

4 Versuchsmaterialien

Im folgenden werden sämtliche in dieser Arbeit eingesetzten Materialien beschrieben. Eine Zusammenstellung der Materialkennwerte der verwendeten Polymere befindet sich im Anhang A.1.

4.1 Polyetheretherketon (PEEK)

Bei Polyetheretherketon (PEEK) handelt es sich um einen hochtemperaturbeständigen, teilkristallinen Thermoplasten. Die Synthese kann über eine Polykondensationsreaktion von reaktiven Fluoraromaten und Bisphenolen erfolgen [Attwood et al. (1981)]. Abb. 4.1 zeigt den chemischen Aufbau des Polyetheretherketons. PEEK zeichnet sich besonders durch seine hohe Wärmeformbeständigkeit und Festigkeit, sehr gute chemische Beständigkeit (z.B. Kraftstoffe, Öle, Fette, Säuren etc.) und gute tribologische Eigenschaften aus. Darüber hinaus ist PEEK hydrolysebeständig sowie intrinsisch flammwidrig [Reimer und Weidig (1999), Münstedt und Zeiner (1989)].

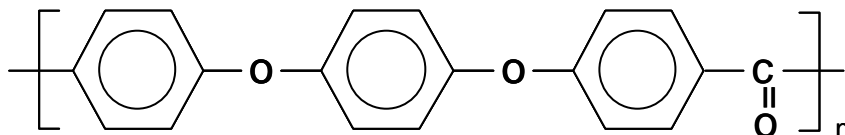


Abb. 4.1: Chemische Struktur des Polyetheretherketons (PEEK)

In dieser Arbeit wurde ein ungefülltes PEEK der Firma Victrex (Typ: PEEK 381 G) verwendet. Dieser Materialtyp eignet sich nach der Empfehlung des Herstellers für eine Verarbeitung über Extrusion. Das verwendete PEEK besitzt eine Glasübergangstemperatur (T_g) von 143 °C und eine Schmelztemperatur (T_m) von 340 °C. Die Dauergebrauchstemperatur liegt nach UL746B bei 260 °C. Kurzzeitig ist eine Temperaturbelastung von über 300 °C möglich [Victrex (2000)].

Für die Untersuchungen an ungefüllten Polymerfolien wurden in dieser Arbeit, soweit nicht anders gekennzeichnet, PEEK-Folien der Firma Lipp-Terler (Material: PEEK 381 G, Foliendicke: 100 µm) verwendet.

4.2 Polyethersulfon (PES)

Polyethersulfon (PES) ist ein hochtemperaturbeständiger amorpher Thermoplast. Die Synthese kann sowohl über eine Polysulfonylierung als auch über eine Polyethersynthese ablaufen. PES zeichnet sich durch eine hohe Wärmeformbeständigkeit, sehr gute Hydrolysebeständigkeit sowie gute elektrische und dielektrische Eigenschaften aus. Des Weiteren ist eine Beständigkeit gegenüber verdünnten Säuren und Laugen, Öle und Alkohole gegeben [Zahradnik (1993)]. Abb. 4.2 zeigt die chemische Struktur des PES.

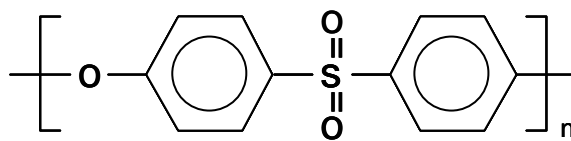


Abb. 4.2: Chemische Struktur des Polyethersulfons (PES)

Zur Herstellung der PEEK/PES-Mischungen wurde ein PES der Firma BASF (Typ: Ultrason E1010) verwendet. Die Glasübergangstemperatur (T_g) dieses Materials liegt bei 225 °C, die Dauergebrauchstemperatur beträgt 180 °C [Domininghaus (1992)].

