

■ 1.1 Einleitung

Neben den Präparationsverfahren klassischer metallischer Werkstoffe erfordern polymere Materialien von dem Bearbeiter neue, bisher oft unbekannte Präparationsmethoden. Zusätzlich zu An- und Dünnschliffen können z.B. noch dünne Schnitte, Filme, Fasern und Körner als Präparate untersucht werden.

Die Beurteilung des Gefüges von Kunststoffen in der Mikroskopie hat sich als Mittel zur Qualitätskontrolle und Schadensanalyse etabliert. Voraussetzung für eine richtige Interpretation eines mikroskopischen Bildes ist die artefaktfreie (= keine durch das Mikroskopieverfahren selbst hervorgerufene Erscheinung) und je nach Material und Untersuchungsziel geeignete Auswahl der Präparation. In diesem Beitrag werden die Methoden zur Präparation unverstärkter Kunststoffe und deren Vorgehen zur Erzielung eines aussagekräftigen Ergebnisses beschrieben.

Der hohe Transmissionsgrad der Kunststoffe erlaubt durch das Betrachten dünner Schnitte im Durchlicht Aussagen über die morphologische Struktur. Da einzelne Moleküle mikroskopisch nicht erkennbar sind, können nur übergeordnete makroskopische Strukturen oder Beeinflussungen von größeren Bereichen identifiziert und beurteilt werden. Aufgrund des Aufbaus der Kunststoffe sind mehrphasige Systeme, wie teilkristalline Thermoplaste, gefüllte und verstärkte Kunststoffe aller Art, einer mikroskopischen Beurteilung im Durch- und Auflicht leichter zugänglich als amorphe, ungefüllte Polymere.

Unter diesen Gesichtspunkten ermöglicht die Mikroskopie Aussagen zu:

- Struktur und Abweichungen von dem idealen Zustand durch Verarbeitungsunregelmäßigkeit und unsachgemäße Verarbeitungsparameter
- Fremdeinschlüsse und Verunreinigungen, nicht aufgeschmolzene Materialpartikel
- Thermische Schädigung während der Verarbeitung
- Verteilung von Füllstoffen und Pigmenten

- Lunker, Fehlstellen, Bindenähte
- Molekül- und Verstärkungsmaterialorientierungen
- Eigenspannungszustände durch innere und äußere Kräfte (sowie Deformationen durch den Schadensablauf)
- Schichtdicken bei Oberflächenveredelung
- Crazes, Sphärolithstrukturen

Die Problemstellungen reichen von der reinen Werkstoffbeurteilung über die Sicherung der Qualität einer Fertigung bis hin zur Beurteilung von Schadensursachen. Die Aussagesicherheit hängt von vielen Faktoren ab, häufig auch von parallel durchgeführten Versuchen nach anderen Untersuchungsverfahren.

Tabelle 1.1 zeigt die wichtigsten Präparationsmethoden für lichtmikroskopische Untersuchungen an Kunststoffen.

Tabelle 1.1 Ausgewählte Präparationsmethoden für die Kunststoffmikroskopie (nach *Trempler*)

