen. Bei dem Raumfahrzeug handelte sich um einen 3U CubeSat, dessen Antrieb aus einem Sonnensegel bestand. Dieses maß eine Seitenlänge von $5,6 \text{ m}$ bei einer Gesamtfläche von 32 m^2 . Gefertigt wurde es aus einer $4,5 \mu\text{m}$ dicken Folie aus Mylar, die mit Aluminium (Al) beschichtet wurde. Für den Transport in den Weltraum mussten die vier dreieckigen Segel nach einer Z-Faltung platzsparend verstaut werden. Die Entfaltung fand mit einem motorisierten Antrieb statt. Dabei waren die Segel an Triangular Retractable And Collapsible (TRAC) booms befestigt. Nachdem die Bodenstation ein Telekommando an den Satelliten sendete, wurde der Entfaltprozess gestartet. Bilder belegten, dass

der Vorgang erfolgreich abließ. Nach einiger Zeit kam es zu einer Verformung eines der TRAC booms. Das Segel wurde dadurch jedoch nicht sichtbar beschädigt[27].

Die Mission sollte nachweisen, dass sich das Antriebssystem über die Steuerung der Orientierung des Segels zur Sonne kontrollieren ließ. Der Vorgang ist schematisch in Abb. 1–10 dargestellt. Durch eine gezielte Rotation des Segels wurde der Strahlungsdruck der Sonne auf das Raumfahrzeug gesteuert, so dass es ohne weitere externe Kräfte zu einer sukzessiven Erhöhung des Apogäums käme und der Orbit mit der Zeit exzentrischer würde. Besonders effizient war der Antrieb nach diesem Schema, da sich das Perigäum im Punkt des größten Strahlungsdrucks befand[27]. In der Praxis konnte durch die aerodynamische Widerstandskraft der Atmosphäre auf das Raumfahrzeug eine Verringerung der großen Halbachse beobachtet werden. Nach J. Mansell et al. nahm diese im Mittel um $19,9 \text{ m d}^{-1}$ ab. Es gab jedoch auch Perioden, in denen sich dieser Effekt auf $7,5 \text{ m d}^{-1}$ reduzierte. Bei einer unkontrollierten Bewegung des Segels ergab sich hingegen eine Reduktion der großen Halbachse um $34,5 \text{ m d}^{-1}$ [28].

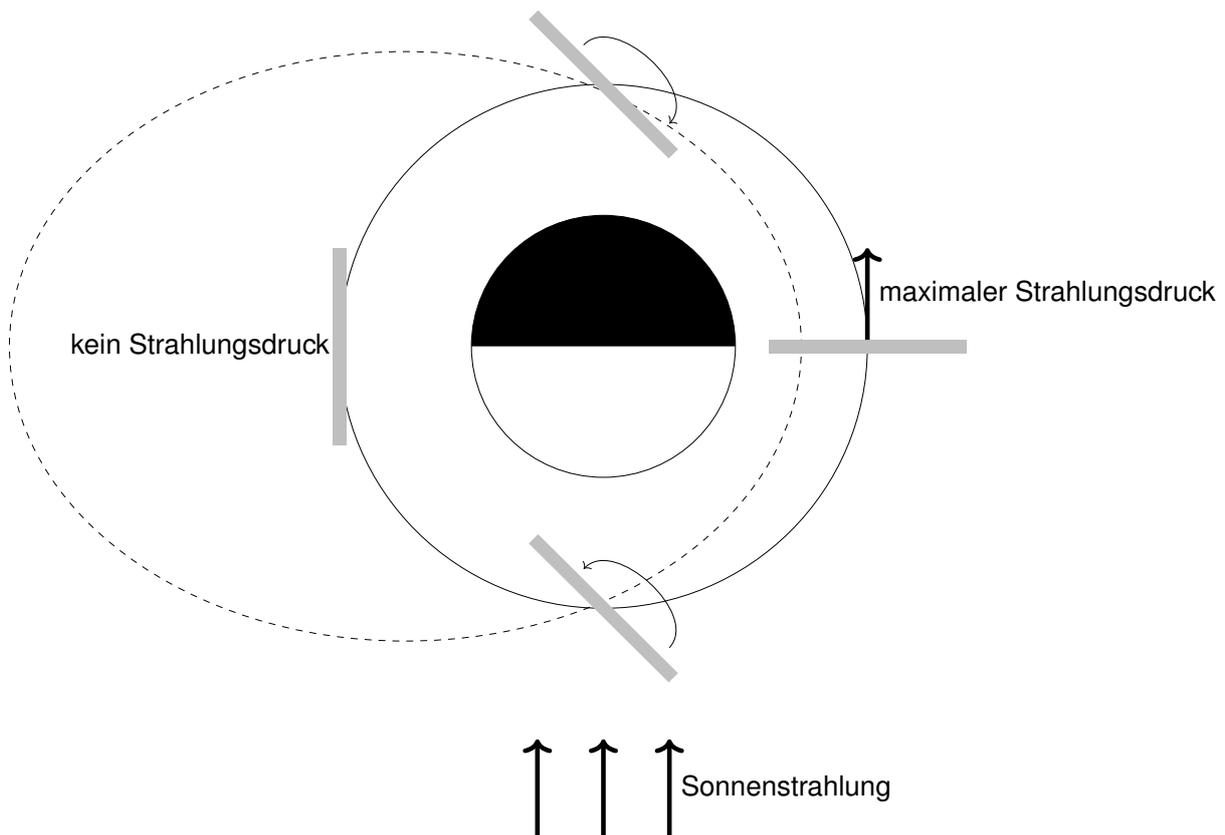


Abb. 1–10: Schematische Darstellung der Steuerung der Sonnensegel der Mission LightSail 2 (angelehnt an [28])

1.1.4.3 Mars Cube One (MarCO)

Die Mission MarCO aus dem Jahre 2018, wie sie S. Asmar und S. Matousek beschreiben, ebnete den Weg für eine neue Art der interplanetaren Kommunikation. Das

Hauptaugenmerk lag dabei auf kritischen Missionsabschnitten wie dem Eintritt, dem Abstieg und der Landung. Im Vorfeld der Mission war ein Eingriff des Bodenpersonals in Echtzeit nicht möglich. Stattdessen erfolgten die Manöver über vorprogrammierte Prozeduren. Dabei fand die Übertragung der Daten meist über einen Proximity Link zu Raumfahrzeugen in der Umlaufbahn oder direkt zur Erde statt. Dafür wurden jedoch große Parabolreflektoren benötigt, da das Link Budget der Landefähre in jedem Fall nur für die Übertragung in die Umlaufbahn ausgelegt war[29].

Nach S. Asmar und S. Matousek wurde für die Mission MarCO ein neues Konzept entwickelt, das auch als „carry your own relay“-Konzept bekannt ist. Parallel zu dem Start des Raumfahrzeugs wurden vier redundante CubeSats gestartet. Sie wurden in der Erdumlaufbahn separiert und bewegten sich selbstständig zum Mars. Diese Relaisstationen waren sowohl mit einer entfaltbaren UHF-Antenne ausgestattet, mit welcher das Signal der Landefähre empfangen werden konnte, als auch mit einem Receiver, einem Transponder und einem Transmitter. Darüber hinaus befand sich an der Seite der CubeSats eine flache Antenne für eine Übertragung zur Erde. Diese erfolgte im X-Band, so dass die Daten von den Stationen des Deep Space Network (DSN) empfangen werden konnten. Auf diese Weise wurde sowohl die Übertragung der Bestätigung der Sequenzausführung in Echtzeit übermittelt als auch eine nachträgliche Konstruktion der Flugbahn über ein Doppler-Profil ermöglicht. Ein derartiges Konzept könnte außerdem für Crosslink-Verbindungen zwischen mehreren Satelliten genutzt werden[29].

1.2 Verwandte Arbeiten

Wie die bisherigen Abschnitte zeigten, stellen die metallisierten Folien ein zentrales Element für die multifunktionale Verknüpfung der Subsysteme des Antriebs und der Kommunikation dar. Aus diesem Grund werden in Abs. 1.2.1 und Abs. 1.2.2 unterschiedliche Forschungsarbeiten vorgestellt, die sich mit der Metallisierung von Polyimid (PI) befassen und den Grundstein für die experimentellen Untersuchungen in Abs. 2 legen. Im Folgenden spielen dabei insbesondere die Oberflächenmodifizierungen eine Rolle, die sich sowohl aus einer nasschemischen Behandlung als auch aus einer Plasmabehandlung ergeben.

1.2.1 Oberflächenmodifizierung von Polyimid (PI) mittels nasschemischer Behandlung

Es kann festgehalten werden, dass bei Kenntnis des chemischen Aufbaus des zu beschichtenden Polymers erste Aussagen über die Auswirkungen der Beizung oder Ätzung gemacht werden können. Aus diesem Grund wird der Blick im Folgenden auf das für diese Arbeit relevante Polyimid (PI) gelenkt. Nach J. B. Calderón bezeichnet PI eine Klasse von Polymeren, die ihren Namen der heterozyklischen Imidgruppe verdankt. Diese ist maßgeblich für die Eigenschaften des PI verantwortlich, die in Kapitel 1.1.1 beschrieben wurden. Die allgemeine Struktur des Imids ist in Abb. 1–11 zu sehen. Man unterscheidet zwischen aliphatischen, alizyklischen und aromatischen Strukturen[12].

Die Herstellung erfolgt über eine Kondensation von Dianhydriden mit unterschiedlichen aromatischen Diaminen. Das PI, welches nachfolgend experimentell untersucht wird, entsteht aus einer zweistufigen Synthese. Das Pyromellitsäuredianhydrid ($C_{10}H_2O_6$) reagiert mit einem 4,4'-Oxydianilin ($C_{12}H_{12}N_2O$) in N-Methyl-2-pyrrolidon (C_5H_9NO). In der darauffolgenden nukleophilen Addition bildet sich ein Poly(pyromellitdianhydrid-co-4,4'-oxydianilin) ($C_{22}H_{14}N_2O_7$), kurz PAA. Durch Trocknung bei Temperaturen von 100 °C bis 400 °C entsteht das Endprodukt Poly(pyromellitdianhydrid-alt-4,4'-oxydianilin) ($C_{22}H_{10}N_2O_5$), wie es in Abb. 1–12 zu sehen ist. Basierend auf den Edukten wird diese Art des PI auch als PMDA-ODA bezeichnet[12].

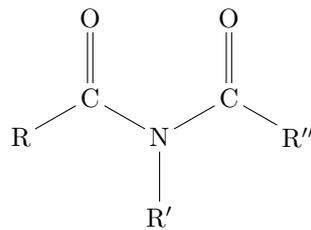


Abb. 1–11: Allgemeine chemische Struktur des Imids (angelehnt an [12])

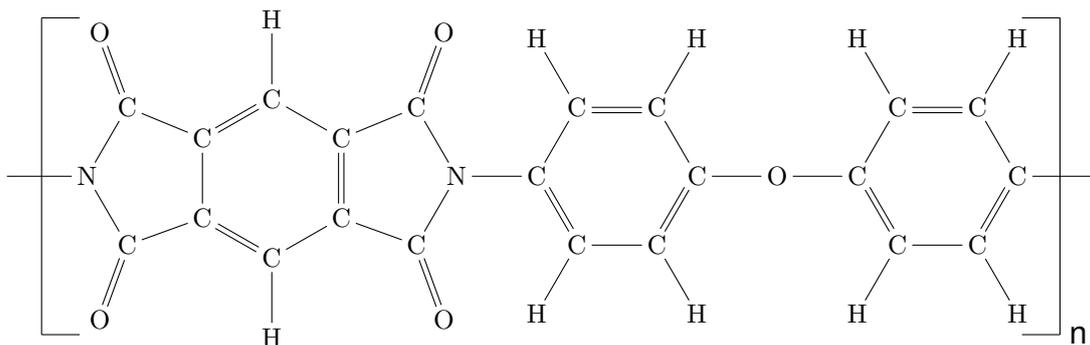


Abb. 1–12: Allgemeine chemische Struktur des PMDA-ODA (angelehnt an [12])

Nach H.-J. Ehrich erschwert die chemische Indifferenz dieser Substanz einen gezielten Angriff während der Vorbehandlung, weswegen die in Abs. 1.1.3.6 beschriebenen Verfahren nicht ohne weiteres angewendet werden können. Die besten Ergebnisse lassen sich innerhalb des alkalischen Mediums des ionogenen Aktivators erzielen, wie es bei der Herstellung gedruckter Schaltungen verwendet wird. In einer Hydrolyse wird zunächst die oberste Moleküllage durch das Alkali angegriffen und in eine Bicarbonsäure und ein primäres Amid gespalten. Im Aktivator wird das Metallsalz der Säure, welches in einem Nachbehandlungselektrolyten entsteht, in das entsprechende Palladiumsalz umgewandelt. Im Zuge der Reduktion wird das Pd^{2+} zum Element Pd und scheidet sich als Keim ab. Gleichzeitig wird die Bicarbonsäure zu einem bi-primären Alkohol umgewandelt. Die Keimbildung kann an jedem Stickstoffatom der Polyimidkette ablaufen. Entscheidend ist, dass die Adsorptionskräfte entsprechend hoch sind, damit eine ausreichende Haftung entsteht[30].

Ein solches Verfahren wurde durch H. Mahlkow und H.-M. Seidenspinner entwickelt und patentiert. Zunächst werden die Folien in eine Lösung aus Alkalihydroxid und

organischem Lösungsmittel getaucht. Nach einer Spülung werden sie in palladiumhaltigen Gemischen aktiviert und können anschließend elektrochemisch beschichtet werden. Um die Haftfestigkeit zu steigern, werden die Proben abschließend für 10 min bis 60 min bei 130 °C wärmebehandelt[31].

J. B. Calderón untersuchte die reversible Änderung des Benetzungsverhaltens von PI im Rahmen des Offsetdrucks durch eine einmolare Lösung aus Natriumhydroxid (NaOH). Die Ätzung erfolgte in zwei Schritten. Zunächst fand ein Aufquellen durch eine Reaktion der Imidgruppen zu Amid- und Carboxylgruppen statt. Die Amidgruppen wurden daraufhin gespalten und hydrolysiert, wodurch ein Teil der Kette abgetragen wurde. Über eine Messung des Kontaktwinkels konnte gezeigt werden, dass die freie Oberflächenenergie einer unbehandelten Probe aus PMDA-ODA von $(46,6 \pm 2,8) \text{ mJ m}^{-2}$ durch die Behandlung auf $(62,5 \pm 1,6) \text{ mJ m}^{-2}$ stieg. Das Verfahren der Kontaktwinkelmessung, sowie die Hintergründe der Berechnung der freien Oberflächenenergie und entsprechende Schlussfolgerungen werden in Abs. 2.1.2 erläutert. Mittels Rasterkraftmikroskopie wurde außerdem gezeigt, dass die mittlere Rauheit nach einer Behandlung in einer einmolaren Lösung aus NaOH für 10 min um 18 nm zunahm[12].

1.2.2 Oberflächenmodifizierung von Polyimid (PI) mittels Plasmabehandlung

Mit der Entwicklung der Plasmatechnologie hat sich ein neues Feld der Oberflächenmodifizierung geöffnet. Gegenüber den in Abs. 1.1.3.6 und Abs. 1.2.1 beschriebenen nasschemischen Behandlung hat die Plasmabehandlung den Vorteil, dass die Arbeit mit gefährlichen Substanzen auf ein Minimum reduziert wird.

D. Bhusari et al. untersuchten den Einfluss eines Plasmas der Gase Argon (Ar) und Ammoniak (NH_3) auf ein Polyimid (PI) des Typs BTDA-ODA-MPD[32]. Die Fertigung dieses Substrats erfolgt ähnlich zu der des PMDA-ODA aus Abs. 1.2.1. Unterschiede bestehen jedoch in den verwendeten Edukten. Hierbei finden Benzophenon-3,3',4,4'-tetracarbonsäuredianhydrid ($\text{C}_{17}\text{H}_6\text{O}_7$), kurz BTDA, 4,4'-Oxydianilin ($\text{C}_{12}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}$), kurz ODA und m-Phenylendiamin ($\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$), kurz MPD Anwendung[12]. Untersuchungen der Oberfläche nach erfolgter Behandlung zeigten, dass das NH_3 -Plasma primär chemische Veränderungen durch Bildung von Stickstoffeinheiten verursachte. Die Wirkung des Ar-Plasmas hingegen war in erster Linie physikalischer Natur. Sie äußerte sich durch eine gesteigerte Rauheit der Oberfläche. Wurde das Polymer zunächst mit dem Ar-Plasma und anschließend mit dem NH_3 -Plasma behandelt, so ließen sich diese Oberflächenmodifizierungen kombinieren. Die Untersuchungsergebnisse der Rasterkraftmikroskopie und der Röntgenphotoelektronenspektroskopie sind in Tab. 1–5 zu finden[32].

Das Polymer wurde zunächst mit Ar bei 0,33 mbar und 25 °C mit 50 W bis 400 W für 5 min behandelt. Der Volumenstrom des Gases betrug $200 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$. Anschließend wurde die Probe für 0,5 min bis 5 min bei 0,27 mbar und 150 °C mit dem NH_3 -Plasma behandelt. Bei einer Leistung von 30 W bis 80 W lag der Volumenstrom bei $20 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$. Nach der

Plasmabehandlung wurden die Proben mit einem Zinn (Sn)/Palladium (Pd) Katalysator bekeimt. Dabei zeigte sich eine Korrelation zwischen den entstandenen Stickstoffeinheiten und der Oberflächenkonzentration des Pd. Abschließend erfolgte die stromlose Verkupferung der Proben. Untersuchungen zeigten eine Verbindung zwischen Palladiumkonzentration und Kupferbeschichtung. Die 90°-Schälffestigkeit stieg infolge der Plasmabehandlung und war bei Kombination der Gase mit 65 N m^{-1} am größten[32].

Tab. 1–5: Änderung der quadratischen Rauheit R_q und der Oberflächenzusammensetzung des Polyimids (PI) nach einer Plasmabehandlung mit Argon (Ar) und Ammoniak (NH_3) (entnommen aus [32])

Plasma	P [W]	R_q [Å]	chemische Zusammensetzung [%]	
			C	O
-	-	4,2	15	4,1
Ar	150	175,5	22,9	7,6
NH_3	80	29,3	20,4	12,3
Ar & NH_3	150 & 30	183,2	21,4	12,5

Auch N. Inagaki et al. haben die verbesserte Adhäsion zwischen Kupfer (Cu) und plasmabehandeltem PI untersucht. Das Kapton H der Firma DuPont mit einer Dicke von $25 \mu\text{m}$ wurde zunächst in einem Ultraschallreiniger mit Aceton ($\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$) gereinigt. Die anschließende Plasmabehandlung erfolgte bei $0,13 \text{ mbar}$ für 3 min. Mit einem Entladestrom von 150 mA ergab sich eine Leistung von 90 W bis 150 W . Der Volumenstrom betrug $10 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$. Die Ergebnisse der Oberflächenanalyse sind in Tab. 1–6 dargestellt[33].

Sie ergaben sich aus Kontaktwinkelmessung, Rasterelektronenmikroskopie, Röntgenphotoelektronenspektroskopie und 180° -Schälffestigkeitsprüfung. Die freie Oberflächenenergie der Proben wurde mit dem Verfahren nach Owens, Wendt, Rabel und Kaelble (OWRK-Verfahren) bestimmt[33]. Die Hintergründe dieser Theorie werden in Abs. 2.1.2 beschrieben. Auch diese Untersuchungen kamen zu dem Ergebnis, dass eine Plasmabehandlung des PI zu einer verbesserten Haftfestigkeit durch chemische und physikalische Modifizierungen der Oberfläche führte. Außerdem wurde ersichtlich, dass eine Behandlung mit Ar, Stickstoffmonoxid (NO), und Stickstoffdioxid (NO_2) eine bessere 180° -Schälffestigkeiten ergab, als die Verwendung von Sauerstoff (O_2), Kohlenstoffmonoxid (CO), Kohlenstoffdioxid (CO_2)[33].

Insbesondere Plasmaanlagen unter Atmosphärendruck stellen durch den geringen technischen Aufwand und die schnellen Prozesszeiten eine vorteilhafte Alternative zur nasschemischen Behandlung dar.

S.-J. Cho et al. untersuchten die Modifikationen an Kapton der Firma DuPont mit einer Dicke von $125 \mu\text{m}$. Eine Parameterstudie ergab beste Oberflächenmodifizierungen

nach Behandlung mit einem Ar-Plasma bei einem Volumenstrom von $8000 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$ in Kombination mit einem O_2 -Plasma bei einem Volumenstrom von $40 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$. Dabei wurde mit einer Frequenz von $13,56 \text{ MHz}$ und einer Leistung von 600 W gearbeitet. Die Probe wurde in einem Abstand von 20 mm bei einer Geschwindigkeit von 10 mm s^{-1} mit 50 Wiederholungen überstrichen. Die Temperatur bei nichtthermischen Atmosphärendruckplasmaanlagen liegt zwischen $50 \text{ }^\circ\text{C}$ und $220 \text{ }^\circ\text{C}$. Der Kontaktwinkel sank durch die Behandlung von $73,0^\circ$ auf $13,1^\circ$. Die quadratische Rauheit nahm im Laufe der Behandlung von $14,77 \text{ \AA}$ auf $85,00 \text{ \AA}$ zu. Außerdem konnte über eine Röntgendiffraktion nachgewiesen werden, dass das Verhältnis der Kristallebene (111) zu (200) durch das O_2 -Plasma zunahm. All diese Modifikationen führten dazu, dass die Qualität der anschließenden Kupferbeschichtung stieg[34].

Tab. 1–6: Kontaktwinkel Θ , freie Oberflächenenergie γ_s , Mittenrauwert R_a , das Verhältnis von Sauerstoff zu Kohlenstoff O/C und die 180° -Schälfestigkeit $c_{schäl}^{180^\circ}$ des Kapton H nach Plasmabehandlung unter Verwendung von Argon (Ar), Stickstoff (N_2), Stickstoffmonoxid (NO), Stickstoffdioxid (NO_2), Sauerstoff (O_2), Kohlenstoffmonoxid (CO) und Kohlenstoffdioxid (CO_2) (entnommen aus [33])

Plasma	Θ [$^\circ$]	γ [mJ m^{-2}]	R_a [\AA]	O/C [-]	$c_{schäl}^{180^\circ}$ [N cm^{-1}]
-	$74,7 \pm 0,3$	37 ± 3	11,1	0,20	$0,73 \pm 0,06$
Ar	$11,4 \pm 0,9$	67 ± 3	16,3	0,39	$2,90 \pm 0,09$
N_2	$11,6 \pm 0,5$	65 ± 3	k.A. ¹	0,38	$2,20 \pm 0,09$
NO	$7,6 \pm 0,9$	69 ± 3	k.A. ¹	0,43	$2,20 \pm 0,01$
NO_2	$8,0 \pm 0,8$	69 ± 3	k.A. ¹	0,46	$2,10 \pm 0,08$
CO	$10,5 \pm 0,7$	67 ± 3	k.A. ¹	0,38	$1,20 \pm 0,06$
CO_2	$8,4 \pm 0,7$	67 ± 3	k.A. ¹	0,47	$1,20 \pm 0,01$
O_2	$9,6 \pm 0,5$	67 ± 3	13,7	0,42	$1,10 \pm 0,16$

¹ keine Angabe

1.3 Überblick

Die experimentellen Untersuchungen des folgenden Abs. 2 widmen sich der Beantwortung der Forschungsfragen dieser Arbeit. In Abs. 2.1.1 und Abs. 2.1.2 erfolgt die Entwicklung eines Fertigungsverfahrens für dünne Schichten basierend auf einer Lackierung mit anschließender galvanischer Verstärkung der Schicht. Aufgrund der Probleme bei der Abscheidung unedler Metalle, die in Abs. 1.1.3.6 thematisiert wurden, wird in dieser Arbeit auf eine Verkupferung zurückgegriffen. Eine große Rolle wird dabei auch die Oberflächenmodifizierung des Polyimids (PI) spielen. Die Bestimmung der Schichtdicke erfolgt über eine Wägung, wie sie in Abs. 2.2 beschrieben wird. Diese hat zum Ziel, die anschließenden Untersuchungsergebnisse adäquat einordnen zu können. Abs. 2.3.1 und Abs. 2.3.2 befassen sich mit der Untersuchung zentraler mechanischer Eigenschaften wie der Haftfestigkeit und Biegefestigkeit. Anschließend erfolgt die Bestimmung der Oberflächenrauheit in Abs. 2.4 und der Konduktivität in Abs. 2.5.



Dadurch können erste Rückschlüsse auf das Hochfrequenzverhalten der Strukturen getroffen werden, die insbesondere für simulative Zwecke nützlich sind und eine entsprechende Auslegung unterstützen. Abgeschlossen werden die Untersuchungen mit einer Analyse des thermischen Verhaltens der Schichten in Abs. 2.6. Abs. 2.7.1 und Abs. 2.7.2 beschäftigen sich zu guter Letzt mit der Strukturierung der Oberfläche und der Entwicklung eines ersten Wellenleiters. Dieser ließe sich in Form einer geschlitzten Hohlleiterantenne in die Stützstrukturen eines Sonnensegels integrieren.

2 Experimentelle Untersuchungen

Der zweite Teil dieser Arbeit beschäftigt sich mit der Herstellung eines Schichtverbunds, der als multifunktionale Raumfahrtstruktur für das Antriebs- und Kommunikationssystem eines Raumfahrzeugs genutzt werden kann. In Abs. 2.1.1 wird die Entwicklung des Verfahrens von ersten Voruntersuchungen bis zum finalen Prozess beschrieben. Die Betrachtung der Oberflächenmodifizierungen des Grundsubstrats wird in Abs. 2.1.2 betrachtet. Um die darauffolgenden Ergebnisse adäquat einordnen und bewerten zu können, ist die Bestimmung der Schichtdicke obligatorisch. Diese erfolgt über eine Wägung und wird in Abs. 2.2 beschrieben. Neben der Betrachtung zentraler mechanischer Eigenschaften wie der Haftfestigkeit in Abs. 2.3.1 und der Biegefestigkeit in Abs. 2.3.2 sollen auch die Oberflächenrauheit in Abs. 2.4 und die Konduktivität in Abs. 2.5 untersucht werden. Mit Abs. 2.6 werden die Untersuchungen der Beschichtung mit einem Blick auf das thermische Verhalten abgeschlossen. Dabei stehen die Einflüsse einer zyklischen Temperaturbelastung auf die Oberflächenstruktur und die Konduktivität im Mittelpunkt. Abgeschlossen wird dieser zweite Teil in Abs. 2.7.1 und Abs. 2.7.2 mit einer Betrachtung von unterschiedlichen Möglichkeiten der Integration von Hochfrequenzstrukturen in das Antriebssystem des Sonnensegels.

2.1 Entwicklung eines Fertigungsverfahrens für dünne Schichten

Die Wahl eines geeigneten Verfahrens ist bei der Fertigung funktioneller Strukturen von zentraler Bedeutung. Wie die Betrachtungen in Abs. 1.1.3 zeigten, spielen dabei sowohl die beteiligten Materialien als auch die Anforderungen an den Schichtverbund eine entscheidende Rolle. Dabei lassen sich die finalen Eigenschaften während der Fertigung in besonderem Maße beeinflussen. Aufgrund der technischen Einfachheit ist die Galvanisierung im Rahmen dieser Arbeit das Mittel der Wahl. Die elektrisch leitende Oberfläche soll dabei durch eine Lackierung erzeugt werden. Die Entwicklung dieses Verfahrens wird im Folgenden ausführlich in Abs. 2.1.1 beschrieben. Die Modifizierungen der Oberfläche werden in Abs. 2.1.2 beschrieben. Dabei findet sowohl eine nasschemische Behandlung Anwendung als auch eine Behandlung mittels Atmosphärendruckplasmas, wie sie bereits aus Abs. 1.2 bekannt sind.

2.1.1 Voruntersuchungen

Als Grundsubstrat stehen zwei Materialien zur Verfügung. Bei ersterem handelt es sich um ein biaxial orientiertes Polyethylenterephthalat (BO-PET) des Typs ES301035 von der Firma GoodFellow mit einer Dicke von $3,5 \mu\text{m}$ [35]. Das zweite Trägermaterial ist ein PMDA-ODA des Typs Kapton 20EN der Firma DuPont mit einer Dicke von $5 \mu\text{m}$ [36]. Die Herstellung dieses Materials wurde bereits in Abs. 1.2.1 näher beschrieben[12]. Entsprechend den Ergebnissen aus Abs. 1.1.1 ist das Kapton dem BO-PET vorzuziehen. Aufgrund der geringeren Kosten wird für erste Untersuchungen in diesem Abschnitt dennoch in erster Linie auf das BO-PET zurückgegriffen. Basierend auf den Erkenntnissen aus Abs. 1.1.3.6 kommt der Oberflächenmodifikation des Trägermaterials eine

große Bedeutung zu. Aus diesem Grund widmet sich Abs. 2.1.2 diesem Thema. Dabei werden insbesondere die Methoden aus Abs. 1.2.1 und Abs. 1.2.2 berücksichtigt.

Durch die chemische Indifferenz des PMDA-ODA, wie sie sich aus Abs. 1.2.1 ergibt, ist die Bekeimung mit herkömmlichen Verfahren nicht unmittelbar durchführbar. Deshalb wird auf eine Lackierung zurückgegriffen, um eine elektrisch leitfähige Oberfläche zu schaffen. Auch hierfür stehen zwei Möglichkeiten zur Auswahl. Die erste Variante liegt in einer Druckflasche vor und kann auf das Substrat aufgesprüht werden. Dieses Gemisch besteht aus 15 % bis 20 % Kupfer (Cu) gelöst in 25 % bis 30 % Aceton (C_3H_6O), 10 % bis 15 % n-Butylacetat ($C_6H_{12}O_2$), 1,9 % bis 5 % Xylol (C_8H_{10}) und 1 % bis 1,9 % n-Butanol ($C_4H_{10}O$). Als Treibgas wird Dimethylether (C_2H_6O) mit einem Anteil von 35 % bis 40 % genutzt[37]. Bei der zweiten Variante handelt es sich um ein Gemisch aus 40 % bis 45 % Cu in 25 % bis 30 % C_3H_6O und 25 % bis 30 % $C_6H_{12}O_2$ [38]. Dieser Lack kann durch Eintauchen des Werkstücks oder mittels eines Pinsels aufgetragen werden. Nach Angaben des Herstellers ist beiden Varianten ein Bindemittel beigemischt, das jedoch zu keiner Oxidation führt. Während des Trocknungsprozesses verflüchtigen sich die Lösungsmittel[39]. Aufgrund der gefährlichen Inhaltsstoffe sollte die Lackierung unter einem Abzug erfolgen.

Nach entsprechender Trocknung kann der Schichtverbund galvanisiert werden. Dabei bildet das zu beschichtende Substrat mit der Lackschicht die Kathode. Als Anode wird ein Kupferblech mit einer Größe von 150 mm × 100 mm verwendet. Somit besitzt sie in jedem Fall eine größere Fläche als die zu galvanisierenden Proben, wodurch eine homogene Abscheidung gefördert wird. Als Stromversorgung wird das Labornetzteil KD6005P der Firma Korad Technology Co., Ltd. genutzt. Bei dem verwendeten Elektrolyt handelt es sich um einen sauren Glanzkupferelektrolyt, welcher zusätzlich mit einem Glanzbildner versetzt ist. Sowohl der Elektrolyt als auch die beiden Lacke gehören der Marke Tifoo an und werden von der MARAWE GmbH & Co. KG vertrieben.

Im Rahmen dieser Arbeit entstanden eine Vielzahl von Schichtverbunden, die entsprechend ihres Trägermaterials in Tab. A–1, Tab. A–2 und Tab. A–3 im Anhang aufgelistet wurden. Diese enthalten zentrale Parameter der Galvanisierung wie Temperatur, Abstand der Elektroden, Spannung und Stromstärke. Des Weiteren sind auch etwaige Anmerkungen und Auffälligkeiten festgehalten. Die Benennung der Proben in den folgenden Abschnitten dieser Arbeit erfolgt unter Nutzung der Nummern, die in den Tabellen aufgeführt wurden.

Die Folie aus BO-PET war durch ihre Flexibilität und einen Hang zur statischen Aufladung schwierig zu handhaben. Deshalb wurde sie nach dem Grobzuschnitt auf einem silikonisierten Trennpapier positioniert. Dieses wurde im Vorfeld auf eine Größe von 100 mm × 100 mm zugeschnitten. Mit einer Lösung aus 94 % Ethanol (C_2H_6O) und einem Papiertuch ließ sich die Folie glattstreichen und gleichzeitig reinigen. Anschließend erfolgte der Feinzuschnitt mit einem Skalpell. Danach wurde der Verbund in einer eigens

angefertigten Sprühbox innerhalb des Abzugs positioniert und mit dem Kupferleitlack in der Druckflasche besprüht. Das silikonisierte Papier wurde mit Klebeband fixiert, um zu vermeiden, dass sich die Folie durch den Druck des Sprays bewegte.

Parallel dazu wurde auch die Beschichtung mit dem flüssigen Kupferleitlack getestet. Dazu wurden PI33 und PI34 mit einer Größe von $50\text{ mm} \times 20\text{ mm}$ in den Lack getaucht. Bei ersterer Probe bildeten sich lokal grobe Kupferablagerungen. Nach ausgiebiger Rührung des Lacks konnten diese geringfügig reduziert werden. Dennoch war das Ergebnis äußerst inhomogen und die Schicht von minderer Qualität. Eine mögliche Ursache könnten Alterungserscheinungen des Lacks gewesen sein, da es sich um einen Restbestand handelte. Darüber hinaus gestaltete sich die Handhabung schwierig, da der Lack alle Seiten der Probe beschichtete, durch die Schwerkraft nach unten floss und sich am Rand sammelte. Aufgrund dieser Probleme fokussierten sich die folgenden Untersuchungen stattdessen auf den Kupferleitlack in der Druckflasche.

Bei PET1 bis PET16 wurde zunächst der Einfluss der Sprühdauer untersucht. Nähere Informationen können der Tab. A–1 entnommen werden. Nach ersten Versuchen bildete sich eine inhomogene und schlecht haftende Kupferschicht. Durch längeres Schütteln der Sprühflasche konnte eine entsprechende Durchmischung des Inhalts erreicht werden und die Kupferschichten wiesen keine losen Kupferpartikel mehr auf. Bei einem Sprühabstand von 20 cm ergab sich ein Sprühstoß von 2 s als guter Richtwert, um eine makroskopisch deckende und homogene Schicht mit einer mittleren Dicke von $1,50\text{ }\mu\text{m}$ bis $2,36\text{ }\mu\text{m}$ zu erzielen. Die Bestimmung der Schichtdicke erfolgte über eine Wägung, wie sie in Abs. 2.2 thematisiert wird. War eine Lackschicht oberhalb von $5\text{ }\mu\text{m}$ gewünscht, wurde diese in mehreren dünnen Schichten aufgetragen. Dabei musste eine Zwischentrocknung von 5 min berücksichtigt werden, ohne welche die Qualität der Schicht abnahm und sich loser Kupferstaub auf der Oberfläche sammelte, wie es bei PET11 beobachtet werden konnte. Da der Lack nicht abriebfest war, durfte er nicht durch Reibung von losen Kupferpartikeln befreit werden. Bereits ein abtupfen der Folie unmittelbar nach der Lackierung trug einen erheblichen Teil der Kupferschicht ab. Auch eine Spülung ohne ausreichende Trocknung führte zu ähnlichen Resultaten. Eine erneute Wägung ergab, dass das Volumen der Kupferschicht dadurch um 75% bis 95% abnahm. Nach Rücksprache mit dem Hersteller sei eine Reinigung des Kupferleitlacks vor der Galvanisierung nicht notwendig[40]. Dennoch wurde die lackierte Folie nach ausgiebiger Trocknung in destilliertem Wasser (H_2O) gespült, um lose Kupferpartikel, Staub und andere Verunreinigungen zu entfernen. Dadurch sollte eine bessere Haftung zwischen Lack und galvanischer Kupferschicht erzielt werden.