4.3 Calciumcarbonat (CaCO₃)

Calciumcarbonat ist eine mineralische, wasserunlösliche Verbindung, die in der Natur als unbeständige Modifikationen Aragonit und Vaterit sowie in beständiger Form als Calcit (Kalkspat) auftritt [Holleman und Wiberg (1985)]. Das Mineral wird bei Polymeren häufig in Pulverform als Füllstoff eingesetzt, um die mechanischen Eigenschaften (z.B. Erhöhung des E-Moduls) zu verändern oder den Materialpreis zu senken [Gächter und Müller (1989)].

In dieser Arbeit wurde ein handelsübliches Calciumcarbonat in Pulverform als Füllstoff eingesetzt. Um die Korngrößenverteilung des verwendeten Materials zu bestimmen, wurde am Lehrstuhl für pharmazeutische Technologie der Universität Erlangen-Nürnberg eine Korngrößenanalyse durchgeführt. Hierbei wird das CaCO₃-Pulver in Isopropanol dispergiert und mittels Lichtstreuung analysiert. Abb. 4.3 zeigt die ermittelte Korngrößenverteilung.

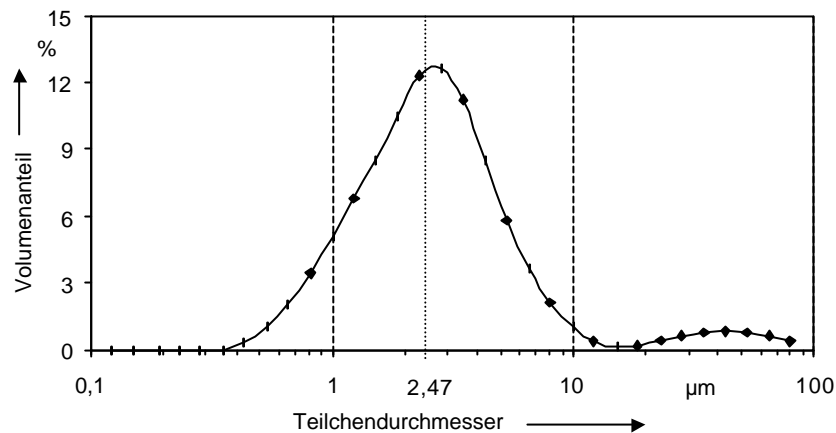


Abb. 4.3: Korngrößenverteilung des verwendeten Calciumcarbonats: die mittlere Korngröße beträgt 2,47 μm

Die mittlere Korngröße der CaCO_3 -Partikel wurde mit 2,47 μm bestimmt. Des weiteren ist eine geringe Agglomeration der Partikel in einer Größenordnung von 20 μm bis 90 μm zu erkennen.

4.4 Kupferfolie

Zur Herstellung der Polymer-Kupfer-Verbunde mittels Klebtechnik wurden Kupferfolien eingesetzt. Diese werden im industriellen Maßstab entweder über eine elektrolytische Abscheidung oder durch einen Walzprozess erzeugt. Aufgrund des Walzvorgangs werden die Kupferkristalle orientiert. Durch die Kaltverfestigung des Kupfers verändern sich die mechanischen Eigenschaften deutlich. Im Vergleich zu elektrolytisch hergestellten Kupferfolien zeigen gewalzte Folien eine höhere Biege- und Reißfestigkeit. Daher werden für die Herstellung flexibler Schaltungsträger vorwiegend gewalzte Kupferfolien eingesetzt [Gilleo (1992)].

Auch in dieser Arbeit wurden, soweit nicht anders gekennzeichnet, gewalzte Kupferfolien eingesetzt (Hersteller: Carl Schlenk AG, Roth). Zur Verbesserung der Haftfestigkeit wurde die Topographie der Folien vom Hersteller einseitig verändert. Durch eine galvanische Abscheidung von Kupferkristallen auf der Folienoberfläche wird dabei die Rauigkeit der behandelten Seite erhöht, um dem Klebstoff eine mechanische Verankerung zu ermöglichen. Abb. 4.4 zeigt die Oberfläche der verwendeten

Walzkupferfolien. Die Walzrichtung sowie die erzeugten Kupfer-kristallite sind deutlich zu erkennen. Die laseroptische Profilmessung (s. Kap. 5.1.1) ergibt einen Mittenrauwert von $R_a = 0,22 \pm 0,01 \mu\text{m}$ mit einer maximalen Rautiefe von $R_{\text{max}} = 2,58 \pm 0,12 \mu\text{m}$.

