Schlussbericht vom 12.06.2025

zum IGF-Vorhaben 344 EN / 1

Thema

Laser structuring combined with atmospheric pressure plasma deposition of catalytic metal nanoparticles prior to local metallization for improved metal layers adhesion on usual polymers and ceramics – LaStrADA

Berichtszeitraum

01.09.2022 bis 31.12.2024

Forschungsvereinigung

Deutsche Forschungsgesellschaft für Oberflächenbehandlung e.V. (DFO)
Hammfelddamm 10
41460 Neuss

Forschungseinrichtung

Fraunhofer-Gesellschaft zur Forderung der angewandten Forschung e.V.,
Institut für Fertigungstechnik und Angewandte Materialforschung (IFAM)
Wiener Str. 12
28359 Bremen

Inhaltsverzeichnis

1 Zusammenfassung....3
2 Wissenschaftlich-technische und wirtschaftliche Problemstellung....4
3 Stand der Forschung und Entwicklung....5
4 Durchgeführte Arbeiten und Ergebnisse....7
4.1 Arbeitspaket WP0: Projektmanagement....10
4.2 Arbeitspaket WP1: Vorbehandlung der Substrate (LASER).....10
4.3 Arbeitspaket WP2: Optimierung der Plasmaanlage, und Arbeitspaket WP3: Bekeimung von Polymeroberflächen mit katalytisch wirksamen Nanopartikeln mit Hilfe von Atmosphärendruck-Plasmatechniken....16
4.4 Arbeitspaket WP4: Electroless Plating und Electroplating....22
4.5 Arbeitspaket WP5: Charakterisierung....26
4.6 Arbeitspaket WP6: Demonstration im relevanten Umfeld....26
4.7 Arbeitspaket WP7: Technische und wirtschaftliche Bewertung....26
4.8 Arbeitspaket WP8: Ergebnistransfer....27
5 Darstellung des wissenschaftlich-technischen und wirtschaftlichen Nutzens der erzielten Ergebnisse insbesondere für KMU sowie ihres innovativen Beitrags und ihrer industriellen Anwendungsmöglichkeiten....27
6 Durchführende Forschungseinrichtung(en)....28
7 Beteiligte am Projektbegleitenden Ausschuss....29
8 Förderhinweis....30
9 Literaturverzeichnis....31

1 Zusammenfassung

Polymersysteme bieten gegenüber Metallwerkstoffen zahlreiche Vorteile, insbesondere im Hinblick auf Leichtbaukonzepte, vereinfachte und kostengünstige Herstellungsprozesse sowie vielfältige Designmöglichkeiten. Dabei erfordern viele Anwendungen eine vollflächige oder partielle Metallisierung von Polymerbauteilen, um eine ausreichende elektrische Leitfähigkeit zu gewährleisten oder aus gestalterischen Gründen. Die herkömmlichen Verfahren zur Metallisierung sind jedoch komplex, ressourcenintensiv und basieren häufig auf umweltkritischen Chemikalien, deren Einsatz durch die Regularien der Europäischen Union stark eingeschränkt ist oder in naher Zukunft verboten werden könnte. Vor diesem Hintergrund erforschte das Projekt „LaStrADA“ einen innovativen technischen Ansatz, um diese Herausforderungen zu überwinden und eine nachhaltige alternative Lösung zu bieten.

Im Rahmen des Forschungsvorhabens wurde die Lasertechnik für eine gezielte Strukturierung der zu metallisierenden Polymeroberflächen eingesetzt, um die nasschemischen Ätzprozesse, wie sie beispielsweise unter Verwendung von Cr(VI)-Verbindungen im aktuellen Stand der Technik üblich sind, durch eine trockene und inline-fähige Alternative zu ersetzen. Die herkömmliche, meist nasschemische Bekeimung der Polymeroberflächen mit katalytisch wirksamen metallischen Nanopartikeln vor der stromlosen Metallisierung wurde im Projekt „LaStrADA“ durch ein ebenfalls inline-fähiges, atmosphärendruckplasmabasiertes Arc-PVD-Verfahren ersetzt. Dabei wurden die Nanopartikel mithilfe einer kommerziell erhältlichen Atmosphärendruckplasmaquelle direkt aus einem Metalltarget erzeugt und auf die Substratoberfläche abgeschieden.

Die im Projekt „LaStrADA“ gewonnenen Ergebnisse zeigten, dass die durchgeführte Laserbehandlung die Adhäsion der applizierten Metallschichten erheblich verbessern kann, indem definierte Oberflächenstrukturen erzeugt werden, die die Adhäsionsfläche wesentlich erhöhen und die mechanische Verzahnung mit den Beschichtungen fördern. Anschließend konnten die strukturierten Polymersubstrate mittels Arc-PVD-Verfahren mit Palladium-Nanopartikeln bekeimt werden, sodass stromlose Metallisierungsprozesse in einer Nickellösung erfolgreich durchgeführt werden konnten. Darüber hinaus konnten die eingesetzte Atmosphärendruckplasmaanlage sowie die Prozessparameter so angepasst werden, dass die Erzeugung und Abscheidung von Kupfer-Nanopartikeln als kostengünstigere Alternative zu Palladium erfolgreich realisiert wurden.

Der im Projekt „LaStrADA“ erforschte Lösungsansatz ermöglicht somit eine trockene, umweltfreundliche und inline-fähige Vorbehandlung von Polymeren vor deren Metallisierung, die für die Industrie von großem Interesse ist. Die erzielten Projekterkenntnisse bieten erhebliche Vorteile für kleine und mittlere Unternehmen (KMU), indem sie ihre Wettbewerbsfähigkeit durch den Verzicht auf umweltkritische Chemikalien steigern können. Der neuartige Ansatz hat das Potenzial, in verschiedenen Industrien wie der Automobilbranche, der Luft- und Raumfahrt, dem Schienenfahrzeugbau sowie der Elektronik und der Herstellung von Haushaltsgeräten angewendet zu werden. Der Verzicht auf gesundheits- und umweltbedenkliche Chemikalien sowie den damit verbundenen Entsorgungsaufwand ermöglicht dabei eine

signifikante Reduzierung des Zeit- und Kostenaufwands sowie des Platzbedarfs bei der Vorbehandlung und Bekeimung von Polymeren vor der Metallisierung.

Ferner legte das Projekt „LaStrADA“ großen Wert auf den Wissenstransfer an das Fachpublikum. Regelmäßige Sitzungen, Workshops und Veröffentlichungen wurden durchgeführt, um die gewonnenen Ergebnisse zu verbreiten und ihre zukünftige Umsetzung in industriellen Prozessen zu fördern. Der intensive Austausch mit den Mitgliedern des projektbegleitenden Ausschusses sowie den Industriekunden des Fraunhofer IFAM verdeutlichte einen hohen innovativen Beitrag des Vorhabens sowie breite industrielle Anwendungsmöglichkeiten der erzielten Projektergebnisse. Darüber hinaus trugen die gewonnenen Erkenntnisse zu einem besseren Verständnis der eingesetzten Laser- und Plasmaprozesse bei und haben somit einen erheblichen wissenschaftlichen Nutzen. Auf ihrer Basis können zukünftig Ideen für weitere Forschungs- und Entwicklungsprojekte abgeleitet werden, die die Wettbewerbsfähigkeit der am Forschungsvorhaben „LaStrADA“ beteiligten Forschungseinrichtungen und Industriepartner weiter steigern können.

Angesichts der erzielten Projektergebnisse konnten die angestrebten Projektziele aus Sicht der Mitglieder des projektbegleitenden Ausschusses erfolgreich erreicht werden.

2 Wissenschaftlich-technische und wirtschaftliche Problemstellung

Polymersysteme bieten aufgrund ihres erheblichen Potenzials für Leichtbau, ihrer vereinfachten und kostengünstigen Herstellung und Verarbeitung sowie der vielfältigen Designmöglichkeiten eine attraktive Alternative zu Metallwerkstoffen für zahlreiche industrielle Anwendungen. Jedoch muss die Oberfläche der fertigen Polymerbauteile zur Erzielung der für die angestrebten Anwendungen ausreichenden elektrischen Leitfähigkeit oder aber aus Designgründen oft komplett oder partiell metallisiert werden.

Laut dem Institut für Umweltstrategien (Ökopol GmbH) sind in Deutschland etwa 2.100 Unternehmen im Bereich der Galvanotechnik tätig, die rund 49.000 Personen beschäftigen. Von diesen Unternehmen sind etwa 550 kleine und mittlere Unternehmen (KMU), die als Zulieferer für die Galvanotechnikindustrie tätig sind, und etwa 9% arbeiten an Kunststoffbeschichtungen für die Automobilindustrie, die Luft- und Raumfahrt, medizinische Produkte, optische Geräte etc. [1].

Die Metallisierung von Polymeroberflächen stellt derzeit ein komplexes Fertigungsverfahren dar, das aus mehreren nasschemischen Badprozessen zur Oberflächenvorbehandlung und darauffolgenden elektrolytischen oder stromlosen Galvanisierung besteht (siehe „Stand der Forschung und Entwicklung“ in Kapitel 3). Die Oberflächenvorbehandlung basiert dabei häufig auf toxischen, umweltbedenklichen Chemikalien, wie beispielsweise Cr(VI)-Verbindungen, deren Verwendung durch die Regularien der Europäischen Union stark eingeschränkt ist oder in näherer Zukunft gar verboten wird. Vor diesem Hintergrund sind alternative, badfreie Vorbehandlungs- und Metallisierungsverfahren von großem Interesse für die Industrie.

In diesem Zusammenhang wurde die Atmosphärendruck-Arc-PVD-Technik zur Bekeimung von Polymeroberflächen mit katalytisch wirksamen Pd-Nanopartikeln vor der Durchführung der stromlosen Metallisierung im Rahmen des METAPLAST-Projekts vom Fraunhofer IFAM erfolgreich erprobt [2]. Die wirtschaftliche Bewertung dieses Arc-PVD-Ansatzes hat jedoch gezeigt, dass das Target-Metall einen wesentlichen Kostenfaktor des Prozesses darstellt, wobei der typische Verbrauch von Pd mit etwa 2€/m^2 geschätzt werden kann [2]. Daher kann der im LaStrADA-Projekt angestrebte Ersatz von Pd durch andere, kostengünstigere Metalle die Kosten des Bekeimungsprozesses erheblich senken, beispielsweise um den Faktor 7000 im Fall von Cu statt Pd [3]. Zudem wurde im METAPLAST-Projekt teilweise eine unzureichende Haftung der abgeschiedenen Metallschichten auf den untersuchten Polymersubstraten beobachtet. Das LaStrADA-Projekt widmet sich daher auch dieser Problematik, indem die Polymeroberflächen vor dem Bekeimungsprozess mittels Laser strukturiert werden.

3 Stand der Forschung und Entwicklung

Der klassische Ansatz zur initialen Metallisierung von nicht leitfähigen polymeren Materialien, bekannt als Plating Of Plastics (POP), erfolgt üblicherweise stromlos und erfordert eine zeit- und ressourcenintensive, mehrstufige Oberflächenvorbereitung, siehe Abbildung 1. Diese beruht häufig auf dem Einsatz hochreaktiver und toxischer Nasschemikalien [4]. So wird die Materialoberfläche zunächst geätzt, beispielsweise mit Chromsäure, um eine adäquate Adhäsion der resultierenden Beschichtungen auf dem Polymer zu gewährleisten. Auf heterogen ätzbaren Polymeren, wie z.B. ABS, können dabei enge Kavitäten erzeugt werden, die die Adhäsion der Metallbeschichtungen fördern. Derartige Polymere werden daher in vielen Anwendungen bevorzugt. Im Gegensatz dazu ist der Einsatz der homogen ätzbaren Standardpolymere, wie PP, PC, PEEK usw., in nasschemischen POP-Prozessen derzeit eingeschränkt.

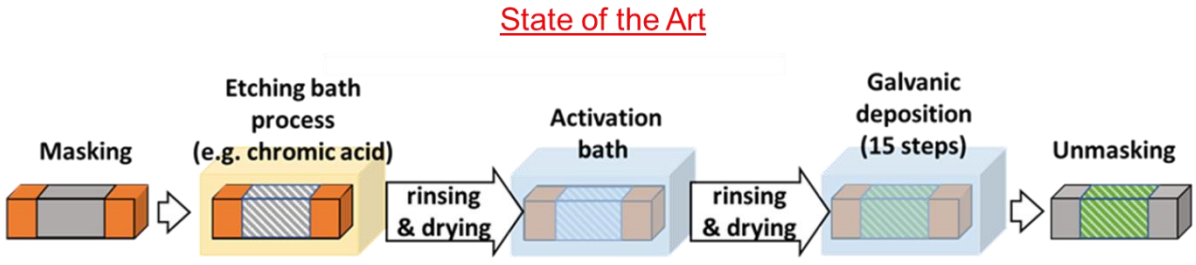


Abbildung 1: State of Art für Metallisierung von Polymeren.

Die vollständig trockene LASER-Strukturierung, die in LaStrADA als vielversprechende technologische Alternative zum chemischen Ätzen vorgeschlagen wurde, kann auf beliebige Polymere angewendet werden. Sie ermöglicht es, evtl. Spritzguss-Häute von den Polymeren zu entfernen, Verunreinigungen zu beseitigen und die Oberflächenenergie zu erhöhen, wodurch die Adhäsion der aufgebrachten Schichten

gefördert werden kann. Zudem können durch die Laserbehandlung definierte Oberflächenstrukturen erzeugt werden, um die effektive Oberfläche zu vergrößern und eine mechanische Verzahnung mit den aufgebrachten Metallschichten zu erzielen [5].

Beim State of Art werden die geätzten Polymere anschließend mit katalytischen Metallnanopartikeln, meist Palladium, bekeimt, um den Metallisierungsprozess zu initiieren und zu fördern (siehe Aktivierung in Abbildung 1). Dieser Schritt umfasst ebenfalls häufig umweltkritische Nasschemikalien und erfordert daher Spül- und Trocknungsschritte. Die Reaktionsanlaufzeit, die Temperatur und die Stabilität des chemischen Bades sind entscheidend für die Qualität der resultierenden Beschichtungen.