| Präparat | Herstellung | Anwendung |
|---------------------------------|---|--|
| Totalpräparat | unzerstörtes Probenteil aussuchen, meist Makrobetrachtung | zerstörungsfreie Prüfmethode mit schneller Fehlererkennung, für Automatisierung der Prüfung |
| Anschliffpräparat | Anschliffe manuell oder automatisch herstellen und kontrastieren | Auflichtmikroskopie an Verbunden, harten und spröden Werkstoffen |
| Dick- und Dünnschliffpräparat | Anschliff aufkitten und auf gewünschte Dicke bringen, Polierabtrag beachten | Durchlichtmikroskopie an Verbunden, harten sowie spröden Stoffen, wichtig für messende Mikroskopie |
| Dünnschnittpräparat | Mikrotomschnitt mit Diamant-, Glas- oder Metallmessern. Schnittdicke 1 – 30 µm | Durchlichtmikroskopie an weichen, transparenten bis transluzenten Werkstoffen |
| Bruch- oder Oberflächenpräparat | unbeeinflusste Oberfläche oder definiert hergestellte Bruchfläche | Auflicht- und Elektronenmikroskopie an Verbunden und gefüllten Werkstoffen |
| Körnerpräparat | Körner in hochviskoses Immersionsmittel einbringen, Korndrehen durch Deckglasverschiebung möglich | Korngrößenverteilung, Morphologie, Rundheitsgrad, Oberfläche, Verwachsungen |
| Fasereinbettungspräparat | auf Objektträger kleben, teilweise einbetten für Brechzahlmessung | Faseruntersuchungen, Dickenverteilung, Faseroberfläche, Faser-Enden, Messung optischer Daten |
| Filmpräparat | Lösung der Probe auf Objektträger verdunsten, Schmelze auf Flüssigkeit erstarren lassen | Wachstumsuntersuchungen, optische Daten, Porosität, Größenverteilung |

Bedingt durch die Vielzahl der Präparationsmethoden und der sehr unterschiedlichen Probenmaterialien kommt der klaren Definition des Untersuchungszieles und der Einschätzung der gegebenen Möglichkeiten eine wesentliche Bedeutung zu. Die gegenüber den Metallen beträchtlich größere Vielfalt der Strukturaus-

bildungsmöglichkeiten der Kunststoffe erfordert für deren Darstellung eine beträchtlich größere Vielfalt der mikroskopischen Gerätetechnik. Einschränkungen bei der Charakterisierung ergeben sich daher in gerätetechnischer Begrenzung und der stofflichen Vielfalt. Tabelle 1.2 soll helfen, für die gestellte Untersuchungsaufgabe an einer Kunststoffprobe ein optimales Mikroskopieverfahren auszuwählen.

Tabelle 1.2 Lichtmikroskopische Untersuchungsmöglichkeiten an Kunststoffen (nach *Trempler*)

| Werkstoff | Untersuchungsmethode | Bewertungskriterien | Untersuchungsziel Fehlercharakterisierung |
|-------------------------------|--|--|--|
| Homogene Kunststoffe | | | |
| amorphe Kunststoffe | Polarisationsdurchlichtmikroskopie | Gangunterschied, Doppelbrechung, Brechungsindex | Fließnähte, Bindefehler, Anisotropieerscheinungen, Inhomogenitäten |
| teilkristalline Kunststoffe | Polarisationsdurchlichtmikroskopie geätzte Anschliffe | Ausbildung von Überstrukturen | Temperatureinflüsse, Fließnähte, Bindefehler |
| Elastomere | Polarisationsdurchlichtmikroskopie | Gangunterschied, Doppelbrechung | Dehnungsverhalten |
| Heterogene Kunststoffe | | | |
| Mischungen | Polarisations- und Phasenkontrastdurchlichtmikroskopie, Anschliffe, Bruchpräparate | Art, Größe und Verteilung der Phasen, Brechzahlmessung, Thermooptische Analyse | Temperatureinflüsse, Fehler bei Art und Verteilung der Phasen, Anisotropieerscheinungen |
| gefüllte Kunststoffe | Auflicht Hell- und Dunkel-feld, Differentieller Interferenzkontrast, alle Methoden der Durchlichtmikroskopie | Art, Größe und Verteilung der Phasen | Fehler bei Art, Größe und Verteilung der Füllstoffe, Agglomeratbildung, Anisotropieerscheinungen |