Bei der Spülung ließen sich zwei Dinge beobachten. Zum einen wurde auch hier ein erheblicher Teil der vermeintlich fest verbundenen Kupferschicht abgespült. Die Folie war lokal nicht mehr mit Lack bedeckt. Folglich war die Haftfestigkeit ohne eine Vorbehandlung der Probe nicht ausreichend und musste gesteigert werden. Wie bereits eingangs erwähnt, wird dies in Abs. 2.1.2 ausführlich behandelt. Zum anderen zeigte sich, dass sich das silikonisierte Papier samt Folie bei Kontakt mit Flüssigkeit einrollte,

was eine Galvanisierung undurchführbar machte. Aus diesem Grund wurde das Papier bei PET6 vor der Galvanisierung entfernt. Daraufhin rollte sich die Folie zwar nicht ein, allerdings war aufgrund der Flexibilität keine vertikale Ausrichtung der Folie innerhalb des Elektrolyten möglich. Es konnte nicht gewährleistet werden, dass sie parallel zu der Kupferanode ausgerichtet war, wodurch es zu Inhomogenitäten der abgedruckten Schicht kam. Ab PET17 wurde deshalb eine Halterplatte mit einer Dicke von 3 mm aus Polyvinylchlorid ($[\text{C}_2\text{H}_3\text{Cl}]_n$) verwendet. Dieses ist gegenüber dem sauren Glanzkupferelektrolyten chemisch beständig und als Stützstruktur daher gut geeignet[41]. Die Platte wurde mit einer Bandsäge auf die Größe der Probe zugeschnitten und anschließend mit einem Messer entgratet. Mit doppelseitigem Klebeband wurde das silikonisierte Papier auf der Halterplatte fixiert. Dadurch konnte der Probe auch während der Lackierung zusätzlicher Halt gegeben werden. Die Ränder und die Rückseite der Platte wurden mit Kreppband abgeklebt, um zu verhindern, dass Flächen abseits der Folienoberfläche lackiert wurden. Zusätzlich wurden diese im Anschluss mit Ethanol-lösung und Wattestäbchen gereinigt. So wurde sichergestellt, dass die Galvanisierung nur auf der lackierten Oberfläche und nicht an entsprechend lackierten Randflächen erfolgte. Außerdem konnte dadurch die Qualität der Schichtdickenbestimmung verbessert werden.

Während der Trocknung des Kupferleitlacks kam es zu einer Oxidation der Oberfläche und es bildete sich eine nichtleitende Deckschicht. Messungen des Widerstands von PET33, PET34 und PET35 mit einem Multimeter des Typs 87V der Firma Fluke ergaben Werte jenseits von 200 k Ω . Aus diesem Grund war es erforderlich, dass die Probe samt Kontaktstelle vor der Galvanisierung in den Elektrolyten eingetaucht wurde, um durch die Benetzung einen Stromfluss zu ermöglichen. Bei dickeren Schichten war es ratsam, die Folie zunächst für 10 min stromlos in den Elektrolyten zu tauchen. Dadurch wurde die nichtleitende Deckschicht des Lacks entfernt.

Das hier beschriebene modifizierte Verfahren wurde an PET17 bis PET35 bei einer Probengröße von 60 mm \times 50 mm getestet und für sämtliche Proben etabliert. Nach der Reinigung erfolgte die Behandlung der Proben nur noch mit Handschuhen, um Verunreinigungen zu minimieren. Für die Galvanisierung wurden die Elektroden in einem Abstand von 50 mm parallel zueinander positioniert. Entsprechend den Vorgaben des Herstellers wurde die Spannung zunächst auf 1,00 V bis 1,50 V und die Stromdichte auf 1,00 A dm⁻² bis 2,00 A dm⁻² eingestellt[42]. Je nach angestrebter Schichtdicke wurde die Stromdichte anschließend flexibel angepasst. Nähere Informationen können Tab. A-1, Tab. A-2 und Tab. A-3 entnommen werden. Mit dieser Durchführung ließen sich zufriedenstellende Beschichtungsergebnisse erzielen. Allerdings kam es insbesondere bei PET22, PET34 und PET35 zu starken oxidativen Prozessen auf der Oberfläche der Kupferbeschichtung nach der Galvanisierung und Spülung. Diese äußerten sich in einem bräunlich gräulichem Anlaufen der Oberfläche, wie es in Abb. 2-1 zu sehen ist. Die Strukturen hatten meist eine wolkenartige Form und erstreckten sich bis zu den Grenzen, an denen sich die Folie während des Prozesses von dem silikonisierten Papier löste. Nach Rücksprache mit dem Hersteller haben diese Verfärbungen kei-

ne negativen Auswirkungen auf die mechanischen und elektrischen Eigenschaften der Schicht und seien rein optische Phänomene. Sie ließen sich durch Eintauchen in einen Kupferreiniger entfernen[40]. Dies führte jedoch nicht zu dem gewünschten Effekt. Die Anlauferscheinungen änderten zwar ihre Form, nahmen in der Intensität jedoch nur gering ab. Untersuchungen zeigten, dass sich die Verfärbung minimieren ließ, wenn die Trocknung langsam erfolgte und die Folie zunächst mit einem befeuchteten Tuch abgedeckt wurde. Abb. 2–1 lässt außerdem einige Falten erkennen, deren Ausprägung sich bei einer Verkleinerung der Probengeometrie verringern ließ. Auch ein Abplatzen der Verkupferung entlang dieser Falten war zu beobachten. Inwieweit sich dies durch eine Modifizierung der Oberfläche vermeiden lässt, soll unter anderem in Abs. 2.1.2, Abs. 2.3.1 und Abs. 2.3.2 untersucht werden.

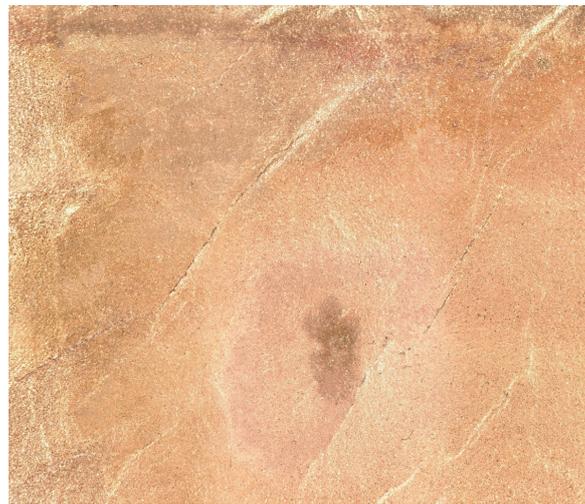


Abb. 2–1: Anlauferscheinungen nach Galvanisierung, Spülung und Trocknung von PET34 durch Oxidationsprozesse auf der Oberfläche

2.1.2 Oberflächenmodifizierung

Die Haftfestigkeit des Beschichtungsmaterials auf dem Substrat hängt entscheidend von dessen Oberflächenbeschaffenheit ab, wie es in Abs. 1.1.3.6 anhand des Galvanisierungsprozesses von Kunststoffen dargelegt wurde. Die Ergebnisse aus Abs. 2.1.1 zeigten, dass die Haftfestigkeit zwischen biaxial orientiertem Polyethylenterephthalat (BO-PET) und Kupferleitlack ohne weitere Vorbehandlung nicht ausreichte. Gleiches galt auch bei Verwendung von Kapton 20EN als Grundmaterial.

Eine Möglichkeit, die Haftfestigkeit zu verbessern, ohne das Substrat selbst zu verändern, war die Nutzung eines Haftprimers, wie er in Abs. 2.7.2 Anwendung fand. Für eine Verwendung in der Raumfahrt mit dem Ziel der Gewichtsreduzierung war dies allerdings nicht zielführend.

Eine Alternative stellte die mechanische Aufrauung dar. Dazu wurde PET13 mittels Schleifpapiers mit einer Körnung von 400 aufgeraut. Aufgrund der geringen Schichtdicke riss die Folie jedoch an mehreren Stellen. Der Fokus weiterer Untersuchungen

lag deshalb auf der nasschemischen Behandlung und der Oberflächenmodifizierung mittels Atmosphärendruckplasmas.

Für die nasschemischen Untersuchungen wurden sechs Proben aus Kapton 20EN mit einer Größe von $20\text{ mm} \times 10\text{ mm}$ in unterschiedlichen Lösungen behandelt. Anwendung fanden eine einmolare Lösung aus Natriumhydroxid (NaOH), eine Pufferlösung aus NaOH und Ethansäure ($\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$), Paraffin, N-Methyl-2-pyrrolidon ($\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}$), kurz NMP und γ -Butyrolacton ($\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_2$), kurz GBL. Somit wurde sowohl das basische als auch das saure Milieu abgedeckt. Die Behandlungsparameter sind Tab. 2–1 zu entnehmen. Die Behandlung in NaOH orientierte sich an den Untersuchungen von J. B. Calderón[12]. Die Verwendung der übrigen Lösungen erfolgte in enger Zusammenarbeit mit Tobias Abstreiter, dem Werkstattleiter des LRT der TUM und basierte auf Erfahrungswerten.

Tab. 2–1: Dauer t und Temperatur T der nasschemischen Behandlung des Kaptons

Lösung	NaOH	Puffer	Paraffin	NMP	GBL
t [h]	1	9	3	1	3
T [°C]	21,0	70,0	70,0	21,0	130,0

Die Auswirkung der nasschemischen Behandlung wurde durch eine Kontaktwinkelmessung mit anschließender Berechnung der freien Oberflächenenergie des Probenkörpers quantifiziert. Die Messung und Analyse erfolgte mit dem Kontaktwinkelmessgerät DSA25 und der zugehörigen Auswertungssoftware ADVANCE der Firma Krüss. Bei der Kontaktwinkelmessung handelt es sich um ein optisches Verfahren, bei dem ein Flüssigkeitstropfen auf der Probenoberfläche abgesetzt und analysiert wird, wie es in Abb. 2–2 dargestellt ist. Der Tropfen der Testflüssigkeit entstammte der Pipette im oberen Teil des Bilds. Die Messung erfolgte am liegenden Tropfen bei einem Aufsichtswinkel von 0° . Dabei wurde der Kontaktwinkel durch Anlegen einer Tangente durch den Tripelpunkt zwischen Probenoberfläche, Testflüssigkeit und Umgebungsluft gemessen. Das Vorgehen erfolgte entsprechend den Vorgaben der DIN EN ISO 19403-2[43]. So wurde gewährleistet, dass die Ergebnisse nachvollziehbar und vergleichbar waren. Insbesondere das zeitliche Verhalten des Tropfens wurde bei der statischen Messung nicht berücksichtigt, so dass ein definiertes Vorgehen umso wichtiger erschien.

Die nasschemisch behandelten Proben wurden für 24 h bei 22°C akklimatisiert. Dadurch wurde sichergestellt, dass etwaige Flüssigkeitsrückstände der Vorbehandlung verdunsteten. Eine Messung der Luftfeuchtigkeit erfolgte nicht.

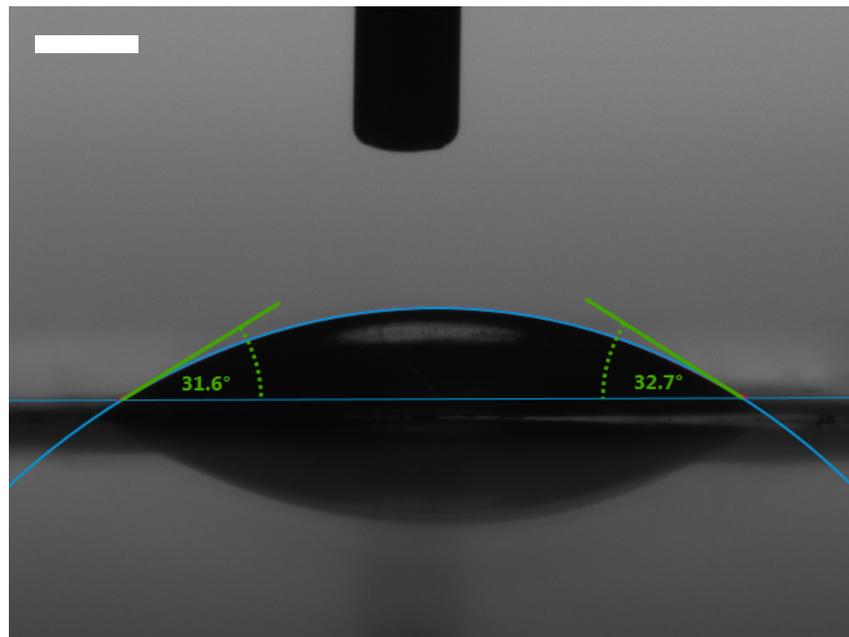


Abb. 2–2: Messung des Kontaktwinkels Θ mit destilliertem Wasser (H_2O) am liegenden Tropfen nach Behandlung des Kaptons in einmolarer Lösung aus Natriumhydroxid (NaOH) für 60 min und einer Ruhephase von 15 d

Pro Probe wurden je drei Tropfen von zwei Testflüssigkeiten analysiert. Auch wenn die Probenfläche kleiner war, als in der Norm geraten, konnte dennoch gewährleistet werden, dass sämtliche Tropfen an unterschiedlichen Positionen abgesetzt wurden. Die Verteilung erfolgte über die gesamte Oberfläche, um eine Aussage über die Homogenität der Modifizierung zu ermöglichen. Wie empfohlen, wurde auf die Testflüssigkeiten destilliertes Wasser (H_2O) und Diiodmethan (CH_2I_2) zurückgegriffen. Die Oberflächenspannung des destillierten H_2O beträgt $\gamma_{\text{H}_2\text{O}} = 72,8 \text{ mJ m}^{-2}$, welche sich auf einen dispersen Anteil von $\gamma_{\text{H}_2\text{O}}^{\text{d}} = 21,8 \text{ mJ m}^{-2}$ und einen polaren Anteil von $\gamma_{\text{H}_2\text{O}}^{\text{p}} = 51,0 \text{ mJ m}^{-2}$ aufteilt. CH_2I_2 hat eine Oberflächenspannung von $\gamma_{\text{CH}_2\text{I}_2} = \gamma_{\text{CH}_2\text{I}_2}^{\text{d}} = 50,8 \text{ mJ m}^{-2}$ und ist damit rein dispers[43]. Für erstere Testflüssigkeit lag das Tropfenvolumen bei $2,0 \mu\text{L}$ und für letztere bei $1,2 \mu\text{L}$. Die Dosierung erfolgte über ein softwaregesteuertes Dosiersystem für mehrere Flüssigkeiten. Die Temperatur lag zwischen $23,8 \text{ }^\circ\text{C}$ und $24,0 \text{ }^\circ\text{C}$ und wurde für jede Messung über einen PT100-Tempersensur gemessen.

Lag der Kontaktwinkel zwischen 20° und 110° erfolgte dessen Bestimmung über die Kegelschnittgleichung. Falls dies zu keinem zufriedenstellenden Fitting des Tropfens führte oder der Kontaktwinkel unterhalb von 20° lag, fand die Tangentengleichung Anwendung[43]. Schnitt die Basislinie während der automatischen Auswertung nicht den Tripelpunkt, so wurde diese manuell korrigiert. Die Messung erfolgte unmittelbar nach der Dosierung des Tropfens. Um eine qualitativ hochwertige Auswertung zu erhalten, wurde darauf geachtet, dass die Standardabweichung des mittleren Kontaktwinkels unterhalb von $\pm 3^\circ$ lag, sofern die Homogenität der Modifizierung dies zuließ.

Aus dem arithmetischen Mittelwert der drei Messungen pro Probe und Flüssigkeit wur-

de die freie Oberflächenenergie des Kaptons unter Aufspaltung in ihren dispersen und polaren Anteil berechnet. Nach den Vorgaben der DIN EN ISO 19403-2 fand dabei das Verfahren nach Owens, Wendt, Rabel und Kaelble (OWRK-Verfahren) Anwendung[43]. Das Verfahren basiert auf der Annahme, dass sich die freie Oberflächenenergie des Festkörpers γ_s aus einem dispersen Anteil γ_s^d und einem polaren Anteil γ_s^p entsprechend

$$\gamma_s = \gamma_s^d + \gamma_s^p \quad (2-1)$$

zusammensetzt[44]. Die dispersen und polaren Anteile resultieren dabei aus unterschiedlichen physikalischen Wechselwirkungen. Selbige Annahme gilt auch für die Oberflächenspannung der Flüssigkeit γ_l . Wechselwirkungen der dispersen Anteile der Flüssigkeit entstehen dabei nur mit den dispersen Anteilen des Festkörpers. Entsprechendes gilt auch für die polaren Anteile. Durch Bestimmung der beiden Beiträge weist die Kontaktwinkelmessung entscheidende Vorteile gegenüber anderen Verfahren wie der Testtintenmethode zur Bestimmung der freien Oberflächenenergie einer Probe auf[45]. Die Grenzflächenspannung zwischen Probenkörper und Testflüssigkeit γ_{sl} ergibt sich zu

$$\gamma_{sl} = \gamma_s + \gamma_l - 2 \cdot \left(\sqrt{\gamma_s^d \cdot \gamma_l^d} + \sqrt{\gamma_s^p \cdot \gamma_l^p} \right) \quad [44]. \quad (2-2)$$

Die Youngsche Gleichung

$$\gamma_s = \gamma_{sl} + \gamma_l \cdot \cos(\Theta) \quad (2-3)$$

stellt einen Zusammenhang zwischen der freien Oberflächenenergie des Festkörpers γ_s , der Oberflächenspannung der Flüssigkeit γ_l , der Grenzflächenspannung zwischen Probe und Flüssigkeit γ_{sl} sowie dem Kontaktwinkel Θ her[45]. Daraus folgt die Adhäsionsarbeit W_a mit

$$W_a = \gamma_l \cdot (1 + \cos(\Theta)) = 2 \cdot \left(\sqrt{\gamma_s^d \cdot \gamma_l^d} + \sqrt{\gamma_s^p \cdot \gamma_l^p} \right). \quad (2-4)$$

Durch Umformung dieses Terms zu

$$\frac{\gamma_l \cdot (1 + \cos(\Theta))}{2 \cdot \sqrt{\gamma_l^d}} = \sqrt{\gamma_s^p} \cdot \sqrt{\frac{\gamma_l^p}{\gamma_l^d}} + \sqrt{\gamma_s^d} \quad (2-5)$$

nimmt der Ausdruck die Form einer Geradengleichung an, welche für die Auswertung der freien Oberflächenenergie der Probe herangezogen wird[44]. Dabei ergibt das Quadrat der Steigung den polaren Anteil γ_s^p und aus dem Quadrat des Ordinatenabschnitts berechnet sich der disperse Anteil γ_s^d [43].

Die Ergebnisse der Untersuchungen sind in Tab. 2-2 zu finden. Es wurde ersichtlich, dass sowohl die Behandlung in Paraffin als auch in Pufferlösung zu einer leichten Erhöhung der freien Oberflächenenergie des Kaptons führten. Zu einer signifikanten mittleren Steigerung um 52,52% auf $(71,76 \pm 2,44) \text{ mJ m}^{-2}$ kam es infolge der Behandlung in einmolarer Lösung aus NaOH. Die Behandlung in Lösungen aus GBL und NMP leistete hingegen keinen nennenswerten Beitrag zur Erhöhung der freien Oberflächenenergie. Es schien sogar, dass das GBL einen negativen Einfluss auf diese hatte.

Tab. 2–2: Kontaktwinkel $\Theta_{\text{H}_2\text{O}}$ und $\Theta_{\text{CH}_2\text{I}_2}$ sowie freie Oberflächenenergie der Proben γ_s mit dispersem und polarem Anteil γ_s^d und γ_s^p nach nasschemischer Behandlung und einer Ruhephase von 24 h

System	$\Theta_{\text{H}_2\text{O}}$ [°]	$\Theta_{\text{CH}_2\text{I}_2}$ [°]	γ_s^d [mJ m ⁻²]	γ_s^p [mJ m ⁻²]	γ_s [mJ m ⁻²]
GBL	74,03 ± 1,98	45,97 ± 1,23	36,49 ± 0,67	6,50 ± 0,88	42,99 ± 1,55
-	74,20 ± 0,63	35,06 ± 2,41	42,00 ± 1,12	5,05 ± 0,35	47,05 ± 1,47
NMP	68,81 ± 1,72	38,64 ± 0,85	40,29 ± 0,42	7,78 ± 0,81	48,07 ± 1,23
Paraffin	63,56 ± 1,66	29,32 ± 2,02	44,50 ± 0,82	9,03 ± 0,83	53,53 ± 1,65
Puffer	60,50 ± 1,57	29,78 ± 0,79	44,31 ± 0,32	10,59 ± 0,80	54,91 ± 1,12
Natronlauge	18,24 ± 2,10	49,13 ± 2,36	34,76 ± 1,31	37,01 ± 1,13	71,76 ± 2,44

Um die Langzeitstabilität der Oberflächenmodifizierungen durch die nasschemische Behandlung zu beleuchten, wurde ein weiterer Satz Proben behandelt. Dessen Untersuchung erfolgte ceteris paribus nach einer Ruhephase von 15 d. Die Ergebnisse sind der Tab. 2–3 zu entnehmen.

Tab. 2–3: Kontaktwinkel $\Theta_{\text{H}_2\text{O}}$ und $\Theta_{\text{CH}_2\text{I}_2}$ sowie freie Oberflächenenergie der Proben γ_s mit dispersem und polarem Anteil γ_s^d und γ_s^p nach nasschemischer Behandlung und einer Ruhephase von 15 d

System	$\Theta_{\text{H}_2\text{O}}$ [°]	$\Theta_{\text{CH}_2\text{I}_2}$ [°]	γ_s^d [mJ m ⁻²]	γ_s^p [mJ m ⁻²]	γ_s [mJ m ⁻²]
Puffer	70,64 ± 2,04	46,02 ± 2,58	36,46 ± 1,40	8,06 ± 1,06	44,52 ± 2,46
Paraffin	76,96 ± 0,59	37,86 ± 2,82	40,67 ± 1,37	4,32 ± 0,36	44,99 ± 1,73
GBL 2	82,76 ± 0,26	30,45 ± 0,36	44,03 ± 0,15	1,96 ± 0,07	46,00 ± 0,22
-	74,20 ± 0,63	35,06 ± 2,41	42,00 ± 1,12	5,05 ± 0,35	47,05 ± 1,47
GBL 1	65,59 ± 2,01	39,27 ± 1,69	39,97 ± 0,84	9,42 ± 1,03	49,40 ± 1,87
NMP	66,01 ± 0,65	32,86 ± 0,77	43,00 ± 0,34	8,31 ± 0,32	51,30 ± 0,66
Natronlauge	35,06 ± 2,81	45,26 ± 2,94	36,87 ± 1,58	28,08 ± 1,77	64,96 ± 3,35

Dabei zeigte sich ein anderes Bild als nach vierundzwanzigstündiger Ruhephase. Wie erwartet, nahm die freie Oberflächenenergie der Proben mit voranschreitender Ruhephase ab. Unter Berücksichtigung der Standardabweichung hatte sich der Effekt der Oberflächenmodifizierung nach den Behandlungen in Pufferlösung und Paraffin sogar bis auf den Wert des unbehandelten Kaptons reduziert. Erstaunlich war, dass sich für die Behandlung in NMP gegenteiliges zeigte und es zu einer Erhöhung der freien Oberflächenenergie im Mittel um 9,03 % kam. An dieser Stelle sei angemerkt, dass die Behandlungsparameter im Vergleich zu Tab. 2–1 für die Langzeituntersuchungen teilweise angepasst wurden, um die Ergebnisse der Modifizierung zu verbessern. Die Behandlung des Kaptons mit der Pufferlösung erfolgte für nur 60 min unter Einwirkung eines Ultraschalls mit einer Frequenz von 130 kHz. Die Temperatur wurde dabei auf 75 °C erhöht. Mit Blick auf die Ergebnisse führte dies nicht zu der erwünschten Steige-

rung der freien Oberflächenenergie der Probe. Des Weiteren wurde die Behandlungszeit in Paraffin auf 2 h und in GBL auf 1 h verkürzt. Letztere Anpassung resultierte in einer leichten Steigerung der freien Oberflächenenergie trotz der längeren Lagerung von 15 d. Diese schien jedoch nicht zuverlässig aufzutreten, wie die Untersuchung einer zweiten Probe zeigte. Neben der freien Oberflächenenergie unterschieden sich diese beiden auch in ihrem Hang zur statischen Aufladung. Einzig die Probe nach Behandlung in der Lösung aus NaOH zeigte ein stabiles Langzeitverhalten. Nach 15 d lag die freie Oberflächenenergie mit $(64,96 \pm 3,35) \text{ mJ m}^{-2}$ deutlich über dem Wert der unbehandelten Probe.

Basierend auf diesen Ergebnissen wurden für die Untersuchungen in den folgenden Abschnitten beschichtete Proben verwendet, die für 60 min bei Raumtemperatur in einmolarer Lösung aus NaOH behandelt wurden.

Eine alternative Behandlungsmöglichkeit bietet die Technologie des Atmosphärendruckplasmas. Im Vergleich zu herkömmlichen Plasmaanlagen ist der technische Aufwand dabei gering, da für den Prozess kein Vakuum benötigt wird. Gegenüber der nasschemischen Behandlung kommt das Atmosphärendruckplasma außerdem ohne gefährliche Chemikalien aus. Wie in Abs. 1.2.2 beschrieben, ergeben sich durch die Nutzung unterschiedlicher Gase eine Vielzahl von physikalischen und chemischen Modifizierungsmöglichkeiten[32, 33, 34]. Diese konnten mit den vorhandenen Analysemethoden im Rahmen der Arbeit nicht explizit untersucht werden. Der Fokus lag deshalb auf den Auswirkungen der Modifikationen, die sich in einer Änderung der freien Oberflächenenergie der Proben äußerten.

Die Behandlung erfolgte mit einem Atmosphärendruckplasma der Firma Plasmacreat mit einem Generator des Typs FG5001. Die Zündung des Druckluftplasmas erfolgte bei 21 kHz und 280 V mit einer Stromstärke im Bereich von 6 A bis 20 A. Die Plasmacyclenzeit lag bei 100 %, so dass die Entladung kontinuierlich erfolgte. Die Geschwindigkeit des Verfahrtes betrug $6,0 \text{ m s}^{-1}$.

Für erste Untersuchungen wurden die Proben aus Kapton samt silikonisiertem Papier auf dem Verfahrtes positioniert und mit zwei Gewichten an den Enden beschwert, so dass sie sich unter Einwirkung des Plasmas möglichst wenig bewegten. Dennoch kam es zu einer erhöhten Faltenbildung im Laufe der Behandlung. Deshalb wurden die Proben vor der anschließenden Kontaktwinkelmessung mit einem Papiertuch und Isopropanol ($\text{C}_3\text{H}_8\text{O}$) geglättet. Die Messergebnisse der Kontaktwinkelmessung und die daraus resultierenden freien Oberflächenenergien der Proben dienten somit lediglich als Anhaltspunkt. Es wäre denkbar, dass die Reinigung zusätzliche chemische Modifikationen verursachte, die nicht weiter abgeschätzt werden konnten. Es ergaben sich freie Oberflächenenergien des Kaptons, die bis zu 20 mJ m^{-2} oberhalb der freien Oberflächenenergie der unbehandelten Probe lagen. Das Druckluftplasma schien also durchaus eine potenzielle Alternative zu der nasschemischen Behandlung zu sein.

Um die Qualität der Behandlung zu steigern, wurde eine Probenhalterung konstruiert, wie sie in Abb. 2–3 zu sehen ist. Diese wurde von der Werkstatt des Lehrstuhls für Medizintechnische Materialien und Implantate (MMI) der TUM gefertigt. Die Fixierung der Grundplatte (1) auf dem Verfahrtsch der Anlage erfolgte über zwei Schraubverbindungen (4). Die Probe (3) wurde mittig auf der Grundplatte positioniert. Durch ein Umknicken und Einklemmen der Enden zwischen Grundplatte und den verschraubten (5) Seitenplatten (2) konnte diese befestigt werden. So ergab sich eine definierte Bearbeitungsfläche von $50\text{ mm} \times 25\text{ mm}$. Die sechs Schraubverbindungen wurden versenkt, so dass der Schraubenkopf mit der Oberfläche der jeweiligen Platte abschloss, um Turbulenzen zu minimieren und eine homogene Behandlung der Probe zu ermöglichen.

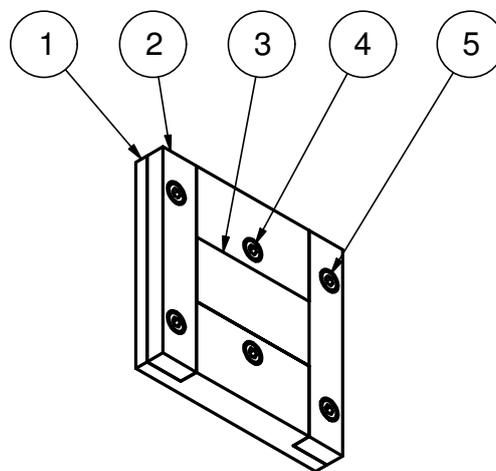


Abb. 2–3: Schematische Darstellung der Probenhalterung für die Plasmabehandlung

Mit dieser Halterung wurden die obigen Untersuchungen bei identischen Einstellungen der Plasmaanlage wiederholt. Der Abstand zwischen Düsenaustritt und Probenoberfläche sowie die Anzahl der Überfahrten wurde variiert. Die Ergebnisse können Tab. 2–4 entnommen werden. Durch die Halterung konnte die Faltenbildung infolge des Plasmas reduziert werden, so dass die Analyse der Oberfläche ohne Zwischenbehandlung erfolgte. Zwischen Plasmaaktivierung und der jeweils ersten Kontaktwinkelmessung lagen 3 min bis 5 min.

Bei einem Abstand von 40 mm zwischen Düse und Probenkörper ergab sich ein negativer Einfluss der Plasmabehandlung auf die freie Oberflächenenergie der Probe. Daraufhin wurde der Abstand auf 20 mm reduziert. Die Anzahl der Durchgänge wurde sukzessive erhöht. Je öfter das Plasma die Oberfläche überstrich, desto stärker war die Modifizierung. Diese beschränkte sich in erster Linie auf den polaren Anteil der freien Oberflächenenergie. Nach T. Willers und M. Jin werden durch eine Oxidation des Kaptons polare Gruppen in die Struktur eingefügt[45]. Bei 20 Wiederholungen traten unerwünschte makroskopische Veränderungen durch den thermischen Eintrag des Plasmas auf. Die Probe erschien ermattet und war steifer als zuvor. Anschließend wurde der Abstand zwischen Düsenaustritt und Probenoberfläche auf 30 mm erhöht. Da-

durch konnte die thermische Belastung der Oberfläche pro Durchgang reduziert werden. Um eine vergleichbare Modifizierung zu erzielen, musste die Anzahl der Durchgänge erhöht werden. Es ergab sich eine freie Oberflächenenergie der Probe von etwa 60 mJ m^{-2} . Die Anzahl der Überfahrten schien bei größerem Abstand einen deutlich geringeren Einfluss auf den Grad der Modifizierung zu haben. Diese erwies sich außerdem als äußerst inhomogen. Nach 40 Wiederholungen beschränkten sich die Inhomogenitäten auf den Randbereich und hatten somit keinen Einfluss auf die Bestimmung des Kontaktwinkels. Deshalb betrug die Standardabweichung hier nur $\pm 1,36 \text{ mJ m}^{-2}$ im Gegensatz zu den deutlich erhöhten Werten nach 20 und 30 Wiederholungen. Allerdings kam es bei dieser Probe zu ähnlichen makroskopischen Veränderungen, wie schon nach 20 Wiederholungen bei einem Abstand von 20 mm.

Tab. 2–4: Kontaktwinkel $\Theta_{\text{H}_2\text{O}}$ und $\Theta_{\text{CH}_2\text{I}_2}$ sowie freie Oberflächenenergie der Proben γ_s mit dispersem und polarem Anteil γ_s^d und γ_s^p nach Plasmabehandlung bei variierendem Abstand s und Anzahl der Durchgänge n

s [mm]	n [-]	$\Theta_{\text{H}_2\text{O}}$ [°]	$\Theta_{\text{CH}_2\text{I}_2}$ [°]	γ_s^d [mJ m^{-2}]	γ_s^p [mJ m^{-2}]	γ_s [mJ m^{-2}]
-	-	$74,20 \pm 0,63$	$35,06 \pm 2,41$	$42,00 \pm 1,12$	$5,05 \pm 0,35$	$47,05 \pm 1,47$
40	10	$76,24 \pm 0,55$	$51,59 \pm 4,48$	$33,38 \pm 2,52$	$6,41 \pm 0,76$	$39,79 \pm 3,29$
20	10	$51,47 \pm 1,57$	$45,14 \pm 3,85$	$37,70 \pm 1,47$	$18,12 \pm 1,14$	$55,83 \pm 2,62$
20	15	$36,47 \pm 0,97$	$42,23 \pm 0,74$	$38,47 \pm 0,39$	$26,43 \pm 0,57$	$64,89 \pm 0,95$
20	20	$36,64 \pm 2,90$	$34,19 \pm 2,33$	$41,26 \pm 1,38$	$26,15 \pm 1,39$	$67,41 \pm 2,77$
30	20	$47,69 \pm 8,29$	$35,54 \pm 2,16$	$42,24 \pm 0,99$	$18,31 \pm 4,68$	$60,55 \pm 5,67$
30	30	$46,64 \pm 6,65$	$33,76 \pm 5,73$	$42,59 \pm 2,59$	$18,74 \pm 3,89$	$61,34 \pm 6,48$
30	40	$51,84 \pm 2,06$	$26,93 \pm 0,66$	$45,44 \pm 0,25$	$14,74 \pm 1,11$	$60,18 \pm 1,36$

Unter Berücksichtigung der obigen Ergebnisse wurden für die folgenden Untersuchungen der kommenden Abschnitte Proben mit einer Behandlung bei einem Abstand von 20 mm und 15 Wiederholungen verwendet. Diese Kombination lieferte die größtmögliche Erhöhungen der freien Oberflächenenergie auf $(64,89 \pm 0,95) \text{ mJ m}^{-2}$, ohne dabei zu makroskopischen Veränderungen der Oberfläche durch den thermischen Eintrag zu führen.

Abschließend erfolgte eine Untersuchung der Oberflächenmodifizierungen infolge einer Laserbehandlung. Diese wurde durch Tobias Abstreiter mit einem Diodenlaser bei geringer Leistung durchgeführt. Für destilliertes H_2O ergab sich ein Kontaktwinkel von $(79,89 \pm 0,30)^\circ$. Für CH_2I_2 lag dieser bei $(37,92 \pm 1,26)^\circ$. Mit dem OWRK-Verfahren errechnete sich eine freie Oberflächenenergie der Probe von $(43,97 \pm 0,76) \text{ mJ m}^{-2}$ mit einem dispersen Anteil von $(40,64 \pm 0,61) \text{ mJ m}^{-2}$ und einem polaren Anteil von $(3,33 \pm 0,15) \text{ mJ m}^{-2}$. Im Vergleich zu den Werten der unbehandelten Probe mit einer freien Oberflächenenergie von $(47,05 \pm 1,47) \text{ mJ m}^{-2}$ bei einem dispersen Anteil von $(42,00 \pm 1,12) \text{ mJ m}^{-2}$ und einem polaren Anteil von $(5,05 \pm 0,35) \text{ mJ m}^{-2}$ zeigte sich ein negativer Einfluss der Behandlung auf die freie Oberflächenenergie des Kaptons. Die

Laserbehandlung spielte deshalb im weiteren Verlauf keine Rolle.