In der Literatur sind alternative, trockene Verfahren zur Polymermetallisierung beschrieben. So wird beim Laser-Induzierten Vorwärtstransfer (Laser-Induced Forward Transfer - LIFT) ein Laserstrahl auf einen metallischen Transferfilm gerichtet, um ein darunter liegendes Polymersubstrat zu beschichten. Die Haftung der resultierenden Metallschicht auf Polymeren ist jedoch oft mangelhaft und die erreichbaren Schichtdicken sind begrenzt [6]. Ein weiteres Verfahren, die Laser-Direktstrukturierung (LPKF-LDS), beruht auf einer lokalen Belichtung speziell additivierter thermoplastischer Polymere, wodurch mikroraue Strukturen und metallische Keime für die darauffolgende stromlose Metallisierung erzeugt werden. Dieser lizenzierte Prozess lässt komplexe, kantscharfe leitfähige Strukturen auf 3D-Polymerbauteilen ohne Maskierung erzielen, funktioniert jedoch nur auf teuren, speziell additivierten Polymeren [7].

Vollständig trockene, plasmabasierte Techniken können ebenfalls für die Polymermetallisierung eingesetzt werden. So wird im thermischen Spritzverfahren Metallpulver oder Metalldraht erhitzt, um die geschmolzenen Partikel direkt auf die zu beschichtende Oberfläche zu bringen. Obwohl die typische Abscheiderate des thermischen Metallspritzens hoch ist, können nur thermisch resistente Materialien behandelt werden, aufgrund der enormen thermischen Belastung des Substrats. Im Gegensatz dazu sind physikalische Dampfabscheidungsprozesse (PVD), die auf dem plasmaunterstützten Sputtern oder Verdampfen des Zielmetalls im Vakuum basieren, kalt (<80°C) [8]. Allerdings wirken sich die erforderlichen Vakuumprozessbedingungen auf die Investitions- und Produktionskosten sowie die Flexibilität des Verfahrens aus und schränken daher seine möglichen Anwendungen wesentlich ein.

Daher stellen die Atmosphärendruck-Plasmatechniken eine hochinteressante Alternative zur Behandlung beliebiger Polymere dar. So können organometallische Monomere in den Plasmastrahl als flüssiger Precursor für die auf der Polymeroberfläche abgeschiedenen Zielmetallpartikel (Chemische Dampfabscheidung, CVD) eingespeist werden, wie beispielsweise Silbernanopartikel in [9]. Diese Methode ist jedoch durch die verfügbaren Monomere begrenzt, die auch toxisch und/oder teuer sein können.

Alternativ können Metallpulver in das atmosphärische Plasma eingespeist werden, das als fester Precursor für die Zielmetallpartikel oder -beschichtungen auf Polymeroberflächen dient. Dieser Ansatz wurde vom Projektpartner, der Fa. Materia Nova für die direkte Metallisierung verschiedener Polymere im METAPLAST-Projekt [2] angewendet, zeigte jedoch gewisse Mängel hinsichtlich der Materialauswahl (nur

Metalle mit niedrigem Schmelzpunkt sind geeignet) und der Beschichtungsadhäsion auf den getesteten Polymeren.

Alternativ wurde im METAPLAST-Projekt die Atmosphärendruck-Arc-PVD-Technik vom IFAM erfolgreich angewendet, um Pd-Nanopartikel vor der stromlosen Metallisierung zu erzeugen und abzuscheiden. Allerdings erwiesen sich die Kosten des Pd-Drahts und die teilweise verbesserungsbedürftige Haftung der resultierenden Metallbeschichtungen als herausfordernd für diese Technik.

Vor diesem Hintergrund wurde dieser Atmosphärendruck-Arc-PVD-Ansatz im Projekt „LaStrADA“ weiter erforscht und vom IFAM für Anwendungen mit anderen, günstigeren Metallen angepasst. Darüber hinaus wurde eine gezielte laserbasierte Strukturierung der Polymeroberfläche vor der Arc-PVD-Bekeimung erforscht, um die Adhäsion der resultierenden Metallbeschichtungen wesentlich zu verbessern.

4 Durchgeführte Arbeiten und Ergebnisse

Im Rahmen des Projektes „LaStrADA“ wurde ein neuartiger technischer Ansatz zur lokalen Metallisierung von Polymeroberflächen erforscht. Dieser Ansatz, der in Abbildung 2 veranschaulicht ist, umfasst folgende Schritte:

- intelligentes Laserstrukturieren der Polymeroberfläche, um die herkömmlichen Ätzprozesse unter Einsatz von durch die REACH-Verordnung streng regulierten Nasschemikalien (z.B. Cr(VI)-Verbindungen) zu ersetzten und eine ausreichende Adhäsion der nachfolgenden Metallschichten zu gewährleisten;
- Polymerfunktionalisierung und Abscheidung von katalytisch wirksamen metallischen Nanopartikeln (sog. Bekeimung) unter Verwendung der Atmosphärendruck-Plasmatechnik;
- stromlose Abscheidung von Metallschichten (engl. electroless plating).

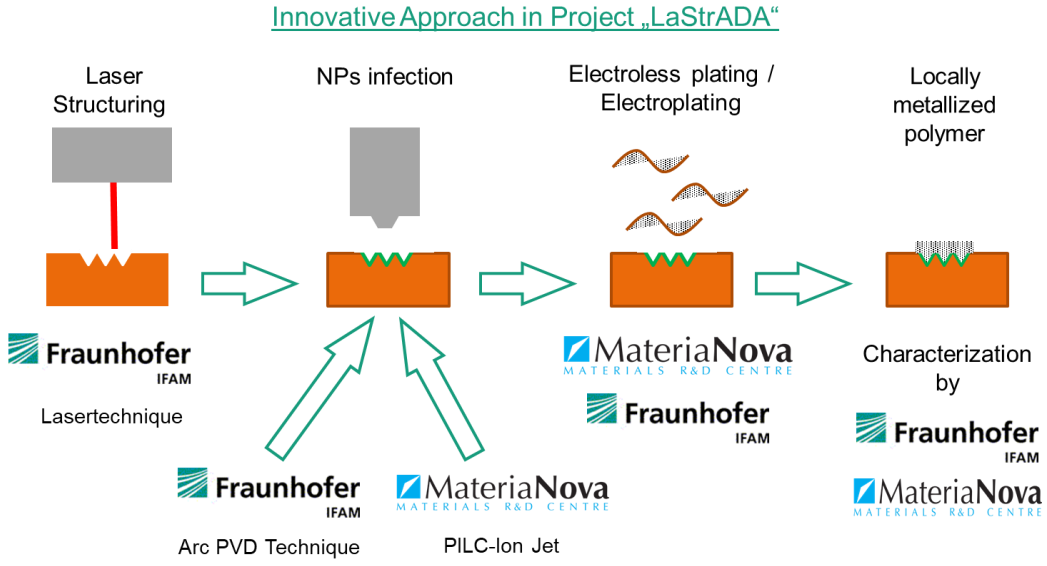


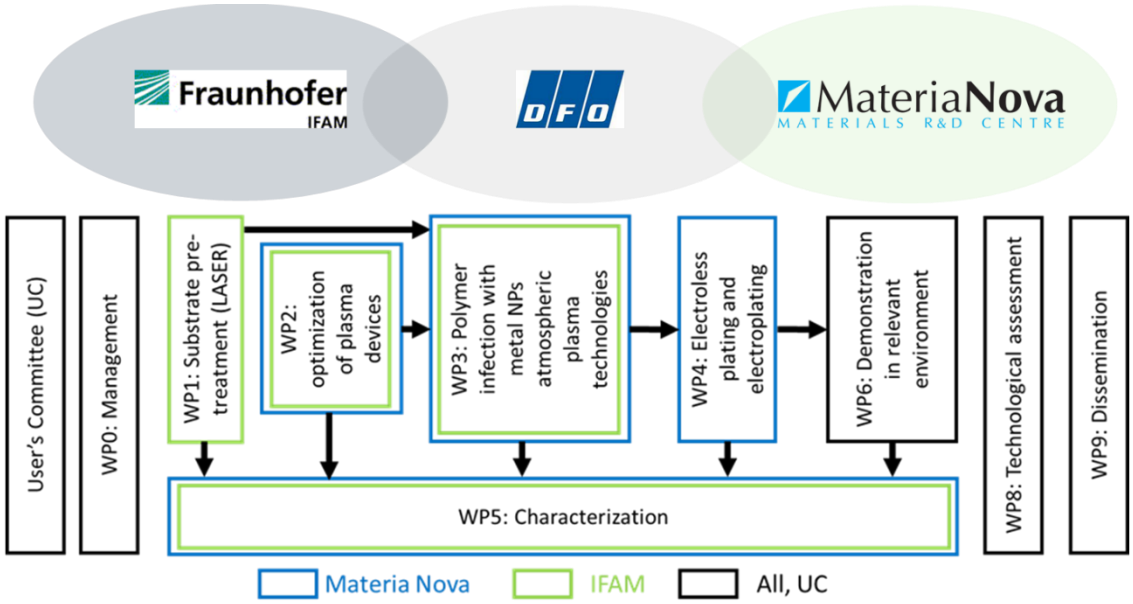
Abbildung 2: In Rahmen des Projektes „LaStrADA“ erforschter neuartiger technischer Ansatz zu lokaler Metallisierung von Polymeroberflächen.

Hierbei wurden neben Palladium (Pd, Stand der Technik) auch weitere Metalle zur Bekeimung erprobt, die nicht zur Gruppe der PGMs (Platinmetalle), HREE (schwere Seltene Erden), LREE (leichte Seltene Erden) und CRM (kritische Rohstoffe) gehören, um eine Lösungsstrategie zu erforschen, die der europäischen Strategie zur Ressourcennutzung entspricht. Ferner strebte das Projekt „LaStrADA“ an, in den elektrochemischen Prozessen auf Nickel bzw. Cr(VI) zu verzichten. Diese Materialdiversifizierung sollte die Flexibilität des Verfahrens erhöhen und die Betriebskosten optimieren.

Somit bestand das Hauptziel des Projekts darin, eine Methode zur Metallisierung mit geringem Umwelteinfluss und wirtschaftlicher Rentabilität für die Behandlung von polymeren und keramischen Materialien zu erforschen, die den Anforderungen des Endgebrauchs entspricht, sei es für Dekoration oder Verschleißbeständigkeit. Insbesondere zeichnete sich der Innovationswert des Projekts durch den neuartigen Ansatz aus, der die vollständig trockene und inline-fähige atmosphärische Plasma- und Lasertechnologie kombinierte, um die Probleme der Haftung und thermischen Spannungen der später aufgetragenen Metalle zu überwinden, anstatt die herkömmliche nasschemische Oberflächenbehandlung zu verwenden.

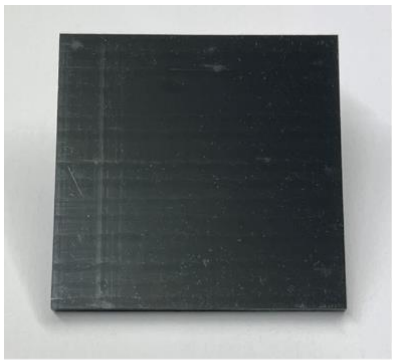
Die im Rahmen des Projekts vorgesehenen Forschungsarbeiten wurden in insgesamt neun Arbeitspakete (WP) unterteilt. Diese Arbeitspakete wurden in einer engen Kooperation zwischen den Projektpartnern, der Deutschen Forschungsgesellschaft für Oberflächenbehandlung e.V. (DFO, Deutschland), dem Institut für Fertigungstechnik und Angewandte Materialforschung der Fraunhofer-Gesellschaft zur Förderung der angewandten Forschung e.V. (Fraunhofer IFAM, Deutschland) sowie der Firma Materia Nova (Belgien), bearbeitet (siehe Abbildung 3). Die Schwerpunkte der Forschungsaktivitäten am Fraunhofer IFAM sind primär den Arbeitspaketen WP1, WP2, WP3 und WP5 zuzuordnen.

Die experimentellen Arbeiten im Projekt wurden unter Verwendung von Polymersubstraten aus mit Rußpartikeln additiviertem Polycarbonat (PC) und Acrylnitril-Butadien-Styrol (ABS) durchgeführt, siehe Abbildung 4. Zur Erzeugung und Abscheidung von katalytisch wirksamen Nanopartikeln wurden dabei in erster Linie Palladium (Pd) als Referenz und Kupfer (Cu) als angestrebte Alternative eingesetzt.



WP	activity/task	time period (project months)																						
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24
WP0	0.1 Project Management																								
WP1	1.1 Laser structuring for robust metal adhesion																								
	1.2 Functional laser polymer structures																								
	1.3 Laser treatment optimization on real components																								
WP2	2.1 Optimization of the hybrid PILC-Ion Jet system																								
	2.2 Optimization of the PILC-Ion Jet spray system																								
	2.3 Elaboration and implementation of the sacrificial electrode feeding for Arc PVD																								
WP3	3.1 Elaboration of the Arc PVD process parameters																								
	3.2 Deposition of metallic NPs on polymer surfaces																								
	3.3 Sample preparation																								
WP4	4.1 Electroless optimization on infected surfaces																								
	4.2 Electroplating the infected samples																								
WP5	5.1 Characterization of the laser pretreatment																								
	5.2 Characterization of NPs generated by plasma																								
	5.3 Characterization of infected polymer																								
	5.4 Characterization of metal coatings																								
WP6	6.1 Development of a brush cell solution																								
	6.2 Localized electroless plating																								
WP7	7.1 Design of technologies																								
	7.2 Evaluation of environmental impact																								
	7.3 Economic and market evaluation																								
WP8	8.1 Meetings/Workshops																								
	8.2 General dissemination																								
	8.3 Workshop and conferences																								
	8.4 Publications																								

Abbildung 3: Arbeitspakete und Zeitplan in Projekt „LaStrADA“.



Polycarbonate (PC) with soot particles (black)
50mm x 50mm
(Rocholl GmbH)

Acrylonitrile butadiene styrene (ABS) (grey)
40mm x 40mm
(BIA Kunststoff- und Galvanotechnik GmbH & Co. KG)

Abbildung 4: in Rahmen des Vorhabens „LaStrADA“ verwendete Polymersubstrate.