■ 2.1 Einleitung

Die Präparation hochgefüllter Kunststoffe ist im Prinzip immer identisch: Man spricht von der Herstellung eines Anschliffs; geschliffen wird auf Siliziumkarbid-Papier und anschließend mit Tüchern mit Diamantsuspension poliert. Die Körnungen der Schleifpapiere und die Tücher und Suspensionen zum Polieren können auf unterschiedlichste Weise kombiniert werden. Die Vielfältigkeit der unterschiedlichen Kunststoffe, verbunden mit den unterschiedlichen Füllstoffen (Glas, Mineral, Metall usw.) lassen kein allgemeingültiges Rezept zu, da auch Füllgrad sowie Form und deren Haftung Einfluss auf die Präparation nehmen. Aus diesen Gründen werden bei der Vielfalt der Proben keine Vollautomaten eingesetzt. Jede Probe wird „nach Gefühl“ bearbeitet. Leider ist die Präparation bei den hochgefüllten Kunststoffen nicht so einfach wie bei den Metallen [*persönliche Mitteilung: B. Kaiser*].

Die meisten Füllstoffe sind lichtundurchlässig, so dass schon geringe Füllstoffmengen bei Untersuchungen mit der optischen Durchlichtmikroskopie zu wenig brauchbaren Ergebnissen führen. Außerdem ist es wegen der Härte der Füllstoffe und deren geometrisch geringen Verankerungen ähnlich wie bei den Glasfasern kaum möglich, Dünnschnitte herzustellen. Einerseits werden die Füllstoffe innerhalb der Matrix verschoben, andererseits leiden die Messer.

Somit beschränken sich die mikroskopischen Untersuchungsmethoden vor allem auf die Auflicht- und Rasterelektronenmikroskopie. Perspektiven bietet die Computertomographie; allerdings noch nicht bei Füllstoffen im einstelligen μm -Bereich als längster Dimension (die Kennzeichnung der Größe von Füllstoffen erfolgt meistens nach der größten Längenausdehnung).

Für die Präparation der Proben bieten sich daher die Anschliff- und im begrenzten Rahmen bei weichen Füllstoffen die Frästechnik mit einer Ultrafräse an. Ziel der Präparation ist eine plane, reflektierende Oberfläche der Proben. Beim Schleifen und Polieren ist darauf zu achten, dass die Ränder der Füllstoffe nicht gerundet werden. Durch Härteunterschiede zwischen Füllstoffen und Matrix erhält man auch bei sorgfältiger Präparation einen geringen Höhenunterschied. Diesen kann

man dann zur deutlichen Darstellung der Füllstoffe im Differenzial-Interferenz-Kontrast im Auflicht nutzen, (DIK)-Methode (Abschnitt 2.1.3 in Mikroskopie). Soll neben den Füllstoffen auch die Morphologie der Matrix dargestellt werden, kann die Probe geätzt werden (Kapitel 4 „Ätzen für Strukturuntersuchungen“).

Das grundsätzliche Vorgehen bei der Präparation eines Anschliffes ist in Abschnitt 1.4.2 im Kapitel „Präparation unverstärkter Kunststoffe“ und in diesem Kapitel im Abschnitt 2.1.4 „Probenpräparation“ dargestellt.

2.1.1 Besonderheiten bei Reaktionsharzen

Die Wortwahl „Füllstoffe“ täuscht. Die Zugabe von Füllstoffen – in den meisten Fällen mineralische Stoffe – zur Reaktionsharzmasse macht die Verarbeitung größerer, kompakter Ansätze überhaupt erst möglich. Der Grund hierfür liegt in der Reaktion zwischen den organischen Komponenten – Harz und Härter. Es handelt sich um eine exotherme Reaktion, die unter Wärmeentwicklung stattfindet. Ein Großteil der Wärmeenergie wird von den mineralischen Bestandteilen aufgenommen und die Exothermie auf diese Weise gedämpft.

Des Weiteren ermöglicht der gezielte Einsatz der Zusatzstoffe die Erreichung spezieller Eigenschaften des Formstoffs.