Basierend auf den Annahmen und Folgerungen des OWRK-Verfahrens lassen sich nach T. Willers und M. Jin die freien Oberflächenenergien der Proben in Form einer sogenannten Wetting Envelope veranschaulichen. Dabei werden die dispersen Anteile gegen die polaren Anteile aufgetragen. Bei zusätzlicher Kenntnis über die Oberflächenspannung des Lacks können Vorhersagen über das Benetzungsverhalten und daraus folgend auch über die Haftfestigkeit der Beschichtung getroffen werden. Sollten die Beiträge übereinstimmen, so kommt es zu einer vollständigen Benetzung des Substrats. Damit wird die anziehende Wechselwirkung zwischen Probenkörper und Lack maximal und die Grenzflächenspannung verschwindet. Diese verweist auf die inhärente Spannung der Lackierung und kann zu einer leichteren Ablösung der Beschichtung führen. Das Verschwinden der Grenzflächenspannung ist gleichbedeutend mit einem Kontaktwinkel von 0° [45]. Diese Tatsache wird bei der Erstellung der Wetting Envelope berücksichtigt. Eine unzureichende Benetzung der Probenoberfläche liegt vor, wenn die Oberflächenspannung des Lacks außerhalb der Kontur liegt, die sich für die freie Oberflächenenergie des Festkörpers ergibt. Liegt sie innerhalb, ist die Benetzung vollständig. Entscheidend ist das Verhältnis zwischen Adhäsionsarbeit der beiden Phasen W_{sl} und der Kohäsionsarbeit innerhalb des Lacks W_{ll} . Aus der Differenz der beiden ergibt sich der Spreizdruck p_{sl} . Ist dieser positiv, findet eine Benetzung der Oberfläche statt [46]. Unter Nutzung der Polarkoordinaten

$$R \cdot \cos(\varphi) = \gamma_1^d \quad (2-6)$$

und

$$R \cdot \sin(\varphi) = \gamma_1^p \quad (2-7)$$

lässt sich Gl. 2–5 umformen zu der charakteristischen Gleichung der Wetting Envelope

$$R(\varphi) = \left(\frac{2}{1 + \cos(\Theta)} \cdot \frac{\sqrt{\gamma_s^d \cdot \cos(\varphi)} + \sqrt{\gamma_s^p \cdot \sin(\varphi)}}{\cos(\varphi) + \sin(\varphi)} \right)^2 \quad [47]. \quad (2-8)$$

Die Bestimmung der Oberflächenspannung des flüssigen Kupferleitlacks erfolgte ebenfalls mit dem DSA25. Dazu wurde eine Messung am hängenden Tropfen durchgeführt, wie sie in Abb. 2–4 dargestellt ist. Zunächst wurde die Kanüle mit einem Durchmesser von 0,8 mm vermessen und das System kalibriert. Das Tropfenvolumen betrug 2,0 μL , so dass sich an der Spitze der Kanüle ein Tropfen bildete, der sich nicht ablöste. Um diesen zu analysieren, wurde die Basislinie auf den Übergang von Kanüle zu Tropfen gelegt. Mit der Young-Laplace-Gleichung

$$\Delta p = \gamma_1 \cdot \left(\frac{1}{r_1} + \frac{1}{r_2} \right) \quad (2-9)$$

lässt sich nach den Beschreibungen des Herstellers die Oberflächenspannung γ_1 bestimmen. Die Hauptkrümmungsradien r_1 und r_2 ergeben sich aus der Deformation des Tropfens durch den hydrostatischen Druck infolge der Gewichtskraft des Tropfens.

Die daraus resultierende Abweichung von der Kugelform kann durch das Verhältnis zwischen Gewichtskraft und der Oberflächenspannung bestimmt werden. Die exakte Tropfenform wird im Rahmen der Messung mit einer Graustufenanalyse ausgewertet. Die Bestimmung der Qualität des Tropfens erfolgt über einen Formfaktor. Dieser wird softwaregestützt ausgewertet und sollte zwischen 0,4 und 0,6 liegen. In dessen Berechnung gehen die Einflussgrößen Oberflächenspannung, Tropfenvolumen, Flüssigkeitsdichte und Erdbeschleunigung ein[48].

Für die durchgeführten Messungen resultierten Werte zwischen 0,57 und 0,59. Die Dichte betrug laut Hersteller $1,38 \text{ g mL}^{-1}$ bis $1,41 \text{ g mL}^{-1}$ [49]. Für den flüssigen Kupferleitlack ergab sich nach zehn Messungen je nach Zusammensetzung eine Oberflächenspannung von $17,69 \text{ mJ m}^{-2}$ bis $18,07 \text{ mJ m}^{-2}$. Für eine konservative Abschätzung wurde bei der weiteren Betrachtung der größere Wert verwendet, da dieser die höheren Anforderungen an das Substrat stellte. Die Oberflächenspannung ließ sich nicht in ihren dispersen und polaren Anteil aufspalten, weil die Messung unter Luftatmosphäre stattfand. Dazu wäre eine Messung in einem vollständig dispersen Medium erforderlich.

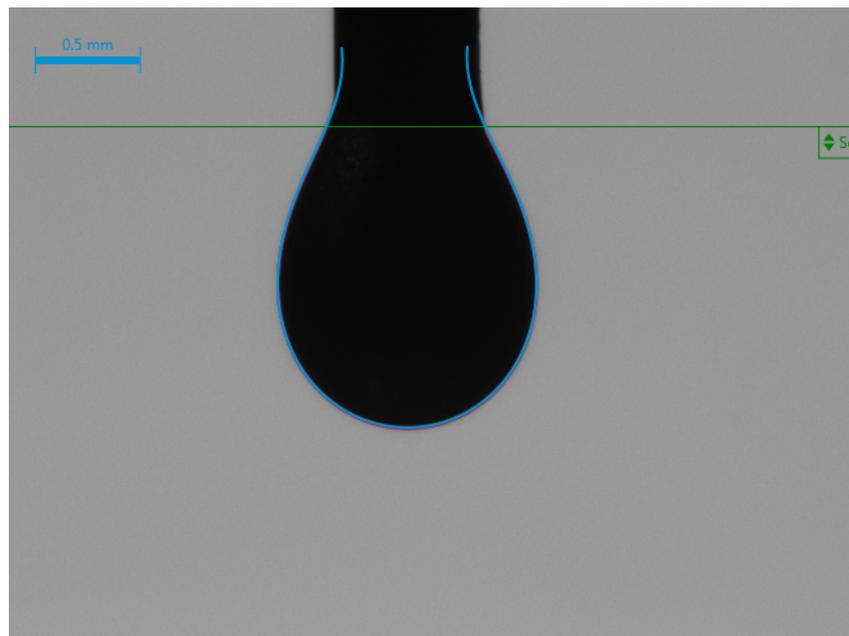


Abb. 2–4: Messung der Oberflächenspannung γ_1 des flüssigen Kupferleitlacks am hängenden Tropfen

Der Kupferleitlack in der Druckflasche konnte auf diese Weise nicht untersucht werden. Deshalb wurde dessen Oberflächenspannung theoretisch betrachtet. Dazu wurde die Annahme getroffen, dass sich diese bei guter Suspension des Kupfers (Cu) mit einem Anteil von 15 % bis 20 % näherungsweise als gewichtetes Mittel der Oberflächenspannungen der enthaltenen Lösungsmittel ergab, wie sie aus Tab. 2–5 entnommen werden können[37].

Tab. 2–5: Prozentualer Anteil und Oberflächenspannung γ_1 der Lösungsmittel Aceton (C_3H_6O), n-Butylacetat ($C_6H_{12}O_2$), Xylol (C_8H_{10}) und n-Butanol ($C_4H_{10}O$) des Kupferleitlacks unter Druck

Lösungsmittel	C_3H_6O	$C_6H_{12}O_2$	C_8H_{10}	$C_4H_{10}O$
Anteil [%]	25 bis 30[37]	10 bis 15[37]	1,9 bis 5[37]	1 bis 1,9[37]
γ_1 [$mJ m^{-2}$]	23,2[50]	61,3[51]	28,7[52]	69,9[53]

Das Treibgas Dimethylether (C_2H_6O) mit einem Anteil von 35 % bis 40 % ging nicht in die Berechnung ein, da dieses nicht unmittelbar an der Lackierung beteiligt war[37]. Auf diese Weise resultierte je nach Zusammensetzung eine Oberflächenspannung von $22,78 mJ m^{-2}$ bis $28,43 mJ m^{-2}$. Auch hier wurde für folgende Betrachtungen der Maximalwert verwendet.

Zur Überprüfung der Annahme wurde analog die Oberflächenspannung für den flüssigen Lack berechnet. Es ergab sich ein Wert zwischen $22,29 mJ m^{-2}$ und $25,35 mJ m^{-2}$. Dieser lag oberhalb des experimentell ermittelten Ergebnisses. Mit Blick auf das Alter des Lacks ist dies durchaus überraschend. Suspensionen zeigen üblicherweise Alterungserscheinungen wie etwa Sedimentationen, wie sie K. Paciejewska beschreibt[54]. Diese könnten auch eine mögliche Erklärung für das unzureichende Beschichtungsverhalten auf PET33 und PET34, wie es in Abs. 2.1.1 beschrieben wurde, liefern. Die Kupferpartikel agglomerieren und beginnen zu sinken. Dadurch nimmt die Heterogenität der Suspension zu[54]. Somit ist die Grenzflächenenergie des Kupfers nicht mehr zu vernachlässigen. Für elementares Cu liegt sie in Abhängigkeit der Kristallstruktur zwischen $1952 mJ m^{-2}$ und $2237 mJ m^{-2}$ [55].

Dennoch war die Annahme für die hier verwendeten Zwecke ausreichend, da es nur um eine grobe Abschätzung des Benetzungsverhaltens ging. Vielmehr sollte das Verfahren exemplarisch dargestellt werden. Darüber hinaus erfolgt in Abs. 2.3.1 eine qualitative Bestimmung der Haftfestigkeit und damit des Beschichtungsverhaltens des Lacks in der Druckflasche.

Um auch ohne eine Bestimmung der dispersen und polaren Anteile der Oberflächenspannung eine Aussage über das Benetzungsverhalten der Lacke machen zu können, wurden sämtliche Kombinationen der Beiträge in der Wetting Envelope berücksichtigt. Dabei ergaben sich die höchsten Anforderungen an die Substratoberfläche bei vollständiger Benetzung als Gerade, basierend auf der Kurvenschar aller Wetting Envelopes für die ermittelte Oberflächenspannung des jeweiligen Lacks. In Abb. 2–5 ist dieser Sachverhalt exemplarisch für den flüssigen Lack mit elf Kurven der Schar dargestellt.

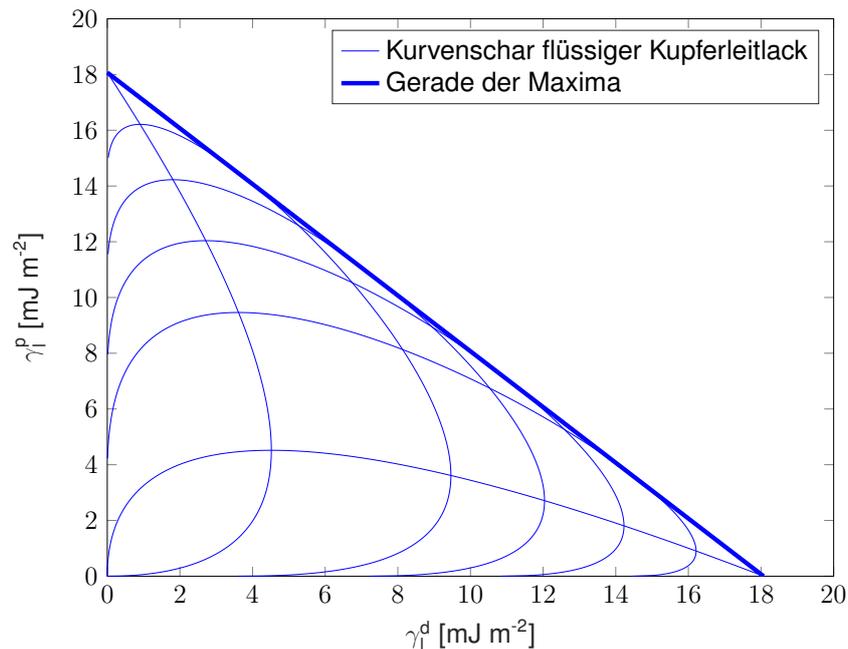


Abb. 2–5: Kurvenschar und Gerade aller Maxima der Wetting Envelopes mit der Oberflächenspannung γ_l des flüssigen Kupferleitlacks

In Abb. 2–6 ist die Wetting Envelope der unvorbehandelten Probe aus Kapton nach Gl. 2–8 mit einer freien Oberflächenenergie von $47,05 \text{ mJ m}^{-2}$ aufgetragen. Der disperse Anteil betrug $42,00 \text{ mJ m}^{-2}$ und für den polaren Anteil ergab sich ein Wert von $5,05 \text{ mJ m}^{-2}$. Außerdem sind die Geraden der Maxima, die sich aus den Kurvenscharen aller möglichen Kombinationen für die beiden Lacke ergaben, eingetragen. Gleiches erfolgte auch in der Abb. 2–7 mit der Wetting Envelope der plasmabehandelten Probe und der Wetting Envelope der Probe nach Behandlung in einer einmolaren Lösung aus NaOH in Abb. 2–8. Dabei galt stets die Forderung nach vollständiger Benetzung.

Es wurde ersichtlich, dass der flüssige Kupferleitlack die unbehandelte Probe nur vollständig benetzte, falls dessen disperser Anteil mindestens $10,79\%$ der freien Oberflächenenergie ausmachte und damit oberhalb von $1,95 \text{ mJ m}^{-2}$ lag. Für den polaren Anteil folgte daraus ein maximaler Wert von $16,12 \text{ mJ m}^{-2}$. Für eine vollständige Benetzung des Kupferleitlacks unter Druck ließ sich ein minimaler disperser Anteil von $27,93\%$ oberhalb von $7,94 \text{ mJ m}^{-2}$ bestimmen. Hier durfte der polare Anteil somit maximal $20,49 \text{ mJ m}^{-2}$ betragen. Für beide vorbehandelten Proben zeigte sich, dass sowohl der flüssige Kupferleitlack als auch der Lack unter Druck die Oberfläche vollständig benetzten.

Bei Betrachtung von Abb. 2–7 ließ sich feststellen, dass die maximale Oberflächenspannung eines Lacks zur vollständigen Benetzung der Probe $29,06 \text{ mJ m}^{-2}$ betragen durfte. Die Bestimmung der Oberflächenspannung wies somit eine Toleranz von $60,82\%$ im Falle des flüssigen Kupferleitlacks auf. Für den Lack unter Druck lag diese immerhin noch bei nur $2,22\%$. Bei einer Oberflächenmodifizierung durch eine Behand-

lung in einmolarer Lösung aus NaOH lagen die Toleranzwerte bei 92,36 % respektive 22,27 %. Selbst eine moderate Unterschätzung der Oberflächenspannung des Lacks durch obige Annahmen hätte dabei zu einer identischen Aussage über das Benetzungsverhalten geführt.

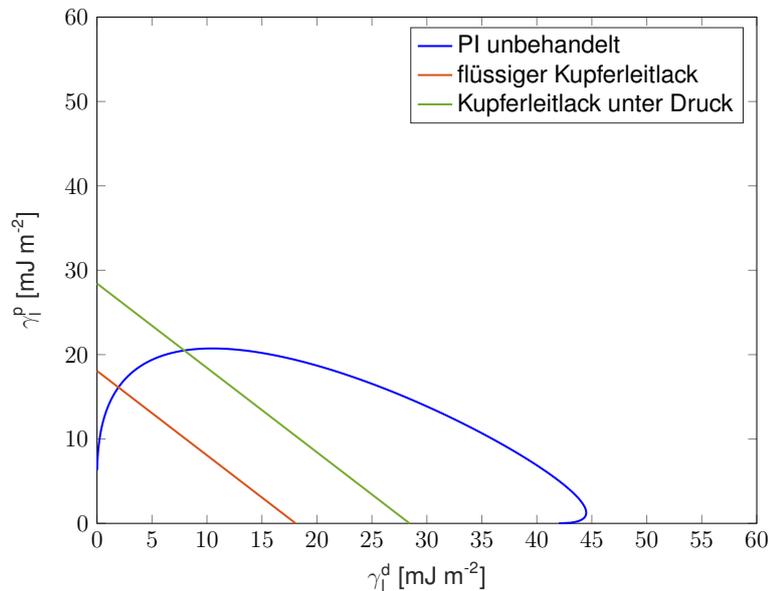


Abb. 2–6: Wetting Envelope einer unbehandelten Probe mit Darstellung der Oberflächenspannungen γ_1 des flüssigen Kupferleitlacks und des Kupferleitlacks unter Druck

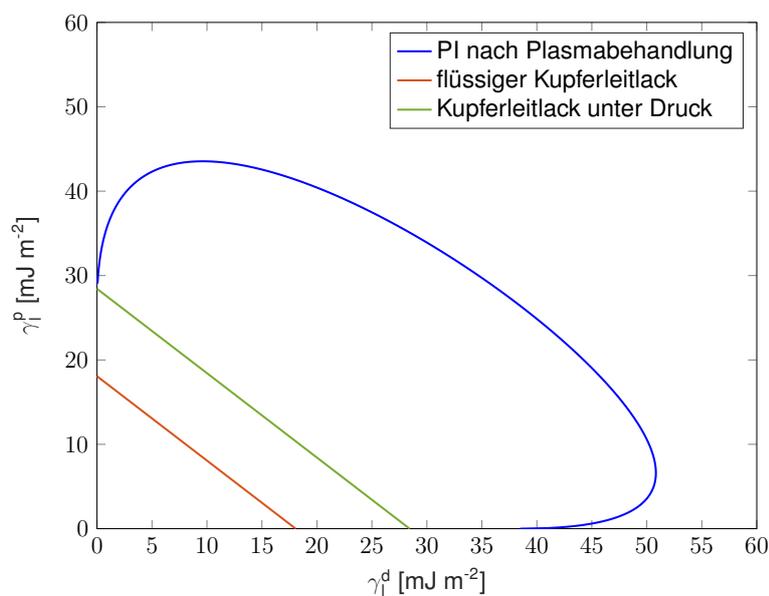


Abb. 2–7: Wetting Envelope einer Probe nach Plasmabehandlung mit Darstellung der Oberflächenspannungen γ_1 des flüssigen Kupferleitlacks und des Kupferleitlacks unter Druck

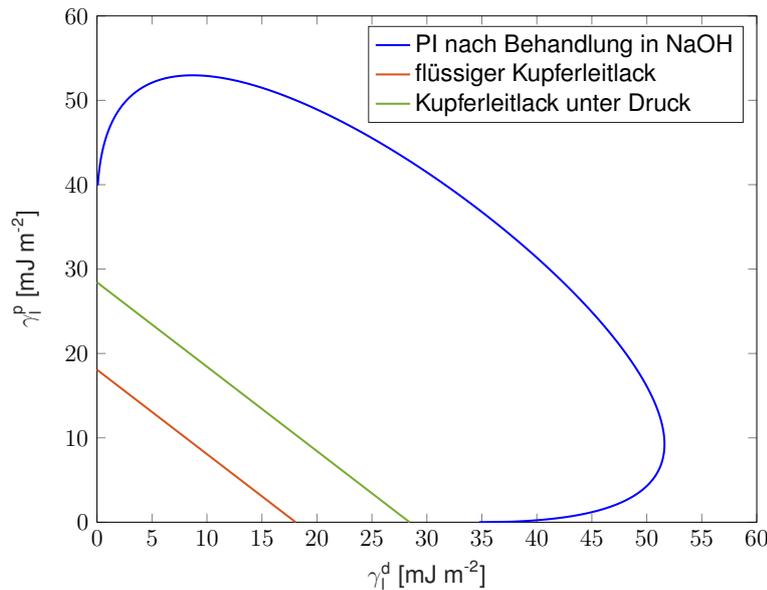


Abb. 2–8: Wetting Envelope einer Probe nach Behandlung in einmolarer Lösung aus Natriumhydroxid (NaOH) mit Darstellung der Oberflächenspannungen γ_i des flüssigen Kupferleitlacks und des Kupferleitlacks unter Druck

Basierend auf den hier gewonnenen Erkenntnissen dienen die Untersuchungen in Abs. 2.3.1 auch der Frage, ob es trotz vollständiger Benetzung beider vorbehandelter Proben zu qualitativen Unterschieden in der Haftfestigkeit der Schicht kommt. Dies wäre durchaus denkbar, da die Modifizierungen sich insbesondere in den dispersen und polaren Anteilen der freien Oberflächenenergien unterscheiden.

Mit dem hier dargestellten Verfahren wurde eine einfache Möglichkeit der Vorhersage von Benetzung und Haftung jeglicher Lacke und Kleber auf einem Grundsubstrat vorgestellt. Bei Kenntnis über die dispersen und polaren Anteile der Oberflächenspannung des Beschichtungsmaterials ließe sich die Qualität der Vorhersage noch erhöhen. Dies gilt insbesondere dann, wenn Verhältnisse existieren, bei denen es zu einem Wechsel von vollständiger zu unvollständiger Benetzung kommt, wie es sich in Abb. 2–6 ergab. Unter Berücksichtigung von Abs. 1.2.1 und Abs. 1.2.2 liegt darüber hinaus die Vermutung nahe, dass sich durch die zugrundeliegenden Oberflächenmodifizierungen auch die Haftung bei Verwendung anderer Beschichtungsprozesse verbessern lässt. Beispiele möglicher Verfahren wurden bereits in Abs. 1.1.3 vorgestellt. Es wäre durchaus denkbar, dass die Kavernen, welche infolge einer physikalischen Modifizierung entstehen, bevorzugte Keimbildungszentren darstellen und durch chemische Veränderungen der Oberfläche stärkere Bindungen zwischen Substrat und Beschichtung ausgebildet werden [56]. Eine detailliertere Betrachtung dieser Aspekte auf theoretischer Ebene erfolgt zu Beginn des Abs. 2.3.1.

2.2 Bestimmung der Schichtdicke

Ziel der Galvanostegie nach Abs. 1.1.3.6 ist es, dem Grundsubstrat bestimmte Eigenschaften des Überzugmetalls zu verleihen[19]. Bei dünnen Schichten hängen die physikalischen Eigenschaften des Schichtverbunds dabei stark von der Schichtdicke der jeweiligen Materialien ab[57]. Um die Untersuchungsergebnisse der folgenden Abschnitte auswerten und adäquat einordnen zu können, bedarf es somit einer Bestimmung der Schichtdicke. Für das verwendete Kapton war diese mit $5\ \mu\text{m}$ bekannt[36]. Für die Kupferbeschichtung musste sie für jede Probe einzeln ermittelt werden. Dafür wurde eine Wägung mit der elektronischen Feinwaage E1200S der Firma Sartorius Excellence durchgeführt. Diese hat eine Genauigkeit von $\pm 1\ \text{mg}$ [58]. Bei bekannter Dichte des Kupfers (Cu) ($\rho_{\text{Cu}} = 8,92\ \text{g cm}^{-3}$ [21]) lässt sich über den Massenzuwachs Δm unter Berücksichtigung der beschichteten Fläche A die Dicke der Schicht d nach

$$d = \frac{\Delta m}{\rho \cdot A} \quad (2-10)$$

berechnen[57]. Das Wiegen erfolgte dabei für jede Probe vor und nach der Lackierung, sowie nach der Galvanisierung. Dabei wurde eine ausreichende Trocknungszeit von mindestens 6 h berücksichtigt, so dass die Lösungsmittel des Lacks und Flüssigkeitsrückstände der Spülung restlos verdunstet waren. Bei Aktivierung der Waage erfolgte zunächst eine interne Kalibrierung. Um die Qualität der Wägung zu steigern, musste sie in einer möglichst ungestörten Umgebung ohne nennenswerte Luftbewegungen erfolgen. Dafür stand ein Windschutz zur Verfügung, der bei Bedarf über der Waage positioniert werden konnte[58].

Mit der Typ-A Messunsicherheit kann die Standardmessunsicherheit des Verfahrens aus der statistischen Auswertung der Messgröße mehrerer Einzelmessungen abgeschätzt werden. Dabei wird angenommen, dass sich die Streuung bei einer unendlichen Anzahl von Wiederholungsmessungen entsprechend einer Normalverteilung nach Gauß verhält. Der arithmetische Mittelwert $\overline{x_{\text{Gauß}}}$ der n Einzelmessungen x_i stellt entsprechend

$$\overline{x_{\text{Gauß}}} = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n x_i \quad (2-11)$$

die beste Schätzung des Erwartungswerts dar. Die empirische Standardabweichung des Mittelwerts $s(\overline{x_{\text{Gauß}}})$ beschreibt nach

$$s(\overline{x_{\text{Gauß}}}) = \frac{s(x_i)}{\sqrt{n}} = \frac{\sqrt{\frac{1}{n-1} \cdot \sum_{i=1}^n (x_i - \overline{x_{\text{Gauß}}})^2}}{\sqrt{n}} \quad (2-12)$$

die beste Schätzung der Standardmessunsicherheit $u_{\text{Gauß}}(x_i)$ [59].

Es wurden die Proben PI35, PI40 und PI42 untersucht. Dabei betrug die ideale Gesamtfläche der Proben $1500\ \text{mm}^2$ und die ideale lackierte Fläche $1250\ \text{mm}^2$. Je Pro-

be wurden fünf Messvorgänge durchgeführt. Die Daten sind der Tab. 2–6 zu entnehmen. Für eine Überdeckungswahrscheinlichkeit von 95 % wurde die Standardabweichung der Normalverteilung nach Gauß mit dem Erweiterungsfaktor $k_{\text{Gauß}} = 1,96$ multipliziert[60]. Unter Anwendung der Gl. 2–10 ergab sich mit

$$\Delta m = \Delta m_{\text{max}} = k_{\text{Gauß}} \cdot (s(\overline{X_{\text{Gauß},1}}) + s(\overline{X_{\text{Gauß},2}})) \quad (2-13)$$

eine maximale Typ-A Messunsicherheit der Schichtdicke des Lacks von $\pm 0,123 \mu\text{m}$ für PI40. Für PI41 betrug diese $\pm 0,035 \mu\text{m}$ und für PI42 betrug sie $\pm 0,070 \mu\text{m}$. Der Index 1 bezeichnete dabei den Zustand vor und der Index 2 den Zustand nach der Lackierung.

Tab. 2–6: Bestimmung des arithmetischen Mittelwerts $\overline{x_{\text{Gauß}}}$ und der empirischen Standardabweichung des Mittelwerts $s(\overline{x_{\text{Gauß}}})$ der Typ-A Messunsicherheit nach fünf Wägungen der lackierten Proben PI35, PI40 und PI42

Probe	m [mg] nach Wägung					$\overline{x_{\text{Gauß}}}$ [mg]	$s(\overline{x_{\text{Gauß}}})$ [mg]
	1	2	3	4	5		
PI40 vor Lackierung	97	97	97	98	97	97,2	0,2
PI40 nach Lackierung	119	117	117	117	116	117,2	0,5
PI41 vor Lackierung	98	98	98	98	98	98,0	0,0
PI41 nach Lackierung	120	120	119	120	120	119,8	0,2
PI42 vor Lackierung	99	98	99	99	99	98,2	0,4
PI42 nach Lackierung	116	116	116	116	116	116,0	0,0

Zur Berücksichtigung von Abweichungen der Probenfläche und der Toleranz der Feinwaage wurde die Typ-B Messunsicherheit betrachtet. Diese findet Anwendung, wenn sich der Einfluss der Eingangsgröße auf die Messgröße nicht aus der statistischen Auswertung mehrerer Einzelmessungen ergibt[59].

Die Vermessung des Zuschnitts erfolgte durch Nutzung eines Geodreiecks, dessen Genauigkeit auf 0,5 mm geschätzt wurde. Unter der Annahme, dass sich diese entsprechend einer Normalverteilung verhält, kann der mittlere Gesamtfehler der Fläche über eine Fehlerfortpflanzung nach Gauß entsprechend

$$\Delta A = \sqrt{\left(\frac{\partial A}{\partial a} \cdot \Delta a\right)^2 + \left(\frac{\partial A}{\partial b} \cdot \Delta b\right)^2} \quad (2-14)$$

berechnet werden[61]. Für die Gesamtfläche von 1500 mm^2 mit den Maßen $a = 60 \text{ mm}$ und $b = 25 \text{ mm}$ ergab sich eine Unsicherheit von $\Delta A_{\text{ges}} = 32,50 \text{ mm}^2$. Für die lackierte Fläche von 1250 mm^2 mit $a = 50 \text{ mm}$ und $b = 25 \text{ mm}$ folgte eine Unsicherheit von $\Delta A_{\text{red}} = 27,95 \text{ mm}^2$. Zu der Genauigkeit der Waage konnte keine Aussage über die Wahrscheinlichkeitsverteilung der Messunsicherheit gemacht werden, so dass von einer Rechteckverteilung ausgegangen wurde. Bei dieser ergibt sich der Schätzwert der Eingangsgröße x_i als Mittelwert

$$x_i = \frac{a_+ + a_-}{2} \quad (2-15)$$

aus Ober- und Untergrenze a_+ und a_- . Über den Zusammenhang

$$u_{\text{Rechteck}}(x_i) = \frac{a_+ - a_-}{\sqrt{3}} \quad (2-16)$$

lässt sich die Standardmessunsicherheit $u_{\text{Rechteck}}(x_i)$ berechnen[59]. Der Erwartungswert der Messunsicherheit der Waage betrug 0 mg. Die Standardabweichung ergab sich zu $\pm 0,58$ mg. Unter der Annahme einer Rechteckverteilung muss die Standardabweichung für eine Überdeckungswahrscheinlichkeit von 95 % mit dem Erweiterungsfaktor $k_{\text{Rechteck}} = 1,65$ multipliziert werden[60]. Nach Gl. 2-10 ergab sich mit

$$\Delta m = \Delta m_{\text{max}} = k_{\text{Rechteck}} \cdot 2 \cdot u_{\text{Rechteck}}(x_i) \quad (2-17)$$

und

$$A = A_i + \Delta A_i \quad (2-18)$$

eine maximale Messunsicherheit der Schichtdicke bei Lackierung der reduzierten Fläche von $0,17 \mu\text{m}$.

Der relative Gesamtfehler ergibt sich schlussendlich als Quadratwurzel aus den Quadratsummen der bestimmten Unsicherheiten für Typ-A und Typ-B[62]. Für PI40 folgt daraus ein relativer Fehler von 10,64 % bei einer Lackschicht von $1,973 \mu\text{m}$. Bei PI41 belief sich der relative Fehler auf 8,80 % bei einer Schichtdicke von $1,973 \mu\text{m}$ und bei PI43 auf 9,11 % bei $2,018 \mu\text{m}$. Da die Galvanisierung aller Proben PI1 bis PI56 auf einer Fläche von A_{red} erfolgte, galt hierfür ebenfalls die obige Typ-B Messunsicherheit von $0,17 \mu\text{m}$. Für die Galvanisierung konnte somit eine relative Abweichung aus Typ-A und Typ-B Messunsicherheit erwartet werden, die ebenfalls bei etwa 8 % bis 11 % lag. Für Proben, die auf der Gesamtfläche lackiert wurden, ergab sich eine Typ-B Messunsicherheit von $0,14 \mu\text{m}$ bei einer Überdeckung von 95 %. Der relative Gesamtfehler befand sich somit ceteris paribus unterhalb der relativen Abweichung bei Beschichtung der reduzierten Fläche. Dieser kann mit den verwendeten Verfahren weiter reduziert werden, wenn die Schichtdicke zunimmt.

Unberücksichtigt blieben Verunreinigungen, die zu einer Abweichung in der mittleren Dichte der Beschichtung führten. Durch die Arbeit in einer möglichst sauberen Umgebung sowie der Verwendung qualitativ hochwertiger und reiner Materialien konnte der Grad der Verunreinigungen reduziert werden. Auch eine gewissenhafte Spülung leistete ihren Beitrag. Der Fehler, der durch die Berechnung unter Verwendung der Dichte des Cu entstand, konnte somit in guter Näherung vernachlässigt werden.

2.3 Bestimmung der mechanischen Eigenschaften

Raumfahrtstrukturen sind während ihrer gesamten Lebensdauer extremen Belastungen ausgesetzt. Diese äußern sich beispielsweise durch starke Schwingungen während des Starts oder durch Belastungen infolge von umherfliegende Teilchen im All. Bei Defekt können die Strukturen nur unter größtem monetären und technischen Aufwand repariert oder ersetzt werden. Um eine ausreichende Lebensdauer zu sichern,

ist eine gewissenhafte Auslegung und adäquate Herstellung unerlässlich. Ablösungen oder Rissbildungen, die zu einem Funktionsausfall führen, müssen in jedem Fall vermieden werden. Aus diesem Grund sollen in Abs. 2.3.1 und Abs. 2.3.2 die zentralen Eigenschaften der Haftfestigkeit und Biegefestigkeit untersucht werden.

2.3.1 Bestimmung der Haftfestigkeit

Nach A. Bergauer und C. Eisenmenger-Sittner handelt es sich bei der Adhäsion eines Schichtverbunds um eine makroskopische Eigenschaft, die durch die Haftfestigkeit gekennzeichnet und durch unterschiedliche Faktoren beeinflusst wird. Zum einen hängt die Adhäsion zwischen Substrat und Beschichtung von den atomaren Bindungskräften in der Übergangszone ab. Zum anderen wird sie durch innere Spannungen im Verbund bestimmt, die entscheidend von den Werkstoffparametern abhängen. Auch die Beanspruchung spielt eine wichtige Rolle. Um die Auswirkungen dieser Faktoren besser zu verstehen, lohnt sich ein Blick auf die Bildung der Übergangszone während des Beschichtungsprozesses[57].

Treffen die Teilchen des Beschichtungsmaterials auf das Substrat, werden sie laut A. Bergauer und C. Eisenmenger-Sittner entweder unmittelbar reflektiert oder sie werden als Adatome lose gebunden und diffundieren über die Oberfläche. Von dieser können sie entweder desorbieren oder sie lagern sich als Keime an. Es kommt zum Schichtwachstum, falls die Anzahl der Adsorptionereignisse größer ist als die Anzahl der Desorptionereignisse. Neben der Substrattemperatur und der kinetischen Energie der Teilchen ist auch die Wechselwirkung zwischen Substratatom und Adatom entscheidend. Ist diese hoch, folgt eine hohe Keimdichte auf der Oberfläche des Substrats. Durch die Anlagerung weiterer Adatome wachsen diese zu Inseln und schließlich zu einem zusammenhängenden Film. Eine hohe Keimdichte sichert außerdem eine große Kontaktfläche zwischen Substrat und Beschichtung, die wenig Hohlräume aufweist. Damit steigt auch die Haftfestigkeit[57].

Nach D. M. Mattox können die so entstehenden Übergangszonen in sechs Kategorien eingeteilt werden. Ein abrupter Übergang ist durch eine Übergangszone von wenigen Atomlagen gekennzeichnet. Er entsteht, wenn die gegenseitige Löslichkeit der Materialien gering ist und es zwischen diesen zu keiner chemischen Reaktion kommt. Weist die Oberfläche Poren auf, in denen sich das Beschichtungsmaterial anlagern kann, spricht man von einem mechanischen Übergang. Sind die Materialien des Schichtverbunds ineinander löslich, so wird ein Diffusionsübergang gebildet. Dabei entsteht eine kontinuierliche Übergangszone der chemischen Zusammensetzung, wie es bei Metall-Metall-Schichtverbunden häufig der Fall ist. Kommt es neben der Diffusion auch zu chemischen Reaktionen zwischen den Schichtpartnern, entsteht ein Verbindungsübergang. Durch die eingetragenen Spannungen infolge volumetrischer Änderungen bei der Bildung dieser Phase sind derartige Schichtverbunde häufig spröde. Bei Überschreitung eines Spannungsgrenzwerts kann es durch mikroskopische Risse schlussendlich zu einer Ablösung der Schicht kommen. Diese Art der Verbindung tritt meist bei reaktiven Systemen auf, bei denen sich ein gemischter Oxidübergang ausbildet.