Die wesentlichen, in den Arbeitspaketen gewonnenen Projektergebnisse lassen sich wie folgt zusammenfassen:

4.1 Arbeitspaket WP0: Projektmanagement

Im Rahmen des WP0 hat das Fraunhofer IFAM dem Projektkoordinator, der DVO e.V., während der gesamten Projektlaufzeit notwendige Informationen bereitgestellt und unterstützende Beiträge/Zuarbeiten geleistet. Diese Maßnahmen dienten dazu, das Projektmanagement zu fördern, einschließlich der Vorbereitung der Projekttreffen und der Erstellung der erforderlichen Berichte.

4.2 Arbeitspaket WP1: Vorbehandlung der Substrate (LASER).

Im Rahmen des WP1 wurden zwei kommerziell erhältliche Nanosekundenlaser vom Typ CL100 und CL300 der Firma Clean-Lasersysteme GmbH (Herzogenrath, Deutschland) zur Bearbeitung der Proben eingesetzt. Die beiden Lasersysteme unterscheiden sich in ihrer Energieverteilung im Laserspot (Gauß- und Flat-Top-Profil). Zusätzlich kam ein ebenfalls kommerziell erhältlicher Ultrakurzpulslaser vom Typ YLPP-25-1-50-R der Firma IPG Photonics (Marlborough, USA) zum Einsatz, welcher eine deutlich geringere Pulsdauer im Femtosekundenbereich aufweist. Abbildung 5 zeigt alle wesentlichen technischen Daten der drei verwendeten SystemeAbbildung 5.

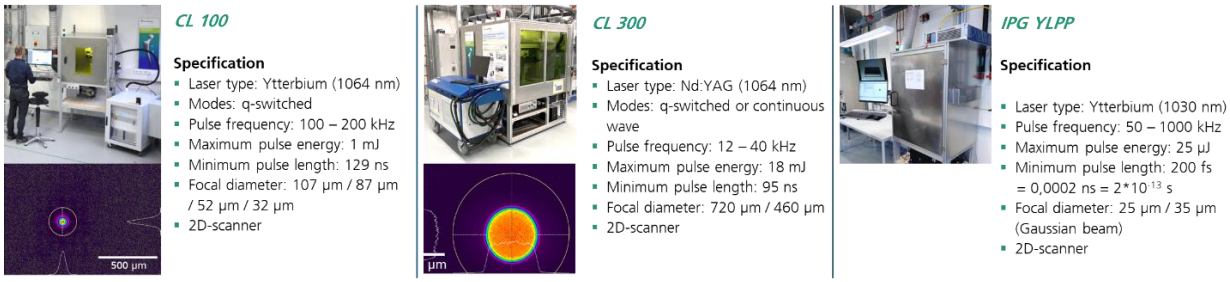


Abbildung 5: Technische Daten der verwendeten Lasersysteme

Für die Bearbeitungsversuche wurden alle wesentlichen Laserparameter sowie die Scanning-Strategie systematisch variiert (siehe Abbildung 6), um die Wechselwirkung zwischen der Laserstrahlung und der Polymeroberfläche sowie die resultierende Behandlungsintensität und thermische Belastung der Proben zu beeinflussen.

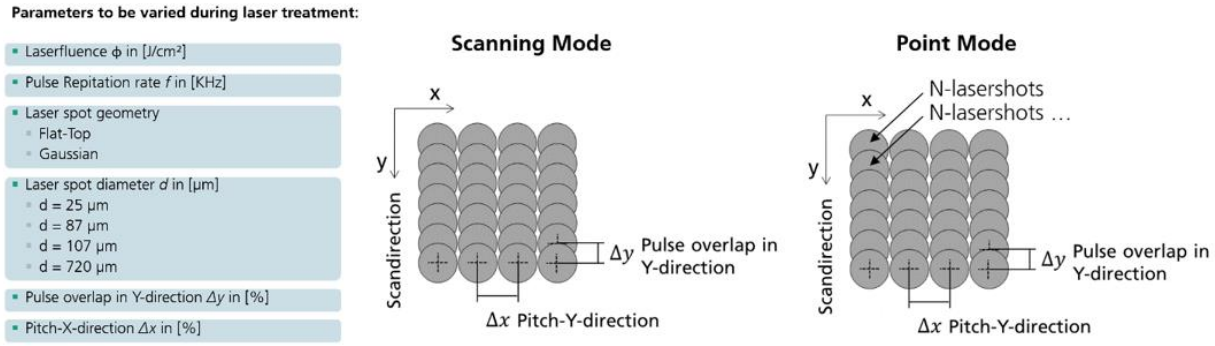


Abbildung 6: Systematische Variation der wesentlichen Laserparameter sowie der Scanning-Strategie (Scanning- bzw. Point-Mode) bei Durchführung der Laserstrukturierung von Polymeroberflächen in LaStrADA-Projekt.

Anschließend wurden die unbehandelten Referenzsubstrate sowie die laserbehandelten Proben hinsichtlich ihrer Oberflächenrauheit, potenziellen thermischen Schädigungen und der Bildung von Kavitäten/Lunkern untersucht (WP5). Die Rauheit der Polymersubstrate wurde mittels Lichtmikroskopie (Abbildung 7) und Profilometrie (Abbildung 8) analysiert, wobei die Flächenrauheitswerte Sa (in µm) ermittelt wurden.

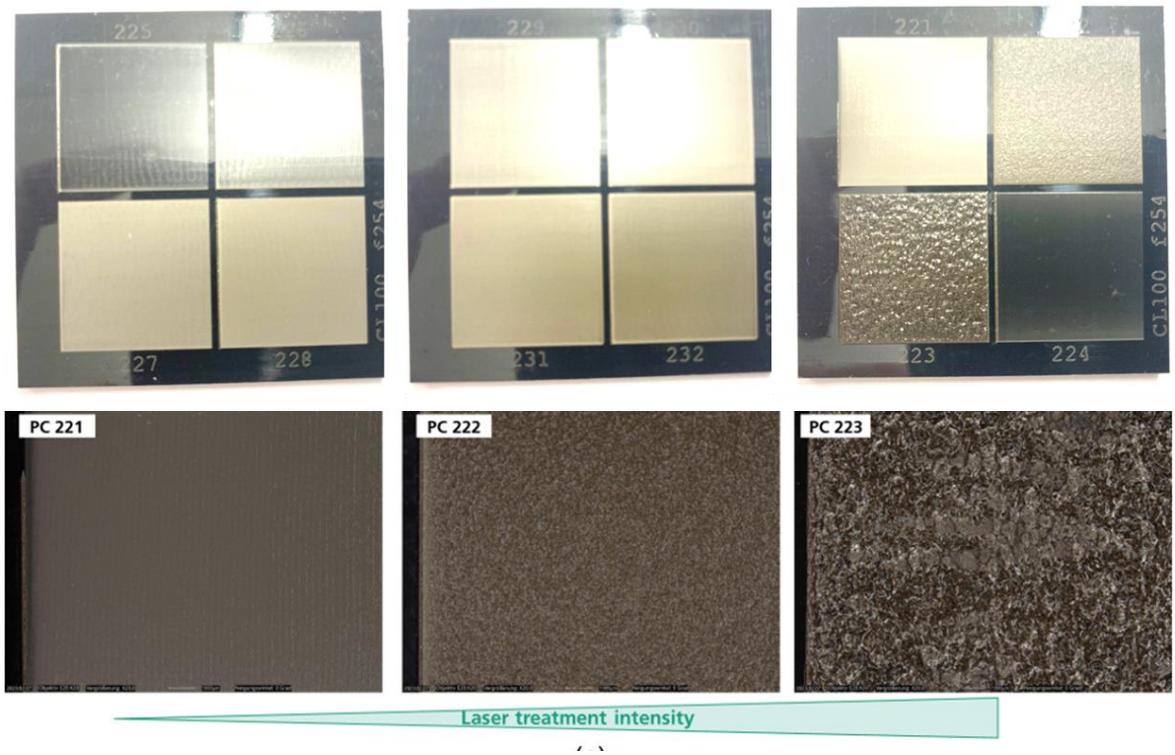


Abbildung 7: Oben: Laserbehandelte PC-Substrate; Unten: ausgewählte lichtmikroskopische Aufnahmen von laserbehandelten PC-Substraten behandelt mit aufsteigender Behandlungsintensität.

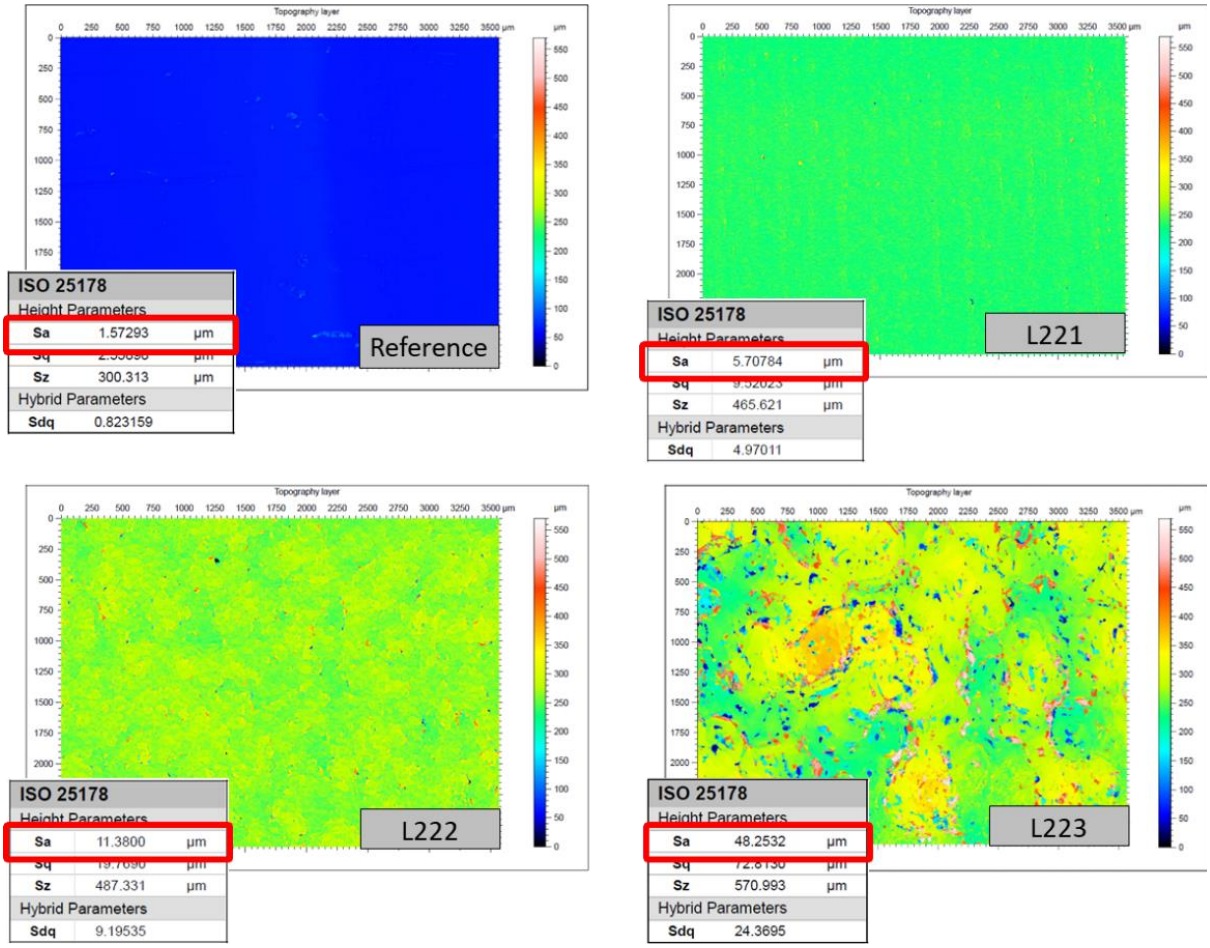


Abbildung 8: Ausgewählte profilometrische Ergebnisse für unbehandelte Referenz- und laserbehandelte PC-Substrate.

Ferner wurden die laserbehandelten Proben mittels Rasterelektronenmikroskopie (REM) untersucht. Dabei konnten bei bestimmten Laserprozessparametern kleine hinterschnittige Strukturen (Kavitäten mit einer Größe von ca. 5-15 µm) festgestellt werden (vgl. insbesondere Laserparameter L222 in Abbildung 9), die einen positiven Einfluss auf die Adhäsion der anschließend abgeschiedenen katalytisch wirksamen Metallnanopartikel sowie der Metallbeschichtungen haben könnten.
Anhand der gewonnenen Erkenntnisse konnten vier Laserprozessparameter identifiziert werden, mit denen PC-Proben vollflächig behandelt und dem Projektpartner (Materia Nova, Belgien) zur Durchführung der ersten Metallisierungsversuche übermittelt wurden.