Thermische Eigenschaften:

■ *Wärmedehnzahl (WDZ)*

Mineralische Zuschlagstoffe weisen in der Regel niedrigere Wärmedehnzahlen auf als die organischen Bestandteile des Formstoffes. Bei der Abkühlung des Bauteils von Härtungstemperatur auf Einsatztemperatur werden Abkühlungsspannungen verringert.

■ *Wärmeleitzahl (WLZ)*

Organische Werkstoffe weisen in der Regel niedrige Wärmeleitzahlen auf. Die Erhöhung der Wärmeleitzahl durch die Zugabe von mineralischen Füllstoffen stellt eine deutliche, in vielen Fällen unverzichtbare Verbesserung des Formstoffs dar.

Wärmedehnzahl und Wärmeleitzahl stellen außerdem wichtige Eigenschaften von Isolierstoffen dar. Die WDZ verhindert Schrumpfspannungen z. B. bei der Umhüllung metallischer Leiter. Die Verbesserung der WLZ ermöglicht bessere Abführung der Verlustwärme des Isolierstoffs und verringert so die Entstehung von Wärmedurchschlägen.

Einwirkung der Füllstoffzugabe auf die mechanischen Eigenschaften der Formstoffe – siehe hierzu DIN 16945 Gießharzformstoffe Typen.

Einige Tipps zur Eingangsprüfung an mineralischen Füllstoffen:

In der Praxis findet die Anlieferung von zu verarbeitendem Material häufig unter Zeitdruck statt. Die Lieferanten sind in der Regel nicht in der Lage, einen aufwendigen und langwierigen Prüfprozess ihrer Waren abzuwarten. Ein Tanklastler mit etlichen Tonnen Quarzmehl oder Kreidemehl oder Mikrodol soll möglichst bald entladen werden. Eine Prüfung zu unterlassen kann jedoch schwerwiegende und teure Folgen haben. Unerlässlich ist es daher, die wichtigsten Eigenschaften der Ware zu prüfen:

■ *Die Korngrößenverteilung*

Diese Eigenschaft beeinflusst die Verarbeitungseigenschaften der Mischung unmittelbar. Es gibt natürlich Messverfahren für diesen Wert. Sie erfordern Prüfmuster in der Größenordnung von 0,5 g und Zeit. Hier ist der Praktiker gefragt. Eine schnelle Möglichkeit bietet die Messung der Viskosität eines Gemischs von 1 kg Füllstoff und 1 kg Harz, welches unter definierten Bedingungen hergestellt wurde.

Als Gefahr bei zu hohem Anteil von Feinstpartikeln im Füllstoff kann bei der späteren Reaktionsharzmasse Strukturviskosität auftreten; ein Puddingeffect. Dieser ist äußerst störend in der Verarbeitung und Erreichung gemischter End-eigenschaften, weil der Entgasungsverlauf durch Blasenbildung gestört wird.

■ *Der Feuchtegehalt*

Auch hier ist die Gefahr gegeben, dass in der gefüllten Reaktionsharzmasse Strukturviskosität auftritt. Eine Menge von ca. 0,5 kg wird entnommen und im Vakuumtrockner nach Ausbreitung einer dünnen Schicht getrocknet.

■ *Verunreinigung des Füllstoffs mit ionogenen Bestandteilen*

Werden ionogene Verunreinigungen in den späteren Formstoff eingeschleppt, besteht die Gefahr, dass es nach Lagerung der Bauteile zu einem nicht akzeptablen Anstieg dielektrischer Verluste kommt. Der Schaden kann beträchtlich sein, weil die Eigenschaftsänderung erst nach einiger Zeit eintritt.

Zwei Verfahren haben sich bewährt:

- Ermittlung des pH-Werts eines wässrigen Auszuges, der unter stets gleichbleibenden Bedingungen hergestellt wurde.
- Elektrische Leitfähigkeit eines ebensolchen Auszuges.

Ein negatives Beispiel: Waschung von Quarzsand vor der Mahlung mit Meerwasser.