Von Pseudodiffusion wird gesprochen, wenn trotz mangelnder Löslichkeit der Materialien eine kontinuierliche Übergangszone gebildet wird. Diese resultiert aus einer hohen Energieeinwirkung infolge eines Ionenbombardements. Zu guter Letzt entsteht ein reaktiver Übergang durch ein kontrolliertes Auftreffen reaktiver Substanzen, wie es bei einem Schichtverbund aus Stahl und Titanitrid (TiN) der Fall ist[56]. In der Praxis weisen Schichtverbunde meist eine Kombination unterschiedlicher Übergangszonen auf[57].

Es lässt sich vermuten, dass dies auch für die in dieser Arbeit hergestellten Schichten der Fall ist. Die Untersuchungen von J. B. Calderón, D. Bhusari et al., N. Inagaki et al. und S.-J. Cho et al. zeigten, dass es infolge der hier durchgeführten Vorbehandlungen sowohl zu physikalischen als auch zu chemischen Oberflächenmodifizierungen kam[12, 32, 33, 34]. Es schien also durchaus naheliegend, dass es im Sinne eines mechanischen Übergangs zu einer bevorzugten Anlagerung der Kupferatome innerhalb der entstandenen Kavernen kam. Auch ist die Vermutung nicht unbegründet, dass die chemischen Veränderungen der Oberfläche zu einer Änderung der chemischen Bindungsstärke zwischen den Schichtmaterialien führten. Mit Blick auf die Ergebnisse des Abs. 2.1.2 schienen diese Effekte insbesondere bei Behandlung mit dem Druckluftplasma in einem Abstand von 20 mm mit 15 Wiederholungen und einer sechzigminütigen Behandlung in einmolarer Lösung aus Natriumhydroxid (NaOH) stark ausgeprägt zu sein. Mit den vorhandenen Mitteln ließen sich die Modifizierungen nicht genauer ermitteln. Eine quantitative Analyse könnte beispielsweise durch Rasterkraftmikroskopie und Röntgenphotoelektronenspektroskopie durchgeführt werden, wie sie in den Untersuchungen in Abs. 1.2.1 und Abs. 1.2.2 zum Einsatz kamen.

Im Folgenden wurde die Bestimmung der Haftfestigkeit rein qualitativ durchgeführt. Für dünne Schichten muss dabei bedacht werden, dass es durch Inhomogenitäten an den Grenzflächen zu örtlichen Abweichungen kommen kann. Da dieser Faktor nicht kontrollierbar ist, führen die Messmethoden in letzter Konsequenz meist zu empirischen Ergebnissen[57]. Die Auswahl eines geeigneten Tests wurde in erster Linie durch das dünne Kapton limitiert. Ritz- und Kratzprüfungen konnten nicht angewendet werden, ohne gleichzeitig auch das Grundsubstrat zu zerstören. Deshalb wurde ein Klebetest durchgeführt. Dabei musste beachtet werden, dass die Bindung zwischen Klebeband und Beschichtung unvollkommen war und zu Abweichungen der Ergebnisse führte[57].

Für den Test wurde ein Klebeband des Typs 4657 der Tesa SE verwendet. Zunächst wurde das Vorgehen an PI8 und PI43 getestet. Anschließend erfolgte die Bestimmung der Haftfestigkeit an den unvorbehandelten Proben PI51 und PI52 sowie an den plasmabehandelten Proben PI41 und PI42 mit 15 Wiederholungen bei einem Abstand von 20 mm. Die Einstellungen der Plasmaanlage blieben unverändert und finden sich in Abs. 2.1.2. Darüber hinaus wurden PI44 und PI47 nach einer Behandlung in einer einmolaren Lösung aus NaOH untersucht. Weitere Informationen können Tab. A-2 im Anhang entnommen werden. Die Schichtverbunde wurden so ausgewählt, dass die Schichtdicke sich möglichst stark ähnelte.

Je Probe erfolgten drei Messungen mit einem Klebestreifen der Größe $25\text{ mm} \times 10\text{ mm}$. Dieser wurde auf eine Probenfläche von $15\text{ mm} \times 10\text{ mm}$ geklebt und manuell für 60 s mit Druck belastet. Durch das gewissenhafte Anpressen sollten Unvollkommenheiten des Kontakts reduziert werden. Anschließend wurde das Klebeband innerhalb von 1 s in einem Winkel von 45° abgezogen.

Nach der Durchführung wurden die Ablösungserscheinungen mit dem Digitalmikroskop VHX-5000 der Keyence Corporation dokumentiert. Die Aufnahmen erfolgten bei einer automatisch eingestellten Helligkeit von 70 bei Verwendung des Ringlichts mit einer Beleuchtungsstärke von 255. Repräsentative Ergebnisse für die unterschiedlich behandelten Proben sind in Abb. 2–9 zu finden.

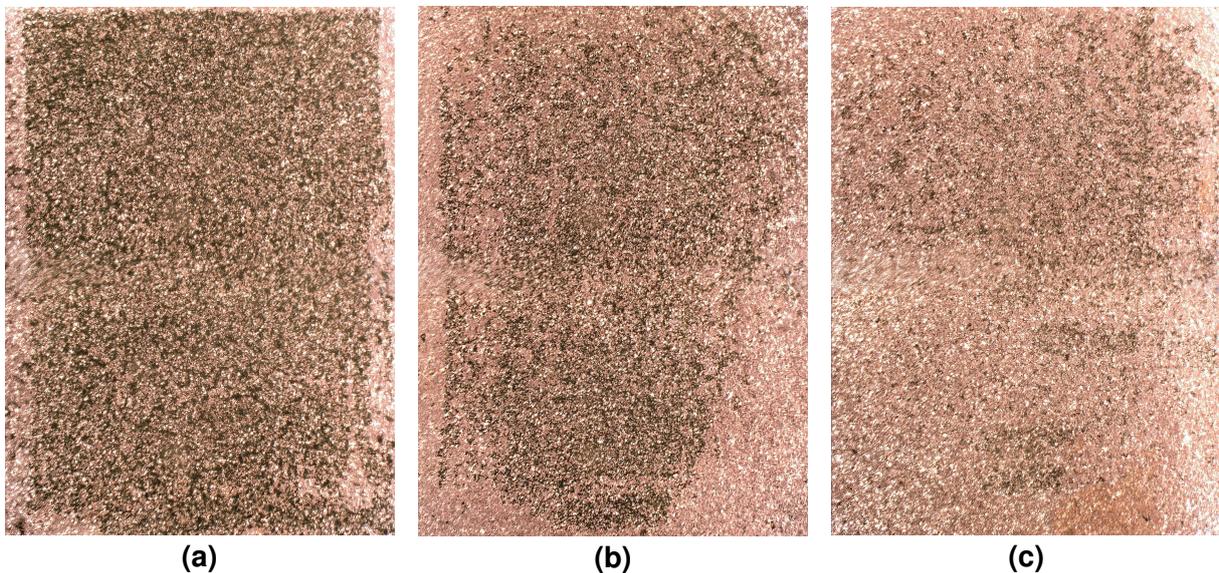


Abb. 2–9: Ergebnisse des Klebetests zur qualitativen Bestimmung der Haftfestigkeit der lackierten und galvanisierten Proben (a) PI53, (b) PI42 und (c) PI44

Bei jeweils zwei der sechs Messungen kam es zu leichten Abweichungen in dem Grad der Ablösung, welche teils stärker und teils schwächer ausfielen. Dies ließ sich durch die obigen Phänomene erklären. Inhomogenitäten und lokale Abweichungen der Adhäsion führten zu einer stärkeren Ablösung. Im Gegensatz dazu wurde diese durch die Unvollkommenheit der Klebeverbindung reduziert. Die qualitativen Ergebnisse bestätigten die Erwartungen, die sich aus den Ergebnissen der Oberflächenmodifizierungen in Abs. 2.1.2 ergaben. Auf der unbehandelten Probe in Abb. 2–9a haftete der Lack nur schwach. Es kam zu einer großflächigen Ablösung der Kupferschicht über die gesamte Klebefläche und die Ränder waren klar abgegrenzt. Die Haftfestigkeit der plasmabehandelten Probe in Abb. 2–9b schien stärker zu sein. Die Ablösung erfolgte nicht mehr über die gesamte Fläche, war aber dennoch klar erkennbar. Die besten Ergebnisse der hier betrachteten Beschichtungsprozesse ließen sich nach einer Behandlung in einmolarer Lösung aus NaOH erzielen. Durch die Erhöhung der freien Oberflächenenergie

auf $(71,76 \pm 2,44) \text{ mJ m}^{-2}$ hatte der Kupferleitlack die Probe vollständig benetzt. Wie aus Abb.2–9c hervorgeht, war die Ablösung der Kupferschicht nach erfolgtem Klebetest nur noch vereinzelt sichtbar.

Im Rückblick auf Abs. 2.1.2 ließ sich somit trotz vollständiger Benetzung nach Vorbehandlung ein Unterschied in der Qualität der Haftung feststellen. Offenbar konnte diese durch Anhebung der freien Oberflächenenergie der Substratoberfläche zusätzlich gesteigert werden. Auch die Veränderung des Verhältnisses von dispersen zu polaren Anteilen der freien Oberflächenenergie des Substrats wird in Abhängigkeit der entsprechenden Anteile der Oberflächenspannung des Lacks einen Teil dazu beitragen.

2.3.2 Bestimmung der Biegefestigkeit

Ein limitierender Faktor bei der Integration eines Satelliten auf einer Trägerrakete ist der verfügbare Raum. Aus diesem Grund müssen die Strukturen des Raumfahrzeugs platzsparend angeordnet werden. Auch die Sonnensegel müssen deshalb für den Transport aufgerollt oder gefaltet sein und sich im Weltraum ohne Schaden ausbreiten lassen.

Für die Mission IKAROS wurde der Prozess der Entfaltung exemplarisch in Abs. 1.1.4.1 beschrieben[26]. Alternative Konzepte basieren auf entfaltbaren Stützstrukturen, wie sie im Rahmen der Mission LightSail 2 Anwendung fanden und in Abs. 1.1.4.2 beschrieben wurden[27]. Diese werden meist aus kohlenstofffaserverstärkten Kunststoffen (CFK) gefertigt. Auch hierbei wird das Sonnensegel zusammengerollt oder gefaltet transportiert und anschließend mittels Motoren ausgebreitet[63]. Dies ist insbesondere dann notwendig, wenn das Raumfahrzeug keine Rotation aufweist. Es wird also deutlich, dass eine gute Biegefestigkeit für die beschichteten Folien unerlässlich ist.

Um die Biegefestigkeit unter Berücksichtigung der erfolgten Vorbehandlungen beurteilen zu können, wurden PI5, PI36, PI42 und PI44 untersucht. Die Beschichtung von PI5 erfolgte ohne Vorbehandlung. Die Schichtdicke lag bei $2,515 \mu\text{m}$. PI36 und PI42 wurden plasmabehandelt. Dies erfolgte mit 15 Wiederholungen bei einem Abstand von 20 mm zwischen Düse und Probenoberfläche. Die Einstellungen der Plasmaanlage blieben im Vergleich zu Abs. 2.1.2 unverändert. Die Lackierung erfolgte 5 min nach der Behandlung. Da die Schicht von PI36 mit $1,337 \mu\text{m}$ bei einem galvanischen Anteil von $0,081 \mu\text{m}$ sehr dünn war, wurde zusätzlich PI42 mit einer Schichtdicke von $2,511 \mu\text{m}$ und einem galvanischen Anteil von $0,807 \mu\text{m}$ untersucht. PI44 wurde vor der Lackierung für 60 min in einmolarer Lösung aus Natriumhydroxid (NaOH) behandelt und lüftete nach der Spülung für 15 h ab. Hier lag die Schichtdicke bei $2,609 \mu\text{m}$. Somit ähnelten sich die Beschichtungen von PI5, PI42 und PI44 und ermöglichten eine gute Vergleichbarkeit. Die Galvanisierung erfolgte bei allen Proben nach zweitägiger Trocknung des Lacks. Weitere Details des Beschichtungsprozesses können der Tab. A–2 im Anhang entnommen werden. Die Proben wurden auf eine einheitliche Größe von $60 \text{ mm} \times 25 \text{ mm}$ zugeschnitten, um den gestörten Randbereich der Klemmstelle infolge der Galvanisierung zu entfernen. Mit einem Folienstift wurden jeweils drei Stellen pro Probe mar-

kiert. Diese verteilten sich über die gesamte Diagonale. Mit dem VHX-5000 erfolgte anschließend eine Dokumentation der Oberflächenausschnitte. Dabei wurde ein Ringlicht mit einer Beleuchtungsstärke von 100 verwendet. Die Vergrößerung betrug 150. Im Anschluss erfolgte der Biegetest nach Abb. 2–10. Das Ende der Folie wurde an einen Stab mit einem Durchmesser von 6,0 mm angelegt. Innerhalb von 3 s wurde die Folie der Länge nach um 180° manuell um den Stab gezogen. Anschließend wurde der Vorgang in die entgegengesetzte Richtung wiederholt.

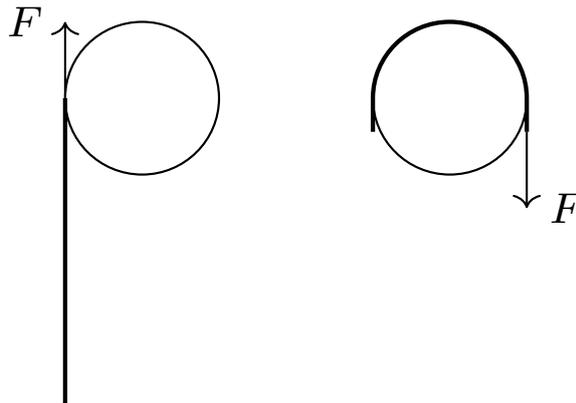


Abb. 2–10: Schematische Darstellung des Versuchs zur qualitativen Bestimmung der Biegefestigkeit

Nach jeweils 10, 25, 50 und 100 Biegevorgängen wurden die Probenausschnitte erneut mit dem VHX-5000 analysiert, um eventuelle Rissbildungen oder Ablösungserscheinungen zu identifizieren. Eine erste Untersuchung erfolgte optisch mit dem bloßen Auge. Im Bereich der mikroskopischen Aufnahmen bildeten sich dabei zu keiner Zeit Risse. Anders sah es hingegen im Bereich von Falten aus. Im Falle der unvorbehandelten Probe PI5 kam es zu signifikanten Ablösungen, wie sie in Abb. 2–11 zu sehen sind. Diese waren bereits nach 25 Biegevorgängen sichtbar und nahmen in ihrer Ausprägung kontinuierlich zu. Bei den vorbehandelten Proben ließ sich eine derartige Faltenablösung nicht beobachten.

Weiterhin konnte die Abtragung von Erhebungen beobachtet werden, wie sie in Abb. 2–12 dargestellt sind. Dabei wurde die Oberfläche der zweiten Messstelle der unbelasteten Probe PI44 und der Oberfläche nach 50 Biegevorgängen verglichen. Die besagten Ablösungserscheinungen wurden exemplarisch an einigen Stellen mit roten Kreisen hervorgehoben. In seltenen Fällen kam es zu einem Herausreißen der Erhebung aus der Schicht bis auf das Grundsubstrat. Dieses ist beispielhaft mit einem orangenen Kreis gekennzeichnet. Bei der ersten Messstelle von PI36 trat diese Art der Ablösung in größerem Maßstab auf. Die Abtragung von Erhebungen schien dabei mit der Anzahl der Oberflächenstörungen durch lokale Erhebungen zu korrelieren. Sie schien jedoch weitestgehend unabhängig von der Vorbehandlung der Proben zu sein, da sie bei allen Schichtverbunden auftrat. Die Ablösungen könnten Spannungen durch Spannungen hervorgerufen werden, die sich während der Biegung innerhalb der Beschichtung bilden. Da die Erhebungen offensichtlich von den Oberflächenimperfek-

tionen auszugehen scheinen, kann gleichzeitig vermutet werden, dass ihre Bindung zu der restlichen Schicht vergleichsweise gering ist und sie sich somit bevorzugt lösen. Eine Ablösung der tiefergelegenen Oberfläche ließ sich auf diese Weise nicht feststellen. Zusammenfassend schienen die Veränderungen infolge der Biegebeanspruchung in erster Linie von Imperfektionen der Oberfläche auszugehen. Nicht unerwähnt sollte außerdem bleiben, dass es bei allen Proben zu Ablösungen in den Randbereichen kam. Diese resultierten aus einer Reibkraft infolge des manuellen Biegevorgangs. Es schien, dass diese Ablösung bei PI5 am größten und bei PI46 am geringsten war. Demnach wäre eine entsprechende Vorbehandlung durchaus vorteilhaft, um dem zu widerstehen. Eine genauere Aussage konnte aufgrund der unterschiedlichen und nicht weiter quantifizierten Belastung des händischen Verfahrens jedoch nicht getroffen werden.

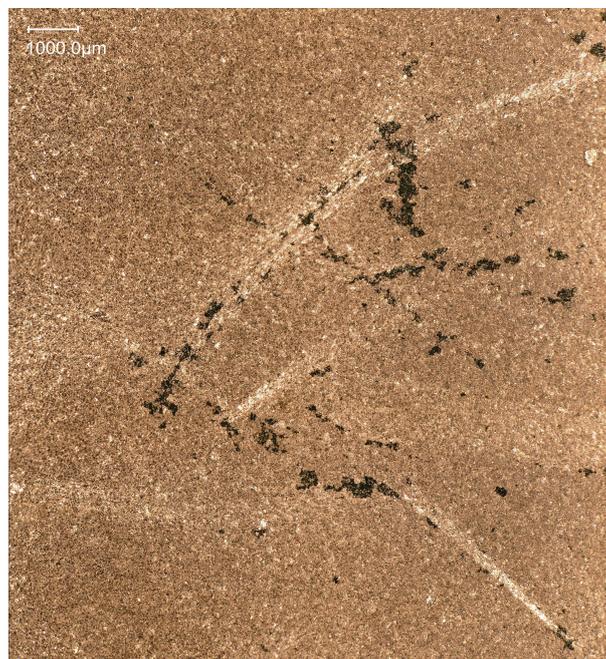


Abb. 2–11: Ablösungserscheinungen an Falten der lackierten und galvanisierten Probe PI5 nach 100 Biegevorgängen

Um die Qualität des Vergleichs zu steigern, wurde zusätzlich eine softwaregestützte Auswertung durchgeführt. Dabei wurde der prozentuale Anteil der Übereinstimmung der Aufnahmen bestimmt. In einem ersten Schritt wurden die zu vergleichenden Bilder mit einer Größe von 1600 px × 1200 px in MATLAB R2020a integriert und die rgb-Dateien wurden in 256 Graustufen umgewandelt. Kleine Werte beschrieben dunkle Bereiche des Ausschnitts und größere Werte dementsprechend helle Bereiche.

Ein unmittelbarer Vergleich der Bilder konnte nicht erfolgen, da diese unter dem Mikroskop händisch ausgerichtet wurden und somit nicht den identischen Ausschnitt der Probe zeigten. Aus diesem Grund wurde eine normierte Kreuzkorrelation durchgeführt, um die Verschiebung der Bilder zueinander zu bestimmen. Eine Verdrehung wurde durch die Verwendung eines Anschlags minimiert. Dies belegte auch eine Be-

stimmung der relativen Rotation. Durch die randome und fein strukturierte Erscheinung der Oberfläche, stellte die automatische Identifikation identischer Strukturen eine besondere Herausforderung dar und bedurfte einer manuellen Anpassung von Toleranz und Empfindlichkeit. Unter Berücksichtigung einer Randzone wurde das erste Bild zunächst in Fenster mit einer Größe von $64 \text{ px} \times 64 \text{ px}$ unterteilt. Über die Kreuzkorrelation wurde anschließend die Ausrichtung der größten Übereinstimmung innerhalb des zweiten Bilds bestimmt. Der Suchrahmen lag dabei in einem Fenster von $128 \text{ px} \times 128 \text{ px}$ um den Mittelpunkt des kleineren Fensters. Es resultierten die Verschiebungsvektoren der Mittelpunkte der Fenster des ersten Bilds. Aus diesen wurde anschließend der Mittelwert bestimmt, welcher den zu vergleichenden Ausschnitt der Aufnahmen festlegte. Dafür musste bei der Implementierung des Verfahrens zwischen positiven und negativen Verschiebungen unterschieden werden. Abschließend wurden die Histogramme der zu vergleichenden Bildausschnitte aller drei Messstellen erstellt und ihre prozentuale Übereinstimmung berechnet, wie es in Tab. 2–7 zusammengefasst ist.

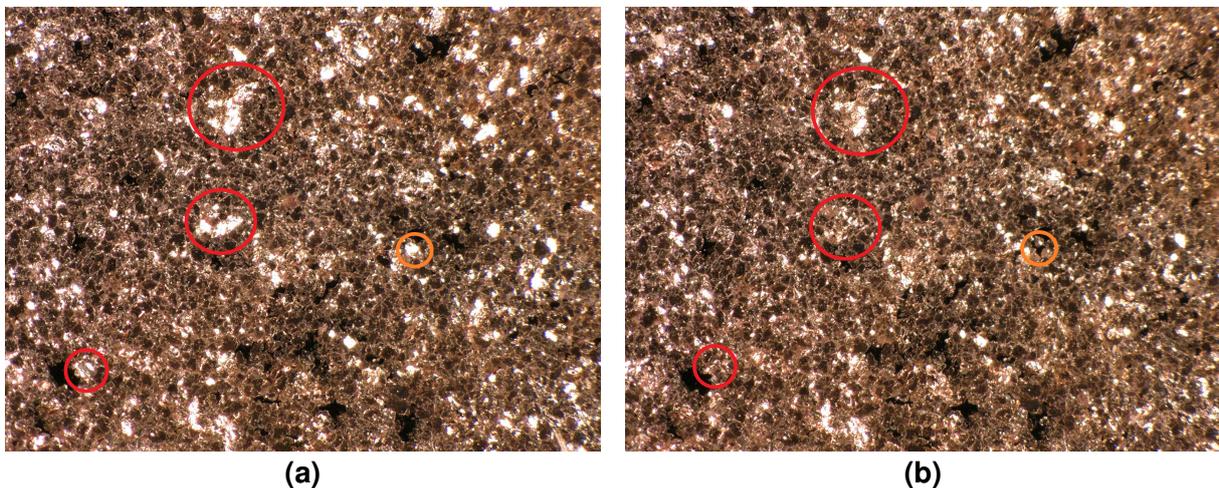


Abb. 2–12: Vergleich der Oberfläche der zweiten Messstelle der lackierten und galvanisierten Probe PI44 nach (a) 0 Biegevorgängen und (b) 50 Biegevorgängen mit Markierungen von Oberflächenveränderungen

Tab. 2–7: Arithmetisches Mittel der Bildüberdeckung der drei Messstellen der lackierten und galvanisierten Proben PI5, PI36, PI42 und PI44 nach 10, 25, 50 und 100 Biegevorgängen im Vergleich zu den unbelasteten Proben

Probe	Überdeckung [%] nach Biegung			
	10	25	50	100
PI5	91,95	88,55	82,74	77,55
PI36	94,90	91,04	93,35	86,65
PI42	93,60	92,95	91,68	90,48
PI44	93,42	92,79	93,27	92,86

Ohne Vorbehandlung schien die Biegefestigkeit der Probe am geringsten zu sein. Die Übereinstimmung der Probenaufnahme nach 100 Biegevorgängen nahm im Vergleich

zu der unbelasteten Probe um 22,45 % ab. Die kontinuierliche Reduzierung der Übereinstimmung äußerte sich in den Histogrammen durch eine Verschiebung der hellsten Graustufen, welche die größten Erhebungen darstellten, zu Graustufen im mittleren Bereich. Eine Verstärkung der dunkelsten Töne, welche das Grundsubstrat repräsentierten, ließ sich jedoch nicht erkennen. Somit stützten diese Erkenntnisse die optischen Beobachtungen.

Erfolgte die Beschichtung nach einer Oberflächenmodifizierung, fiel der Einfluss der Biegung geringer aus. Bei Betrachtung der Werte für PI36 und PI42 ließ sich darüber hinaus ein Zusammenhang mit der Schichtdicke vermuten. Bei der dünnen galvanisch abgeschiedenen Schicht von PI36 fiel die Ablösung infolge der Biegung trotz derselben Vorbehandlung höher aus als bei PI42. Besonders deutlich wurde dies bei Betrachtung der ersten Messstelle. Hier gab es größere Löcher in der Schicht, in denen das Grundsubstrat bereits bei der unbelasteten Probe zum Vorschein trat. Das Histogramm in Abb. 2–13 belegte diese Vermutung. Es zeigte sich, dass die Erhebungen bei hellen Graustufen von 225 bis 255 in ihrer Intensität stark abnahmen und sich zu dunkleren Graustufen verschoben. Dies ist gleichbedeutend mit einer Abflachung der Hervorhebungen der Kupferbeschichtung. Außerdem kam es verstärkt zu dem oben beschriebenen Phänomen, nach welchem die Erhebungen bis auf das Grundsubstrat herausgerissen wurden. Durch die vergleichsweise geringe Schichtdicke im Gegensatz zu den anderen Proben, erstreckten sich die Spannungen schneller bis auf das Grundsubstrat. Wie sich in Abs. 2.7.2 zeigen wird, ist in dieser Region die schwächste Haftung des Schichtverbunds zu finden. Dies könnte eine mögliche Erklärung liefern, warum die Erhebungen nicht bloß oberflächlich abgetragen wurden, sondern sich zuvor die Haftung zu dem Grundsubstrat löste. Beobachten ließ sich dies ebenfalls in den Histogrammen, in denen die Intensität der dunkelsten Graustufen in einem Bereich von 10 bis 25 stark zunahm. Des Weiteren ließ sich beobachten, dass das Maximum des Histogramms in einem Graustufenbereich von 75 bis 125 abnahm, während der dunklere Bereich zwischen 25 bis 75 zunahm. In diesem Fall kam es also sehr wohl zu einer allgemeinen Abtragung der Beschichtung und somit zu einer Verringerung der Schichtdicke. Die Phänomene traten bei der dickeren galvanischen Beschichtung von PI42 in diesem Maße nicht auf.

Die beste Resistenz gegen die Biegebelastung schien die Probe nach Vorbehandlung in einmolarer Lösung aus NaOH zu besitzen. Das Histogramm von PI44 nach 100 Biegevorgängen ist in Abb. 2–14 zu sehen und entstammt demselben Bildausschnitt, der bereits in Abb. 2–12 untersucht wurde. Hier verringerte sich die Übereinstimmung der verglichenen Bilder nur geringfügig um 7,14 %. Sie resultierte primär aus der Abflachung der Erhebungen, die jedoch in geringerem Maße erfolgte als bei den übrigen Proben. Dadurch nahm die relative Häufigkeit der Graustufen zwischen 80 und 200 geringfügig zu. Auch die Ablösung auf das Grundsubstrat viel sehr gering aus, wie bei Betrachtung des Graustufenbereichs von 10 bis 25 ersichtlich wurde. Insgesamt schien die Rauheit der Probe infolge der Biegebeanspruchung leicht abzunehmen. Die unbelastete Probe wies eine Standardabweichung von 55,02 auf, wohingegen diese nach

100 Biegevorgängen nur noch 52,20 betrug. Der Mittelwert der Graustufen veränderte sich im Laufe der Beanspruchung von 102,88 auf 101,81 und blieb somit nahezu unverändert. Dies belegte ebenfalls, dass die allgemeinen Ablösungen minimal waren.

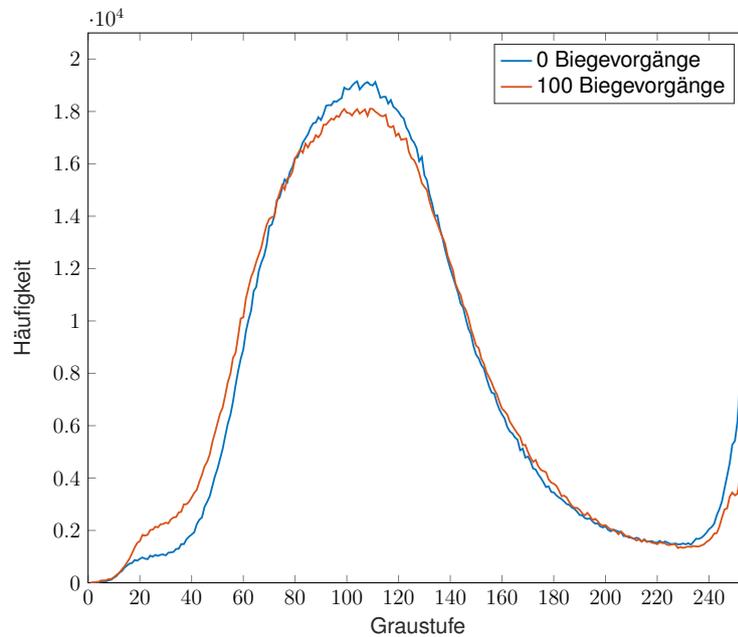


Abb. 2–13: Vergleich der Histogramme der ersten Messstelle der lackierten und galvanisierten Probe PI36 nach 100 Biegevorgängen im Vergleich zu der unbelasteten Probe

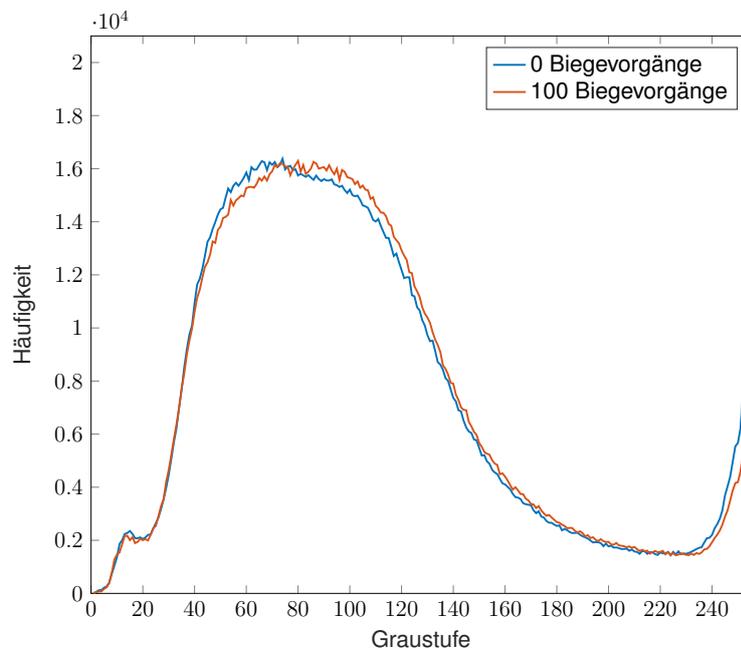


Abb. 2–14: Vergleich der Histogramme der zweiten Messstelle der lackierten und galvanisierten Probe PI44 nach 100 Biegevorgängen im Vergleich zu der unbelasteten Probe

2.4 Bestimmung der Oberflächenrauheit

Bei dünnen Schichten liegt die Rauheit nicht selten in einer ähnlichen Größenordnung wie die Schicht selbst. Je geringer die Schichtdicke ist, desto größer wird der Einfluss der Oberflächenstruktur auf die Eigenschaften der Schicht. Um zu verstehen, wie sich die Rauheit während des Beschichtungsvorgangs entwickelt, soll ein Blick auf einige grundlegende Modelle und Phänomene geworfen werden[57].

Nach A. Bergauer und C. Eisenmenger-Sittner entsteht die Rauheit zum einen aus der endlichen Ausdehnung der Teilchen der Beschichtung und zum anderen aus dem zeitlich und örtlich unkorrelierten Auftreffen der Teilchen. Insbesondere der zweite Punkt hängt stark von dem gewählten Beschichtungsverfahren ab. Bei Prozessen im Vakuum ist die Bewegungsrichtung durch wenig Zusammenstöße der Teilchen meist geradlinig und das unkorrelierte Auftreffen fällt nicht so sehr ins Gewicht. Je höher der Gasdruck während der Beschichtung ist, desto häufiger kommt es zu Streueffekten und damit einhergehend zu einer Abweichung von der geradlinigen Flugbahn. Die wohl einfachste Beschreibung der Entstehung einer rauen Beschichtung bietet das Modell des stochastischen Wachstums, wie es in Abb. 2–15 schematisch dargestellt ist. Demnach können sich senkrecht annähernde Teilchen nur an der aktiven Oberfläche anlagern. Diese wird durch Partikel gebildet, die in Richtung des Grundsubstrats einen nächsten Nachbarn haben, auf der Gegenseite jedoch nicht. Dargestellt ist die aktive Oberfläche durch graue Quadrate. Sie wird somit aus nebeneinander angeordnete Säulen gebildet, die untereinander keine Interaktion zulassen[57].

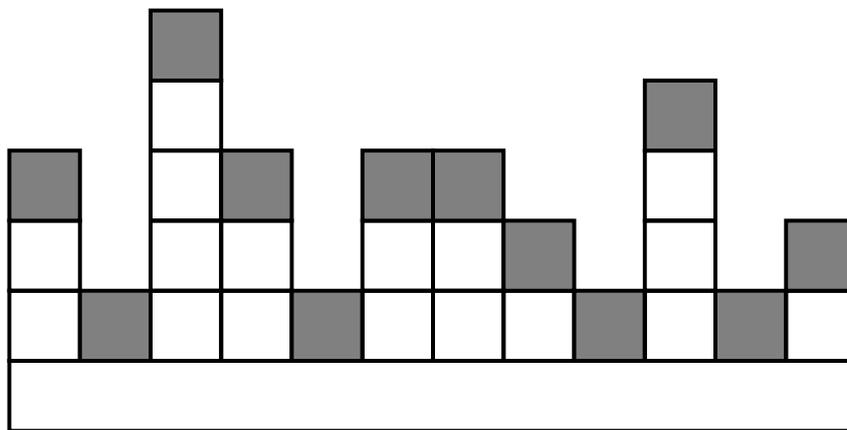


Abb. 2–15: Schematische Darstellung des Modells des stochastischen Schichtwachstums (angelehnt an [57])

Eine Erweiterung, wie sie A. Bergauer und C. Eisenmenger-Sittner beschreiben, bietet das Modell der selbstähnlichen Oberflächen. Dabei wird angenommen, dass Teilchen in einer vordefinierten Umgebung um ihren Auftreffpunkt eine Bindungsposition eingehen, in der sie von möglichst vielen nächsten Nachbarn umgeben sind. Diese Position kann beispielsweise durch Oberflächendiffusion erreicht werden. Die Rauheit hängt hierbei nicht mehr nur von der Beschichtungszeit ab, sondern auch von der Länge des Messintervalls. Eine weitere Anpassung an die Realität schafft die ballistische

Aggregation. Teilchen können sich an einen nächsten Nachbarn anlagern, der nicht zwingendermaßen unterhalb des auftreffenden Teilchens liegen muss. Dadurch wird die Bildung von Poren und Hohlräumen ermöglicht. Wird zusätzlich auch von der Forderung nach einem senkrechten Auftreffen der Teilchen abgesehen, kann die Porenbildung verstärkt werden. Durch Abschattung der bereits stärker gewachsenen Oberfläche, kommt es an deren Spitzen zu einem schnelleren Wachstum als in den Tälern der Schicht. Dieses führt zu säulenartigen Poren, die sich infolge der ballistischen Aggregation auch zu Hohlräumen schließen können[57].