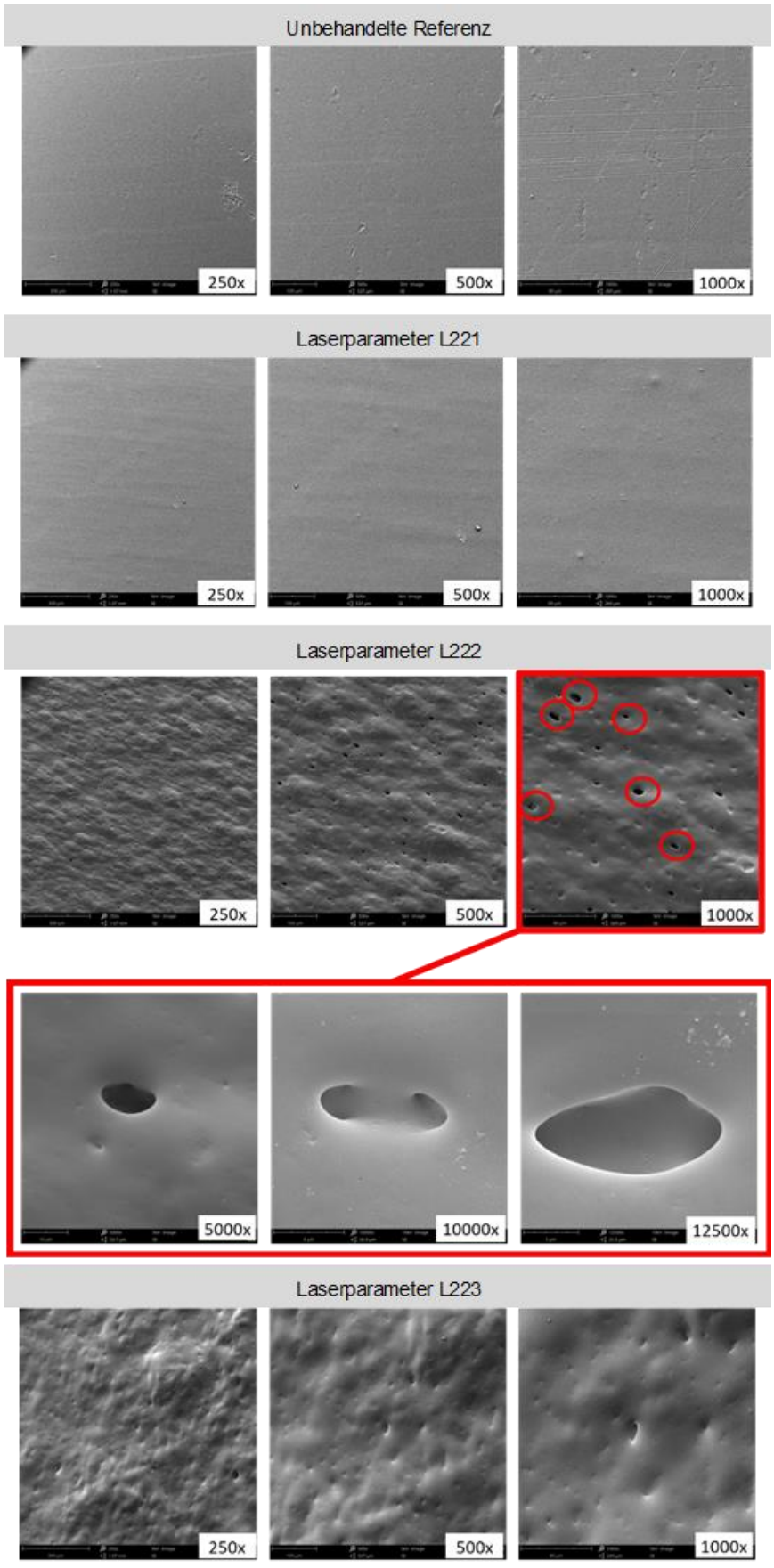


Abbildung 9: Ausgewählte REM-Aufnahmen von unbehandelten Referenz- und unterschiedlich stark laserbehandelten PC-Substraten.

Neben den wesentlichen Laserparametern wie Leistung, Pulsfrequenz, Spotgeometrie und -größe sowie dem Spotüberlapp in der Scanrichtung wurde für die beiden verwendeten Nanosekundenlaser auch die Scanstrategie zwischen dem sogenannten „Scanning Mode“ und „Point Mode“ variiert (siehe Abbildung 6).
Dabei zeigten die im „Point Mode“ gelaserten Substrate tendenziell eine vermehrte Bildung von Kavitäten/Lunkern (vgl. Abbildung 11, rechts).
Durch die Korrelation der profilometrischen Ergebnisse mit den applizierten Laserparametern (insgesamt über 60 Parametervariationen) konnten mittels der Software Cornerstone der camLine GmbH (Dortmund, Germany) über das Verfahren der Response Surface Methodology (RSM) folgende Prozessparameter mit dem größten Einfluss auf die Oberflächenrauheit identifiziert werden.

Die in Abbildung 10 gezeigten Subplots stellen die Wechselwirkung zwischen je zwei der wichtigsten Laserparameter Laserfluenz, Pitch-X-Richtung, Pulsüberlappung Y-Richtung und Laserspotdurchmesser dar, wobei die unterschiedlichen Linienfarben jeweils verschiedene Ausprägungen eines dritten Parameters repräsentieren. Die y-Achse ist in allen Plots der resultierende Flächenrauheitswert Sa, welcher als Maß für die Oberflächenrauheit dient.

Insgesamt zeigen die Ergebnisse, dass insbesondere die Laserfluenz und der Pulsüberlapp in X-Richtung einen deutlichen Einfluss auf den Rauheitswert haben. So ist beispielsweise im Plot "Laserfluenz/Pitch-X-Richtung" eine klare positive Steigung erkennbar – mit steigender Laserfluenz oder verringertem Pitch steigt der Rauheitswert deutlich an. Dabei verlaufen die Linien nicht parallel, was auf eine starke Interaktion zwischen diesen beiden Parametern hinweist. Ähnliche Muster lassen sich auch in den Kombinationen Laserfluenz/Pulsüberlappung Y-Richtung sowie Laserfluenz/ Laserspotdurchmesser beobachten, wobei hier die Linien ebenfalls unterschiedliche Steigungen zeigen und somit eine relevante Wechselwirkung zwischen den Parametern andeuten. Ein größerer Laserspotdurchmesser führt in der Regel zu einem geringeren Rauheitswert, was insbesondere in Kombination mit hoher Laserfluenz sichtbar wird.

Etwas schwächer ausgeprägt sind die Interaktionen zwischen der Pulsüberlappung in Y-Richtung und dem Laserspotdurchmesser. In diesen Plots verlaufen die Linien weitgehend parallel, was auf eine geringe gegenseitige Beeinflussung dieser Parameter hinweist. Auch die Wechselwirkungen zwischen Pulsüberlapp in X-Richtung und Spotdurchmesser oder zwischen Pulsüberlappung X und Pulsüberlappung Y zeigen zwar gewisse Trends, sind jedoch im Vergleich zu den Einflüssen der Laserfluenz weniger stark.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass die Laserfluenz in Kombination mit anderen Parametern den größten Einfluss auf den Flächenrauheitswert Sa ausübt. Besonders relevante Wechselwirkungen bestehen mit dem Pulsüberlapp in X-Richtung und dem Laserspotdurchmesser. Diese Erkenntnisse haben eine wertvolle Grundlage für die gezielte Optimierung von Prozessparametern zur Einstellung gewünschter Oberflächeneigenschaften im Projekt geboten und bieten dies für zukünftige Projekte.

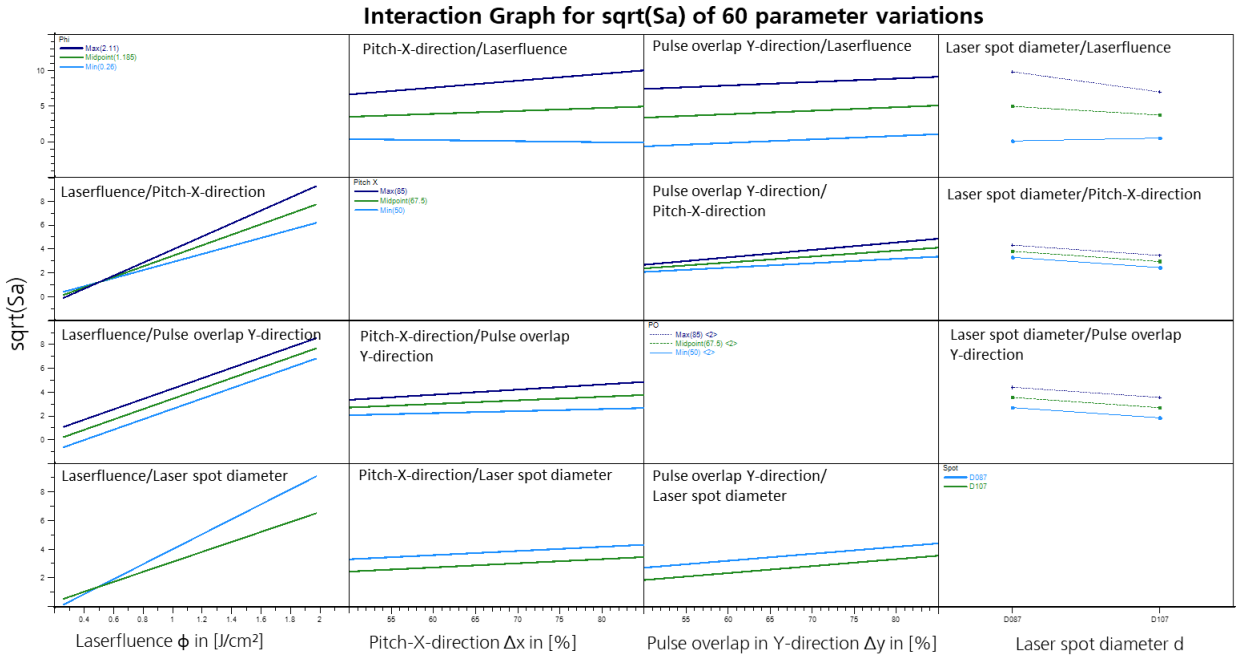


Abbildung 10: Interaktionsdiagramm zur Analyse des Einflusses von Laserparametern auf den Flächenrauheitswert.

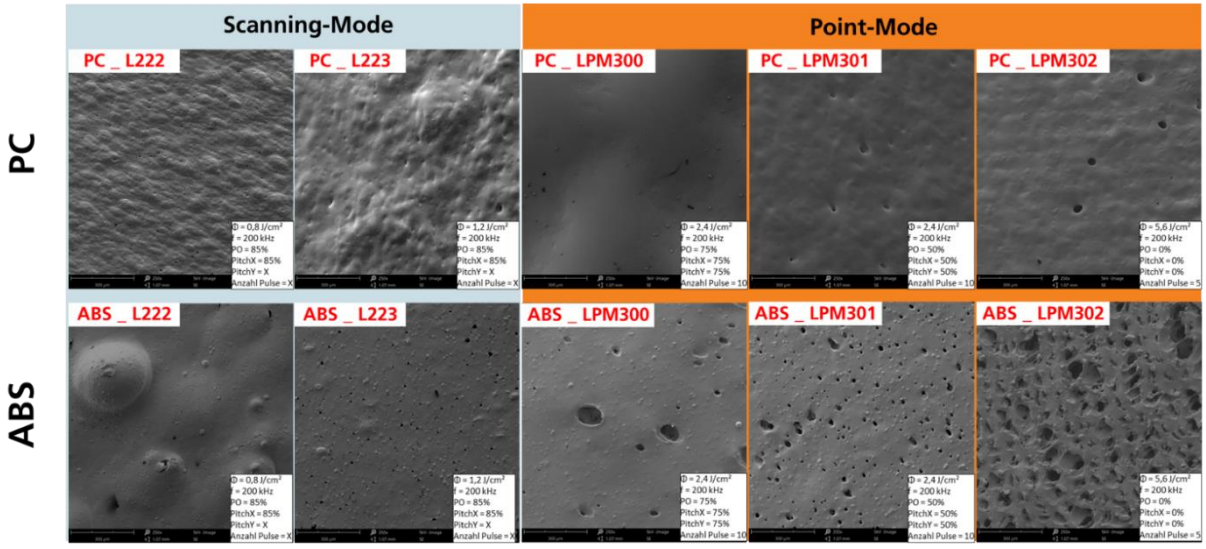


Abbildung 11: Ausgewählte REM-Aufnahmen der PC- (oben) und ABS- (unten) Polymersubstrate nach Behandlung mit Nd:YAG-Laser. Neben Laserparametern wurde hierbei auch Scanstrategie zwischen „Scanning Mode“ (links) und „Point Mode“ (rechts) variiert

Neben den Nanosekundenlasern wurde, wie zuvor beschrieben, auch ein Ytterbium-Ultrakurzpulslaser zur Vorbehandlung der PC- und ABS-Substrate erprobt. Die Strahlung dieser Laserquelle hat eine Wellenlänge von ca. 1030 nm und liegt somit ebenfalls im Infrarotbereich. Die einzelnen Pulse sind jedoch deutlich kürzer (bis zu 200 fs), sodass die Wechselwirkung der Strahlung mit dem Polymer oberflächennäher ist und der thermische Eintrag in das Substrat deutlich geringer ausfällt.

Die REM-Aufnahmen in Abbildung 12 zeigen die unterschiedlich stark behandelten PC- bzw. ABS-Substrate mit sehr feinen, regelmäßigen Strukturen im sub-µm-Bereich. Diese Strukturen könnten die Adhäsion der anschließend abgeschiedenen katalytisch wirksamen Metallnanopartikel sowie der Metallbeschichtungen deutlich verbessern (vgl. WP4).

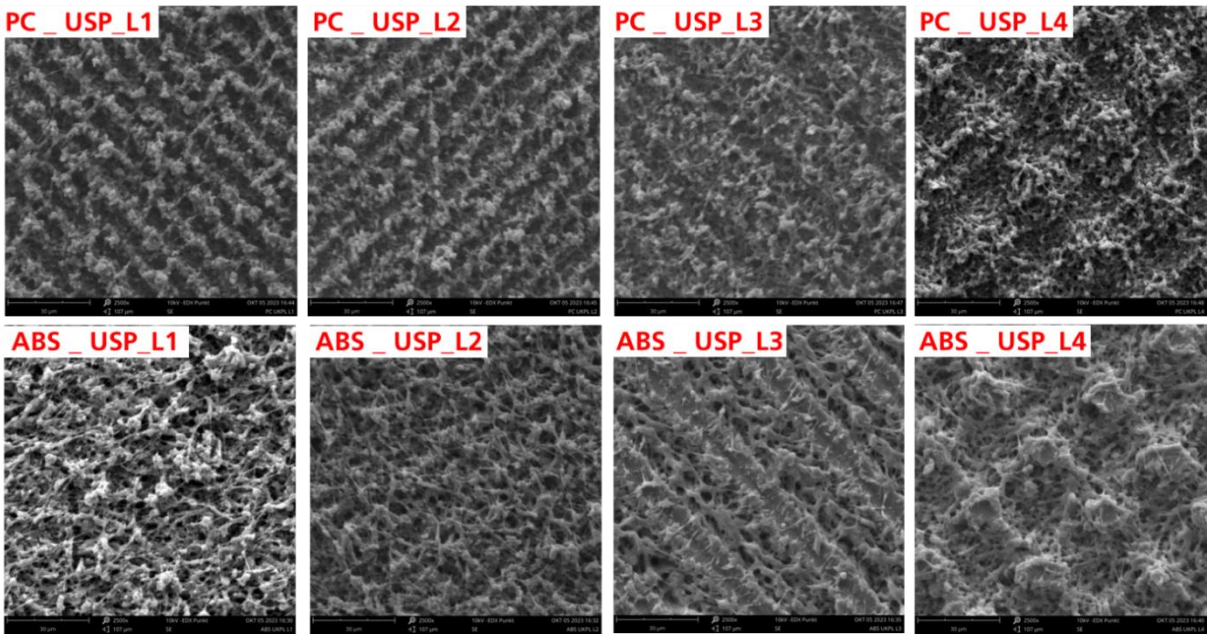


Abbildung 12: Ausgewählte REM-Aufnahmen der PC- (oben) und ABS- (unten) Polymersubstrate nach Behandlung mit Ytterbium-Ultrakurzpulslaser.