Die Erfahrung hat gezeigt, dass die genannten Methoden – einen vertrauenswürdigen Lieferanten vorausgesetzt – vor größeren Schäden bewahren.

2.1.2 Ultrafräse

Das Ultrafräsen erfolgt mit einer auf ein Schlittenmikrotom aufgesetzten Ultrafräse (Bild 2.1). Die Präparation mittels der Ultrafräse vermindert grundsätzlich das

■ 3.1 Einleitung

Die Präparation von Faserverbundkunststoffen erweist sich wegen der Kombination zweier Materialien unterschiedlicher Festigkeit und Steifigkeit als problematisch. Es werden die unterschiedlichen Präparationsmethoden sowie die verschiedenen mikroskopischen Methoden an glas-, kohlenstoff- und aramidfaserverstärkten Kunststoffen dargestellt und verglichen. Zu den beschriebenen mikroskopischen Methoden gehören die Lichtmikroskopie im Auflicht und Durchlicht, die Rasterelektronenmikroskopie sowie die Mikroradiographie, zu den Präparationsmethoden die Schliff-, Säge- und Frästechnik sowie die Mikrotomie. Die Mikroradiographie wird zunehmend durch die Computer-Tomographie ersetzt. Außerdem wird auf mögliche Präparationsfehler an Faserverbundkunststoffen eingegangen.

Faserverstärkte Kunststoffe stellen einen Verbund aus einer polymeren Matrix niedriger Festigkeit und Steifigkeit mit Fasern höherer Steifigkeit dar. Aufgrund der daraus resultierenden positiven Eigenschaftskombination, hohe Steifigkeit und Festigkeit bei gleichzeitig geringer Dichte, finden Faserverbundkunststoffe (FVK) viele Anwendungsmöglichkeiten.

Um in der Verarbeitung die Qualität der faserverstärkten Bauteile sicher zu stellen, findet neben mechanischen und thermischen Analysen eine mikroskopische Bewertung der Faserverbundkunststoffe statt. Auch in der Werkstoffentwicklung und in der Schadensanalyse hat die mikroskopische Analyse wegen ihrer zahlreichen Aussagemöglichkeiten einen hohen Stellenwert. Typische Aufgabenfelder der mikroskopischen Bewertung sind:

- die Werkstoffidentifizierung,
- die Kontrolle der Faserorientierung, der Faserverteilung und der Schichtung der Fasern,
- die Bestimmung der Faserquerschnitte und Faserflächenanteile,
- die Detektion von Lunkern und Rissen sowie
- die Untersuchung der Faser-Matrix-Haftung und Grenzflächen.

Zur optischen Analyse von faserverstärkten Kunststoffen stehen verschiedene mikroskopische Methoden zur Verfügung, die Lichtmikroskopie, die Rasterelektronenmikroskopie sowie die Mikroradiographie bzw. Computer-Tomographie.

Als Grundlage der mikroskopischen Analyse von Faserverbundkunststoffen ist eine ordentlich durchgeführte Präparation unabdingbar. Trotz der für die Präparation ungünstigen Kombination einer weichen Matrix mit einer steiferen, harten Faser (Tabelle 3.1) dürfen durch die Präparation keine Veränderungen und Schädigungen, d. h. Ausbrüche, Risse oder Delaminationen am Faserverbundkunststoff entstehen. Diese würden eine Bewertung der tatsächlichen Materialsituation erschweren bzw. unmöglich machen.