Bei der Lackierung kam es durch ausgeprägte Turbulenzen zu einer randomisierten Bewegung der Teilchen und einem unkontrollierten Auftreffen auf die Oberfläche. Aus diesem Grund ließ sich vermuten, dass insbesondere die letztgenannten Effekte eine zentrale Rolle spielten und es zu einer ausgeprägten Rauheit in der Größenordnung der Schichtdicke kommen musste. Dabei sollten auch überregionale Strukturen berücksichtigt werden, die sich beispielsweise ausgehend von einer Inselbildung in der Anfangsphase der Lackierung entwickelten[57]. Quantitativ waren diese zwar schwierig zu beschreiben, dennoch konnten sie als Welligkeit durch gezielte Filterung des Primärprofils von dem lokalen Rauheitsprofil getrennt werden.

Untersuchungsgegenstand waren die lackierte Probe PI48 mit einer Schichtdicke von $1,495\ \mu\text{m}$ und PI51 mit einer Lackschicht von $2,167\ \mu\text{m}$, die galvanisch um $0,592\ \mu\text{m}$ verstärkt wurde. Weitere Einzelheiten des Beschichtungsprozesses können Tab. A–2 im Anhang entnommen werden.

Die Untersuchung der Oberfläche erfolgte mit dem VHX-5000. Mit dem Depth from Defocus-Verfahren (DFD-Verfahren) wurde zunächst ein dreidimensionales Modell der Oberfläche erstellt. Das DFD-Verfahren analysiert den Grad der Unschärfe des zweidimensionalen Bildes und berechnet daraus die notwendigen Tiefeninformationen zur Erstellung des räumlichen Modells[64]. Das Objektiv wurde so nah an den Schichtverbund gefahren, dass sämtliche Bereiche des zu untersuchenden Ausschnitts unscharf erschienen. Anschließend erfolgte die Höhenverstellung, um die das Objektiv zwischen den Bildern verstellt wurde. Bei einer Vergrößerung von 2000 betrug diese zunächst $0,1\ \mu\text{m}$. Ein solch kleiner Oberflächenausschnitt reichte in der Auswertung der Daten jedoch nicht aus, um die korrekte Grenzwellenlänge für die Filterung zu verwenden. Daher wurde die Vergrößerung im Folgenden auf 100 reduziert und ein dreidimensionales Panorama der Oberfläche aus 17 aneinandergereihten Bildern erstellt. Damit ließ sich ein Oberflächenausschnitt mit einer Länge von $19\,239,04\ \mu\text{m}$ abbilden. Die Höhenverstellung je Bild wurde auf $1,0\ \mu\text{m}$ erhöht. Dadurch konnte die Erstellung des Modells auf 20 min reduziert werden. Für die Aufnahmen wurde ein Lichtmix mit maximalem koaxialen Anteil verwendet. Die Beleuchtungsstärke lag bei 20 und die Helligkeit wurde automatisch angepasst. Um die Qualität des Höhenprofils zu verbessern wurde außerdem die Reflexionskorrektur aktiviert.

Nach Erstellung des dreidimensionalen Panoramas wurden die Höhendaten über einen Zweilinienvergleich extrahiert. Dabei analysierte die Software das Höhenprofil des dreidimensionalen Modells entlang zweier Geraden parallel zur Längsachse des Bildausschnitts. Die so entstandenen Datensätze wurden anschließend als csv-Dateien in MATLAB R2020a integriert. Im Folgenden werden diese mit Profil 1 und Profil 2 bezeichnet.

Die Auswertung der Primärprofile erfolgte nach der DIN EN ISO 4287 unter Nutzung eines Gauß-Filters für ein offenes Profil nach der DIN EN ISO 16610-21[65, 66]. Unter Berücksichtigung des eingangs beschriebenen Modells der selbstähnlichen Oberflächen musste die Grenzwellenlänge gezielt gewählt werden, um das Primärprofil adäquat in Welligkeits- und Rauheitsprofil zu trennen. Entsprechend den Empfehlungen der Norm wurde diese auf $800\ \mu\text{m}$ festgelegt, wobei der Abschneidewert der Gewichtsfunktion $0,5$ betrug[66]. Das damit gefilterte Profil stellte das Welligkeitsprofil dar und wurde von dem Primärprofil subtrahiert, um das Rauheitsprofil zu erhalten. Die durch die Faltung der Gauß-Funktion entstandenen Endeffekte wurden vor der Bestimmung der Rauheitskennwerte entfernt. Die Festlegung der Einzelmessstrecken erfolgte nach DIN EN ISO 4288 und entsprach der Grenzwellenlänge[67]. Bei Auswertung von fünf Einzelmessstrecken ergab sich eine Messstrecke von $4\ \text{mm}$. Für das erste Rauheitsprofil von PI48 sind die Funktionsplots von Primärprofil, Welligkeitsprofil nach Anwendung des Gauß-Filters und Rauheitsprofil nach Subtraktion des Welligkeitsprofils von dem Primärprofil in Abb. 2–16 dargestellt. Die Endeffekte wurden bereits entfernt.

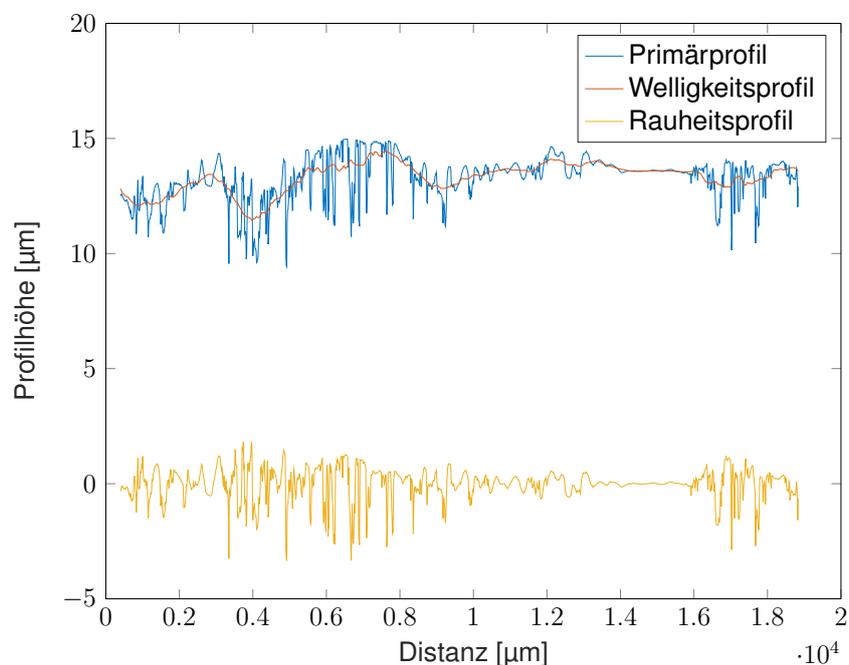


Abb. 2–16: Primärprofil, Welligkeitsprofil und Rauheitsprofil des ersten Datensatzes der lackierten Probe PI48 nach Entfernung der Endeffekte

Basierend auf den Rauheitsprofilen R wurde die größte Höhe des Profils R_z mit den Ordinatenwerten $Z(x)$ mit $x \in [0, l_r]$ als

$$R_z = |\max(Z(x))| + |\min(Z(x))| \quad (2-19)$$

bestimmt. Außerdem erfolgte eine Berechnung des arithmetischen Mittelwerts der Profilordinaten R_a mit den Ordinatenwerten $Z(x)$, auch Mittenrauwert genannt, als

$$R_a = \frac{1}{l_r} \cdot \int_0^{l_r} |Z(x)| dx \quad (2-20)$$

und des quadratischen Mittelwerts der Profilordinaten R_q mit den Ordinatenwerten $Z(x)$, welcher auch als quadratische Rauheit bezeichnet wird, entsprechend

$$R_q = \sqrt{\frac{1}{l_r} \cdot \int_0^{l_r} Z^2(x) dx} \quad (2-21)$$

auf den jeweiligen Einzelmessstrecken $l_{r,i}$ nach DIN EN ISO 4287[65]. Die Integration zur Berechnung von R_a und R_q erfolgte über eine Approximation nach der Trapezregel.

Die Rauheitskennwerte von PI48 und PI51 sind Tab. 2–8 und Tab. 2–9 zu entnehmen. Dabei bestätigte sich, dass die größte Höhe des Profils R_z in der Größenordnung der Schichtdicke lag. Nicht selten war diese höher als die mittlere Schichtdicke selbst. Auffällig erschien insbesondere der Wert der ersten Messstrecke des ersten Profils von PI51 mit einem Wert von 10,063 μm . Dieser entstand durch eine besonders starke Erhebung von Kupferpartikeln, die möglicherweise durch eine Verunreinigung verursacht wurde. Bei derartigen Oberflächenrauheiten wäre es durchaus denkbar, dass sie durch die vergrößerte Oberfläche und entstehende Spannungspotentiale einen Einfluss auf den Flächenwiderstand und damit auch auf die Leitfähigkeit des Materials haben könnten. Ein möglicher negativer Einfluss der Rauheit auf die Hochfrequenzeigenschaften wird in einem Folgeprojekt dieser Arbeit experimentell untersucht. Dabei werden Wellenleiter gefertigt und mittels Netzwerkanalysators bei hohen Frequenzen vermessen. Ein Vergleich der Rauheitskennwerte von PI48 und PI51 legte darüber hinaus den Schluss nahe, dass die Galvanisierung die Oberfläche tendenziell glättet, wie ein Vergleich der über die Einzelmessstrecken gemittelten Werte belegte. Der Mittenrauwert der galvanisierten Probe lag 20,63 % unter dem Wert der lackierten Probe. Im Falle der quadratischen Rauheit betrug der Unterschied sogar 24,01 %. Vermutlich erfolgte die Anlagerung des Kupfers (Cu) somit bevorzugt in den Tälern, die sich aus der Lackierung ergaben.

Tab. 2–8: Rauheitskennwerte R_z , R_a und R_q der Einzelmessstrecken beider Profile der lackierten Probe PI48

Messstrecke	R_z [μm]		R_a [μm]		R_q [μm]	
	Profil 1	Profil 2	Profil 1	Profil 2	Profil 1	Profil 2
1	2,967	2,510	0,593	0,491	0,711	0,614
2	4,661	4,667	1,253	1,366	1,452	1,628
3	2,582	2,453	0,428	0,543	0,560	0,638
4	1,100	1,614	0,338	0,425	0,370	0,509
5	3,186	3,326	0,457	0,429	0,677	0,649

Tab. 2–9: Rauheitskennwerte R_z , R_a und R_q der Einzelmessstrecken beider Profile der lackierten und galvanisierten Probe PI51

Messstrecke	R_z [μm]		R_a [μm]		R_q [μm]	
	Profil 1	Profil 2	Profil 1	Profil 2	Profil 1	Profil 2
1	10,063	5,842	1,533	0,648	1,918	0,882
2	0,761	0,610	0,090	0,135	0,128	0,173
3	0,715	3,632	0,200	0,450	0,238	0,638
4	3,671	4,704	0,594	0,877	0,768	1,012
5	1,426	2,334	0,242	0,249	0,327	0,366

2.5 Bestimmung der Konduktivität

Die Konduktivität dünner Schichten liegt nach A. Bergauer und C. Eisenmenger-Sittner unterhalb der des Vollmaterials. Erklären lässt sich dies auf Basis der Theorie von Dru- de. Die Leitungselektronen werden als freies Elektronengas angenommen, welches sich nach der Fermi-Dirac-Statistik verteilt. Aufgrund der Symmetrie ergibt sich ohne äußeres Feld kein Nettostromfluss. Wird jedoch ein elektrisches Feld angelegt, wird die Symmetrie gestört. Insbesondere für dünne Schichten sind dabei Streueffekte an den Grenzflächen zu berücksichtigen, welche die Konduktivität beeinflussen[57].

Sind die Oberflächen nicht geschlossen, wie es auch für einige der hier untersuch- ten Proben der Fall war, entspricht die effektive Schichtdicke für den Stromfluss der mittleren Schichtdicke[57]. Diese ergab sich aus der Wägung, wie sie in Abs. 2.2 be- schrieben wurde.

Für die Nutzung der beschichteten Folien im Rahmen von Hochfrequenzanwendun- gen spielt die elektrische Leitfähigkeit und die daraus resultierende Eindringtiefe der elektromagnetischen Wellen eine zentrale Rolle. Nach Gl. 1–13 ist die Eindringtiefe umso geringer, je höher die elektrische Leitfähigkeit ist[17]. Dies führt zu einer stark

gedämpften Wellenausbreitung, die sich auf den Randbereich des Leiters konzentriert und mit zunehmender Tiefe exponentiell abnimmt. Der Verdrängungseffekt wird auch als Skineffekt bezeichnet. Bei Untersuchungen mit Gleichstrom spielt dieser jedoch keine Rolle und der Strom verteilt sich gleichmäßig über die gesamte Schichtdicke[68].

Eine einfache und effektive Messung der Konduktivität kann über die Van-der-Pauw-Methode erfolgen. Dabei wird eine flache Probe ohne Löcher mit vier Kontaktstellen an beliebigen Punkten des Rands versehen, wie es in Abb. 2–17 dargestellt ist[69].

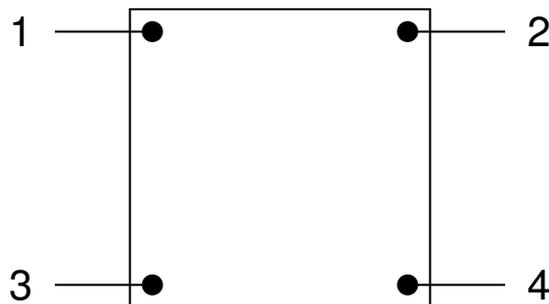


Abb. 2–17: Schematische Darstellung der Van-der-Pauw-Methode zur Bestimmung der Konduktivität σ dünner Schichten (angelehnt an [69])

Ein Gleichstrom i_{12} wird von 1 nach 2 geleitet und die Potentialdifferenz $V_4 - V_3$ wird gemessen. Daraus lässt sich der Widerstand $R_{12,34}$ aus

$$R_{12,34} = \frac{V_4 - V_3}{i_{12}} \quad (2-22)$$

bestimmen. Analog ergibt sich der Widerstand $R_{23,41}$ aus

$$R_{23,41} = \frac{V_1 - V_4}{i_{23}}. \quad (2-23)$$

Nach der Van-der-Pauw-Methode besteht außerdem der Zusammenhang

$$\exp\left(-\frac{\pi \cdot d}{\rho} \cdot R_{12,34}\right) + \exp\left(-\frac{\pi \cdot d}{\rho} \cdot R_{23,41}\right) = 1 \quad (2-24)$$

mit der Schichtdicke d und dem spezifischen Widerstand ρ . Bei einer symmetrischen Probe gilt darüber hinaus

$$R_{12,34} = R_{23,41} \quad (2-25)$$

und der spezifische Widerstand ρ lässt sich über den Zusammenhang

$$\rho = \frac{\pi \cdot d}{\ln(2)} \cdot R_{12,34} \quad (2-26)$$

berechnen[69]. Gl. 2–26 basiert auf der Annahme, dass die Kontaktstellen infinitesimal klein sind. In der Realität haben Messspitzen jedoch immer eine endliche Ausdehnung.

Die Abweichung kann über einen Korrekturfaktor C berücksichtigt werden, so dass sich der spezifische Widerstand ρ als

$$\rho = C \cdot d \cdot R_{12,34} \quad (2-27)$$

berechnet. Der Korrekturfaktor ergibt sich aus dem Verhältnis der Kontaktlänge zu der Probenlänge und entspricht für die infinitesimale Messspitze gerade dem Faktor $\frac{\pi}{\ln(2)}$. Ist die Kontaktlänge kleiner als 10 % der Probenlänge, wie es für die untersuchten Proben der Fall war, ist die Annahme des idealen Kontakts gerechtfertigt und Gl. 2–26 darf angewendet werden. Abschließend folgt die Konduktivität σ aus der Beziehung

$$\sigma = \frac{1}{\rho} [70]. \quad (2-28)$$

Zur Bestimmung des Widerstands der beschichteten Folien bei einer Temperatur von 22,0 °C wurde mit dem Labornetzgerät KD6005P ein auf 3 A begrenzter Strom von Messpunkt 1 zu Messpunkt 2 geleitet. Die Potentialdifferenz zwischen 3 und 4 wurde über das Multimeter 87V der Firma Fluke gemessen. Die Kontaktspitzen wurden dabei manuell auf den zuvor markierten Messstellen positioniert. Die Kontaktierung erfolgte mit leichtem Druck, so dass die Beschichtung der Folien nicht durchstoßen wurde. Die Messergebnisse sind in Tab. A–4 im Anhang zu finden. Informationen über die verwendeten Proben können Tab. A–1, Tab. A–2 und Tab. A–3 entnommen werden.

Bei Beschichtungen unterhalb von 6,0 μm kam es während der Messung zu erheblichen Schwankungen der Stromstärke und der gemessenen Spannung. Diese schienen durch minimale Änderungen der Kontaktierung hervorgerufen zu werden. Basierend auf den eingangs beschriebenen Zusammenhängen und unter Berücksichtigung der Rauheit aus Abs. 2.4 lässt sich vermuten, dass die dünnen Schichten einen starken Einfluss auf den Stromfluss hatten. Bei dickeren Schichten oberhalb von 6,0 μm sank dieser Einfluss und die Messung war weniger abhängig von der Kontaktierung. In Abb. 2–18 und Abb. 2–19 sind die Ergebnisse graphisch aufbereitet. Erstere zeigt die absoluten Werte der elektrischen Leitfähigkeit, die sich aus den Messwerten von Spannung und Strom entsprechend der Gl. 2–26 und Gl. 2–28 ergaben. In Letzterer sind diese Werte relativ zu der Leitfähigkeit des Vollmaterials ($\sigma_{\text{Cu}} = 5,813 \cdot 10^7 \text{ S m}^{-1}$ [17]) aufgetragen.

Anhand der Verteilung der Messwerte ließ sich für die Konduktivität ein modifiziertes logistisches Wachstum der Form

$$f(x) = \frac{f_1 \cdot f_2}{f_1 + (f_2 - f_1) \cdot \exp(-k \cdot d)} - f_1 \quad (2-29)$$

in Abhängigkeit von der Schichtdicke d vermuten [71]. Entsprechend dieses Modells wurden unter Nutzung des Curve Fittings von MATLAB R2020a Ausgleichskurven erstellt, welche ebenfalls in den obigen Diagrammen dargestellt sind. Der Endwert f_2 in Abb. 2–18 entsprach dabei der Konduktivität des Vollmaterials. Für das Diagramm in

Abb. 2–19 lag dieser Wert bei 100 %. f_1 und die Wachstumsrate k wurden mittels eines Algorithmus so angepasst, dass die quadratischen Abweichungen der Datenpunkte von der Ausgleichskurve minimal wurden. Anschließend erfolgte die Subtraktion von f_1 von den Funktionswerten. Dadurch wurde der Ordinatenschnittpunkt aus physikalischer Notwendigkeit in den Ursprung verschoben. War keine metallische Beschichtung vorhanden, konnte auch kein Strom fließen. Aus diesem Modell resultierten die Funktionsvorschriften

$$f(x) = \frac{4,933 \cdot 10^6 \cdot 5,813 \cdot 10^7}{4,933 \cdot 10^6 + (5,813 \cdot 10^7 - 4,933 \cdot 10^6) \cdot \exp(-0,2414 \cdot d)} - 4,933 \cdot 10^6 \quad (2-30)$$

für das Diagramm in Abb. 2–18 und

$$f(x) = \frac{8,387 \cdot 100}{8,387 + (100 - 8,387) \cdot \exp(-0,2428 \cdot d)} - 8,387 \quad (2-31)$$

für das Diagramm in Abb. 2–19 mit der Schichtdicke d in μm .

Es wurde ersichtlich, dass die Konduktivität bis zu einem Wendepunkt bei einer Schichtdicke von $9,86 \mu\text{m}$ zunehmend stark wuchs und anschließend langsamer wachsend gegen den Grenzwert konvergierte. Insbesondere im Bereich geringer Schichtdicken von $2,0 \mu\text{m}$ bis $2,5 \mu\text{m}$ war die experimentell bestimmte elektrische Leitfähigkeit der beschichteten Proben geringer als es die Ausgleichskurve vermuten ließ. Ursache könnten mikroskopische Löcher in der Schicht gewesen sein, die die elektrischen Eigenschaften negativ beeinflussten und entsprechend der Van-der-Pauw-Methode nicht berücksichtigt wurden. Nach A. Bergauer und C. Eisenmenger-Sittner kommt es bei dünnen metallischen Schichten außerdem zu einer thermischen Emission der Elektronen in die Umgebung und in das Leitungsband des beschichteten Materials. Auch der Tunneleffekt sei als mögliche Ursache für eine geringere Leitfähigkeit erwähnt. Bei den hier betrachteten Schichtdicken spielte dieser aber vermutlich nur eine untergeordnete Rolle[57].

Die Proben PET27, PI7 und PI41 wiesen vermehrte Falten auf. Diese boten eine mögliche Erklärung für die geringe elektrische Leitfähigkeit. Es wäre denkbar, dass sie eine zusätzliche Potentialdifferenz verursachten, welche zu einem höheren spezifischen Widerstand und somit zu einer geringeren elektrischen Leitfähigkeit führten.

Ein negativer Einfluss durch oxidative Veränderungen der Oberfläche von PET21 und PET24 ließ sich nicht erkennen, da andere Proben wie etwa PET20 und PET31 trotz größerer Schichtdicke eine geringere elektrische Leitfähigkeiten aufwiesen.

Es schien also weitere Einflüsse auf die Konduktivität zu geben, die beispielsweise aus der Galvanisierung resultierten, wie sie in Abs. 1.1.3.6 beschrieben wurden und mit den vorhandenen Methoden nicht weiter untersucht werden konnten. Genannt sei hier exemplarisch die Reinheit der abgeschiedenen Schicht, die zwangsläufig einen

Einfluss auf die Konduktivität hatte[19].

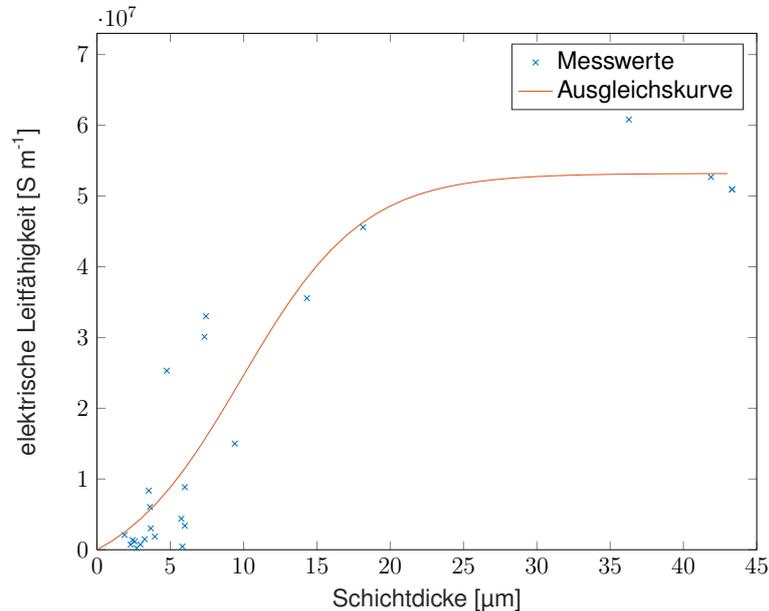


Abb. 2–18: Darstellung der Konduktivität σ der untersuchten Proben in absoluten Werten samt Ausgleichskurven unter der Annahme eines modifizierten logistischen Wachstums

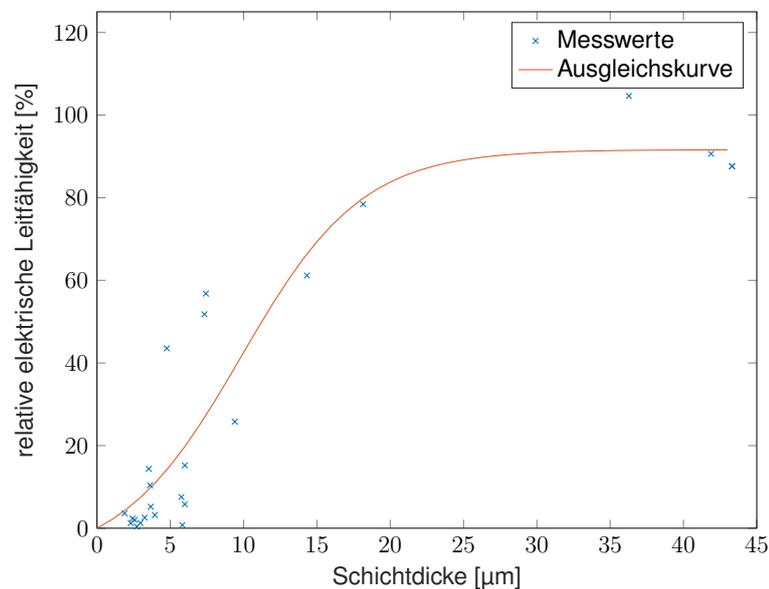


Abb. 2–19: Darstellung der Konduktivität σ der untersuchten Proben relativ zu dem Vollmaterial samt Ausgleichskurven unter der Annahme eines modifizierten logistischen Wachstums

Abschließend wurde untersucht, welchen Einfluss die verminderte Leitfähigkeit der Kupferbeschichtung auf die Eindringtiefe elektromagnetischer Wellen hatte. Für das

Vollmaterial wurde dies bereits in Abs. 1.1.3.1 bestimmt. Für die dünnen Schichten ergab sich die Eindringtiefe aus Gl. 1–13 unter Berücksichtigung der Konduktivität nach Gl. 2–30. Für eine Frequenz von 8,45 GHz, wie sie für die angestrebte Verwendung zum Einsatz kommen soll, ist dieser Zusammenhang in Abb. 2–20 dargestellt. Bei einer Schichtdicke von $0 \mu\text{m}$ divergierte die Eindringtiefe gegen unendlich. Für hohe Schichtdicken hingegen konvergierte sie gegen $0,72 \mu\text{m}$. Dieser Wert entsprach der Eindringtiefe bei einer Konduktivität, wie sie das Vollmaterial aufwies. Ab einer Schichtdicke von $2,76 \mu\text{m}$ bei einer elektrischen Leitfähigkeit von $0,396 \cdot 10^7 \text{ S m}^{-1}$ ließ sich mindestens eine Skintiefe realisieren.

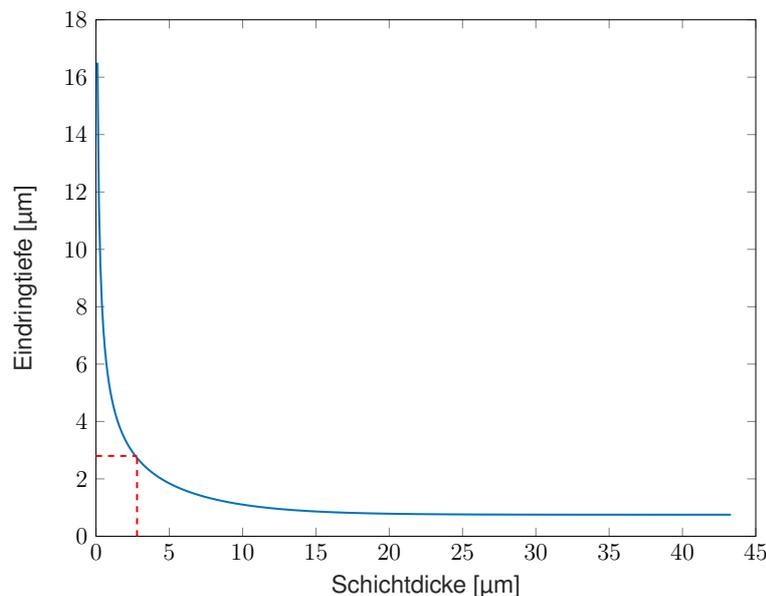


Abb. 2–20: Eindringtiefe δ elektromagnetischer Wellen in Abhängigkeit der Konduktivität σ bei einer Frequenz f von 8,45 GHz

2.6 Untersuchung des thermischen Verhaltens

Raumfahrzeuge sind in ihrer natürlichen Umgebung extremen Bedingungen ausgesetzt. Auf ihrer Flugbahn müssen sie sowohl starker Kälte als auch großer Hitze trotzen. Über Thermalsysteme lassen sich einzelne Komponenten während der gesamten Mission in einem definierten Temperaturbereich halten. Für die großflächigen und dünnen Strukturen der Segel stellt dies eine besondere Herausforderung dar.

Angelehnt an die DIN EN 60068-2-14 wurde mit einer zyklischen Temperaturbelastung der Temperatureinfluss auf die Struktur der Oberfläche von PI9, PI15, PI38, PI40 und PI46 sowie auf die elektrische Leitfähigkeit von PI35, PI45 und PI53 untersucht[72]. Bei den verwendeten Schichtverbunden handelte es sich sowohl um unvorbehandelte und plasmabehandelte Proben als auch um solche, die in einmolarer Lösung aus Natriumhydroxid (NaOH) behandelt wurden. Die Plasmabehandlung erfolgte mit 15 Wiederholungen bei einem Abstand von 20 mm zwischen Düse und Probe. Die Einstellungen

der Plasmaanlage blieben unverändert und können Abs. 2.1.2 entnommen werden. Die anschließende Lackierung erfolgte innerhalb von 5 min. Die Proben, welche in NaOH modifiziert wurden, lüfteten vor der Lackierung für 24 h ab. Nach zweitägiger Trocknung des Lacks wurden sämtliche Proben galvanisiert. Die Dauer richtete sich dabei nach dem Stromfluss, um eine möglichst gleichmäßige Schichtdicke zu erzielen. Weitere Einzelheiten können Tab. A–2 im Anhang entnommen werden.

Es erfolgte ein Zuschnitt der Proben auf eine Größe von 50 mm × 25 mm, so dass nur die vollständig galvanisierten Flächen untersucht wurden. Die Dokumentation der Oberflächenbeschaffenheit erfolgte mit dem VHX-5000. Mit einem Folienstift wurden auf den entsprechenden Proben jeweils drei Stellen markiert, die sich über die Diagonale verteilten. Für die Untersuchung wurde das Ringlicht mit einer Beleuchtungsintensität von 100 verwendet. Die Vergrößerung betrug 150. Die Bestimmung der Konduktivität erfolgte mit den Versuchsaufbauten in Abb. 2–21.

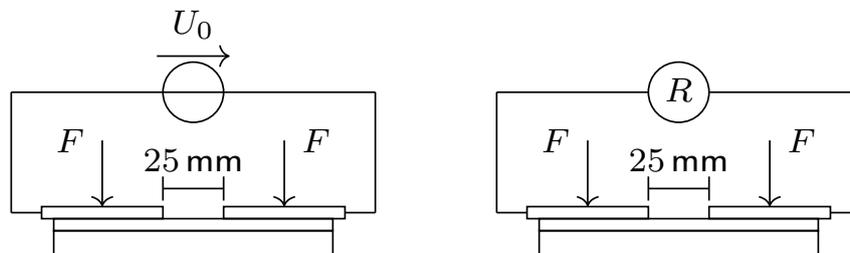


Abb. 2–21: Schematische Darstellung der Versuchsaufbauten zur Bestimmung der Konduktivität σ vor und nach zyklischer Temperaturbelastung

Zunächst wurde die beschichtete Folie auf einer nichtleitfähigen Kunststoffunterlage positioniert. Anschließend erfolgte die Fixierung zweier Kupferplatten durch Federklemmen in einem Abstand von 25 mm. Im Vergleich zu der Van-der-Pauw-Methode, welche in Abs. 2.5 Anwendung fand, konnte vermutet werden, dass der spezifische Widerstand der Kupferbeschichtung durch einen erhöhten Übergangswiderstand zwischen Kupferplatte und beschichteter Folie überschätzt wurde. Die elektrische Leitfähigkeit wurde somit unterschätzt. Der erhöhte Übergangswiderstand resultierte aus der geringeren Druckkraft im Vergleich zu Abs. 2.5. Allerdings ergaben sich durch den definierten Druck der Federklemmen vergleichbare Messbedingungen vor und nach der thermischen Belastung. Dadurch ließ sich eine Aussage über die Veränderung der Leitfähigkeit treffen. Die Begrenzung von Spannung und Strom des Labornetzgeräts KD6005P, wie es für den linken Versuchsaufbau in Abb. 2–21 genutzt wurde, erfolgte bei 1,00 V und 1,000 A. Über den sich einstellenden Stromfluss wurde der spezifische Widerstand ρ entsprechend

$$\rho = R \cdot \frac{b \cdot d}{l} = \frac{U}{I} \cdot \frac{b \cdot d}{l} \quad (2-32)$$

mit der Breite der Probe b , der Schichtdicke d , der Länge der Messstrecke l und der Dichte ρ des Kupfers (Cu) ($\rho_{\text{Cu}} = 8,92 \text{ g cm}^{-3}$ [21]) berechnet[73]. Daraus ließ sich die Konduktivität nach Gl. 2–28 bestimmen. Vereinfachend wurde angenommen, dass der

Strom lediglich an den Enden der Kupferplatten in die Schicht eingetragen wurde und sich als Messlänge somit der Abstand der Kupferplatten ergab. Zum Abgleich der Messwerte erfolgte außerdem eine Widerstandsmessung mit dem Multimeter des Typs 87V der Firma Fluke, wie sie im rechten Teil der Abb. 2–21 zu sehen ist. Anschließend wurde der ermittelte Widerstand von den Innenwiderständen der jeweiligen Messkonfiguration bereinigt. Diese wurden durch einen Kurzschluss der beiden Kupferplatten ermittelt und ergaben sich zu $0,1 \Omega$. Pro Probe erfolgten drei Messungen bei $22,0 \text{ }^\circ\text{C}$. Aus diesen wurde der Mittelwert gebildet und in Tab. 2–10 aufgelistet.

Die zyklische Temperaturbelastung erfolgte in einer Thermalkammer des Typs TK-105 CKLT der Firma Kambič mit einem Controller des Typs DPC-420.

Zunächst wurden einige Testzyklen bestehend aus Abkühl-, Halte- und Aufwärmphase programmiert, um das Verhalten der Kammer und den Einfluss der unterschiedlichen Parameter zu untersuchen. Die Temperaturanpassung wurde über die Heiz- respektive Kühlrate bestimmt. Die Haltephase ergab sich durch eine vorgegebene Zeitspanne. Die Zeitmessung begann, sobald sich die Ist-Temperatur in einem Intervall von $\pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ um die Soll-Temperatur befand. Die Luftfeuchtigkeit lag dauerhaft in dem voreingestellten Toleranzbereich. Mit den Standardeinstellungen des PID-Reglers kam es regelmäßig zur Übersteuerung, so dass die Haltephasen sich über eine deutlich länger Zeit erstreckten. Mit Blick auf die DIN EN 60068-2-14 wurde der Toleranzbereich auf $\pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ angepasst[72].

Anschließend wurde der Einfluss der Lüftergeschwindigkeit auf die Regelung untersucht. Diese ließ sich in einem Bereich von 30 % bis 100 % einstellen. Da sich nur eine geringe Auswirkung auf die Genauigkeit der Regelung zeigte, wurde die Lüftergeschwindigkeit im Folgenden auf 50 % festgelegt. Dadurch konnte eine möglichst gute Luftumwälzung erzielt werden, ohne dass die Folien sich in der Kammer bewegten.