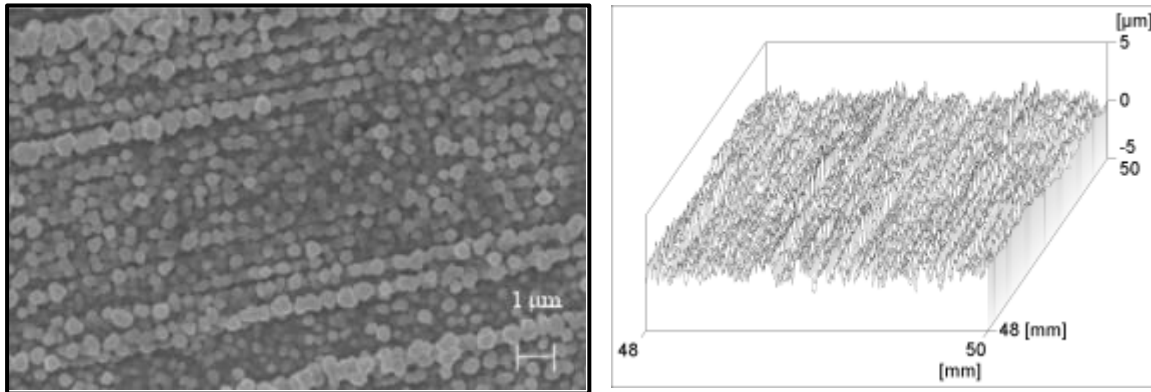


Abb. 4.4: Oberfläche einer Walzkupferfolie mit abgetrennten Kupferkristallen; links: rasterelektronenmikroskopische Aufnahme, rechts: laseroptische Profilmessung

Um die Kupferfolien gegen Oxidation zu schützen, sind diese mit einer Passivierungsschicht überzogen. Bei den verwendeten Kupferfolien wird die organische Verbindung Toluoltriazol (TTA) (alternativ Benzoltriazol (BTA)) verwendet. Damit gute Haftungseigenschaften der Kupferfolie auf der Klebstoffschicht erzielt werden, ist es notwendig, diese Passivierungsschicht kurz vor dem Fügevorgang zu entfernen. Als Lösungsmittel wurde in dieser Arbeit Ethanol eingesetzt.

4.5 Klebstoffe

Im folgenden werden die Eigenschaften der verwendeten Klebstoffsysteme beschrieben, die zur Verklebung der Polymerfolien mit den Kupferfolien eingesetzt wurden. Bei der Auswahl der Klebstoffsysteme waren folgende Punkte von Bedeutung:

- Beständigkeit gegen verdünnte Säuren und Laugen, um z.B. die Ätzprozesse bei der Leiterbahnstrukturierung (s. Kap. 3.5) zu überstehen
- Verarbeitungsverviskosität muss eine Verarbeitung über Rakel ermöglichen
- Kurzzeitige Temperaturbeständigkeit bis 260°C (maximale Löttemperatur)

Sämtliche in dieser Arbeit eingesetzten Klebstoffsysteme erfüllen nach Herstellerangaben diese Bedingungen.

Der Härungsmechanismus eines Klebstoffes kann die Adhäsionseigenschaften an der Phasengrenze deutlich beeinflussen. So können z.B. gasförmige Reaktionsprodukte, die während des Aushärtvorganges entstehen, zu einem Absinken der Adhäsion an der Phasengrenze führen. Dahingegen können Vernetzungsreaktionen, die eine Ausbildung polarer Gruppen im Klebstoff und somit stärkere Wechselwirkungen an der Phasengrenze zur Folge haben, zu einer deutlichen Steigerung der Klebefestigkeit beitragen. Aufgrund dessen werden im folgenden die Vernetzungs- und somit Härungsmechanismen der einzelnen Klebstoffsysteme darzustellen.

Eine detaillierte Zusammenstellung aller Eigenschaften der Klebstoffe und deren Aushärtebedingungen sind im Anhang A.1 dargestellt.