Anhand der gewonnenen Erkenntnisse konnten Laserprozessparameter identifiziert werden, mit denen PC- und ABS-Proben vollflächig behandelt (strukturiert) und dem Projektpartner (Materia Nova, Belgien) zur Durchführung der ersten Metallisierungsversuche zur Verfügung gestellt wurden. Ferner wurden die gelaserten Substrate am Fraunhofer IFAM mit Cu- bzw. Pd-Nanopartikeln bekeimt (WP3) und teilweise stromlos vernickelt (WP4), um die Auswirkungen der erzeugten Laserstrukturen auf die Adhäsion der Metallschichten eingehend zu untersuchen.

4.3 Arbeitspaket WP2: Optimierung der Plasmaanlage, und Arbeitspaket WP3: Bekeimung von Polymeroberflächen mit katalytisch wirksamen Nanopartikeln mit Hilfe von Atmosphärendruck-Plasmatechniken.

Im Rahmen des WP2 und WP3 wurde eine kommerziell erhältliche OpenAir®-Plasmaquelle der Fa. Plasmatreat GmbH (Steinhagen, Deutschland) eingehend erforscht und angepasst, um metallische Partikel mittels der sog. Arc-PVD-Technik zu erzeugen und abzuscheiden. Dies stellte die sog. Bekeimung der Polymersubstrate dar, die einer nachfolgenden nasschemischen und elektrochemischen Metallisierung vorausgeht (siehe Abbildung 2).

Hierbei wurde ein Metalltarget in Form eines Drahtes in die gepulste, bogenähnliche Atmosphärendruck-Plasmaentladung eingespeist, der leitend mit dem Gehäuse der Plasmaquelle verbunden war und somit als eine geerdete Opferelektrode fungierte (siehe Abbildung 13). Die Lichtbögen der Plasmaentladung trafen auf die Oberfläche der Opferelektrode und lösten bzw. verdampften Metall, welches durch die Gasströmung nach außen transportiert und in Form von erstarrten Metallpartikeln auf den Polymersubstraten abgeschieden wurde.

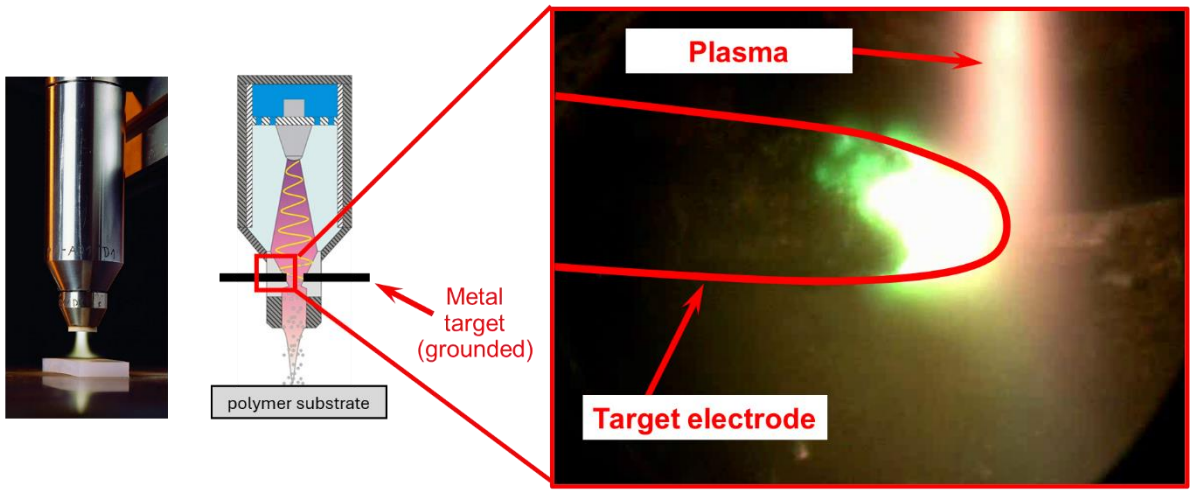


Abbildung 13: Prinzip des Arc-PVD-Verfahrens zur Erzeugung und Abscheidung von katalytisch wirksamen metallischen Nanopartikeln.

Zur Erzeugung und Abscheidung von Palladium-Partikeln (Referenzmaterial im Projekt) wurden ein spezieller, wassergekühlter Düsenkopf sowie eine Fördereinheit entwickelt (siehe Abbildung 14) und Stickstoff als Plasma-Prozessgas eingesetzt. Der geerdete Palladium-Draht wurde durch die Fördereinheit ins Plasma eingespeist und mit einer konstanten Fördergeschwindigkeit nachgeführt, um das Abbrennen (den Verbrauch) der Opferelektrode auszugleichen. Je nach Prozessparameter lag die Fördergeschwindigkeit typischerweise im Bereich von ca. 0,1 bis 2,0 mm/min.

Um eine flächige Abscheidung der erzeugten Pd-Partikel auf den Polymersubstraten zu erreichen, wurden diese von der Plasmaquelle, wie in Abbildung 14 dargestellt, mäanderförmig abgescannt. Durch die Kombination wesentlicher Prozessparameter, wie des Abstandes zwischen dem Düsenkopf und der Polymeroberfläche (d), der Vorschubgeschwindigkeit (v), des Abstandes zwischen den einzelnen Verfahrspuren (B) sowie der Anzahl der Wiederholungen (Z), konnte die resultierende Behandlungsintensität bestimmt werden. Dadurch ließen sich die Menge bzw. die Oberflächendichte der applizierten Nanopartikel sowie die thermische Belastung des Polymersubstrates variieren und steuern.

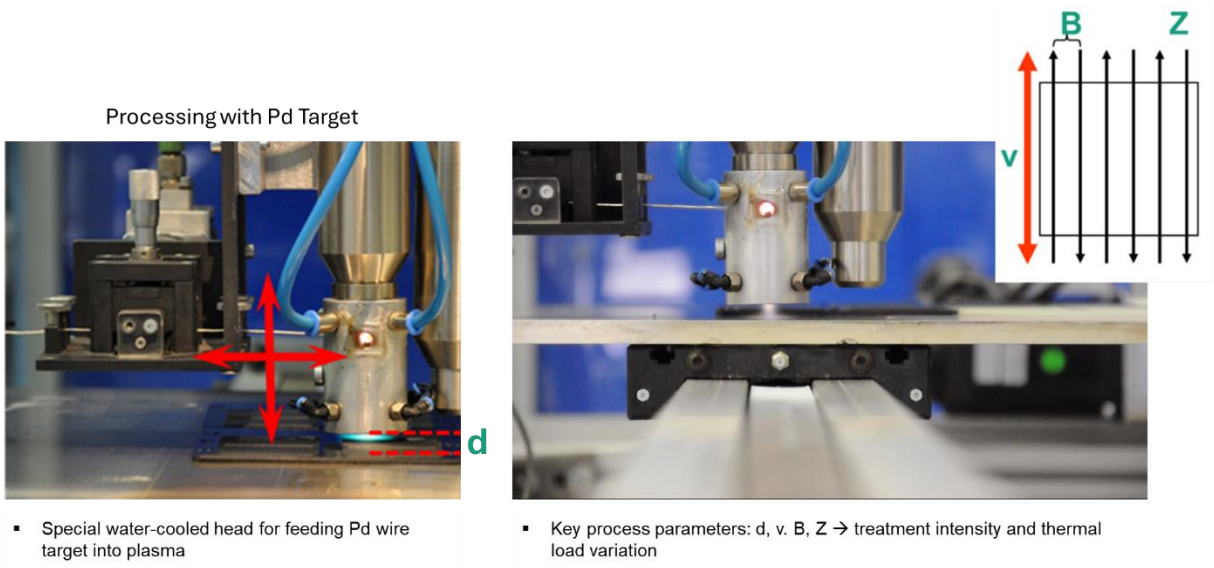


Abbildung 14: Wassergekühlter Düsenkopf und Fördereinheit für definierte Einspeisung des Pd-Metalltargets in Plasmaquelle. Für flächige Abscheidung erzeugter Pd-Partikel wurden Polymersubstrate mäanderförmig abgescannt.

Zur Erzeugung und Abscheidung von Kupfer-Partikeln (als Alternative zu Palladium) wurde ein Cu-Metalltarget ebenfalls in Form eines Drahtes verwendet, der mithilfe der Fördereinheit eingespeist und nachgeführt wurde. Im Gegensatz zum Palladium-Target wurde die Spitze des Cu-Drahtes jedoch direkt unterhalb der Standardplasmadüse am Austritt des Plasmastrahles positioniert (siehe Abbildung 15a).

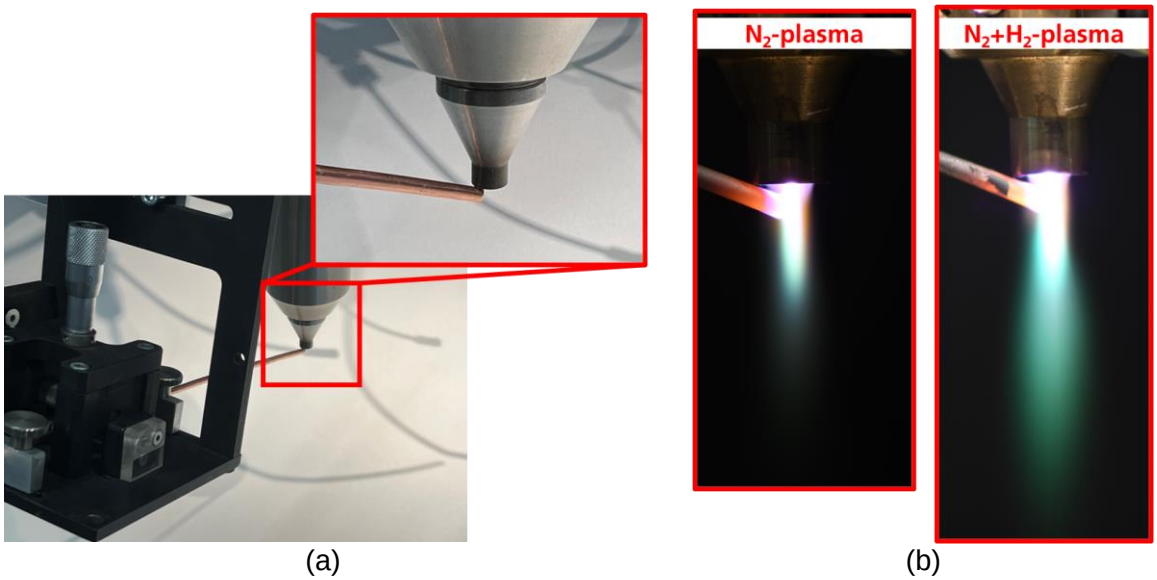


Abbildung 15: (a) Fördereinheit für definierte Einspeisung von Cu-Metalldraht als Target (Opferelektrode) zu Erzeugung von Metallnanopartikeln; (b) N_2- bzw. N_2+H_2-Plasmastrahl mit eingespeistem Kupfer-Metalldraht.

So zeigt Abbildung 15b den Cu-Metalldraht mit einem Durchmesser von 2 mm, der in einen N_2- bzw. N_2+H_2-Plasmastrahl eingespeist wurde. Das helle grüne Leuchten im

Plasmastrahl resultiert aus der optischen Emission von Kupfer und konnte somit zur qualitativen Bewertung der Partikelerzeugung dienen. So konnte die Erzeugung von Kupferpartikeln im Stickstoff-Plasma durch die Zugabe von 1 slm Wasserstoff deutlich gesteigert werden (vgl. N_2 und N_2+H_2 in Abbildung 15b).

Der im Prozessgas enthaltene Wasserstoff konnte die Oxidation des Targetmaterials reduzieren bzw. auf Metalloxide reduzierend wirken, was einen reduzierten Oxidationsgrad und somit eine höhere katalytische Wirksamkeit der erzeugten Cu-Nanopartikel erwarten ließ. Vor diesem Hintergrund wurde das N_2+H_2-Gasgemisch in allen weiteren Versuchen mit Kupfertargets als Plasmaprozessgas eingesetzt.

In den ersten Versuchen mit dem Cu-Metalltarget wurde jedoch etwa 5 Minuten nach Prozessstart eine deutliche Intensitätsabnahme des grünen Leuchtens im Plasmastrahl beobachtet. Dies deutete auf eine entsprechende Reduktion der Erzeugungsrate der Cu-Partikel und somit auf eine mangelhafte Prozessstabilität hin.

Um diesen Sachverhalt genauer zu untersuchen, wurde der Prozess mit Hilfe einer Hochgeschwindigkeitskamera analysiert. Dabei konnte die Abnahme der Cu-Partikelerzeugung mit der Bildung eines Schmelzetropfens an der Spitze des in das Plasma eingespeisten Kupferdrahtes korreliert werden (siehe Abbildung 16, links).