Tabelle 3.1 Steifigkeit verschiedener Fasern im Vergleich zu Kunststoffen

| Material | Elastizitätsmodul in N/mm ² |
|------------------|--|
| Epoxidharz | 500 bis 2500 |
| Polyamid | 750 bis 3200 |
| Glasfaser | 73 000 |
| Kohlenstofffaser | 240 000 bis 550 000 |
| Aramidfaser | 65 000 bis 130 000 |

Tabelle 3.2 Überblick Präparations- und Mikroskopiemethoden an FVK

| Präparation | Lichtmikroskopie | | Rasterelektronenmikroskopie | Computer-Tomographie |
|------------------------------|------------------|------------|-----------------------------|----------------------|
| | Auflicht | Durchlicht | | |
| Bruch | | • | | |
| Anschnitt | • | | • | |
| Anschliff | • | | • | |
| Dünnschliff (ca. 10 µm dick) | | • | | |
| Dünnschnitt (ca. 10 µm) | | • | | |
| Dünnschnitt (ca. 100 µm) | | | | • |

Prinzipiell können die Methoden in zwei Gruppen unterteilt werden. Mit Hilfe der Präparationen Bruch, Anschnitt und Anschliff werden Präparatoberflächen analysiert. Dagegen werden die Dünnschliffe bzw. Dünnschnitte über ihr gesamtes Probenvolumen beobachtet, in dem die Präparate durchleuchtet bzw. durchstrahlt werden.

■ 3.2 Präparationsmethoden

Vor der Präparation ist die Probenentnahmestelle sinnvoll zu wählen. Um aussagekräftige Ergebnisse zu erhalten, ist eine Präparatherstellung sowohl in Längs- als auch in Querrichtung zur Faser ratsam. Zweckmäßig ist auch, das Bauteil vor Beginn der Präparation in seiner Gesamtheit aufzunehmen. Proben sollten an folgenden Bauteilregionen entnommen werden:

- an einer repräsentativen Stelle, welche Aussagen über das gesamte Bauteil zulässt,
- an Schwachstellen, äußerlich erkennbaren Fehlstellen und belastungsrelevanten Stellen, wie z. B. Bindenähten, Schweißnähten, Grenzflächen oder
- in der Schadensanalyse an der entsprechenden geschädigten Stelle.

Bei der Präparation ist stets Sorge zu tragen, dass die Probe durch die Entnahme aus dem Bauteil oder Halbzeug nicht geschädigt wird. So können zu starke mechanische, thermische oder chemische Beanspruchungen zu Veränderungen an der Faserorientierung, an der Struktur des Kunststoffes oder der Faser-Matrix-Haftung führen. Zum schonenden Teilen von Kunststoffen haben sich kleine Bügel- oder Laubsägen und zur weiteren Trennarbeit eine niedertourige, wenn möglich wassergekühlte Säge mit Diamanttrennscheibe bewährt.

3.2.1 Probenentnahme und Einbettung

Für mikroskopische Untersuchungen müssen Proben an belastungsrelevanten Stellen, wie z. B. Bindenähten, Schweißnähten, Grenzflächen, äußerlich erkennbaren Fehlstellen oder, im Fall von Schadensuntersuchungen, an der beschädigten Stelle des Bauteils entnommen werden. Um aussagekräftige Ergebnisse zu erhalten, ist eine Präparatherstellung sowohl in Längs- als auch in Querrichtung zur Hauptfaserorientierung ratsam. Zweckmäßig ist auch, das Bauteil vor Beginn der Präparation in seiner Gesamtheit aufzunehmen und eine eindeutige Kennzeichnung der Präparate vorzunehmen.

Die zunächst notwendigen Materialtrennungen zur Probenentnahme sollten zur Vermeidung von Strukturveränderungen, verursacht durch thermische, chemische oder mechanische Einflüsse, vorsichtig mit einer kleinen Bügel- oder Laubsäge durchgeführt werden. Zum weiteren präzisen Trennen kleiner Teile eignet sich besonders eine Niedertourensäge mit Diamanttrennscheibe und einer speziellen Einspannvorrichtung. Gegebenenfalls kann während der Entnahme Wasser als Kühlmittel und zum Niederschlagen des Schleifstaubs eingesetzt werden.