4.5.1 Zweikomponenten – Epoxidharzklebstoffe

Zur Verklebung der Polymer- und Kupferfolien wurden drei unterschiedliche Zweikomponenten-Klebstoffe der Firma Polytec auf Epoxidharzbasis eingesetzt. Die Eigenschaften der einzelnen Systeme sind im weiteren kurz beschrieben [Polytec (2001)]:

Duralco 4460:

Bei diesem Klebstoff handelt es sich um einen ungefüllten, warmhärtenden Epoxidklebstoff mit einer Dauergebrauchstemperatur von ca. 280°C. Duralco 4460 besitzt die niedrigste Verarbeitungsviskosität aller verwendeten Epoxidsysteme (600 mPas) und zeichnet sich besonders durch seine sehr hohe Klebefestigkeit im Hochtemperaturbereich aus.

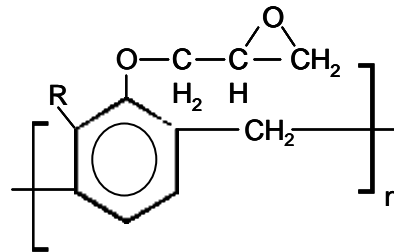
Duralco 4700:

Dieses warmhärtende System besitzt aufgrund seines hohen Füllstoffgehaltes an Al_2O_3 die höchste Dauergebrauchstemperatur (315 °C). Des weiteren zeichnet sich dieser Klebstoff durch eine extrem geringe Wasseraufnahme und eine besonders gute Chemikalienbeständigkeit aus. Die Verarbeitungsviskosität liegt bei 40.000 mPas.

Duralco 4535:

Duralco 4535 ist ein bei Raumtemperatur aushärtendes Klebstoffsystem, welches sich aufgrund seiner hohen Schälfestigkeit besonders zum Verkleben vibrierender Teile eignet. Die Dauergebrauchstemperatur liegt bei 200 °C, wobei kurzzeitig Betriebstemperaturen von 300 °C möglich sind. Aufgrund des Füllstoffes Al_2O_3 liegt die Verarbeitungsviskosität bei etwa 15.000 mPas.

Der Grundbestandteil aller verwendeten Systeme sind die Novolak-Harze (s. Abb. 4.5). Diese liegen als Oligomere vor und werden durch die Zugabe einer zweiten Komponente (Härter) über eine Polyaddition vernetzt.



Novolac-Harz

R = H: Phenol
R = CH₃: Kresol

Abb. 4.5: Chemische Struktur der Novolak-Harze

Das bei Raumtemperatur härtende Klebstoffsystem (Duralco 4535) verwendet ein Amin als Härterkomponente. Abb. 4.6 zeigt die ablaufende Vernetzungsreaktion.

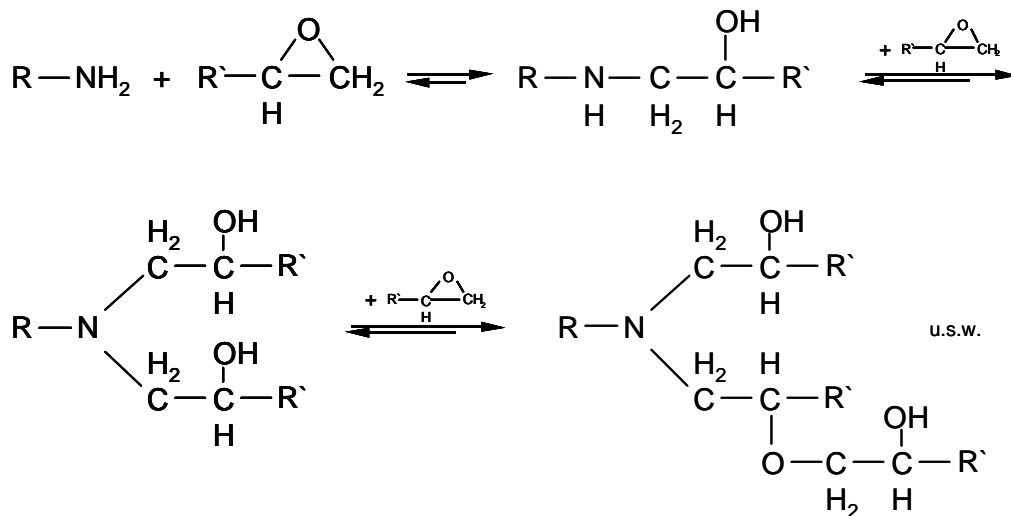


Abb. 4.6: Polyadditionsreaktion des bei Raumtemperatur härtenden Epoxidharzes (Duralco 4535)