Dies konnte durch eine passive Kühlung des in den Plasmastrahl eingespeisten Metalldrahtes erfolgreich vorgebeugt werden, wie in Abbildung 16, rechts dargestellt. Durch die mit der passiven Kühlung unterstützte Einspeisung des Cu-Targets konnte die Erzeugung der Metallpartikel dauerhaft stabilisiert werden, sodass diese in allen darauffolgenden Versuchen mit Kupfer eingesetzt wurde.

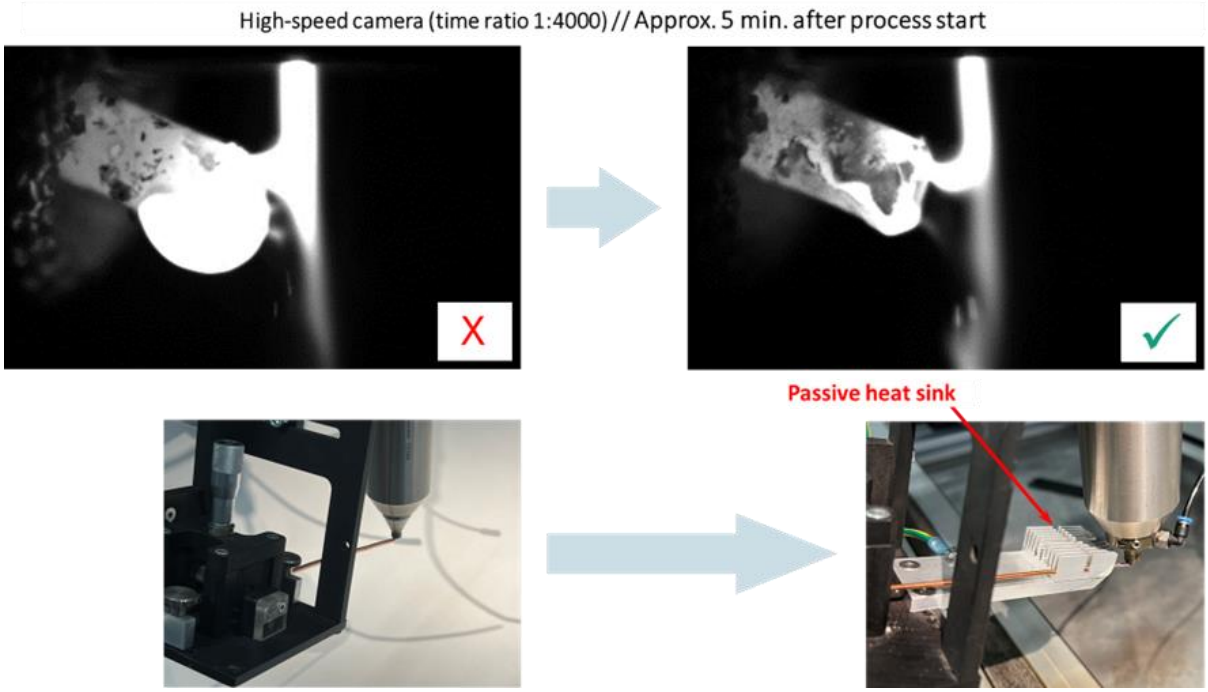


Abbildung 16: Hochgeschwindigkeitskamera-Aufnahme der Kupferdraht-Spitze in Plasmastrahl ca. 5 Minuten nach Prozessstart ohne (links) bzw. mit (rechts) passive Kühlung des Metalltargets.

Ähnlich wie bei den Pd-Partikeln wurden die zu behandelnden Substrate für eine flächige Abscheidung der erzeugten Cu-Nanopartikel mithilfe der Plasmaquelle mäanderförmig abgescannt. Auch hier konnte die Behandlungsintensität durch eine systematische Variation der Prozessparameter (Abstand d zwischen der Plasmadüse und der Polymeroberfläche, Verfahrgeschwindigkeit v, Abstand zwischen den einzelnen Verfahrspuren, Zyklenzahl Z etc.) gezielt angepasst werden, um die gewünschte Belegung mit Cu-Nanopartikeln zu realisieren und die thermische Belastung der Substratoberfläche dabei materialspezifisch anzupassen.

Abbildung 17 (rechts) zeigt die flachen Glas- und Aluminiumsubstrate, die im Rahmen der ersten Bekeimungsversuche zur Erprobung des Konzepts behandelt wurden. In Abhängigkeit von den eingesetzten Prozessparametern konnte eine unterschiedlich dichte Belegung der behandelnden Oberflächen mit Cu-Nanopartikeln anhand der charakteristischen Färbungsintensität beobachtet werden.

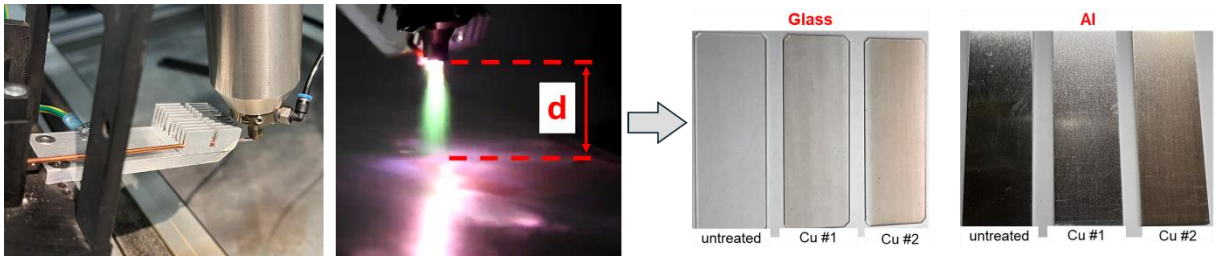


Abbildung 17: Unterschiedlich stark mit Cu-Partikeln bekeimte Glass- bzw. Aluminium-Substrate.

Weitere Bekeimungsversuche in WP3 wurden mit den festgelegten Polymersubstraten aus PC und ABS durchgeführt. Die bekeimten Polymeroberflächen wurden mittels Lichtmikroskopie sowie Rasterelektronmikroskopie (REM) und energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX) im Rahmen des WP5 analysiert.

Abbildung 18 zeigt die ausgewählten PC-Substrate nach der Durchführung des Arc-PVD-Prozesses mit unterschiedlichen Prozessparametern (oben) sowie die lichtmikroskopischen Aufnahmen der resultierenden Belegung der Substratoberfläche mit Cu-Nanopartikeln (unten). Eine zunehmende Glättung der Substratoberfläche ist infolge der höheren thermischen Einwirkung bei steigender Plasmabehandlungsintensität deutlich erkennbar. Die resultierende Belegung der Substrate mit Cu-Partikeln korreliert ebenfalls mit der gewählten Behandlungsintensität.

Ferner konnten die Größe, Form, Dichte und Verteilung der Cu-Partikel auf den bekeimten Substraten durch die durchgeführten REM-Untersuchungen genauer analysiert werden. Die begleitende EDX-Analyse lieferte dabei quantitative Informationen über die chemische Elementzusammensetzung an verschiedenen Messstellen. Abbildung 19 zeigt ausgewählte Ergebnisse der durchgeführten REM/EDX-Untersuchungen an PC- und ABS-Proben, die teilweise vor der Durchführung des Arc-PVD-Plasmaprozesses im Rahmen des WP1 laserstrukturiert wurden. Hiermit konnten die abgeschiedenen Cu-Partikel nachgewiesen und die laserinduzierten Strukturen (Kavitäten) charakterisiert werden.

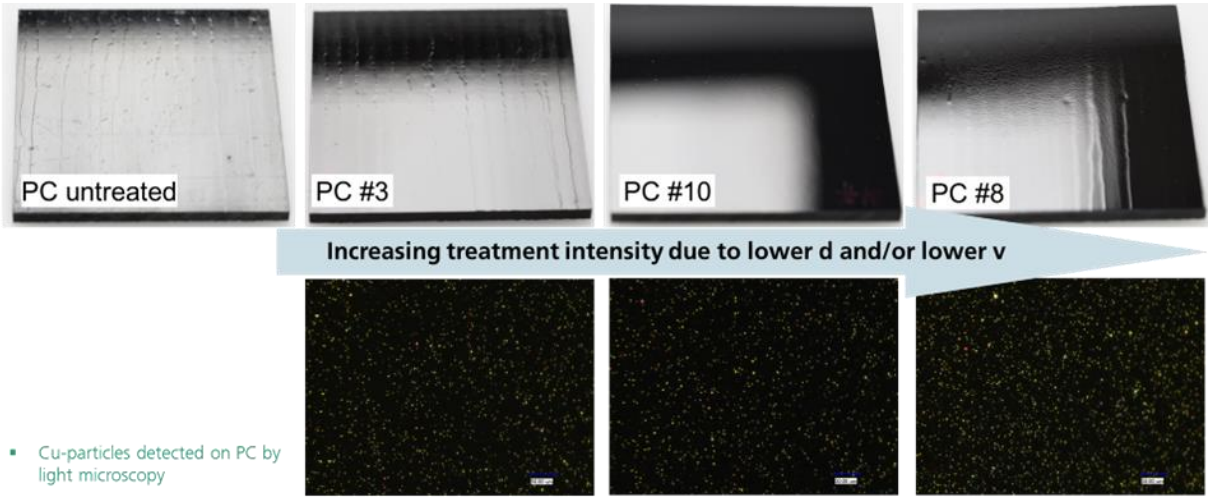
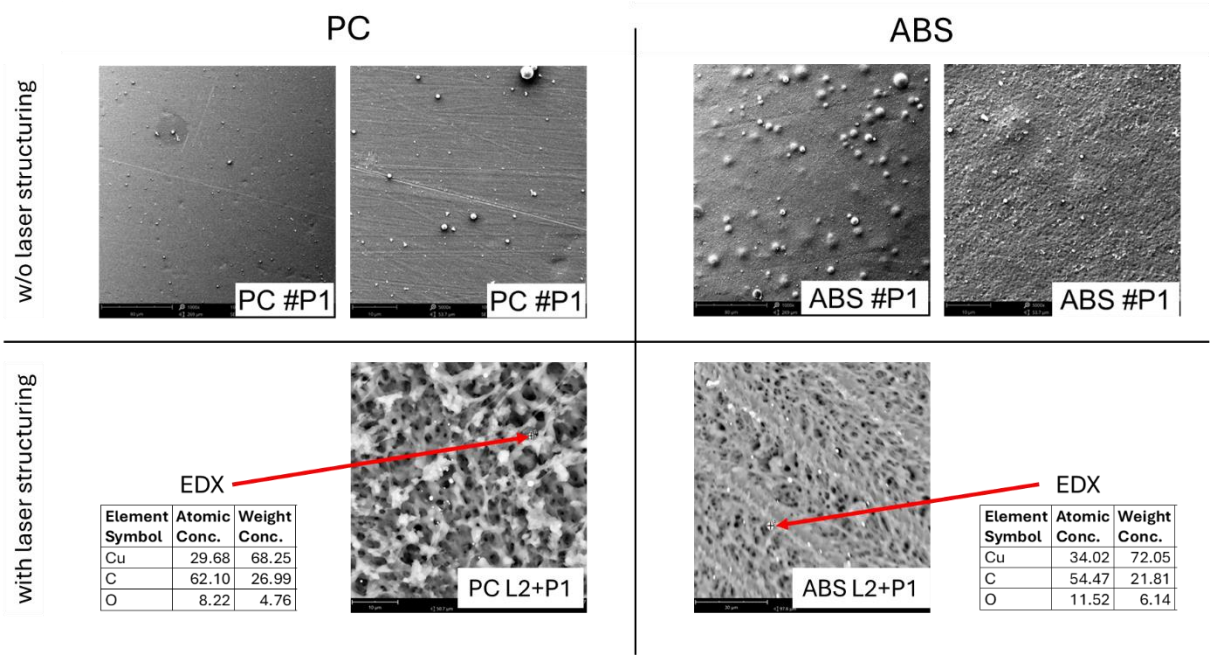


Abbildung 18: PC-Substrate nach Durchführung des Arc-PVD-Prozesses unterschiedlicher Intensität (oben) mit unterschiedlicher Belegung mit Cu-Nanopartikeln (Lichtmikroskopische Aufnahmen unten).



Element Symbol	Atomic Conc.	Weight Conc.
Cu	29.68	68.25
C	62.10	26.99
O	8.22	4.76

Element Symbol	Atomic Conc.	Weight Conc.
Cu	34.02	72.05
C	54.47	21.81
O	11.52	6.14

Abbildung 19: REM-Aufnahmen der nicht laserstrukturierten (oben) und laserstrukturierten (unten) PC- bzw. ABS-Substrate mit Cu-Nanopartikeln nach Durchführung des Arc-PVD-Prozesses (Laserprozessparameter L2, Arc-PVD-Plasmaprozessparameter P1).

Die durchgeführten Arc-PVD-Prozesse mit Pd- und Cu-Targets wurden im Rahmen des WP3 in mehreren Iterationsschleifen (Loops) hinsichtlich der Metallpartikelbelegung sowie des thermischen Eintrages angepasst. Die bekeimten Proben, sowohl ohne als auch mit vorheriger Laserstrukturierung in WP1, wurden hergestellt und dem Projektpartner, der Fa. MateriaNova, zur Durchführung der stromlosen und galvanischen Metallabscheidung im Rahmen des Arbeitspakets WP4 zur Verfügung gestellt.

Teilweise wurden die Versuche zur stromlosen Metallisierung der mit Pd-Partikeln bekeimten Substrate auch am Fraunhofer IFAM durchgeführt (siehe Ergebnisse aus WP4 in Abschnitt 4.4 unten).

Darüber hinaus wurden Polymerproben gelasert, mit Pd bekeimt und dem pbA-Mitglied, der Firma BIA Kunststoff- & Galvanotechnik GmbH & Co. KG, zur Verfügung gestellt, um die erforschten Laser- und Arc-PVD-Prozesse im Hinblick auf die angestrebten Projektziele in einem fertigungsnahen Umfeld zu evaluieren.