Mit wenigen Ausnahmen bei der Dünnschnittpräparation ist es bei allen Präparationsverfahren notwendig, die Proben zur weiteren Präparation in einem Zweikom-

4

Ätzen für Strukturuntersuchungen

mit Dr.-Ing. Jürgen Hinrichsen/Technische Universität Braunschweig

Die Dünnschnitttechnik an Kunststoffen stößt in manchen Fällen an ihre Grenzen:

- bei sehr kleinen Sphärolithen unter etwa 5 µm Durchmesser, die nicht mehr scharf abgebildet werden,
- bei undeutlichen Sphärolithgrenzen, wodurch eine exakte Bestimmung des Sphärolithdurchmessers nicht möglich ist,
- wenn die Lamellenanordnung (= Feinstruktur) in den Überstrukturen (Sphärolithe, Zylindrithe, transkristalline Front usw.) nicht zu erkennen ist,
- wenn Pigmente oder andere Füllstoffe die Beurteilung des Werkstoffs im Durchlicht behindern,
- wenn Sphärolithe bzw. andere Überstrukturen in Bruchflächen durch die Schnitt- und Schliffpräparation zerstört werden.

In diesen Fällen bieten das Ätzen der Kunststoffoberfläche und die nachfolgende Untersuchung mit dem Auflichtverfahren eine Alternative.

In der Literatur werden unterschiedliche Behandlungsverfahren unter dem Begriff „Ätzen“ beschrieben, die sich in der Wechselwirkung zwischen dem Medium und dem Kunststoff und damit in den auf molekularer Ebene ablaufenden Prozessen unterscheiden.

Eine zusammenfassende Darstellung enthalten die Literaturstellen [2] [3] [4] und [5].

■ 4.1 Grundlagen

Unter Ätzen versteht man Verfahren, bei denen eine Phase eines Materials mit Hilfe von flüssigen oder gasförmigen Medien (= Ätzmittel) selektiv stärker abgebaut und entfernt wird, d. h. bei Kunststoffen eine Polymerphase. Im Allgemeinen handelt es sich bei teilkristallinen Kunststoffen um die amorphe Phase und bei Blends um ein Polymer. Amorphe Bereiche werden aufgrund der durch die weitere Packung der Makromoleküle erleichterten Diffusion schneller abgebaut als kristalline Bereiche.

Aufgrund des Aggregatzustandes des Ätzmittels (flüssig bzw. plasmaförmig) wird zwischen nasschemischem Ätzen und Plasmaätzen unterschieden. Ein Plasma besteht aus Ionen, Elektronen und ggf. noch vorhandenen elektrisch neutralen Atomen/Molekülen.

Eine Überätzung des Materials, d.h. dessen Degradation, ist eine große Artefaktquelle. Für die Praxis bedeutet dies eine schonende Verarbeitung bei geringen Abbauraten. Zudem ist eine Betrachtung des Polymers bzw. des daraus gefertigten Teils insgesamt als Ganzes zu betrachten, um die richtige Struktur zu erforschen. Dabei unterscheidet sich die Oberflächenstruktur durchaus von der inneren Struktur.

Dabei sind für das Ätzen als Präparationsmethode für nachfolgende mikroskopische Untersuchungen nur solche Methoden geeignet, bei denen deutlich Abbaugeschwindigkeiten zwischen z.B. amorpher und kristalliner Phase vorliegen. Dadurch ergibt sich eine Phasenselektivität und bei Abbruch der Abbaureaktion nach einer geeigneten Zeit ein für eine mikroskopische Untersuchung geeignetes Höhenprofil, das:

- im Lichtmikroskop (DIK = Differentialinterferenzkontrast),
 - im Rasterelektronenmikroskop (SE = Sekundärelektronendetektor) oder mittels
 - Transmissionselektronenmikroskop (TEM)
- dargestellt werden kann (Tabelle 4.1).