Bei den Systemen, deren Vernetzungsreaktion oberhalb der Raumtemperatur abläuft (Duralco 4460, Duralco 4700), werden Säureanhydride als Härterkomponente eingesetzt. Die Vernetzungsreaktion läuft nach der in Abb. 4.7 dargestellten Reaktion ab. Zur Einleitung der Polyaddition wird zunächst das Säureanhydrid aktiviert. Anschließend erfolgt eine Anlagerung der Epoxidkomponente unter der Ausbildung von Polyesterstrukturen.

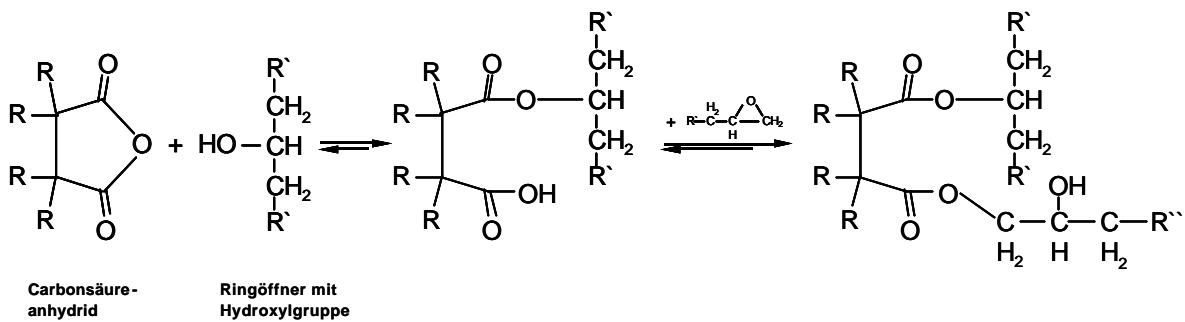


Abb. 4.7: Polyadditionsreaktion der wärthärtenden Epoxidharze (Duralco 4460 und Duralco 4700)

4.5.2 Polyurethanklebstoff

Eingesetzt wurde ein lösungsmittelfreier Zweikomponenten-Polyurethanklebstoff der Firma Forbo-Helmitin (Typ: Helmipur 700T). Der Klebstoff zeichnet sich durch seine gute Verformungsfähigkeit und durch seine Beständigkeit gegen verdünnte Säuren und Laugen aus [Forbo-Helmitin (2000)]. Die Verarbeitungsviskosität beträgt 14.000 mPas, die maximale Einsatztemperatur liegt bei 100°C. Nach Herstellerangaben sind kurzzeitige Temperaturbelastungen von über 200 °C möglich.

Die Härtingsreaktion läuft über eine Polyaddition zwischen Isocyanaten und Polyolen ab (s. Abb. 4.8).