Nach erfolgter Akklimatisierung für 24 h bei $20 \text{ }^\circ\text{C}$ wurden die Proben für die Temperaturbelastung auf einem Rost in der Mitte der Kammer positioniert, so dass sie von allen Seiten von Luft umströmt waren und keine Wärmeleitung zwischen den Folien und dem Boden der Kammer stattfand. Die Temperaturbelastung bestand aus 9 Zyklen, wovon einer exemplarisch in Abb. 2–22 dargestellt ist. Zunächst erfolgte die Kühlung der Kammer von $20 \text{ }^\circ\text{C}$ auf $-40 \text{ }^\circ\text{C}$. Anschließend wurde die Temperatur für 60 min bei $(-40 \pm 2) \text{ }^\circ\text{C}$ gehalten. Darauffolgend wurde die Kammer auf $175 \text{ }^\circ\text{C}$ erwärmt und für weitere 60 min und einer Toleranz von $\pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ gehalten. Abschließend erfolgte die Abkühlung auf $20 \text{ }^\circ\text{C}$ und der Zyklus begann von Neuem. Sämtliche Kühl- und Heizphasen vollzogen sich mit einer Rate von $90 \text{ }^\circ\text{C h}^{-1}$. Die Wahl der Temperaturniveaus sowie die Dauer der Haltephasen erfolgte in Anlehnung an die DIN EN 60068-2-1 und die DIN EN 60068-2-2. Erstere beschreibt die Prüfung der Einflüsse von Kälte auf einen Probenkörper und letztere die Einflüsse von trockener Wärme[74, 75]. Dabei wurde der Arbeitsbereich der Thermalkammer möglichst vollumfänglich ausgenutzt. Die Rate der

Temperaturanpassung ergab sich aus dem Zeitfenster, in dem die Anlage im Rahmen dieser Arbeit genutzt werden konnte. Sie sollte dabei möglichst gering sein, um langsame Temperaturwechsel bei Raumfahrtmissionen zu simulieren.

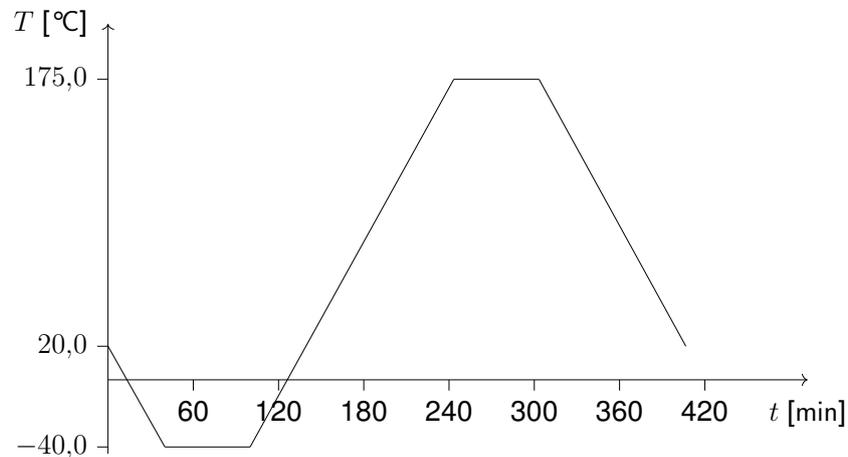


Abb. 2–22: Schematische Darstellung eines Zyklus der Temperaturbelastung

Trotz einer Lüftergeschwindigkeit von 50 % bewegten sich einige der Folien, so dass Teile von PI38 und PI46 überdeckt wurden. In diesen Bereichen wiesen die Proben nach der thermischen Belastung dieselbe Erscheinung auf wie zuvor. Außerhalb kam es jedoch zu bräunlichen Verfärbungen. Diese traten auch bei sämtlichen anderen Proben auf und intensivierten sich in den Randbereichen. Auch die Oberflächenstruktur schien sich stark verändert zu haben. Exemplarisch ist dies für die erste Messstelle von PI9 in Abb. 2–23 zu sehen.

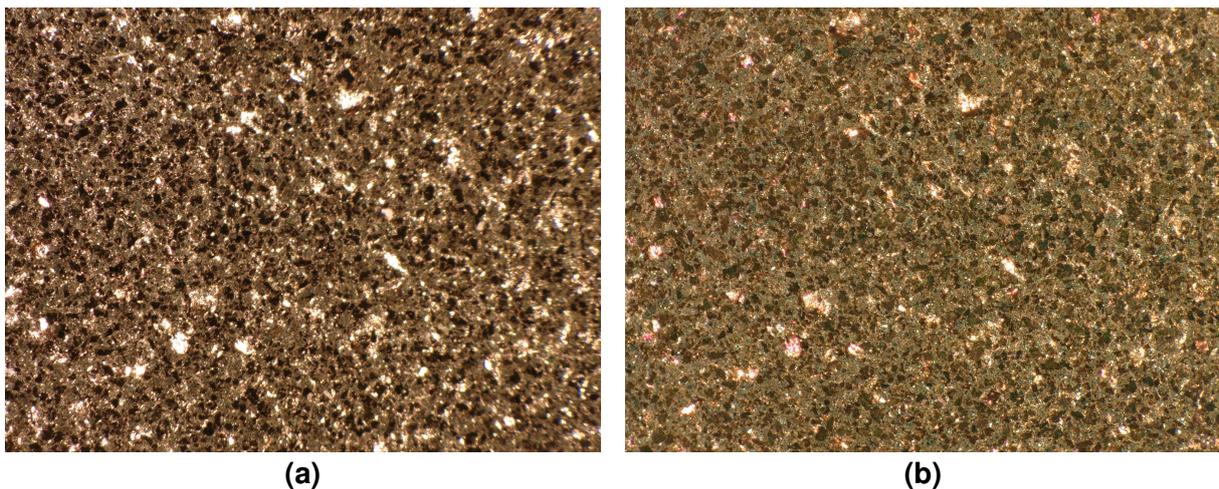


Abb. 2–23: Vergleich der ersten Messstelle der lackierten und galvanisierten Probe PI9 (a) vor und (b) nach zyklischer Temperaturbelastung

Insbesondere die Erhebungen, welche in Form weißlicher Flecken in Erscheinung traten, nahmen in ihrer Häufigkeit stark ab. Dieser Effekt war über die Oberfläche sehr

unterschiedlich verteilt und manifestierte sich insbesondere in den Bereichen, die eine starke Verfärbung aufwiesen. In extremer Ausprägung war dies anhand des Histogramms der ersten Messstelle von PI46 in Abb. 2–24 ersichtlich, welche ebenfalls in einem stark verfärbten Bereich lag. Die Erstellung und Auswertung erfolgte analog zu dem in Abs. 2.3.2 beschriebenen Verfahren. Es war eine klare Vereinheitlichung der Oberfläche zu erkennen. Die Standardabweichung der Verteilung der Graustufen infolge der Temperaturbelastung nahm von 51,23 auf 31,12 ab. Die gesamte Erscheinung verschob sich in einen dunkleren Bereich. Der Mittelwert der Graustufen änderte sich von 127,25 auf 102,55. Außerdem kam es zu einzelnen Auswertungsfehlern, die sich durch das Ausbleiben einzelner Graustufen ergaben. Die Ursache könnte bereits bei der Aufnahme der Bilder gelegen haben, da diese ohne Reflexionskorrektur erfolgte. Diese Artefakte hatten jedoch keine nennenswerte Auswirkung auf die Analyse.

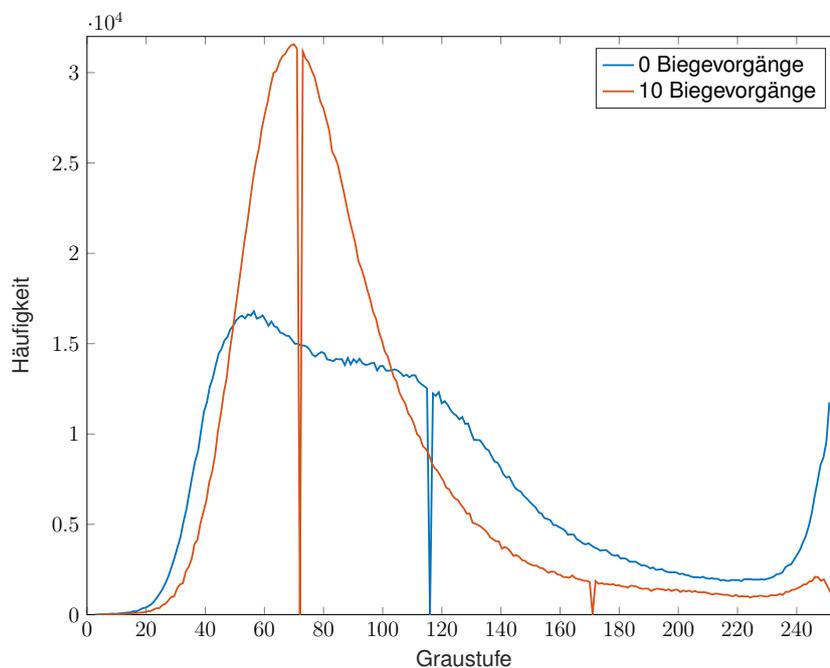


Abb. 2–24: Vergleich der Histogramme der ersten Messstelle der lackierten und galvanisierten Probe PI46 vor und nach zyklischer Temperaturbelastung

Die inhomogene Verteilung der Oberflächenveränderungen könnte durch die ungleichmäßige Belastung hervorgerufen worden sein, die sich durch ein Einrollen der Proben während der Behandlung ergab. Auch nach Akklimatisierung entrollten sich die Schichtverbunde nicht vollständig. Diese Beobachtung könnte auf erhebliche Spannungen hindeuten, die infolge der Temperaturbelastung in das Material eingetragen wurden. Der Mechanismus der Verformung verhinderte möglicherweise in letzter Konsequenz die Bildung von Rissen, die auf keiner der Proben zu erkennen waren.

Diese Erkenntnis muss bei einer technischen Umsetzung unbedingt beachtet werden. Damit ein Sonnensegel möglichst effektiv für den Antrieb eines Raumfahrzeugs ge-

nutzt werden kann, muss es als planare Struktur ausgerichtet werden können. Folglich muss eine gewisse Spannung aufrechterhalten werden, wie es für die Mission IKAROS beispielhaft in Abs. 1.1.4.1 skizziert wurde[26]. Dadurch wird die Möglichkeit einer Verformung des Schichtverbunds, welche immer auch mit einem Verlust an Effizienz einhergeht, stark eingeschränkt. Ein Einrollen der Segel wäre undenkbar. Die Herstellung müsste also noch stärker auf die Vermeidung von Spannungen ausgerichtet werden. Für galvanische Schichten wurde dies in Abs. 2.7.2 bereits durch die Implementierung von Phasen der Relaxation berücksichtigt. In Anbetracht der Dicke der Lackschichten von PI9 mit $1,719\ \mu\text{m}$, PI40 mit $1,973\ \mu\text{m}$ und PI46 mit $2,167\ \mu\text{m}$ und der Tatsache, dass sich PI9 nach erfolgter Akklimatisierung am ehesten wieder entrollt hatte, während PI46 nach wie vor zusammengerollt blieb, ließ sich eine Korrelation zwischen der Dicke der Lackschicht und der Fähigkeit des Abbaus eingetragener Spannung nach Akklimatisierung vermuten. Ein besonderes Augenmerk in Folgeprojekten sollte deshalb auch auf der Optimierung des Lackierungsprozesses liegen. Beispielsweise könnte es förderlich sein, diese bei veränderter Umgebungstemperatur durchzuführen. Des Weiteren wäre über eine Nachbehandlung zur Reduktion von Eigenspannungen nachzudenken, wie sie durch Glühverfahren erreicht werden kann[76]. Auch alternative Beschichtungsverfahren könnten Abhilfe leisten.

Die Ergebnisse der Gleichstromuntersuchungen zur Bestimmung der Konduktivität der Schichten nach Gl. 2–28 und Gl. 2–32 sind in Tab. 2–10 dargestellt.

Tab. 2–10: Spannung U , Stromstärke I , spezifischer Widerstand ρ und Konduktivität σ der lackierten und galvanisierten Proben PI53, PI35 und PI45 vor und nach zyklischer Temperaturbelastung

Probe	U [V]	I [A]	ρ [$\Omega\ \text{m}$]	σ [$\text{S}\ \text{m}^{-1}$]
PI53 vor Belastung	0,40	0,998	$8,906 \cdot 10^{-7}$	$11,23 \cdot 10^5$
PI53 nach Belastung	1,00	0,524	$42,405 \cdot 10^{-7}$	$2,36 \cdot 10^5$
PI35 vor Belastung	1,00	0,335	$66,925 \cdot 10^{-7}$	$1,49 \cdot 10^5$
PI35 nach Belastung	1,00	0,003	$74,733 \cdot 10^{-5}$	$1,34 \cdot 10^3$
PI45 vor Belastung	1,00	0,305	$76,689 \cdot 10^{-7}$	$1,30 \cdot 10^5$
PI45 nach Belastung	8,00	-	-	-

Es wurde ersichtlich, dass die Konduktivität der Beschichtungen infolge der zyklischen Temperaturbelastung signifikant abnahm. Im Falle von PI53 reduzierte sie sich im Mittel um 78,99 % und für PI35 im Mittel sogar um 99,10 %. Für PI45 ließ sich nach der thermischen Belastung keine Bestimmung durchführen. Bei einer Stromstärke von 8,000 A kam es zum Funkenflug und die Folie verschmolz mit der Kunststoffunterlage. Darüber hinaus ließ sich beobachten, dass die elektrische Leitfähigkeit nach der Temperaturbelastung sehr sensitiv auf eine Biegebeanspruchung reagierte.

Wurden die Versuchsaufbauten nach Abb. 2–21 manuell unter Zuhilfenahme der Federklemmen gebogen, so dass sich auf der Seite der Beschichtung eine Druckspan-

nung ergab, sank der Widerstand. Daraus folgend ergab sich für PI53 eine Konduktivität von $2,50 \cdot 10^5 \text{ S m}^{-1}$, welche 5,93 % oberhalb des Werts nach zyklischer Temperaturbelastung ohne Biegebeanspruchung lag. Für PI35 ergab sich eine elektrische Leitfähigkeit von $4,46 \cdot 10^3 \text{ S m}^{-1}$. Diese lag 232,84 % über dem Wert der Konduktivität nach zyklischer Temperaturbelastung und ohne zusätzliche Krafteinwirkung. Wurde die Biegebeanspruchung umgekehrt und die Beschichtung auf Zug belastet, so stieg der Widerstand und die Konduktivität von PI53 sank um 96,76 % auf $7,65 \cdot 10^3 \text{ S m}^{-1}$. Die elektrische Leitfähigkeit von PI35 sank um 99,99 % auf $0,14 \text{ S m}^{-1}$.

Die prozentuale Änderung der Konduktivität infolge einer Biegebeanspruchung lag somit meist in der Größenordnung, wie sie auch durch die zyklische Temperaturbelastung auftrat. Insbesondere bei einer Biegebeanspruchung auf Druck wiesen die Veränderungen je nach Folie starke Unterschiede auf. Diese Erkenntnis unterstützte auf experimentelle Weise die Simulationsergebnisse der Shanghai Jiao Tong Universität im Rahmen der Untersuchung von Fresnel-Linsenantenne (FZPL-Antenne), wie sie in Abs. 1.1.2.1 dargestellt wurden. Die Simulation zeigte, dass dynamische Einflüsse bei Nutzung planarer Strukturen für Hochfrequenzanwendungen besonders relevant sind[4]. Wie eine erneute Messung nach 21 d bei 20 °C zeigte, regenerierte sich die Schicht kaum und die Konduktivität befand sich nach wie vor auf demselben Niveau wie unmittelbar nach der thermischen Belastung.

Zusammenfassend kann also gesagt werden, dass sich die Auslegung der Strukturen gleichermaßen mit den dynamischen Kräften auf das Segel, wie auch mit der Temperaturbelastung während der Mission befassen muss. Außerdem wird ersichtlich, dass ein Thermalsystem zur Regelung der Temperatur des Schichtverbunds bei einer derartigen Herstellung unerlässlich ist. Wie bereits im ersten Teil erwähnt, kann dies beispielsweise passiv über eine Chrombeschichtung realisiert werden, über die ein Strahlungsaustausch erfolgen kann[3].

2.7 Fertigung von Dünnschicht-Hochfrequenzschaltungen

Eine flächige Beschichtung des Kaptons ist für die Nutzung als Hochfrequenzstruktur in der Raumfahrt nicht ausreichend. Vielmehr sollten gezielte Strukturen gefertigt werden, um die Effektivität zu erhöhen, wie es exemplarisch in Abs. 1.1.2 beschrieben wurde. Diese Strukturierung kann sowohl während des Beschichtungsprozesses als auch nachträglich erfolgen. Letzteres weist jedoch eine Reihe von Nachteilen auf. Entsprechend den Erkenntnissen aus Abs. 1.1.3.6 lagert sich das Beschichtungsmaterial innerhalb von Kavernen in der Oberfläche des Substrats ab, die infolge der physikalischen Oberflächenmodifizierungen entstehen[23]. Durch eine nachträgliche Entfernung geht somit zwangsläufig eine Beschädigung des Substrats einher. Auch ökonomisch betrachtet ist es nicht sinnvoll, einen Großteil des zuvor aufgetragenen Beschichtungsmaterials infolge der Strukturierung zu entfernen. Zielführender ist es, die gewünschten Strukturen bereits bei der Beschichtung zu berücksichtigen und nur eine lokale Lackierung vorzunehmen. Mit Blick auf das Ziel des Projekts zur Untersuchung multifunktionaler Großraumstrukturen in der Raumfahrt kommen dafür zunächst zwei

Konfiguration in Frage, die im Folgenden behandelt werden sollen. Abs. 2.7.1 beschäftigt sich mit ersten Versuchen zur Herstellung planarer Wellenleiter. In Abs. 2.7.2 wird mit der Fertigung eines Wellenleiters in Form eines Hohlleiters ein alternatives Konzept vorgestellt.

2.7.1 Strukturierung durch Schattenmasken

Aufgrund der großen Fläche, der Sonnensegel für den Antrieb, sind diese prädestiniert für die Nutzung planarer Antennenstrukturen. Diese könnten durch ein Netz von Übertragungsleitungen zusammengeschaltet werden, um so den Gewinn zu erhöhen.

Die Fertigung der Strukturen erfolgte im Folgenden unter Zuhilfenahme von, die auf unterschiedliche Weise auf den Folien fixiert wurden. Im Anschluss an die Lackierung erfolgte nach wie vor eine Galvanisierung der Proben, um die Beschichtung zu verstärken. Zu berücksichtigen war, dass dafür ein geschlossener Stromkreis benötigt wurde. Die zu galvanisierenden Strukturen mussten also elektrisch leitfähig mit der Klemmstelle verbunden sein.

Erste Versuche an PI21 erfolgten durch das Abkleben des unteren Drittels der Folie mit einem Papierstreifen. Die Lackierung bildete die Grenze klar ab. Durch eine Falte quer zur Abklebung kam es allerdings zu Ungenauigkeiten. Bei kommenden Untersuchungen musste also insbesondere auf eine faltenfreie Probe geachtet werden.

Für PI22 wurde eine Papiermaske mit einem Schlitz von $10\text{ mm} \times 1\text{ mm}$ gefertigt, die mit Klebeband auf der Folie befestigt wurde. Hier war das Ergebnis weniger zufriedenstellend. Die Maske lag nicht unmittelbar auf der Folie auf und der Spalt wurde entsprechend ungenau abgebildet.

Für weitere Strukturierungen fand eine Maske in Form eines planaren Wellenleiters Anwendung. Diese entstand aus einem Edelstahlblech mit einer Dicke von $50\text{ }\mu\text{m}$, aus dem die Kontur mittels Lasers durch das Unternehmen LaserCut24 herausgeschnitten wurde. Zunächst erfolgte die Fixierung der Schattenmaske auf der Folie durch die Anbringung von Federklemmen. Wie Abb. 2–25 zeigt, war das Ergebnis nicht zufriedenstellend. Die Außenbereiche der Maske konnten zwar durch die Federklemmen fixiert werden. Allerdings wirkte keine Druckkraft auf die Rechteckstrukturen der Maske. Durch die geringe Stabilität befanden sich diese außerdem nicht vollständig in einer Ebene. Verstärkt durch Verwirbelungen kam es zu einem Eindringen des Lacks unterhalb der abgedeckten Strukturen. Die Schicht wurde äußerst inhomogen und verwaschen. Das Bild entstand mit dem VHX-5000 bei einer Vergrößerung von 100 als 2D-Panorama.

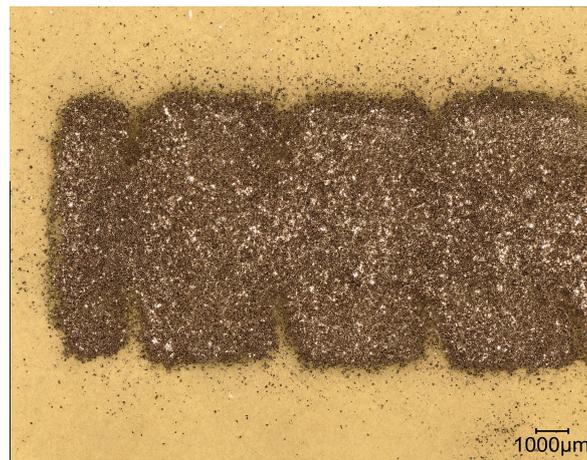


Abb. 2–25: Ergebnis der Lackierung bei Befestigung der Schattenmaske mit Federklemmen

Die Verwendung von Magneten mit einem Volumen von $8\text{ mm} \times 8\text{ mm} \times 4\text{ mm}$ zielte auf die Verbesserung der Fixierung ab. Dabei wurde auf die Halterung aus Polyvinylchlorid ($[\text{C}_2\text{H}_3\text{Cl}]_n$), wie sie bisher zum Einsatz kam, verzichtet. Stattdessen wurde das silikonisierte Papier auf den Magneten positioniert. Auf der Gegenseite wurde die Schattenmaske auf der Folie aufgebracht. Das Magnetfeld führte zu Formabweichungen der filigranen Strukturen der Maske mit einer Breite von $125\text{ }\mu\text{m}$ im Bereich der Steckeranbindung. Durch Variation der Form der Magnete ließ sich dieser Effekt reduzieren. Ein Muster, wie es in Abb. 2–26 zu sehen ist, erwies sich als geeignet.

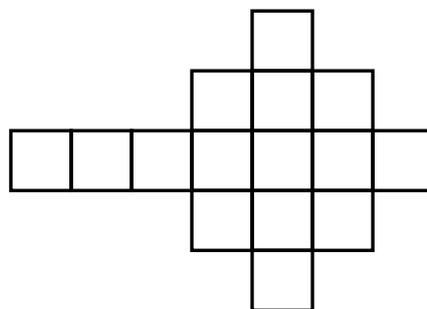


Abb. 2–26: Schematische Darstellung der Magnetanordnung zur Befestigung der Schattenmaske

Mit dieser Konfiguration wurden die Proben PI23 und PI24 lackiert. Erstere bildete die Hauptstruktur ab, wie sie in Abb. 2–27 zu sehen ist. Bei der zweiten Probe wurde die Schattenmaske so positioniert, dass die Struktur zur Steckeranbindung abgebildet wurde, wie sie in Abb. 2–28 zu sehen ist. Auch diese Bilder entstanden mit dem VHX-5000 als 2D-Panorama bei einer Vergrößerung von 100. Dabei führte die Fixierung der Maske mit Magneten augenscheinlich zu einer drastischen Steigerung der Qualität des Prozesses im Gegensatz zu der Fixierung mittels Federklemmen, wie sie in Abb. 2–25 zu sehen war.

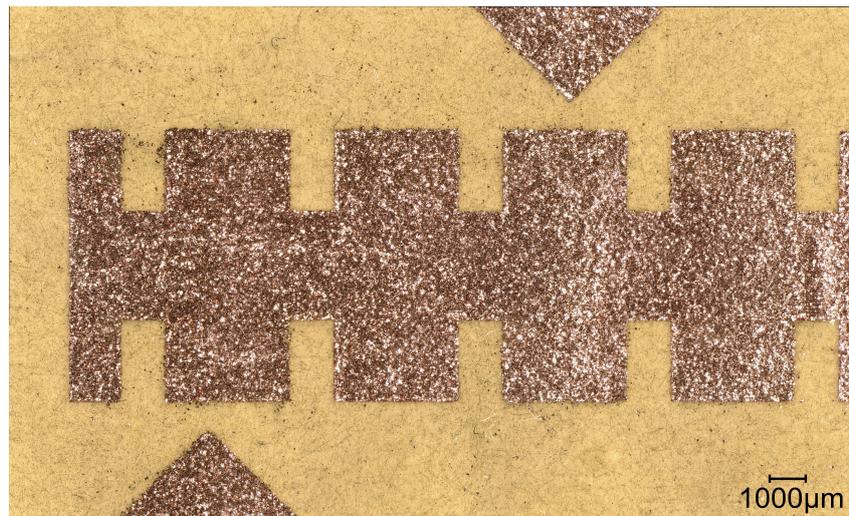


Abb. 2–27: Ergebnis der Lackierung der Hauptstruktur des planaren Wellenleiters bei Befestigung der Schattenmaske mit Magneten



Abb. 2–28: Ergebnis der Lackierung der Anbindung des planaren Wellenleiters bei Befestigung der Schattenmaske mit Magneten

Die Abbildung des Hauptteils des Wellenleiters mit Strukturen in der Größe von 10 mm ließen sich äußerst detailliert abbilden. Vereinzelt traten kleinste Kupferpartikel außerhalb der gewünschten Bereiche auf. Da diese jedoch keine Verbindung zu der Hauptstruktur aufwiesen, ließ sich vermuten, dass ein negativer Einfluss auf die Hochfrequenzeigenschaften gering blieb.

Bei der Darstellung der Anbindung an den Wellenleiter mit Strukturen im Bereich von 150 μm stieß das hier vorgestellte Verfahren an seine Grenzen. Es kam sowohl zu vermehrten Kupferabscheidung innerhalb unerwünschter Bereiche als auch zu einer Verformung der Strukturen durch das Magnetfeld. Diese sind insbesondere in der unteren Anbindung der Abb. 2–28 zu erkennen. Da sich die Größe der Strukturen aus

den Anforderungen an die Impedanz ergaben, konnten diese nicht alleinig vergrößert werden, da sonst die Dämpfung gestiegen wäre. Auch die ersten Rechteckstrukturen am Übergang sind weniger detailliert abgebildet, als der Hauptteil des Wellenleiters.

Die Limitierungen an die Gesamtgröße lagen bei $150\text{ mm} \times 100\text{ mm}$, wie erste Versuche einer flächigen Beschichtung ergaben. Oberhalb dessen war es kaum noch möglich, die Folie faltenfrei zu bearbeiten. Außerdem stieg mit wachsender Fläche auch die Gefahr von Unregelmäßigkeiten innerhalb der Beschichtung.

Bei Betrachtung der Reproduzierbarkeit ließ sich insbesondere die Lackierung als kritischer Fertigungsschritt identifizieren. Bei derartig geringen Gesamtbeschichtungen unterhalb von $3\text{ }\mu\text{m}$ war die gleichmäßige Auftragung des Lacks kaum möglich. Auch die Galvanisierung erfolgte hier nur so kurz, dass sie nicht in der Lage war, die Strukturen zu glätten. Ein weiterer Nachteil waren die mikroskopischen Löcher der Beschichtung und Folge der Lackierung. Eine geschlossene Lackschicht konnte erst ab Schichtdicken oberhalb von $4\text{ }\mu\text{m}$ gewährleistet werden. Für erste Untersuchungen und die Fertigung eines Demonstrators erfüllt das manuelle Verfahren zwar seinen Zweck, allerdings müsste dieses für eine Anwendung in der Praxis angepasst oder ersetzt werden. Alternative Beschichtungsverfahren wurden in Abs. 1.1.3 beschrieben. Auch diese ließen sich mit einer Galvanisierung zur Verstärkung der Schicht kombinieren.

Im Anschluss an diese Arbeit soll ein vollständiger Wellenleiter mit einer Größe von $110\text{ mm} \times 30\text{ mm}$ durch eine Lackierung unter Nutzung einer Schattenmaske mit anschließender Galvanisierung hergestellt werden, wobei die Fertigungstoleranz durch einige Anpassungen erhöht werden soll. Die Maske wird eine Dicke von $100\text{ }\mu\text{m}$ aufweisen. Dadurch wird eine höhere Stabilität erzielt. Trotz dessen sollte es durch das turbulente Auftragen des Lacks zu keinen Abschattungseffekten an den Rändern der Maske kommen. Ferner soll das Magnetfeld durch die Verwendung größerer Magnete mit einem Volumen von $26\text{ mm} \times 26\text{ mm} \times 3,8\text{ mm}$ homogener gestaltet werden, um die Formabweichungen der Maske zu reduzieren. Durch die stärkere Haltekraft dürfte die Maske außerdem besser auf der Folie aufliegen.

2.7.2 Fertigung eines Wellenleiter-Prototypen

Alternativ zu den bisher betrachteten Möglichkeiten zur Integration der Antennenstruktur auf einem Sonnensegel besteht die Möglichkeit, die Stützstrukturen zu nutzen. Durch entsprechende Konstruktion und Metallisierung können sie als geschlitzte Hohlleiterantennen verwendet werden. Analog zu den bisherigen Betrachtungen würde auch ein solches System separat mitgeführte Antennen redundant werden lassen[77].

Für erste experimentelle Untersuchungen einer solchen Kommunikationsstruktur wurde die Fertigung eines Prototypen in Form eines Wellenleiters betrachtet. Für die additive Herstellung der Struktur standen zwei unterschiedliche Arten von Polyactid (PLA) zur Verfügung.

Bei ersterem handelte es sich um ein durch beigemischte Karbonfasern elektrisch leitfähiges Material. Wäre die Konduktivität ausreichend hoch, ließe sich auf die Kupferlackierung verzichten und das Substrat könnte direkt galvanisiert werden. Mit PLA3 wurde dazu eine Probe der Größe $60\text{ mm} \times 50\text{ mm}$ und einer Dicke von 3 mm gefertigt. Nach ausgiebiger Reinigung mit Ethanollösung wurden sowohl die Seitenflächen als auch die Rückseite mit Kreppband abgeklebt und die Probe wurde galvanisiert. Die Daten können der Tab. A–3 im Anhang entnommen werden.

Die Stromstärke lag zu Beginn bei $0,004\text{ A}$ und steigerte sich im Laufe der ersten 20 min auf $0,006\text{ A}$. Eine geringe Kupferabscheidung war zu erkennen. Diese breitete sich von der Klemmstelle am oberen Rand halbkreisförmig aus. Nach einer Spülung in destilliertem Wasser (H_2O) wurde die Galvanisierung wiederholt. Während der nachfolgenden 20 min erhöhte sich die Stromstärke von $0,036\text{ A}$ auf $0,110\text{ A}$. Auch nach dieser Zeit war nur ein Bruchteil der Platte galvanisiert. Das Kupfer (Cu) schied sich dabei insbesondere entlang der Riefen ab, die aus der additiven Fertigung resultierten. Abschließend wurde die Probe für weitere 6 h galvanisiert. Die resultierende Schicht, wie sie in Abb. 2–29 zu sehen ist, war größtenteils geschlossen, wies aber eine minderwertige Qualität auf. Die Kupferschicht erschien äußerst inhomogen und sehr rau. Des Weiteren kam es zu einem makroskopisch erkennbaren Gefälle der Schichtdicke von den Randbereichen zur Mitte der Platte. Während der Galvanisierung schied sich auf der Kupferanode eine schwarze, glänzende Schicht durch das leitfähige PLA ab. Diese ließ sich mit H_2O leicht abspülen. Es wurde klar ersichtlich, dass eine direkte Galvanisierung dieses Materials nicht zum Ziel führte und die Probe wurde nicht weiter untersucht.



Abb. 2–29: Elektrochemisch abgeschiedene Kupferschicht auf dem leitfähigen PLA3 nach Galvanisierung für 400 min

Stattdessen kam das magentafarbene PLA der Firma Ultimaker zur Anwendung. Analog zu dem Vorgehen in Abs. 2.1.2, wurde die Oberflächenmodifizierung durch Behandlung in einmolarer Lösung aus Natriumhydroxid (NaOH) anhand von PLA2, PLA5 und PLA9 untersucht. Diese hatten ebenfalls eine Fläche von $60\text{ mm} \times 50\text{ mm}$. Der Druck

erfolgte bei einer Schichtdicke von 0,06 mm bis zu einer Gesamtdicke von 3 mm. Bei der Reinigung mit Ethanollösung ließ sich eine Verfärbung des Papiertuchs wahrnehmen. Es schien also eine gewisse Löslichkeit des PLA gegenüber dem Ethanol (C_2H_6O) in der Lösung zu geben. Eine Spülung in destilliertem H_2O entfernte letzte Rückstände der Reinigungslösung.

Nach erfolgter Trocknung wurde der Kontaktwinkel der unbehandelten Proben gemessen. Die Ergebnisse samt freier Oberflächenenergie mit dispersem und polarem Anteil können Tab. 2–11 entnommen werden. Anschließend wurde PLA9 für 10 min, PLA 2 für 40 min und PLA5 für 60 min in einmolarer Lösung aus NaOH behandelt und in destilliertem H_2O gespült. Nach einer Ablüftung von 6 h fand eine erneute Messung des Kontaktwinkels statt. Auch diese Ergebnisse sind in Tab. 2–11 aufgeführt. Bei der Kontaktwinkelmessung musste die riefenhafte Struktur der gedruckten Proben beachtet werden. Durch diese hatten die abgesetzten Tropfen eine längliche Form. Deshalb erfolgte die Messung nicht bei horizontaler Blickrichtung, sondern unter einem Winkel von 8° . Dadurch konnte der Messfehler durch die veränderte Tropfenform reduziert werden.

Tab. 2–11: Kontaktwinkel Θ_{H_2O} und $\Theta_{CH_2I_2}$ sowie Oberflächenenergie γ_i mit dispersem und polarem Anteil γ_i^d und γ_i^p von PLA2, PLA5 und PLA9 vor und nach der Behandlung in Natriumhydroxid (NaOH) nach einer Ruhephase von 6 h

Nummer	t [min]	Θ_{H_2O} [°]	$\Theta_{CH_2I_2}$ [°]	γ_i^d [$mJ m^{-2}$]	γ_i^p [$mJ m^{-2}$]	γ_i [$mJ m^{-2}$]
PLA9	-	$74,95 \pm 2,15$	$34,75 \pm 2,74$	$42,14 \pm 1,26$	$4,74 \pm 0,85$	$46,88 \pm 2,11$
PLA9	10	$77,53 \pm 1,41$	$27,32 \pm 0,67$	$45,29 \pm 0,26$	$3,23 \pm 0,44$	$48,52 \pm 0,70$
PLA2	-	$70,56 \pm 1,82$	$34,48 \pm 0,66$	$42,27 \pm 0,30$	$6,46 \pm 0,78$	$48,73 \pm 1,08$
PLA2	40	$50,49 \pm 1,20$	$75,61 \pm 3,58$	$34,00 \pm 0,67$	$6,51 \pm 1,58$	$40,51 \pm 2,25$
PLA5	-	$65,65 \pm 2,56$	$53,11 \pm 1,94$	$32,53 \pm 1,10$	$12,04 \pm 1,50$	$44,57 \pm 2,60$
PLA5	60	$76,85 \pm 0,94$	$49,91 \pm 0,73$	$34,32 \pm 0,41$	$5,89 \pm 0,41$	$40,21 \pm 0,81$

Sowohl bei einer Behandlung für 40 min als auch für 60 min ergab sich ein negativer Einfluss auf die freie Oberflächenenergie der Proben. Diese nahm im Mittel um 16,87 % beziehungsweise 9,78 % ab, während die freie Oberflächenenergie nach einer Behandlung für 10 min im Mittel um 3,50 % zunahm. Dieser positive Einfluss war jedoch mit Vorsicht zu genießen, da er vollständig im Bereich der Standardabweichung lag. Ein derartiges Verhalten infolge einer Überbeizung wurde bereits für das Acrylnitril-Butadien-Styrol (ABS) in Abs. 1.1.3.6 beschrieben.