Tabelle 4.1 Gegenüberstellung verschiedener Mikroskopieverfahren, nach [5]

| | LM Auflicht/ Durchlicht | REM | TEM |
|-------------------------------------|-------------------------------|--------------------------------|---|
| Auflösung | 3 μm – 300 nm | 10 nm | 0,2 nm |
| Vergrößerung ¹⁾ | 2 – 2000 x | 20 – 100 000 x | 200 – 2 000 000 x |
| Tiefenschärfe | 1 μm bei 500 x [8] | 60 μm bei 500 x [9] | 0,1 μm bei 100 000 x |
| Objekt | Oberfläche/ Querschnitt | Oberfläche | Querschnitt ($< 0,2 \mu\text{m}$) |
| Probenumgebung | Umgebungsdruck | Hochvakuum | Hochvakuum |
| Strahlenschäden | keine | gering | hoch |
| chemische Analyse möglich | nein | ja (Röntgenstrahlung) | ja (Röntgenstrahlung, Elektronenenergie- verlust) |
| Nachweis von Molekülorientierung | ja | nein ²⁾ | ja |

1) technisch möglich, die förderliche Vergrößerung ist z. T. geringer

2) indirekt, z. B. nach Tempern

LM = Lichtmikroskop, REM = Rasterelektronenmikroskop, TEM = Transmissionselektronenmikroskop

Ziel einer Ätzbehandlung von Kunststoffen ist nicht ausschließlich die Strukturdarstellung. Häufig wird die Erzeugung einer Oberflächenrauigkeit oder chemischer Modifikation (ungesättigter Stellen oder polarer Gruppen) auf der Kunststoffoberfläche als Vorbehandlungsschritt für Folgeprozesse eingesetzt. Gängige

Verfahren sind das Ätzen zur Verbesserung der Bedruckbarkeit, Verklebbarkeit und Haftfestigkeit, Erzeugung von Ätzstrukturen zur Verbesserung der Haftung galvanisch aufgebracht Schichten, das Dünnen von Materialien für TEM - Untersuchungen sowie der Abtrag von Schutzschichten im Rahmen der photolithographischen Herstellung von elektronischen Schaltungen.

Die genannten Vor- und Nachteile des Plasmaätzens und des nasschemischen Ätzens fasst Tabelle 4.2 zusammen.

Tabelle 4.2 Gegenüberstellung der Vor- und Nachteile beim Plasma- und nasschemischen Ätzen

| | Plasmaätzen | Nasschemisches Ätzen |
|---|-------------|----------------------|
| Apparativer Aufwand | - | + (-) |
| Probenvorbereitung | - | + |
| Anwendbarkeit | + | - (nicht universell) |
| Ätzzeit | + | -/+ ¹⁾ |
| Zeitaufwand mikroskopische Untersuchung | + | - |

+ = Vorteil gegenüber dem anderen Ätzverfahren,

- = Nachteil gegenüber dem anderen Ätzverfahren,

1) von der Kombination Polymer/Ätzmittel abhängig

■ 4.2 Nasschemisches Ätzen und Plasmaätzen

Nach dem Aggregatzustand des Ätzmittels werden nasschemische Methoden und Plasmaätzen unterschieden. Das nasschemische Ätzen (Tabelle 4.3, links) stellt einen Teilbereich des allgemeinen chemischen Angriffs dar (= „selective degradation“ [6]), bei dem sowohl amorphe als auch kristalline Phasen abgebaut werden. Dabei ist allerdings die Abbaugeschwindigkeit in den beiden Phasen unterschiedlich.

4.2.1 Nasschemisches Ätzen

Die einwirkenden Medien werden aufgrund ihrer Wechselwirkung mit dem Polymer in zwei Gruppen eingeteilt

- physikalisch aktive Medien: keine Reaktion mit dem Polymer, aber Quellung bis zur Auflösung
- chemisch aktive Medien: Reaktion mit dem Polymer.

Entsprechend gehören die beim nasschemischen Ätzen eingesetzten Lösungsmittel zu den physikalisch aktiven Medien, d. h. der Abbau erfolgt durch Lösungspro-