4.4 Arbeitspaket WP4: Electroless Plating und Electroplating

Der Fokus der Arbeitsinhalte des Arbeitspakets WP4 zur Durchführung der Metallisierung der im Arbeitspaket WP3 bekeimten Polymersubstrate lag beim Projektpartner, der Firma MateriaNova. Parallel zu diesen Arbeiten wurden Metallisierungsversuche an den mit Palladium-Partikeln bekeimten Proben am Fraunhofer IFAM durchgeführt. Diese Versuche dienten der iterativen Anpassung der Laserprozesse im Arbeitspaket WP1 sowie der Arc-PVD-Plasmaanlage und -prozesse in den Arbeitspaketen WP2 und WP3.

Für die Abscheidung der Metallschichten wurden die mit Pd bekeimten Substrate einer stromlosen Metallisierung in einer chemischen Nickellösung (Silken Metal 709) mit einem pH-Wert von 8,5–9,0 bei 50°C unterzogen. Diese Versuche führten erfolgreich zur Vernickelung der mit Pd-Partikeln beschichteten Substrate.

So wurden zunächst die nicht laserstrukturierten Polycarbonat (PC) und Acrylonitril-Butadien-Styrol (ABS) Substrate im Lieferzustand mit Pd bekeimt (WP3) und unterschiedlich lange im Nickelbad metallisiert. Nach vier Minuten im Nickelbad wiesen die Substrate eine glänzende, gleichmäßige Nickelschicht ohne sichtbare Defekte auf, siehe Abbildung 20. Nach zehn Minuten im Nickelbad, was zu einer Erhöhung der Metallschichtdicke führte, zeigten die PC-Substrate jedoch deutliche Ablösungen der Nickel-Schicht. Die Beschichtung auf den ABS-Substraten wies zwar insgesamt eine bessere Qualität auf, zeigte jedoch ebenfalls partiell Ablösungen (vgl. Abbildung 20). Dies deutet auf eine unzureichende Adhäsion der Nickelschicht auf den unbehandelten (nicht laserstrukturierten) Polymeroberflächen hin, die durch die vorgelagerte Laserstrukturierung der Substrate im WP1 verbessert werden sollte.

Abbildung 21 zeigt die ausgewählten PC- und ABS-Substrate, die durch den Einsatz eines IR-Nd:YAG-Lasers (ns-Laser) strukturiert (WP1), mit Pd-Partikeln bekeimt (WP3) und in einer chemischen Nickellösung für 10 Minuten stromlos metallisiert wurden. Dabei kamen sowohl der Scanning-Modus (Parameter L222 und L223) als auch der Point-Modus (Parameter LPM302) zum Einsatz (siehe Abschnitt 4.2 für weitere Details).

Wie bereits bei den nicht gelaserten Referenzproben beobachtet wurde, wiesen die Metallschichten auf ABS durchgängig eine bessere Qualität auf als die auf PC. Alle zuvor laserbehandelten Proben zeigten zudem eine deutlich höhere Qualität und Adhäsion der Nickelschicht im Vergleich zu den nicht gelaserten Referenzproben (vgl. Abbildung 20 und Abbildung 21). Diese Ergebnisse bestätigten die Arbeitshypothese des Projekts, dass durch Laser erzeugte Mikrostrukturen bzw. Kavitäten in der

Polymeroberfläche die Performance der darauf aufgebrachten Metallschichten steigern können. Die im Point-Modus erzeugten Strukturen führten dabei zu einer stärkeren Verbesserung der Schichteigenschaften auf beiden untersuchten Polymeren.

Basierend auf den durchgeführten Versuchen und den gewonnenen Erkenntnissen wurde der Parameter LPM302 für das Nd:YAG-Lasersystem favorisiert.

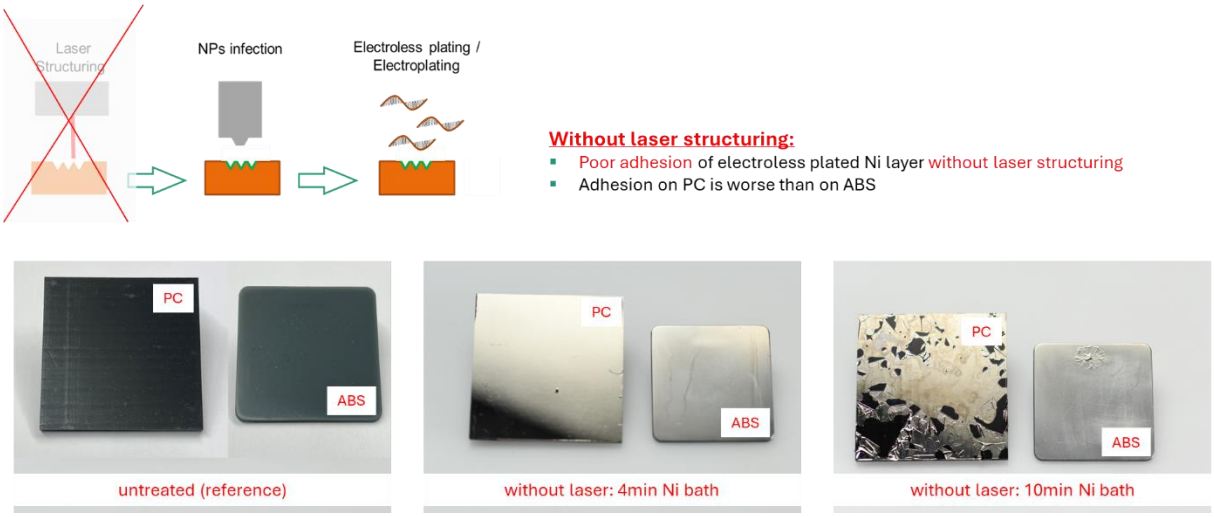


Abbildung 20: Nicht laserstrukturierte PC- bzw. ABS-Substrate nach Bekeimung mit Pd-Partikeln und stromloser Metallisierung in Nickelbad.

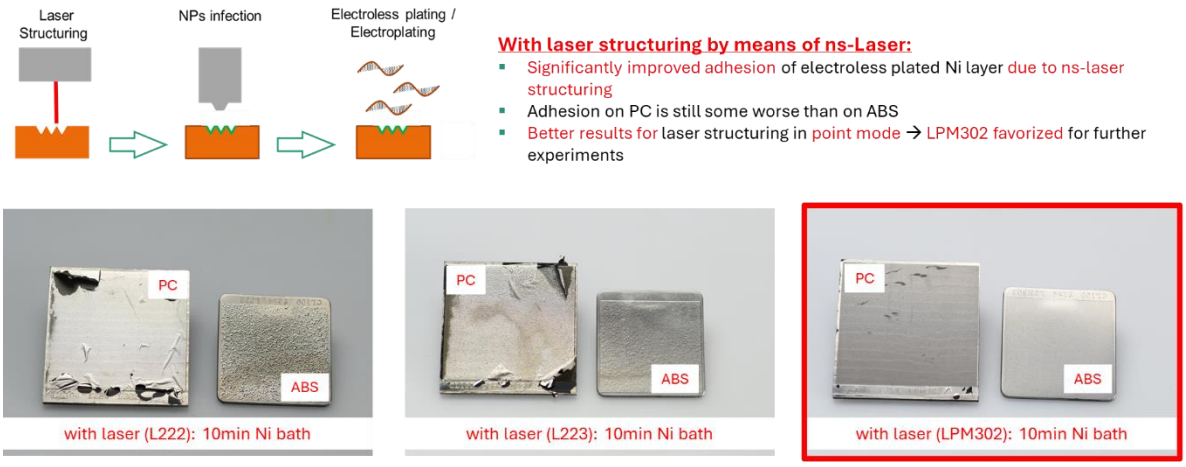


Abbildung 21: PC- bzw. ABS-Substrate nach Laserstrukturierung mit ns-Laser, Bekeimung mit Pd-Partikeln und stromloser Metallisierung in Nickelbad.

Ähnlich wie beim Nd:YAG-Lasersystem wurden die Metallisierungsversuche an PC- und ABS-Substraten durchgeführt, die zuvor mit einem Ultrakurzpulslaser (UKPL) strukturiert (WP1, siehe Abschnitt 4.2 für weitere Details) und mit Pd bekeimt (WP3) wurden.

Abbildung 22 zeigt die PC-Substrate, die mit dem UKPL-Prozessparameter L2 in der Mitte behandelt, ganzflächig mit Pd bekeimt und unterschiedlich lange im Nickelbad stromlos metallisiert wurden. Während die Nickelschicht in den nicht gelaserten Randbereichen ab einer Nickelbaddauer von etwa 6 Minuten vermehrt Ablösungen aufweist, zeigt der laserbehandelte mittlere Bereich durchgehend eine Metallschicht ohne erkennbare Defekte.

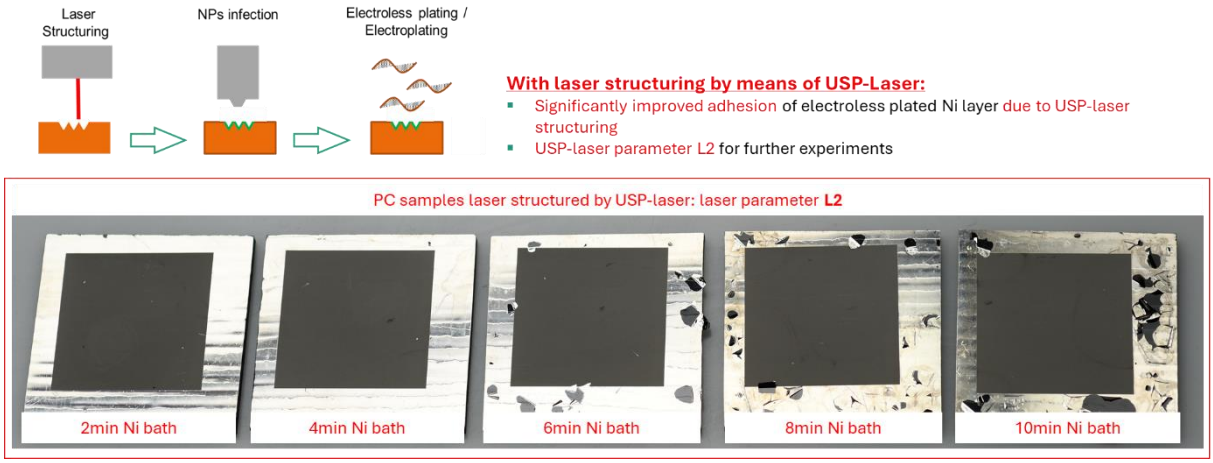


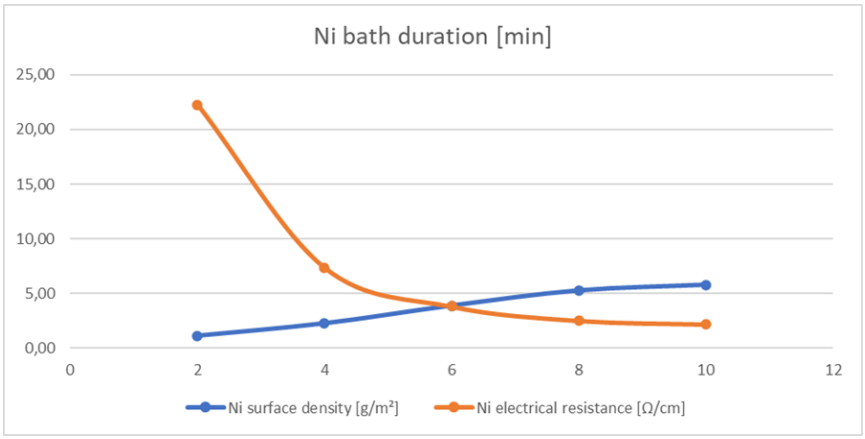
Abbildung 22: PC-Substrate nach Laserstrukturierung mit USP-Laser, Bekeimung mit Pd-Partikeln und stromloser Metallisierung in Nickelbad.

Anschließend wurde die Schichtdicke der erzeugten Nickelbeschichtungen gravimetrisch ermittelt. Zudem wurde ihre elektrische Leitfähigkeit anhand des mit einem Multimeter gemessenen elektrischen Widerstands (in Ω/cm) charakterisiert.

Abbildung 23 zeigt die gewonnenen Messergebnisse in Abhängigkeit von der Dauer der stromlosen Metallisierung (Nickelbaddauer in Minuten). So stieg die Nickeloberflächendichte (bzw. Nickelschichtdicke) mit zunehmender Baddauer nahezu linear an und erreichte nach 10 Minuten einen Wert von fast 6 g/m². Gleichzeitig nahm der elektrische Widerstand mit längerer Nickelbadzeit erheblich ab. Während dieser bei einer Badzeit von 2 Minuten noch über 20 Ω/cm lag, fiel er ab etwa 6 Minuten auf unter 4 Ω/cm und näherte sich einem Plateau an, was auf eine nahezu geschlossene und signifikant leitfähige Nickelschicht hindeutet. Längere Badzeiten führen zwar zu einer weiteren Erhöhung der Schichtdicke, bringen jedoch nur eine marginale Verbesserung der elektrischen Eigenschaften.

Aus diesem Grund wurde in Rücksprache mit dem projektbegleitenden Ausschuss beschlossen, zur Herstellung der Proben für den weitergehenden Metallschichtaufbau mittels Galvanotechnik eine stromlose Vernickelung über 6 Minuten durchzuführen.

Zusätzlich wurden metallographische Querschnitte der vernickelten Polymersubstrate angefertigt und mittels Rasterelektronenmikroskopie (REM) analysiert. So zeigt Abbildung 24 ausgewählte REM-Aufnahmen von unterschiedlich stark strukturierten, mit Pd bekeimten und im Nickelbad stromlos metallisierten PC-Proben.