Ein Zweilinienvergleich der Probenoberfläche gab Aufschluss über die Aufrauung infolge der Oberflächenmodifizierung. Mit dem VHX-5000 wurde dazu ein dreidimensionales Modell der Oberfläche erstellt, wie es in Abs. 2.4 beschrieben wurde. Die Vergrößerung betrug 30 und die Beleuchtung erfolgte über das Ringlicht bei einer Beleuchtungsstärke von 255. Die Höhenverstellung je Bild wurde auf $100 \mu m$ festgesetzt.

Die Primärprofile der drei Proben sind ohne genauere Analyse der Profilhöhe in Abb. 2–30 aufgetragen. Die Rauheit nach Behandlungszeiten von 40 min und 60 min war dabei augenscheinlich höher als nach 10 min, was in diesem Maße auf eine Überbeizung hindeuten könnte. Dennoch schien das Profil nach 60 min rauer zu sein, obwohl die Oberflächenenergie nach 40 min stärker sank. Es existierten also vermutlich noch weitere negative Effekte, die beispielsweise einem chemischen Angriff der Oberfläche geschuldet waren. Durch die längliche Tropfenform, wie sie zu Beginn beschrieben wurde, unterlagen die Werte der Tab. 2–11 außerdem einer höheren Ungenauigkeit, als die Standardabweichungen aus den arithmetischen Mittelwerten vermuten ließ. Mit diesen Ergebnissen wurde für die nachfolgenden Untersuchungen eine Behandlungszeit von 10 min gewählt, da sich hier zumindest kein negativer Einfluss erkennen ließ.

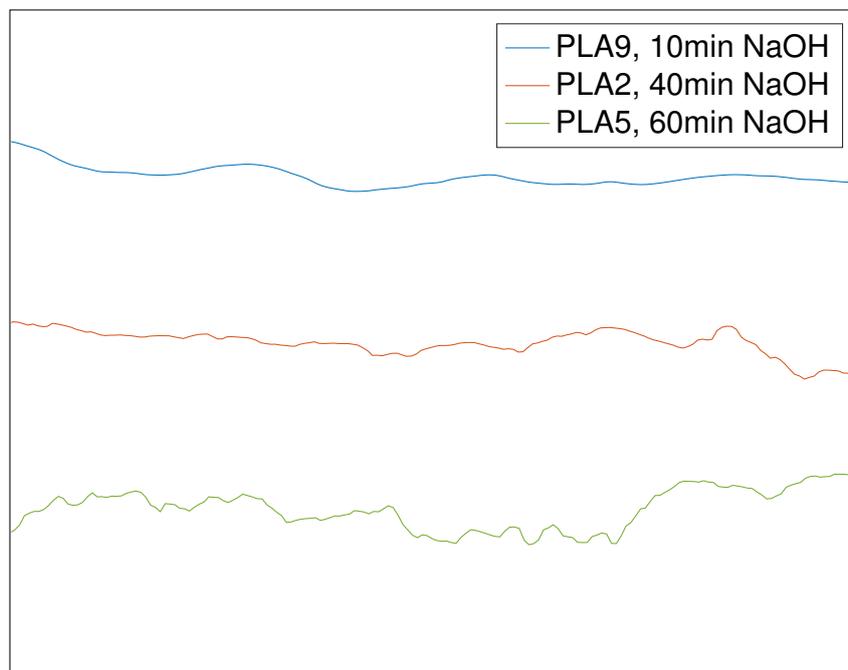


Abb. 2–30: Primärprofil der Oberflächen von PLA2, PLA5 und PLA9 nach Behandlung in einmolarer Lösung aus Natriumhydroxid (NaOH)

In einem nächsten Schritt erfolgte die Untersuchung der Haftfestigkeit des Lacks untersucht. Die theoretischen Hintergründe wurden bereits in Abs. 2.3.1 erläutert. Durch die Festigkeit des PLA war es möglich eine Gitterschnittprüfung nach DIN EN ISO 2409 durchzuführen[78].

Neben dem unbehandelten PLA1 wurden außerdem die Proben PLA9 und PLA13 untersucht, welche für 10 min in einer Lösung aus NaOH behandelt wurden. PLA9 wurde darüber hinaus mit einem 1K-Haftprimer für Kunststoffe der Schenker & STC GmbH grundiert und für 2 h abgelüftet. Die anschließende Lackierung erfolgte in zwei Schichten mit einer zwischenzeitlichen Trocknung von 5 min. So ergaben sich Schichtdicken von 6,988 μm für PLA1, 3,587 μm für PLA9 und 3,774 μm für PLA13.

Die Gitterschnittprüfung erfolgte bei einer Temperatur von 20 °C mit einem Mehrschneidergerät mit Handgriff. Entsprechend der Schichtdicke und der Härte des Substrats wurde ein Klingenabstand von 1 mm gewählt[78]. Die Prüfung erfolgte mittig auf der Platte. Dabei wurde die Probe entlang und quer zu der Riefenrichtung des PLA eingegritzt. Lose Partikel wurden mit einer Handbürste entfernt.

Die Dokumentation der Ergebnisse erfolgte mit dem VHX-5000 und ist in Abb. 2–31 zu finden. Die Bilder entstanden unter Nutzung eines Lichtmixes mit maximalem koaxialen Anteil und einer Beleuchtungsstärke von 100. Die Vergrößerung betrug 30. Die Bestimmung des prozentualen Anteils der Ablösung an den Schnittflächen erfolgte ebenfalls mit dem VHX-5000. Dazu wurde eine Flächenmessung nach Helligkeitsabstufung durchgeführt, wobei kleine Partikel automatisch entfernt wurden. Die Fläche der Gitterschnittprüfung wurde extrahiert und manuell begradigt. Eine Anpassung der Empfindlichkeit erfolgte ebenfalls manuell. Für PLA9 ist dies exemplarisch in Abb. 2–32 zu sehen. Unter Berücksichtigung der Schnittbreite und der Ablösungen im inneren der Quadrate durch den Bürstvorgang, welche insbesondere bei PLA1 und PLA13 auftraten, ergab sich für PLA1 eine Ablösung von etwa 35 %. Damit ließ sich diese Probe der dritten Kategorie nach der DIN EN ISO 2409 zuordnen. Die Ablösungen von PLA9 und PLA13 gehörten der zweiten Kategorie an und lagen bei ungefähr 15 % [78]. Die Vorbehandlung schien also zu einer besseren Haftfestigkeit zu führen. Es darf jedoch nicht unberücksichtigt bleiben, dass die Beschichtung von PLA1 etwa doppelt so dick war, wie die von PLA9 und PLA13. Es wäre durchaus denkbar, dass die stärkere Ablösung zu einem gewissen Teil durch höhere innere Spannungen hervorgerufen wurde, wie sie bereits in Abs. 2.6 vermutet wurden. Eine genaue Aussage über den Einfluss des 1K-Haftprimers ließ sich auf Basis dieser Ergebnisse nicht treffen.

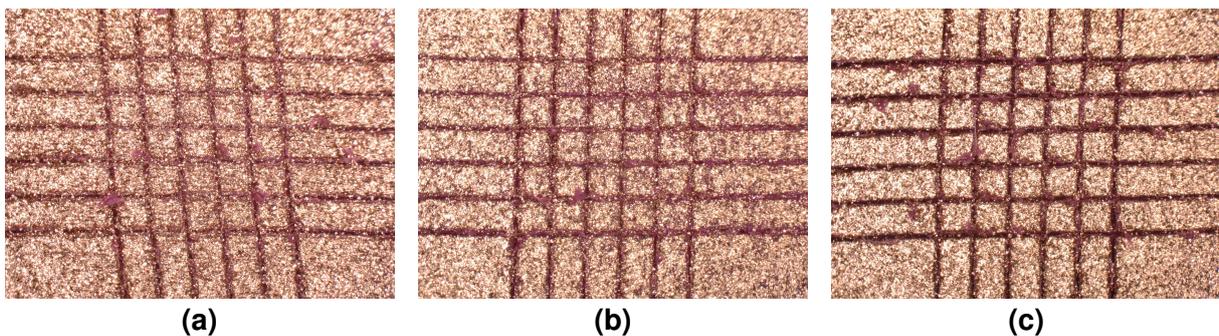


Abb. 2–31: Ergebnisse der Gitterschnittprüfung zur qualitativen Bestimmung der Haftfestigkeit der lackierten Proben (a) PLA1, (b) PLA13 und (c) PLA9

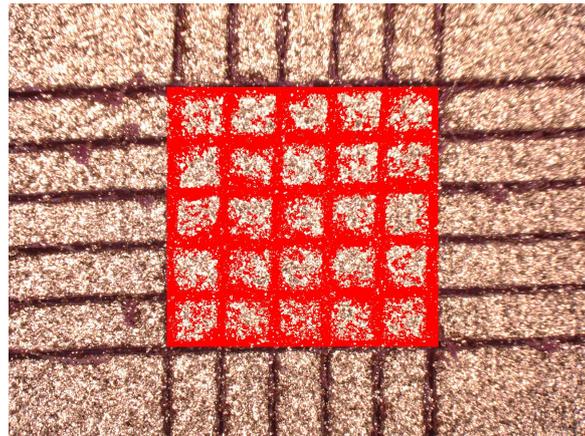


Abb. 2–32: Extraktion des Gitterschnittprofils von PLA9 über eine Flächenmessung nach Helligkeitsabstufung bei automatischer Entfernung kleiner Partikel und manueller Begradigung

Um Vergleichswerte zu erhalten wurde an den Proben darüber hinaus ein Klebetest durchgeführt, wie er in Abs. 2.3.1 beschrieben wurde. Die Ergebnisse sind in Abb. 2–33 zu sehen. Die Haftung auf PLA13 schien schlechter zu sein als bei PLA1. Eine bloße Behandlung mit der Lösung aus NaOH führte somit zu keinem zufriedenstellenden Ergebnis. Auch Imperfektionen der Klebeverbindung von PLA1 sowie Inhomogenitäten und lokale Abweichungen der Adhäsion von PLA13 könnten eine mögliche Erklärung für die beobachteten Ergebnisse liefern. Anders sah es bei zusätzlicher Grundierung mit dem 1K-Haftprimer aus. Hier kam es lediglich zu minimalen Ablösungen infolge des Klebetests. Um unter Berücksichtigung beider Verfahren dennoch keine falschen Schlüsse zu ziehen, wurden für die Bestimmung der Haftfestigkeit nach der Galvanisierung sowohl Proben untersucht, die nur mit einmolarer Lösung aus NaOH behandelt wurden, als auch solche, bei denen zusätzlich der 1K-Haftprimer zum Einsatz kam.

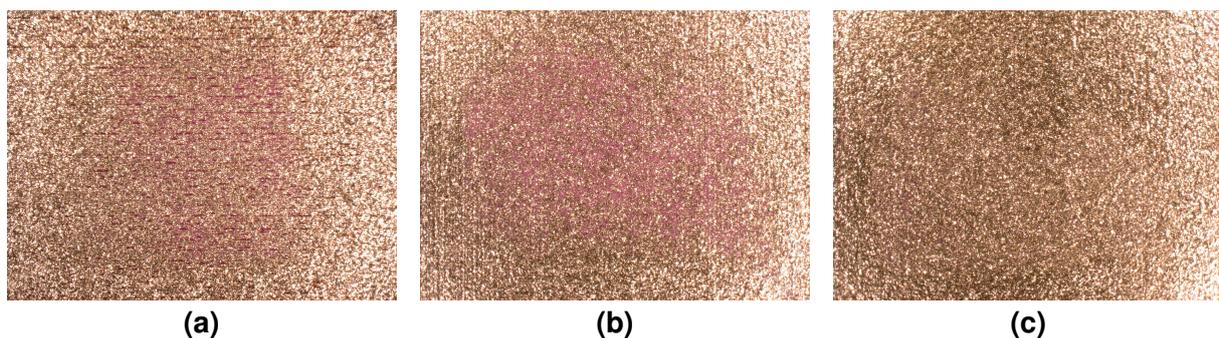


Abb. 2–33: Ergebnisse des Klebetests zur qualitativen Bestimmung der Haftfestigkeit der lackierten Proben (a) PLA1, (b) PLA13 und (c) PLA9

Im Vergleich zu den bisherigen Untersuchungen dieser Arbeit, lag der Fokus bei der Fertigung des Prototypen primär auf einer hohen elektrischen Leitfähigkeit. Aus diesem Grund sollten Schichten mit einer Dicke von etwa 40 μm hergestellt werden.

Da die Fertigung derartiger Schichtdicken mit dem bisher angewendeten Verfahren nicht revidiert wurden, sollte der Prozess zunächst an PLA2 getestet werden. Dazu wurde die Probe gereinigt und anschließend für 10 min in einer einmolaren Lösung aus NaOH behandelt. Nach Spülung und Trocknung erfolgte das Auftragen des Kupferleitlacks. Im Anschluss an eine Trocknung von 24 h erfolgte die Galvanisierung bei einer Spannung von 1,25 V. Die Stromstärke lag bei 1,250 A, so dass sich eine Stromdichte von $5,0 \text{ A dm}^{-1}$ ergab. Nach 25 min war die Schicht sehr inhomogen und an den Rändern deutlich stärker gewachsen als in der Mitte der Probe. Nach Spülung und zweistündiger Trocknung löste sich die Schicht am Rand ab und ließ sich vollständig abziehen. Dabei erfolgte die Trennung zwischen PLA und Kupferleitlack. Nach Rücksprache mit dem Hersteller wurde die Stromdichte im Folgenden auf $2,0 \text{ A dm}^{-1}$ reduziert, so dass sich bei gegebener Probenfläche eine Stromstärke von 0,500 A ergab[79]. Auch die Spannung wurde auf 1,00 V reduziert. Unter Berücksichtigung der Erkenntnisse über die Pulsabscheidung aus Abs. 1.1.3.6 wurden bei den kommenden Galvanisierungsprozessen Ruhephasen berücksichtigt, die eine Relaxation ermöglichten[20]. Dazu wurden die Proben zwischenzeitlich aus dem Elektrolyten entfernt und gespült, ehe die Galvanisierung fortgesetzt wurde. So ließen sich die Ergebnisse erheblich verbessern. Es kam zu homogenen Abscheidungen, die sich nicht von dem Grundsubstrat lösten.

Abschließend erfolgte die Prüfung der Haftfestigkeit der galvanisch verstärkten Proben PLA6, PLA7, PLA11 und PLA12 mittels Gitterschnittprüfung, um sowohl die Einflüsse der Vorbehandlung als auch der Relaxation zu bestimmen. Die Details der Beschichtungsvorgänge können Tab. A-3 entnommen werden. Dabei wurde eine möglichst gleichmäßige Schichtdicke aller Proben angestrebt. Sämtliche Platten wurden für 10 min in einer Lösung aus NaOH behandelt. PLA6 und PLA7 wurden im Anschluss daran zusätzlich mit dem 1K-Haftprimer grundiert. Sowohl Grundierung als auch Lackierung erfolgten nach sechsständiger Trocknung. Die Ergebnisse der Gitterschnittprüfung lagen allesamt in der fünften Kategorie und zeigten ein vollständiges Abplatzen, wie es in Abb. 2-34 zu sehen ist[78]. Durch die hohe Schichtdicke ließ sich vermuten, dass entsprechend starke innere Spannungen in die Schichten eingetragen wurden, so dass sich diese infolge der Prüfung großflächig ablösten. Auch hier erfolgte die Trennung zwischen dem Kupferleitlack und dem PLA. Die galvanische Schicht schien auf dem Lack also deutlich besser zu haften, als es dieser auf dem Grundsubstrat tat. Der positive Einfluss des 1K-Haftprimers fiel geringer aus als erwartet. Die Relaxation schien jedoch einen positiven Einfluss auf die Schichthaftung zu haben.

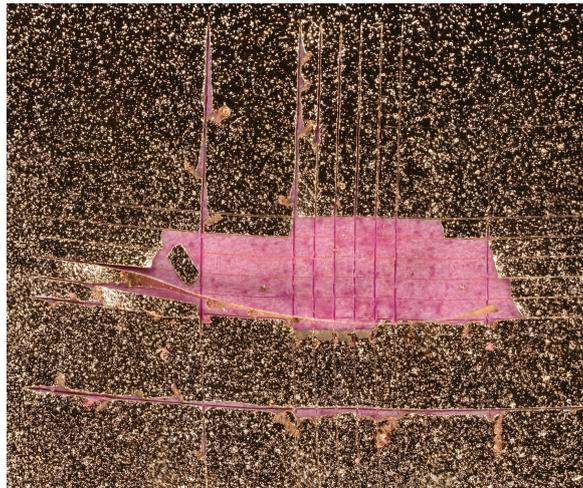


Abb. 2–34: Ergebnis der Gitterschnittprüfung zur qualitativen Bestimmung der Haftfestigkeit der lackierten und galvanisierten Probe PLA7

Final erfolgte die Herstellung des Prototypen, wie er in Abb. 2–35 zu sehen ist. Die Fertigung erfolgte aus den kreisrunden Endstücken PLA15 und PLA16 und den Halbschalen PLA17 und PLA18, welche den Grundkörper darstellten. Eine der beiden Halbschalen enthielt zwei quadratische Aussparungen. In diese wurden nach der Verkupferung die Anbindungen an das Messsystem in Form von Monopol-Antennen eingebracht und über eine Lötung fixiert. Sämtliche Einzelteile wurden mit einer Struktur zur Anbringung der Klemme für die Galvanisierung versehen. Im Falle der Halbschalen wurde diese im Nachgang entfernt. Nach ausgiebiger Reinigung in Ethanollösung und Spülung wurden die Einzelteile für 10 min in einmolarer Lösung aus NaOH behandelt. Nach erneuter Spülung und einer Ablüftung von 2 h erfolgte das Auftragen des 1K-Haftprimers. Nach weiteren 30 min Trocknung wurden die Einzelteile mit dem Kupferleitlack besprüht. Dies erfolgte in zwei Schichten mit einer Zwischentrocknung von 5 min. Im Anschluss an eine dreißigminütige Trocknung erfolgte die Galvanisierung mit Ruhephasen zur Relaxation, in denen die Werkstücke zusätzlich gespült wurden. Als Anode für die Galvanisierung der Halbschalen fand eine Kupferstange mit einem Durchmesser von 6,0 mm Anwendung. Aufgrund der Form der Halbschale konnte damit eine homogenere Abscheidung erreicht werden, als bei Nutzung einer Kupferplatte, da die Abstände zwischen Anode und Kathode gleichmäßiger waren. Bei den planaren Endstücken hingegen wurde auf eine Kupferplatte zurückgegriffen. Weitere Informationen zur Galvanisierung können der Tab. A–3 entnommen werden. Auffällig war das starke Schwanken der Stromstärke während des Prozesses. Des Weiteren erschien die abgeschiedene Schicht bei Verwendung der Kupferstange rötlicher als bei Verwendung der Kupferplatte. Dies könnte auf einen unterschiedlichen Reinheitsgrad der verwendeten Materialien hindeuten. Nach abgeschlossener Galvanisierung wurden die Einzelteile erneut gespült und waren bereit für den Zusammenbau.



Abb. 2–35: Prototyp des Wellenleiters mit der Hauptstruktur in Form eines Hohlleiters und den kreisrunden Endstücken

Der Zusammenbau erfolgte in Zusammenarbeit mit Leon Stegmann, welcher im Rahmen seiner Bachelorarbeit „Lenticular Shaped Slotted Waveguide Antenna Design for Satellites“ sowohl für das Design des Wellenleiters als auch für den Druck der Proben und die Vermessung des Wellenleiters verantwortlich war. Die Halbschalen wurden über eine Lötnaht verbunden und die Endstücke verschlossen den Aufbau über eine Einspannung. Die Messung mit einem Netzwerkanalysator der Firma Rohde & Schwarz ergab eine sehr geringe Einfügedämpfung oberhalb der Grenzfrequenz. Bei der Auslegungsfrequenz von 8,5 GHz ergab sich ein Wert von $-0,3$ dB. Unter Berücksichtigung der Länge des Wellenleiters resultierte eine Dämpfung von $2,26$ dB m^{-1} [77].

3 Fazit

Das zentrale Element der vorliegenden Arbeit war die Fertigung eines Schichtverbunds, welcher als multifunktionale Großraumstruktur sowohl für das Antriebs- als auch für das Kommunikationssystem eines Raumfahrzeugs genutzt werden kann. Weiterhin wurden elementare Eigenschaften des Schichtverbunds untersucht, um erste Abschätzungen des Verhaltens derartiger Strukturen treffen zu können und die Auslegung dementsprechend anzupassen.

Das Beschichtungsverfahren basierte auf einer Kupferlackierung eines Polyimids. Diese Schicht wurde im Anschluss galvanisch verstärkt. Um die freie Oberflächenenergie des Grundsubstrats zu erhöhen und damit eine verbesserte Adhäsion zwischen Polyimid und Kupfer zu erzielen, wurden die untersuchten Proben oberflächenmodifiziert. Dabei zeigte eine nasschemische Behandlung in einmolarer Lösung aus Natriumhydroxid beste Ergebnisse. Mit ihr ließ sich die freie Oberflächenenergie von $(47,05 \pm 1,47) \text{ mJ m}^{-2}$ auf $(71,76 \pm 2,44) \text{ mJ m}^{-2}$ erhöhen. Darüber hinaus wiesen diese Modifikationen eine gute Langzeitstabilität auf. Auch eine Behandlung mittels Atmosphärendruckplasmas führte zu einer nennenswerten Erhöhung der freien Oberflächenenergie. Durch die Erstellung einer Wetting Envelope ließen sich Vorhersagen über das Benetzungsverhalten treffen. Dabei zeigte sich, dass die verwendeten Lacke die vorbehandelten Proben vollständig benetzten. Dies führte in letzter Konsequenz zu einer gesteigerten Adhäsion zwischen den Schichtpartnern.

Die Vorhersagen des Benetzungsverhaltens wurden experimentell durch die Prüfung der Haftfestigkeit bestätigt. Auch die Biegefestigkeit konnte durch eine Oberflächenmodifikation gesteigert werden. Es zeigten sich trotz vollständiger Benetzung Unterschiede in der Qualität der Adhäsion. Ursache dafür könnte ein disparates Verhältnis von dispersen und polaren Anteilen der freien Oberflächenenergie sein. Nach einer Behandlung in einmolarer Lösung aus Natriumhydroxid ließen sich die besten Ergebnisse erzielen. Die Ermittlung zentraler Kennwerte der Oberflächenrauheit erfolgte durch die Analyse eines dreidimensionalen Modells der Oberfläche. Es ergaben sich Werte, die meist in der Größenordnung der mittleren Schichtdicke selbst lagen. Vereinzelt kam es zu einer deutlich erhöhten Rauheit, die aus Oberflächenimperfectionen resultierte. Diese entstanden im Rahmen des ausgewählten Fertigungsverfahrens. Darüber hinaus ließ sich festhalten, dass die Galvanisierung die lackierte Oberfläche tendenziell glättete. Die Konduktivität der Schichten lag wie erwartet unterhalb der des Vollmaterials. Insbesondere für die Auslegung im Rahmen einer Hochfrequenzanwendung ist dies eine entscheidende Erkenntnis, da die elektrische Leitfähigkeit einen zentralen Parameter für die Eindringtiefe elektromagnetischer Wellen in Metalle darstellt. Nach Entwicklung eines Modells konnten Vorhersagen über diese Eindringtiefe gemacht werden. Dabei ergab sich die Fertigung einer Skintiefe ab einer Schichtdicke von $2,76 \mu\text{m}$ bei einer Konduktivität von $0,396 \cdot 10^7 \text{ S m}^{-1}$. Abgeschlossen wurden die

Untersuchungen mit einer Betrachtung des thermischen Verhaltens. Daraus ergaben sich starke Veränderungen der Oberfläche, die äußerst inhomogen verteilt waren. Es schien, als würden sie durch eingetragene Spannungen infolge der zyklischen Temperaturbelastung entstehen. Diese führte darüber hinaus zu einer drastischen Reduktion der elektrischen Leitfähigkeit. Dabei ergab sich ein starker Einfluss durch eine Biegebeanspruchung. Wurde in die Beschichtung eine Druckspannung induziert, so stieg die elektrische Leitfähigkeit, während sie unter Zugspannung sank. Bei einer Auslegung der multifunktionalen Strukturen müssen also nicht nur die Umgebungsbedingungen berücksichtigt werden, sondern ebenso auch die dynamischen Einflüsse, die sich beispielsweise aus der Einspannung der Segel ergeben.

Abgeschlossen wurden die experimentellen Betrachtungen durch die Strukturierung der Oberfläche. Durch die Nutzung einer Schattenmaske, welche mit Magneten auf dem Grundsubstrat befestigt wurde, ließen sich vielversprechende Ergebnisse erzielen. Mit dem hier angewendeten Verfahren lag die untere Fertigungsgrenze der planaren Wellenleiter bei etwa $150\ \mu\text{m}$. Bei derartig filigranen Strukturen kam es im Rahmen der turbulenten Lackierung vermehrt zu Kupferabscheidungen an unerwünschten Stellen. Auch führte das Magnetfeld zu einer Verformung der Maske. Durch die Verwendung größerer und stärkerer Magnete und einer stabileren Maske ließe sich die Fertigungsgrenze vermutlich hin zu kleineren Strukturen verschieben. Die Limitierung der Gesamtgröße des Wellenleiters lag bei etwa $150\ \text{mm} \times 100\ \text{mm}$. War die Fläche größer, so ließ sich die Probe nicht mehr faltenfrei behandeln. Außerdem stiegen auch die Oberflächenimperfection infolge des manuellen Beschichtungsverfahrens. Ein weiterer Nachteil war die geringe Reproduzierbarkeit der Schichten. Die gleichmäßige Auftragung des Lacks war bei derartig dünnen Schichten im unteren einstelligen Mikrometerbereich nur bedingt möglich und es kam zu mikroskopischen Löchern in der Schicht. Zuverlässig konnten diese nur durch das Auftragen dickerer Schichten geschlossen werden. Nichts desto trotz besticht das Verfahren für die Fertigung eines Demonstrators durch die schnelle und unkomplizierte Anwendung. Abschließend wurde ein additiv gefertigter Wellenleiter in Form eines Hohlleiters gefertigt. Solche Strukturen ließen sich beispielsweise in die Stützstrukturen der Sonnensegel integrieren und könnten ebenfalls zu einer Reduktion der Masse des Raumfahrzeugs führen.

4 Ausblick

Das Hauptaugenmerk von Folgeprojekten im Anschluss an diese Forschungsarbeit liegt auf der Herstellung planarer Wellenleiter mit Schattenmasken und deren Vermessung. Neben dem in Abs. 2.7.1 beschriebenen Verfahren soll dabei auch ein Ätzverfahren angewendet werden, wie es in der Leiterplattenherstellung zum Einsatz kommt. Die Bestimmung der Hochfrequenzeigenschaften wird über einen Netzwerkanalysator erfolgen. Darüber hinaus wird sich auch weiteren Untersuchungen der Hohlleiter aus Abs. 2.7.2 gewidmet. Neben einer Optimierung des Aufbaus und Designs wäre auch die Herstellung einer geschlitzten Hohlleiterantenne denkbar.

Weitere offene Punkte ergaben sich darüber hinaus aus den Untersuchungen der mechanischen und elektrischen Eigenschaften. Mit der Vorbehandlung des Kaptons in einmolarer Lösung aus Natriumhydroxid (NaOH) wurde eine effektive Möglichkeit aufgezeigt, wie sich die freie Oberflächenenergie des Substrats erhöhen ließ. Es bleibt jedoch offen, von welcher Art die Modifikationen sind. Eine weiterführende Untersuchung mit Rasterkraftmikroskopie und Röntgenphotoelektronenspektroskopie könnte Aufschluss über die physikalischen und chemischen Veränderungen der Oberfläche geben. Auch könnten weitere Verbesserungsmöglichkeiten der Haftfestigkeit untersucht werden. Für eine Anwendung der Schichtverbunde als Antriebssystem in Form eines Sonnensegels bedarf es nach derzeitigem Forschungsstand einer Aluminiumbeschichtung, um einen bestmöglichen Reflexionsgrad zu erzielen. Im Rahmen der multifunktionalen Nutzung für das Kommunikationssystem ist es lohnenswert, die Hochfrequenzeigenschaften eines solchen Schichtverbunds mit ausreichender Dicke näher zu untersuchen. Auch das thermische Verhalten, wie es in Abs. 2.6 beobachtet wurde, bietet ein großes Optimierungspotenzial, um die Auswirkungen einer zyklischen Temperaturbelastung zu reduzieren. Dieses könnte sowohl in der Nutzung alternativer Materialien als auch in der Anpassung des Verfahrens durch zusätzliche Vor- und Nachbehandlungen liegen. Alternativ ließe sich auch über ein entsprechendes Thermalkontrollsystem nachdenken. Zu guter Letzt sollten auch alternative Beschichtungsverfahren, wie sie in Abs. 1.1.3.1 beschrieben wurden, nicht außer Acht gelassen und mit dem hier beschriebenen Verfahren verglichen werden. Hieraus ergibt sich außerdem die Möglichkeit zu prüfen, welchen Einfluss die in dieser Arbeit vorgestellten Oberflächenmodifizierungen auf die Haftfestigkeit des verwendeten Verfahrens haben.



Literaturverzeichnis

- [1] E. Messerschmid und S. Fasoulas, *Raumfahrtsysteme: Eine Einführung mit Übungen und Lösungen*, 4. Aufl. Berlin: Springer, 2011.
- [2] o.V., „Solar Sail Propulsion“, NASA, Marshall Space Flight Center, Huntsville, NASA Facts FS–2005–04–29–MSFC, 2005.
- [3] C. Garner, B. Diedrich und M. Leipold, „A Summary of Solar Sail Technology Developments and Proposed Demonstration Missions“, *NASA JPL*, Nr. JPC-99-2697, S. 1–17, 1999.
- [4] Z.-Q. Liu, H. Qiu, X. Li und S.-L. Yang, „Review of Large Spacecraft Deployable Membrane Antenna Structures“, *Chinese Journal of Mechanical Engineering*, Jg. 30, Nr. 6, S. 1447–1459, 2017, doi: 10.1007/s10033-017-0198-x.
- [5] B. Khayatian und Y. Rahmat-Samii, „A Novel Antenna Concept for Future Solar Sails Missions“, *Proceedings, IEEE Aerospace Conference*, Jg. 2, S. 981–997, 2002, doi: 10.1109/AERO.2002.1035696.
- [6] D. R. Reid und G. S. Smith, „A Full Electromagnetic Analysis for the Soret and Folded Zone Plate Antennas“, *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, Jg. 54, Nr. 12, S. 3638–3646, 2006, doi: 10.1109/TAP.2006.886564.
- [7] A. Petosa, N. Gagnon und A. Ittipiboon, „Optimization of Dielectric Fresnel Lens Thickness for Maximizing Gain“, *2006 12th International Symposium on Antenna Technology and Applied Electromagnetics and Canadian Radio Sciences Conference*, S. 519–522, 2006.
- [8] H. Bayer, „Nachführbare Antennen für die mobile Satellitenkommunikation auf Basis des Multimode-Monopuls-Prinzips“. Dissertation, Fakultät für Elektrotechnik und Informationstechnik, Technische Universität Ilmenau, Ilmenau, 2016.
- [9] J. Pourahmadazar und T. A. Denidni, „Towards Millimeter-wavelength: Transmission-Mode Fresnel Zone Plate Lens Antennas using Plastic Material Porosity Control in Homogeneous Medium“, *Scientific reports*, Jg. 8, Nr. 1, S. 1–14, 2018, doi: 10.1038/s41598-018-28407-9.
- [10] H. K. Raad, H. M. Al-Rizzo, A. I. Abbosh und A. I. Hammoodi, „A Compact Dual Band Polyimide Based Antenna for Wearable and Flexible Telemedicine Devices“, *Progress In Electromagnetics Research C*, Jg. 63, S. 153–161, 2016, doi: 10.2528/PIERC16010707.
- [11] W. S. Wong und A. Salleo, Hg., *Flexible electronics: Materials and applications*. New York: Springer, 2009.
- [12] J. B. Calderón, „Oberflächenmodifizierung und -analytik von Polyimid“. Dissertation, Fakultät für Mathematik, Informatik und Naturwissenschaften, Rheinisch-Westfälischen Technischen Hochschule Aachen, Aachen, 2005.

- [13] M. Singh, H. M. Haverinen, P. Dhagat und G. E. Jabbour, „Inkjet Printing - Process and Its Applications“, *Advanced materials*, Jg. 22, Nr. 6, S. 673–685, 2010, doi: 10.1002/adma.200901141.
- [14] Z. Yang, A. Takacs, S. Charlot und D. Dragomirescu, „Design of Kapton based passive circuits at microwave frequencies“ in *2015 European Microwave Conference (EuMC 2015)*, Paris, 2015, S. 873–876, doi: 10.1109/EuMC.2015.7345903.
- [15] A. Chauraya et al., „Inkjet printed dipole antennas on textiles for wearable communications“, *Microwaves, Antennas & Propagation, IET*, Jg. 7, Nr. 9, S. 760–767, 2013.
- [16] R. A. Haefer, *Oberflächen- und Dünnschicht-Technologie: Teil 1. Beschichtung von Oberflächen*. Berlin: Springer, 1987.
- [17] D. M. Pozar, *Microwave Engineering*, 3. Aufl. Hoboken: John Wiley & Sons, 2005.
- [18] D. K. Shin, „Frequency and Channel Assignments“, *JPL DSN Deep Space Network Series*, Nr. 810-005, 2020.
- [19] T. W. Jelinek, *Praktische Galvanotechnik: Lehr- und Handbuch*. Mit 93 Tabellen im Text, einem speziellen Tabellenteil und einem Anhang "Chemikalien für die Galvanotechnik", 5. Aufl., Saulgau: Eugen G. Leuze, 1997.
- [20] J. Loder Meyer, „Elektrochemische Abscheidung von Metallen und Legierungen aus nichtwässrigen Systemen und Aktivierung von passivierten Metalloberflächen zur Abscheidung nanoporöser Schichten aus wässrigen Lösungen“. Dissertation, Naturwissenschaftliche Fakultät IV, Chemie und Pharmazie, Universität Regensburg, Regensburg, 2006.
- [21] J. Dohmann, *Experimentelle Einführung in die Elektrochemie: Grundlagen - Konzepte - Theorie*. Berlin: Springer Vieweg, 2020.
- [22] K. Ziegler und H. Lehmkuhl, „Die Elektrolytische Abscheidung von Aluminium aus organischen Komplexverbindungen“, *Zeitschrift für anorganische und allgemeine Chemie*, Jg. 283, Nr. 1-6, S. 414–424, 1956, doi: 10.1002/zaac.19562830142.
- [23] R. Weiner et al., *Kunststoff-Galvanisierung: Handbuch für Theorie und Praxis*. Saulgau: Eugen G. Leuze, 1973.
- [24] B. Andreas, „Galvanisieren von Kunststoffen“ in *Lehrbuchreihe Galvanotechnik, Technologie der Galvanotechnik*, B. Gaida und K. Aßmann, Hg., Saulgau: Eugen G. Leuze, 1996.
- [25] D. Menz, G. Woldt und L. Stein, „Verfahren zur Galvanisierung von Kunststoffen“, DE1811607 (A1). Deutschland, Jun 11, 1970.
- [26] Y. Tsuda et al., „Flight status of IKAROS deep space solar sail demonstrator“, *Acta astronautica*, Jg. 69, Nr. 9, S. 833–840, 2011, doi: 10.1016/j.actaastro.2011.06.005.