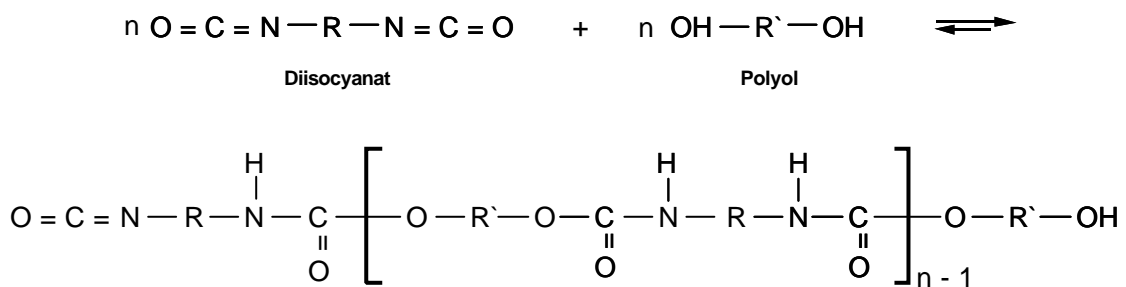


Abb. 4.8: Polyadditionsreaktion eines Polyurethanklebstoffes

4.5.3 Methylmethacrylatklebstoff

Verwendet wurde ein bei Raumtemperatur härtendes Zweikomponenten-Methacrylat-Klebstoffsystem der Firma Agomer (Typ: Agomet F330). Die Dauergebrauchstemperatur liegt bei 130 °C, wobei nach Herstellerangaben kurzzeitig Temperaturbelastungen über 200 °C möglich sind. Zusätzlich zeichnet sich Agomet F330 durch eine sehr gute Beständigkeit gegenüber Säuren und Laugen aus [Agomer (2001)]. Die Verarbeitung erfolgt im "No-Mix-Verfahren". Hierbei wird ein Härterlack (Dibenzoylperoxid) auf die

eine, eine Monomer-Beschleuniger-Mischung auf die andere Fügefläche aufgetragen. Nach dem Zusammenfügen beider Flächen beginnt eine Radikalkettenpolymerisation. Zunächst erfolgt eine Aufspaltung des Dibenzoylperoxids durch den Beschleuniger (s. Abb. 4.9). Als Beschleuniger können tertiäre aromatische Amine, z.B. Dimethyl-p-toluidin, eingesetzt werden [Habenicht (1986)].

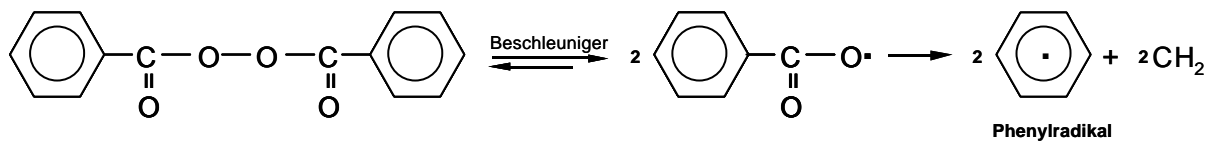


Abb. 4.9: Aufspaltung von Dibenzoylperoxid

Im zweiten Reaktionsschritt wird die Radikalkettenpolymerisation durch die Aktivierung des Methylmethacrylats gestartet. Abb. 4.10 zeigt den Ablauf der Vernetzungsreaktion.

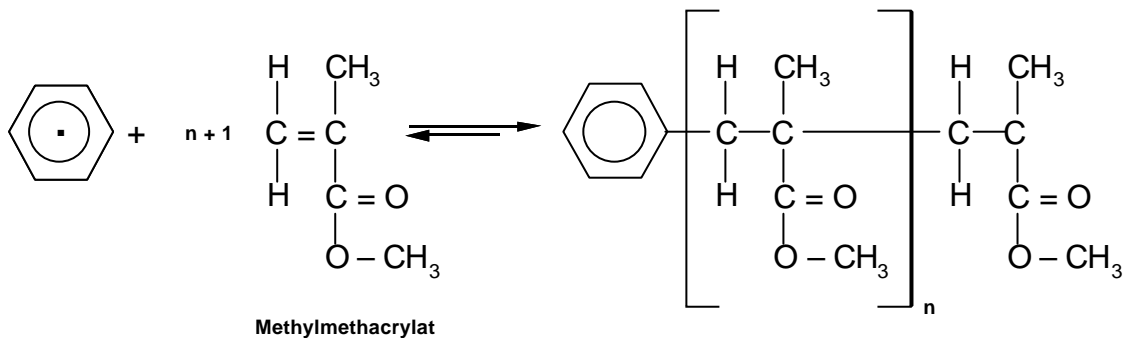


Abb. 4.10: Radikalkettenpolymerisation des Methylmethacrylats