- [27] D. A. Spencer, B. Betts, J. M. Bellardo, A. Diaz, B. Plante und J. R. Mansell, „The LightSail 2 solar sailing technology demonstration“, *Advances in Space Research*, Jg. 67, Nr. 9, S. 2878–2889, 2021, doi: 10.1016/j.asr.2020.06.029.
- [28] J. Mansell et al., „Orbit and Attitude Performance of the LightSail 2 Solar Sail Spacecraft“ in *AIAA Scitech 2020 Forum*, Orlando, 2020, doi: 10.2514/6.2020-2177.
- [29] S. W. Asmar und S. Matousek, „Mars Cube One (MarCO) Shifting the Paradigm in Relay Deep Space Operation“ in *SpaceOps 2016 Conference*, Daejeon, 2016, doi: 10.2514/6.2016-2483.
- [30] H.-J. Ehrich, „Herstellung gedruckter Schaltungen“ in *Lehrbuchreihe Galvanotechnik, Technologie der Galvanotechnik*, B. Gaida und K. Aßmann, Hg., Saulgau: Eugen G. Leuze, 1996.
- [31] H. Mahlkow und H.-M. Seidenspinner, „Process for metallising a polyimide sheet on both surfaces“. EP0338286 (A1). Europa, Okt 25, 1989.
- [32] D. Bhusari, H. Hayden, R. Tanikella, S. A. Bidstrup Allen und P. A. Kohl, „Plasma Treatment and Surface Analysis of Polyimide Films for Electroless Copper Buildup Process“, *Journal of The Electrochemical Society*, Jg. 152, Nr. 10, S. F162–F170, 2005, doi: 10.1149/1.2006587.
- [33] N. Inagaki, S. Tasaka und K. Hibi, „Improved adhesion between plasma-treated polyimide film and evaporated copper“, *Journal of Adhesion Science and Technology*, Jg. 8, Nr. 4, S. 395–410, 1994, doi: 10.1163/156856194X00302.
- [34] S.-J. Cho, J.-W. Choi, I.-S. Bae, T. Nguyen und J.-H. Boo, „Surface Plasma Treatment of Polyimide Film for Cu Metallization“, *Japanese Journal of Applied Physics*, Jg. 50, Nr. 1S1, S. 01AK02-1–01AK02-4, 2011, doi: 10.1143/JJAP.50.01AK02.
- [35] o.V., „GoodFellow: Weltweiter Lieferant für Wissenschaft und Industrie“, GoodFellow, Hamburg, 2012.
- [36] o.V., „DuPont™ Kapton® EN - Polyimide Film“, DuPont, Neu-Isenburg, 2020.
- [37] o.V., „Kupferleitlack Spray: Materialnummer: 0107-Spray“. Sicherheitsdatenblatt gemäß Verordnung (EG) Nr. 1907/2006, MARAWE GmbH & Co. KG, Regensburg, 2021.
- [38] o.V., „Kupferleitlack: Materialnummer: 0107-Dose“. Sicherheitsdatenblatt gemäß Verordnung (EG) Nr. 1907/2006, MARAWE GmbH & Co. KG, Regensburg, 2018.
- [39] S. Fürst, „Informationen zum Kupferleitlack“, E-Mail, Feb. 2022.
- [40] S. Fürst, „Verfärbung nach Verkupferung“, E-Mail, Nov. 2021.
- [41] R. P. Beverly, *Pump Selection and Troubleshooting Field Guide*. Denver: American Water Works Association (AWWA), 2009.
- [42] o.V., „Tifoo Glanzkupferelektrolyt: Anleitung“, MARAWE GmbH & Co. KG, Regensburg, 2019.

- [43] *Beschichtungsstoffe - Benetzbarkeit - Teil 2: Bestimmung der freien Oberflächenenergie fester Oberflächen durch Messung des Kontaktwinkels*, DIN EN ISO 19403-2, Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, 2020.
- [44] E. Kraus, L. Orf, M. Heilig, B. Baudrit, P. Heidemeyer und M. Bastian, „UV-Laser-Vorbehandlung von Kunststoffen – Adhäsion per Excimer-Laser verbessern“ in *Kunststoffe erfolgreich kleben: Grundlagen, Klebstofftechnologien, Best-Practice-Beispiele*, M. Doobe, Hg., Wiesbaden: Springer Fachmedien, 2017.
- [45] T. Willers und M. Jin, „Warum Testtinten nicht die ganze Wahrheit über die freie Oberflächenenergie sagen“, Krüss, Hamburg, Applikationsbericht AR272, 2014.
- [46] N. Ahner, S. Zimmermann, M. Schaller und S. E. Schulz, „Determination of surface energy characteristics of plasma processed ultra low- k dielectrics for optimized wetting in wet chemical plasma etch residue removal“, *Solid State Phenomena*, Jg. 195, S. 110–113, 2012.
- [47] J.-H. Ha, H.-C. Kim, Y. K. Kim und T.-Y. Kwon, „An Evaluation of Wetting and Adhesion of Three Bioceramic Root Canal Sealers to Intraradicular Human Dentin“, *Materials*, Jg. 11, Nr. 8, S. 1–9, 2018, doi: 10.3390/ma11081286.
- [48] o.V., „Benutzerhandbuch: ADVANCE für Drop Shape Analyzer“, Krüss, Hamburg, 2014.
- [49] S. Fürst, „Informationen zum Kupferleitlack“, E-Mail, Mrz. 2022.
- [50] o.V., „Aceton zur Analyse EMSURE® ACS,ISO,Reag. Ph Eur“. Sicherheitsdatenblatt gemäß Verordnung (EG) Nr. 1907/2006, Merk KGaA, Darmstadt, 2021.
- [51] o.V., „Essigsäure-n-butylester ≥ 99 %, zur Synthese“. Sicherheitsdatenblatt gemäß Verordnung (EG) Nr. 1907/2006, Carl Roth GmbH & Co. KG, Karlsruhe, 2022.
- [52] o.V., „Xylol (Isomere) ROTIPURAN® ≥ 99 %, p.a., ACS, ISO“. Sicherheitsdatenblatt gemäß Verordnung (EG) Nr. 1907/2006, Carl Roth GmbH & Co. KG, Karlsruhe, 2021.
- [53] o.V., „1-Butanol ROTISOLV® $\geq 99,8$ %, UV/IR-Grade“. Sicherheitsdatenblatt gemäß Verordnung (EG) Nr. 1907/2006, Carl Roth GmbH & Co. KG, Karlsruhe, 2021.
- [54] K. Paciejewska, „Untersuchung des Stabilitätsverhaltens von binären kolloidalen Suspensionen: Verteidigung der Dissertationsschrift“. Dresden, 2010.
- [55] L. Vitos, A. V. Ruban, H. L. Skriver und J. Kollár, „The surface energy of metals“, *Surface Science*, Jg. 411, S. 186–202, 1998, doi: 10.1016/S0039-6028(98)00363-X.
- [56] D. M. Mattox, *Handbook of physical vapor deposition (PVD) processing*, 2. Aufl. Amsterdam: Elsevier, 2010.
- [57] A. Bergauer und C. Eisenmenger-Sittner, „Physik und Technologie Dünner Schichten: LVA Nr.: 133.463“. Wien, 2005.

- [58] o.V., „Sartorius Excellence.: E 1200 S, E 2000D“. Electronic Precision Balances Installation and Operating Instructions, Sartorius, Göttingen, 2018.
- [59] K. Schon, *Hochspannungsmesstechnik: Grundlagen - Messgeräte - Messverfahren*, 2. Aufl. Wiesbaden: Springer Vieweg, 2021.
- [60] T. Bornath und G. Walter, *Messunsicherheiten - Grundlagen: Für das Physikalische Praktikum*. Wiesbaden: Springer Fachmedien, 2020.
- [61] P. Möhrke und B.-U. Runge, *Arbeiten mit Messdaten: Eine praktische Kurzeinführung nach GUM*. Berlin: Springer Spektrum, 2020.
- [62] U. Walter, „Datenanalyse, Mittelwerte und Fehlerfortpflanzung“, Technische Universität München, München, 2018.
- [63] C. Sickinger, L. Herbeck und E. Breitbach, „SOLAR SAIL: DIMENSIONIERUNG UND ANALYSE EINER ULTRALEICHTEN, ENTFALTbaren RAUMFAHRTSTRUKTUR“, Institut für Strukturmechanik, Deutsches Zentrum für Luft- und Raumfahrt e. V., Braunschweig, Deutscher Luft- und Raumfahrtkongress, 2003.
- [64] o.V., „Tiefenschärfe & 3D: Erstellen Sie schnell & einfach gute Bilder und Messungen.“, Keyence Corporation, Neu-Isenburg, 2014.
- [65] *Geometrische Produktspezifikation (GPS) - Oberflächenbeschaffenheit: Tastschnittverfahren - Benennung, Definitionen und Kenngrößen der Oberflächenbeschaffenheit*, DIN EN ISO 4287, Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, 2010.
- [66] *Geometrische Produktspezifikation (GPS) - Filterung - Teil 21: Lineare Profilfilter: Gauß-Filter*, DIN EN ISO 16610-21, Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, 2013.
- [67] *Geometrische Produktspezifikation (GPS) - Oberflächenbeschaffenheit: Tastschnittverfahren - Regeln und Verfahren für die Beurteilung der Oberflächenbeschaffenheit*, DIN EN ISO 4288, Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, 1998.
- [68] K. W. Kark, *Antennen und Strahlungsfelder: Elektromagnetische Wellen auf Leitungen, im Freiraum und ihre Abstrahlung*, 8. Aufl. Wiesbaden: Springer Vieweg, 2020.
- [69] L. J. van der Pauw, „A Method of Measuring the Resistivity and Hall Coefficient on Lamellae and Arbitrary Shape“, *Philips Technical Review*, Jg. 20, Nr. 8, S. 220–224, 1958.
- [70] D. K. Schroder, *Semiconductor Material and Device Characterization*, 3. Aufl. Hoboken: John Wiley & Sons, 2005.
- [71] E. Bohl, *Mathematik in der Biologie*, 4. Aufl. Berlin: Springer, 2006.
- [72] *Umgebungseinflüsse - Teil 2-14: Prüfverfahren - Prüfung N: Temperaturwechsel*, DIN EN 60068-2-14, Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, 2010.



- [73] H. Klar und T. Noll, *Integrierte Digitale Schaltungen: Vom Transistor zur optimierten Logikschaltung*, 3. Aufl. Berlin: Springer, 2015.
- [74] *Umgebungseinflüsse - Teil 2-1: Prüfverfahren - Prüfung A: Kälte*, DIN EN 60068-2-1, Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, 2008.
- [75] *Umgebungseinflüsse - Teil 2-2: Prüfverfahren - Prüfung B: Trockene Wärme*, DIN EN 60068-2-2, Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, 2008.
- [76] H.-J. Bargel und G. Schulze, Hg., *Werkstoffkunde*, 9. Aufl. Berlin: Springer, 2005.
- [77] L. Stegmann, „Lenticular Shaped Slotted Waveguide Antenna Design for Satellites“. Bachelorarbeit, Fakultät für Elektrotechnik und Informationstechnik, Professur für Höchsthfrequenztechnik, Technische Universität München, München, 2021.
- [78] *Beschichtungsstoffe - Gitterschnittprüfung*, DIN EN ISO 2409, Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, 2020.
- [79] S. Fürst, „homogene Verkupferung von PLA“, E-Mail, Dez. 2021.

A Tabellenanhang

Die Inhalte des Anhangs liefern ergänzende Informationen und sollen einen tieferen Einblick in die vorliegende Arbeit ermöglichen. Tab. A–1, Tab. A–2 und Tab. A–3 enthalten detaillierte Informationen zu den Fertigungsprozessen der Schichtverbunde und sind nach den Grundsubstraten biaxial orientiertes Polyethylenterephthalat (BO-PET), Polyimid (PI) und Polyactid (PLA) gegliedert. Insbesondere soll auf die Anfangs- und Endspannungen sowie Anfangs- und Endstromstärken hingewiesen werden. Diese konnten als zentral für die abgeschiedene Schichtdicke identifiziert werden, so dass sich anhand von Vergleichswerten bereits während der Beschichtung eine erste Abschätzung der Größenordnung der Schichtdicke treffen ließ. Des Weiteren sind in der letzten Spalte Besonderheiten und Anmerkungen zu dem jeweiligen Vorgang vermerkt. Diese beziehen sich sowohl auf etwaige Vorbehandlungsschritte als auch auf Oberflächenbesonderheiten. Die Nummerierung der ersten Spalte wurde in der gesamten Arbeit verwendet, um die jeweiligen Schichtverbunde eindeutig zu benennen. Zu guter Letzt enthält Tab. A–4 die Messergebnisse nach der Van-der-Pauw-Methode zur Bestimmung der Konduktivität, welche in Abs. 2.5 ausgewertet wurden.

Tab. A-1: Temperatur T , Abstand zwischen Kathode und Anode s , Dauer des stromlosen Eintauchens $t_{stromlos}$ und der Galvanisierung t_{Galv} , Spannung U , Stromstärke I , Schichtdicke der Lackschicht d_{Lack} und des galvanisch abgeschiedenen Kupfers (Cu) d_{Galv} sowie Anmerkungen der Beschichtung von ES301035

Nummer	T [°C]	s [cm]	$t_{stromlos}$ [s]	t_{Galv} [s]	U [V]	I [A]	d_{Lack} [µm]	d_{Galv} [µm]	Anmerkung
PET1	21,0	-	-	-	-	-	1,34	-	- Sprühstoß: 1 x kurz, keine makroskopisch deckende Schicht
PET2	21,0	-	-	-	-	-	1,26	-	- Sprühstoß: 3 x kurz, makroskopisch homogene Schicht
PET3	21,0	-	-	-	-	-	2,60	-	- Sprühstoß: 1 x lang, 1 x kurz, lose Kupferpartikel auf der Oberfläche
PET4	21,0	-	-	-	-	-	3,45	-	- Sprühstoß: 2 x lang, 2 x kurz, lose Kupferpartikel auf der Oberfläche
PET5	21,0	-	-	-	-	-	0,45	-	- Sprühstoß: 5 x kurz, keine makroskopisch deckende Schicht
PET6	21,0	-	-	-	-	-	0,83	-	- Sprühstoß: 1 x lang
PET7	21,0	-	-	-	-	-	0,66	-	- Sprühstoß: 2 x lang
PET8	21,0	-	-	-	-	-	1,14	-	- Sprühstoß: 3 x lang
PET9	21,2	-	-	-	-	-	1,50	-	- Sprühstoß: 1 x sehr lang, makroskopisch geschlossene und homogene Schicht
PET10	21,2	-	-	-	-	-	2,36	-	- Sprühstoß: 1 x sehr lang, makroskopisch geschlossene und homogene Schicht
PET11	21,2	-	-	-	-	-	4,02	-	- Sprühstoß: 1 x lang, lose Kupferpartikel auf der Oberfläche
PET12	20,5	-	-	-	-	-	1,78	-	- Sprühstoß: 1 x lang
PET13	20,5	-	-	-	-	-	-	-	- bei mechanischer Aufrauung mit 400er Schleifpapier gerissen
PET14	20,5	-	-	-	-	-	-	-	- Sprühstoß: 3 x sehr lang; unmittlbares Spülen nach lackieren entfernte Kupfer
PET15	20,5	-	-	-	-	-	-	-	- Sprühstoß: 3 x sehr lang; unmittlbares Spülen nach lackieren entfernte Kupfer
PET16	20,5	-	-	-	-	-	-	-	- Sprühstoß: 3 x sehr lang; unmittlbares Spülen nach lackieren entfernte Kupfer
PET17	21,0	5,00	600	300	1,25	0,616→1,115	2,616	4,713	Schicht an Falten nach Galvanisierung abgeplatzt
PET18	20,0	5,00	600	60	1,25	0,765→0,993	3,513	2,242	mäßige Oxidation der Schicht nach Galvanisierung und Spülung
PET19	21,0	5,00	-	960	1,00→0,54	0,682→0,750	4,223	5,171	kein Stromfluss, da kein Kontakt der Klemme mit Elektrolyt, stark glänzende Schicht nach Galvanisierung, erhöhte Schichtabtragung durch Reibung
PET20	20,5	5,00	600	120	1,25	0,146→0,914	4,596	1,390	mäßige Oxidation und lokales Abplatzen nach Galvanisierung und Spülung
PET21	20,5	5,00	600	90	1,25	0,427→0,787	2,392	1,275	1K-Kunststoffprimer vor Lackierung, ungewöhnlich rötliche Färbung der Schicht nach Galvanisierung und Spülung
PET22	21,0	5,00	600	240	1,00	0,730→0,705	2,018	3,970	1K-Kunststoffprimer vor Lackierung, matte Schicht nach Galvanisierung, starke Oxidation nach Galvanisierung und Spülung
PET23	21,0	5,00	600	300	1,25→1,20	0,822→1,250	2,055	5,372	1K-Kunststoffprimer vor Lackierung, stark glänzende Schicht nach Galvanisierung
PET24	20,0	5,00	600	60	1,25→1,18	0,995→1,250	1,682	1,847	1K-Kunststoffprimer vor Lackierung, mäßige Oxidation der Oberfläche nach Galvanisierung und Spülung
PET25	21,0	5,00	120	1080	1,00	0,266→0,982	1,420	16,727	10 min in einmolarer NaOH, 1K-Kunststoffprimer vor Lackierung, Galvanisierung in drei Intervallen, Anlaufen durch Oxidation nach jedem Vorgang geringer, durch hohe Schichtdicke und innere Spannungen Tendenz zum Zusammenrollen an den Rändern

F ortsetzung auf der nächsten Seite

Temperatur T , Abstand zwischen Kathode und Anode s , Dauer des stromlosen Eintauchens t_{stromlos} und der Galvanisierung t_{Galv} , Spannung U , Stromstärke I , Schichtdicke der Lackschicht d_{Lack} und des galvanisch abgeschiedenen Kupfers (Cu) d_{Galv} sowie Anmerkungen der Beschichtung von ES301035 (Fortsetzung)

Nummer	T [°C]	s [cm]	t_{stromlos} [s]	t_{Galv} [s]	U [V]	I [A]	d_{Lack} [µm]	d_{Galv} [µm]	Anmerkung
PET26	21,0	5,00	600	840	1,25	0,014→0,138	1,570	2,047	10 min in einmolarer NaOH, 1K-Kunststoffprimer vor Lackierung, Galvanisierung in zwei Intervallen, durch fehlenden Kontakt der Klemme zu dem Elektrolyt war die Stromstärke in der ersten Hälfte sehr gering, mäßige Oxidation nach Galvanisierung und Spülung
PET27	20,5	5,00	600	60	1,25	0,006→0,773	1,906	0,807	40 min in einmolarer NaOH, 1K-Kunststoffprimer vor Lackierung
PET28	21,0	-	-	-	-	-	2,354	-	60 min in einmolarer NaOH, 1K-Kunststoffprimer vor Lackierung
PET29	21,0	5,00	600	120	1,25	0,000	1,495	0,701	60 min in einmolarer NaOH, kein Stromfluss durch Überalterung des Elektrolyten
PET30	21,0	5,00	600	60	1,25→0,98	0,475→1,250	1,271	13,049	60 min in einmolarer NaOH, durch hohe Schichtdicke und innere Spannungen Tendenz zum Zusammenrollen an den Rändern, minimale Oxidation nach Galvanisierung und Spülung
PET31	20,5	5,00	600	60	1,25	0,513→0,618	2,018	1,928	60 min in einmolarer NaOH, mäßige Oxidation der Oberfläche nach Galvanisierung und Spülung
PET32	21,0	-	-	-	-	-	1,607	-	60 min in einmolarer NaOH
PET33	22,0	4,25	-	120	1,50	0,150→0,610	2,504	-	60 min in einmolarer NaOH, 1K-Kunststoffprimer vor Lackierung, Messfehler d_{Galv} , Messung $R_{\text{Lack}} < < 200 \text{ k}\Omega$, minimale Oxidation nach Galvanisierung und Spülung
PET34	22,0	4,25	-	240	1,50	0,300→0,860	3,363	1,392	60 min in einmolarer NaOH, 1K-Kunststoffprimer vor Lackierung, Messung $R_{\text{Lack}} < < 200 \text{ k}\Omega$, starke Oxidation nach Galvanisierung und Spülung
PET35	22,0	4,25	-	600	1,50→0,94	0,720→1,250	3,662	2,379	60 min in einmolarer NaOH, 1K-Kunststoffprimer vor Lackierung, Messung $R_{\text{Lack}} < < 200 \text{ k}\Omega$, starke Oxidation nach Galvanisierung und Spülung

Tab. A-2: Temperatur T , Abstand zwischen Kathode und Anode s , Dauer des stromlosen Eintauchens t_{stromlos} und der Galvanisierung t_{Galv} , Spannung U , Stromstärke I , Schichtdicke der Lackschicht d_{Lack} und des galvanisch abgeschiedenen Kupfers (Cu) d_{Galv} sowie Anmerkungen der Beschichtung von Kapton 20EN

Nummer	T [°C]	s [cm]	t_{stromlos} [s]	t_{Galv} [s]	U [V]	I [A]	d_{Lack} [µm]	d_{Galv} [µm]	Anmerkung
PI1	20,0	-	-	-	-	-	-	-	- Lackierung mit großer aufgeklebter Schattenmaske des Wellenleiters
PI2	20,0	-	-	-	-	-	-	-	-
PI3	20,0	-	-	-	-	-	-	-	-
PI4	20,0	-	-	-	-	-	-	-	- bei Zuschnitt gerissen
PI5	18,0	5,00	600	15	1,25	0,498→0,597	1,644	0,871	ungewöhnlich rötliche Färbung der Schicht nach Galvanisierung und Spülung
PI6	18,0	5,00	600	15	1,25	0,000	8,296	1,294	-
PI7	18,0	5,00	600	15	1,25	0,000	4,185	1,638	-
PI8	18,0	5,00	600	15	1,25	0,008	-	1,583	Messfehler d_{Lack}
PI9	20,0	5,00	600	-	-	-	1,719	1,100	Folien vor Wägung nach Galvanisierung nicht vollständig abgetrocknet und daher d_{Galv} zu hoch, makroskopische Oberfläche nach stromloser Abscheidung scheint weniger rau
PI10	20,0	5,00	600	-	-	-	1,869	1,380	Folien vor Wägung nach Galvanisierung nicht vollständig abgetrocknet und daher d_{Galv} zu hoch, makroskopische Oberfläche nach stromloser Abscheidung scheint weniger rau, minimale Oxidation nach Galvanisierung und Spülung
PI11	20,0	5,00	600	-	-	-	1,420	1,154	Folien vor Wägung nach Galvanisierung nicht vollständig abgetrocknet und daher d_{Galv} zu hoch, makroskopische Oberfläche nach stromloser Abscheidung scheint weniger rau, minimale Oxidation nach Galvanisierung und Spülung
PI12	20,0	5,00	600	-	-	-	1,046	1,380	Folien vor Wägung nach Galvanisierung nicht vollständig abgetrocknet und daher d_{Galv} zu hoch, makroskopische Oberfläche nach stromloser Abscheidung scheint weniger rau
PI13	19,0	5,00	300	-	-	-	1,719	0,577	makroskopische Oberfläche nach stromloser Abscheidung scheint weniger rau, minimale Oxidation nach Galvanisierung und Spülung
PI14	19,0	5,00	300	-	-	-	1,719	0,897	makroskopische Oberfläche nach stromloser Abscheidung scheint weniger rau, minimale Oxidation nach Galvanisierung und Spülung
PI15	19,0	5,00	150	-	-	-	1,719	0,612	makroskopische Oberfläche nach stromloser Abscheidung scheint weniger rau, minimale Oxidation nach Galvanisierung und Spülung
PI16	19,0	5,00	150	-	-	-	1,271	0,604	makroskopische Oberfläche nach stromloser Abscheidung scheint weniger rau, minimale Oxidation nach Galvanisierung und Spülung
PI17	20,0	-	-	-	-	-	0,598	-	keine makroskopisch geschlossene Schicht
PI18	20,0	-	-	-	-	-	0,598	-	keine makroskopisch geschlossene Schicht
PI19	20,0	5,00	-	10	1,25	0,010	0,673	0,949	keine makroskopisch geschlossene Schicht
PI20	20,0	5,00	-	10	1,25	0,010	0,598	0,498	keine makroskopisch geschlossene Schicht
PI21	20,0	-	-	-	-	-	1,271	-	makroskopisch geschlossene Schicht
PI22	20,0	-	-	-	-	-	0,972	-	keine makroskopisch geschlossene Schicht
PI23	20,0	-	-	-	-	-	-	-	Lackierung mit abgeklebtem unteren Teil
PI24	20,0	-	-	-	-	-	-	-	Lackierung mit aufgeklebtem Paperschlitz
PI25	20,0	-	-	-	-	-	0,523	-	-
PI26	20,5	5,00	30	-	-	-	0,897	0,571	kaum ersichtliche Abscheidung nach Galvanisierung

F ortsetzung auf der nächsten Seite

Temperatur T , Abstand zwischen Kathode und Anode s , Dauer des stromlosen Eintauchens $t_{stromlos}$ und der Galvanisierung t_{Galv} , Spannung U , Stromstärke I , Schichtdicke der Lackschicht d_{Lack} und des galvanisch abgeschiedenen Kupfers (Cu) d_{Galv} sowie Anmerkungen der Beschichtung von Kapton 20EN (Fortsetzung)

Nummer	T [°C]	s [cm]	$t_{stromlos}$ [s]	t_{Galv} [s]	U [V]	I [A]	d_{Lack} [µm]	d_{Galv} [µm]	Anmerkung
PI27	20,5	-	-	-	-	-	0,673	-	-
PI28	20,5	5,00	30	-	-	-	1,644	0,408	-
PI29	20,5	-	-	-	-	-	1,868	-	-
PI30	-	-	-	-	-	-	-	-	- 60 min in einmolarer NaOH, gelblicher Schimmer der Lösung während Beizung, langanhaltende makroskopische Veränderung der Folie
PI31	-	-	-	-	-	-	-	-	- 60 min in einmolarer NaOH, gelblicher Schimmer der Lösung während Beizung, langanhaltende makroskopische Veränderung der Folie
PI32	-	-	-	-	-	-	-	-	- 60 min in einmolarer NaOH, gelblicher Schimmer der Lösung während Beizung, langanhaltende makroskopische Veränderung der Folie
PI33	-	-	-	-	-	-	-	-	- 60 min in einmolarer NaOH, gelblicher Schimmer der Lösung während Beizung, langanhaltende makroskopische Veränderung der Folie
PI34	-	-	-	-	-	-	-	-	- 60 min in einmolarer NaOH, gelblicher Schimmer der Lösung während Beizung, langanhaltende makroskopische Veränderung der Folie
PI35	20,0	5,00	-	10	1,00→0,78	0,138→0,500	1,345	0,897	Plasmabehandlung
PI36	20,0	5,00	-	15	0,5	0,090→0,212	1,256	0,810	Plasmabehandlung, keine Oxidation nach Galvanisierung und Spülung
PI37	20,5	-	-	-	-	-	2,242	-	- Plasmabehandlung
PI38	20,5	5,00	30	-	-	-	1,076	0,717	Plasmabehandlung
PI39	20,0	-	-	-	-	-	0,987	-	- Plasmabehandlung
PI40	20,0	5,00	-	10	1,00→0,76	0,138→0,500	1,973	0,897	Plasmabehandlung
PI41	20,0	5,00	-	10	1,00→0,73	0,176→0,500	1,973	0,987	Plasmabehandlung
PI42	20,0	5,00	-	10	1,00→0,82	0,179→0,500	1,704	0,807	Plasmabehandlung
PI43	20,0	5,00	-	10	1,00	0,148→0,458	2,018	1,185	60 min in einmolarer NaOH
PI44	20,0	5,00	-	10	1,00→0,80	0,185→0,500	1,794	0,815	60 min in einmolarer NaOH
PI45	20,0	5,00	-	20	1,00	0,024→0,378	1,570	0,830	60 min in einmolarer NaOH
PI46	20,0	5,00	-	10	1,00→0,91	0,139→0,500	2,167	0,677	60 min in einmolarer NaOH
PI47	20,0	5,00	-	10	1,00→0,93	0,228→0,500	2,093	1,060	60 min in einmolarer NaOH
PI48	-	-	-	-	-	-	1,495	-	- 60 min in einmolarer NaOH, bei Zuschnitt gerissen
PI49	-	-	-	-	-	-	1,196	-	- 60 min in einmolarer NaOH, bei Zuschnitt gerissen
PI50	-	-	-	-	-	-	2,317	-	- 60 min in einmolarer NaOH, bei Zuschnitt gerissen
PI51	20,0	5,00	-	15	1,00	0,072→0,282	2,167	0,592	-
PI52	20,0	5,00	-	15	1,00→0,73	0,048→0,500	1,570	0,489	-
PI53	20,0	5,00	-	15	1,00	0,075→0,493	1,570	0,652	-
PI54	-	-	-	-	-	-	-	-	-
PI55	-	-	-	-	-	-	-	-	-
PI56	-	-	-	-	-	-	-	-	-

Tab. A-3: Temperatur T , Abstand zwischen Kathode und Anode s , Dauer des stromlosen Eintauchens t_{stromlos} und der Galvanisierung t_{Galv} , Spannung U , Stromstärke I , Schichtdicke der Lackschicht d_{Lack} und des galvanisch abgeschiedenen Kupfers (Cu) d_{Galv} sowie Anmerkungen der Beschichtung von Polyactid (PLA)

Nummer	T [°C]	s [cm]	t_{stromlos} [s]	t_{Galv} [s]	U [V]	I [A]	d_{Lack} [µm]	d_{Galv} [µm]	Anmerkung
PLA1	-	-	-	-	-	-	-	-	-
PLA2	21,0	5,00	10	10	1,052→1,248	1,25→1,02	8,558	11,343	40 min in einmolarer NaOH, Schichtdicke nach Galvanisierung am Rand deutlich größer als im mittleren Bereich, nach 2 h Trocknung Abplatzen der Schicht zwischen Substrat und Lack deshalb zweiter Durchgang in zwei Intervallen à 5 min
PLA3	20,5	5,00	-	400	1,25	0,004→0,998	-	-	Galvanisierung des leitfähigen PLA in zwei Intervallen à 20 min und 360 min, keine homogene Schicht nach Galvanisierung und Spülung, Schichtdicke am Rand deutlich größer als im mittleren Bereich
PLA4	-	-	-	-	-	-	-	-	-
PLA5	21,0	5,00	20	3	1,25→1,12	0,488→1,248	4,895	4,036	60 min in einmolarer NaOH, zunächst starke Oxidation nach Galvanisierung und Spülung, daher erneute Galvanisierung für 10 s zur Reduzierung der Oxidation
PLA6	20,5	5,00	10	90	1,00→0,51	0,164→0,500	1,607	34,672	Galvanisierung ohne Intervalle
PLA7	20,5	5,00	10	90	0,98→0,58	0,500	1,906	41,411	1K-Kunststoffprimer vor Lackierung, Galvanisierung in sechs Intervallen à 15 min
PLA8	-	-	-	-	-	-	1,495	-	-
PLA9	-	-	-	-	-	-	3,587	-	10 min in einmolarer NaOH, 1K-Kunststoffprimer vor Lackierung
PLA10	-	-	-	-	-	-	1,682	-	10 min in einmolarer NaOH, 1K-Kunststoffprimer vor Lackierung
PLA11	18,0	5,00	10	90	0,73→0,51	0,500	3,550	38,332	10 min in einmolarer NaOH, 1K-Kunststoffprimer vor Lackierung, minimale Oxidation nach Galvanisierung und Spülung
PLA12	20,0	5,00	10	90	0,76→0,51	0,500	3,027	39,248	10 min in einmolarer NaOH, 1K-Kunststoffprimer vor Lackierung, Galvanisierung in sechs Intervallen à 15 min, keine Oxidation nach Galvanisierung und Spülung
PLA13	-	-	-	-	-	-	3,774	-	10 min in einmolarer NaOH, 1K-Kunststoffprimer vor Lackierung
PLA14	-	-	-	-	-	-	3,027	-	10 min in einmolarer NaOH, 1K-Kunststoffprimer vor Lackierung
PLA15	20,0	4,00	10	120	1,00→0,40	0,111→0,253	1,852	55,300	Endstück 1, 10 min in einmolarer NaOH, 1K-Kunststoffprimer vor Lackierung, Galvanisierung in drei Intervallen à 30 min und 60 min, minimale Oxidation nach Galvanisierung und Spülung im Handbereich
PLA16	20,0	4,00	10	120	0,50→0,42	0,253	3,704	57,941	Endstück 2, 10 min in einmolarer NaOH, 1K-Kunststoffprimer vor Lackierung, Ablösen der Schicht während Galvanisierung für 90 min, desnat zweiter Durchgang in vier Intervallen à 30 min, minimale Oxidation nach Galvanisierung und Spülung
PLA17	19,5	4,00	10	120	1,00	0,360→1,860	2,022	17,718	Halbschale 1, 10 min in einmolarer NaOH, 1K-Kunststoffprimer vor Lackierung, Kupferstab als Anode, Galvanisierung in vier Intervallen à 30 min, mäßige Oxidation nach Galvanisierung und Spülung
PLA18	19,5	4,00	10	120	1,00	0,039→1,860	1,885	14,25	Halbschale 2, 10 min in einmolarer NaOH, 1K-Kunststoffprimer vor Lackierung, Kupferstab als Anode, Galvanisierung in vier Intervallen à 30 min, starke Oxidation nach Galvanisierung und Spülung, daher erneute Galvanisierung für 4 min zur Reduzierung der Oxidation

Tab. A-4: Spannung U und Stromstärke I der Van-der-Pauw-Messung zur Bestimmung der Konduktivität σ dünner Schichten

Nummer	U [mV]	I [A]	d [μm]	σ [S m^{-1}]
PET17	3,0	3,000	7,329	$3,010 \cdot 10^7$
PET18	4,1	0,470	5,755	$0,440 \cdot 10^7$
PET19	4,7	3,000	9,394	$1,500 \cdot 10^7$
PET20	6,6	0,606	5,986	$0,338 \cdot 10^7$
PET21	24,8	1,247	3,667	$0,303 \cdot 10^7$
PET22	12,5	3,000	5,988	$0,884 \cdot 10^7$
PET23	2,7	3,000	7,427	$3,301 \cdot 10^7$
PET24	3,1	0,414	3,529	$0,835 \cdot 10^7$
PET25	0,8	3,000	18,147	$4,560 \cdot 10^7$
PET26	3,2	0,317	3,617	$0,604 \cdot 10^7$
PET27	1,4	0,004	2,713	$0,023 \cdot 10^7$
PET30	1,3	3,000	14,320	$3,556 \cdot 10^7$
PET31	2,4	0,080	3,946	$0,186 \cdot 10^7$
PET34	5,5	3,000	4,755	$2,531 \cdot 10^7$
PI7	10,1	0,120	5,823	$0,045 \cdot 10^7$
PI10	4,6	0,101	3,249	$0,149 \cdot 10^7$
PI11	9,1	0,125	2,574	$0,118 \cdot 10^7$
PI12	2,0	0,030	2,426	$0,136 \cdot 10^7$
PI13	4,0	0,030	2,296	$0,072 \cdot 10^7$
PI16	0,9	0,016	1,875	$0,209 \cdot 10^7$
PI41	2,7	0,027	2,960	$0,075 \cdot 10^7$
PLA6	0,3	3,000	36,279	$6,082 \cdot 10^7$
PLA7	0,3	3,000	43,317	$5,094 \cdot 10^7$
PLA11	0,3	3,000	41,882	$5,268 \cdot 10^7$