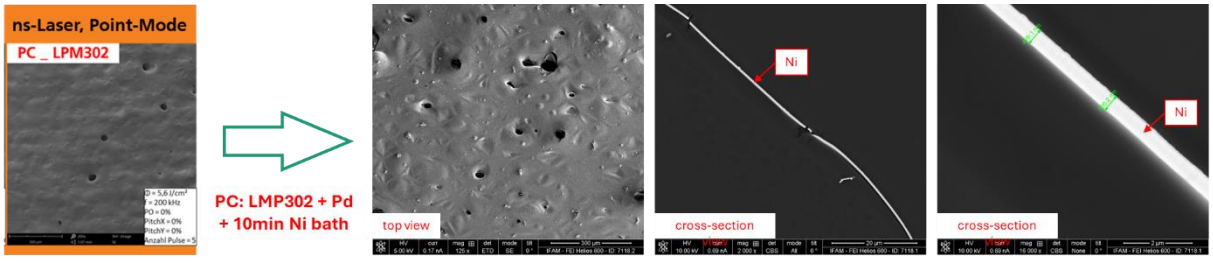


Ni bath time [min]	2	4	6	8	10
Ni surface density [g/m²]	1,10	2,24	3,86	5,24	5,76
Ni electrical resistance [Ω/cm]	22,27	7,37	3,80	2,50	2,17
Ni layer thickness [µm]	0,12	0,25	0,43	0,59	0,65

By increase of Ni bath duration:

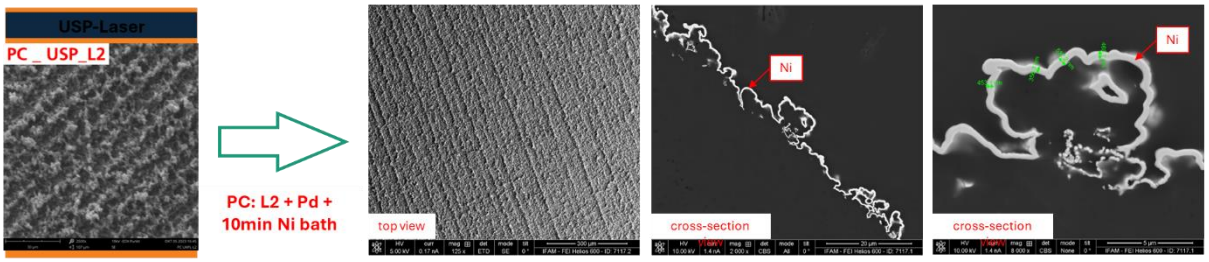
- gravimetric measurements show a nearly linear growth of Ni layer thickness (up to 8 min bath time)
- Rapid decrease of Ni layer electrical resistance (down to 2,5Ω/cm after 8min bath time)

Abbildung 23: Oberflächendichte, Schichtdicke und elektrischer Widerstand von Nickelbeschichtungen auf mit UKPL-Prozessparameter L2 behandelten und mit Pd bekeimten PC-Substraten in Abhängigkeit der Dauer stromloser Metallisierung in Nickelbad.



PC LMP302 + Pd + 10min Ni bath:

- closed Ni layer, though with pin holes (defects)
- Thickness about 500nm (quite good correlation with gravimetric measurements)



PC L2 + Pd + 10min Ni bath:

- closed Ni layer without defects (!), even cavities are filled with Ni
- Thickness about 450-500nm (quite good correlation with gravimetric measurements)

Abbildung 24: REM-Aufnahmen der metallographischen Querschnitte von laserstrukturierten, mit Pd bekeimten und über 10 Minuten stromlos vernickelten PC-Substraten: Nd:YAG-Laserparameter LMP302 (oben) bzw. UKP-Laserparameter L2 (unten).

Während die mit dem Nd:YAG-Laserparameter LPM302 behandelte PC-Oberfläche eine Nickelschicht mit wenigen geringfügigen konkaven Fehlerstellen (sog. pinholes) aufwies, zeigte das mit dem UKPL-Parameter L2 bearbeitete Substrat eine geschlossene Metallschicht ohne erkennbare Defekte. Die durch den UKP-Laser erzeugten Strukturen und Kavitäten konnten dabei unterbrochen mit einer nahezu gleich dicken Metallbeschichtung versehen werden.

Die anhand der REM-Aufnahmen von Querschnitten gemessenen Schichtdicken wiesen eine gute Übereinstimmung mit den Ergebnissen der gravimetrischen Bestimmung auf (vgl. Abbildung 23 und Abbildung 24). Die leicht überschätzten gravimetrischen Werte (ca. 650nm vs. 450-500nm bei der Probe PC L2) sind auf die durch die starke Strukturierung unterschätzte reale Fläche der Metallbeschichtung zurückzuführen.

Die im Rahmen des WP4 am Fraunhofer IFAM vernickelten Polymersubstrate wurden dem Projektpartner MateriaNova zur Durchführung weiterer Untersuchungen und Galvanisierungen zur Verfügung gestellt.

4.5 Arbeitspaket WP5: Charakterisierung

Die wesentlichen Ergebnisse, die im Rahmen des WP5 erzielt wurden, wurden zur Evaluierung der Projektarbeiten in WP1 bis WP4 herangezogen und sind in den entsprechenden Abschnitten dargestellt (s. Abschnitte 4.2 bis 4.4).

4.6 Arbeitspaket WP6: Demonstration im relevanten Umfeld

Die Inhalte des Arbeitspakets WP6 wurden primär vom Projektpartner MateriaNova bearbeitet. Das Fraunhofer IFAM war in einem intensiven Austausch mit dem Projektpartner und unterstützte die Arbeiten durch die Herstellung und Bereitstellung von laserstrukturierten (WP1) und mit katalytisch wirksamen Metallpartikeln bekeimten (WP3) Polymersubstraten.

4.7 Arbeitspaket WP7: Technische und wirtschaftliche Bewertung

Die Inhalte des Arbeitspakets 7 (WP7) wurden primär von dem Projektpartner DFO bearbeitet. Das Fraunhofer IFAM war in einem intensiven Austausch mit dem Projektpartner und unterstützte die Arbeiten durch die Ermittlung und Bereitstellung der Datengrundlage für die im Rahmen des erforschten technischen Ansatzes durchgeführten Laser- und Arc-PVD-Plasmaprozesse. Dabei spielten insbesondere die verwendeten Prozessparameter, der Ressourcenverbrauch (Strom, Prozessgase, Metalltargets usw.) sowie die sich ergebenden Taktzeiten eine entscheidende Rolle.

4.8 Arbeitspaket WP8: Ergebnistransfer

Die im Rahmen des Arbeitspaketes WP8 durchgeführten Projektarbeiten zielten auf einen gezielten Transfer der im Projekt erzielten Ergebnisse an das interessierte Fachpublikum, sowohl im industriellen als auch im wissenschaftlichen Umfeld. In diesem Zusammenhang wurden umfangreiche Maßnahmen bereits während der Projektlaufzeit ergriffen sowie für den Zeitraum nach dem Projektabschluss geplant.

Das Fraunhofer IFAM hat aktiv an den durchgeführten Maßnahmen teilgenommen und diese durch die Bereitstellung relevanter Erkenntnisse, die auch für andere Projektpartner von Bedeutung sind, unterstützt.

5 Darstellung des wissenschaftlich-technischen und wirtschaftlichen Nutzens der erzielten Ergebnisse insbesondere für KMU sowie ihres innovativen Beitrags und ihrer industriellen Anwendungsmöglichkeiten

Der intensive Austausch mit den Mitgliedern des projektbegleitenden Ausschusses (pbA) sowie den Industriekunden des Fraunhofer IFAM über die im Projekt erforschten laser- und atmosphärendruckplasmabasierten Technologien verdeutlichte den hohen innovativen Beitrag und die breiten industriellen Anwendungsmöglichkeiten der erzielten Projektergebnisse. Der Verzicht auf gesundheits- und umweltbedenkliche Chemikalien sowie den damit verbundenen Entsorgungsaufwand, die Spül- und Trocknungsphasen zwischen den einzelnen Bädern, ermöglichen eine signifikante Reduzierung des Zeit- und Kostenaufwands sowie des Platzbedarfs bei der Vorbehandlung und Bekeimung von Polymeren vor Metallisierung. Insbesondere angesichts der bereits eingeführten Einschränkungen bzw. des Verbots der Verwendung von Chrom(VI)-haltigen Verbindungen zeigte das untersuchte umweltfreundliche Arc-PVD-Plasmaverfahren ein hohes Potenzial für zahlreiche dekorative und technische Anwendungen in den Bereichen Automotive, Luft- und Raumfahrt, Schienenfahrzeugbau sowie Elektronik und Herstellung von Haushaltsgeräten. Der im Projekt demonstrierte Mehrwert der inline-fähigen Laserstrukturierung von Polymeroberflächen zur Verbesserung der Adhäsion von applizierten Metallschichten erhöht die Attraktivität und Akzeptanz des erforschten technischen Ansatzes und somit die Chancen seiner erfolgreichen Integration in industrielle Fertigungsprozesse.

In diesem Kontext sind die erzielten Forschungsergebnisse von besonderer wirtschaftlicher Bedeutung für die zahlreichen Zulieferer dieser Industriebranchen, die häufig kleine und mittlere Unternehmen (KMU) sind und ihre Wettbewerbsfähigkeit durch Anwendung des erforschten technischen Ansatzes erheblich steigern können. Darüber hinaus erweitert der erfolgreich erprobte Arc-PVD-Prozess die Anwendungsmöglichkeiten von Atmosphärendruck-Plasmaquellen und Drahtförderern, steigert die Nachfrage nach den produzierten Anlagen und ermöglicht den Anlagenherstellern, die ebenfalls stark von KMU geprägt sind, die Erschließung neuer Geschäftsfelder und Kundengruppen. Dies gilt ebenso für die erfolgreich

erprobte Lasertechnologie, bei der die Anwender und Anlagenhersteller ebenfalls oft KMU sind. Auch beratende KMU wie Ingenieurbüros und FuE-Einrichtungen können die erzielten Projektergebnisse in ihre Netzwerke integrieren und ihre Wettbewerbsfähigkeit dadurch steigern.

Darüber hinaus tragen die im Projekt durchgeführten Versuche und gewonnenen Erkenntnisse zu einem besseren Verständnis der eingesetzten Laser- und Plasmaprozesse bei und haben somit einen erheblichen wissenschaftlichen Nutzen. Auf dieser Grundlage können auch Ideen für weitere FuE-Projekte unter Beteiligung von KMU-Projektpartnern abgeleitet werden. So wurde bereits während der Laufzeit des Projekts „LaStrADA“ ein weiteres Cornet-Forschungsvorhaben „ARIADNE“ beantragt, bei dem die erforschte Arc-PVD-Plasmatechnologie zur Bekeimung von Faser- und Textilmaterialien vor der darauffolgenden Metallisierung eingesetzt werden soll. Die im Projekt „LaStrADA“ gewonnenen Ergebnisse bilden somit eine solide Grundlage für eine effiziente und zielführende Bearbeitung des neuen Vorhabens.

6 Durchführende Forschungseinrichtung(en)

Forschungseinrichtung 1:

Fraunhofer-Institut für Fertigungstechnik und angewandte Materialforschung (IFAM)
-Klebetechnik und Oberflächen-
Wiener Straße 12-
28359 Bremen

Leiter der Forschungseinrichtung 1:

Prof. Dr. Bernd Mayer

Autoren des Berichtes:

Dr. Sergey Stepanov
Dr. Markus Veltrup

7 Beteiligte am Projektbegleitenden Ausschuss

Die Projektpartner bedanken sich bei den Mitgliedern des projektbegleitenden Ausschusses, die durch Ihre fachliche Kompetenz und Diskussionsbereitschaft zu einem erfolgreichen Abschluss des Vorhabens beigetragen haben:

Deutschland:

- BIA Kunststoff- & Galvanotechnik GmbH & Co. KG (Solingen)
- BSH Hausgeräte GmbH (Traunreut)
- Clean-Lasersysteme GmbH (Herzogenrath)
- Heuermann HF-Technik GmbH (Aachen)
- IAB Ingenieurbüro Dr. A. Baalmann (Osterholz-Scharmbeck)
- NB Technologies GmbH (Bremen)
- Plasmatreat GmbH (Steinhagen)

Belgien (Wallonien):

- Alkar Technology (Leval-Trahegnies)
- Bsens (Mons)
- Feronyl (Mouscron)
- Ionics (Liers)
- Lasea (Seraing)
- Mirmex Motor (Mont-Saint-Guibert)
- Sonaca (Gosselies)
- Thales Alenia Space (Mont-Sur-Marchienne)
- Vocsens (Louvain La Neuve)

8 Förderhinweis

Das IGF-Forschungsvorhaben „LaStrADA“ (IGF-Projekt-Nr. 344 EN/1) wurde im Rahmen des CORNET-Programms zur Förderung der industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert. Dafür sei an dieser Stelle herzlich gedankt.

Gefördert durch:

INDUSTRIELLE GEMEINSCHAFTSFORSCHUNG

cornet

Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz

aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages

Darüber hinaus bedanken sich die Projektpartner bei der Deutschen Forschungsgesellschaft für Oberflächenbehandlung e.V. (DFO) für die organisatorische Begleitung des Forschungsvorhabens während der gesamten Projektlaufzeit.

DFO

9 Literaturverzeichnis

[1] K. Bobzin, *Oberflächentechnik für den Maschinenbau*, Wiley-VCH, Weinheim **2013**.

[2] Dr. Jörg Ihde, Dr. Kira Rozanova, Dr. Sergey Stepanov **2020,** https://www.ifam.fraunhofer.de/de/technologien/nanometalle-nanokomposite-atmosphaerendruck-plasmen.html.

[3] finanzen.net GmbH, Markets Insider: Stock Market News, Realtime Quotes and Charts 2021, https://markets.businessinsider.com/

[4] S. Olivera, H. B. Muralidhara, K. Venkatesh, K. Gopalakrishna, C. S. Vivek, *J Mater Sci.* **2016**, *51*, 3657.

[5] H. Horn, S. Beil, D. Wesner, R. Weichenhain, E. Kreutz, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* **1999**, *151*, 279.

[6] P. Serra, A. Piqué, *Adv. Mater. Technol.* **2019**, *4*, 1800099.

[7] "3-Dimensional Circuitry Laser Direct Structuring Technology (LPKF-LDS) for Moulded Interconnect Devices", **2008** https://www.semanticscholar.org/paper/3-Dimensional-Circuitry-Laser-Direct-Structuring/ a57f71dd37bac54ccff0bf07a4d07a2cb9197a8d.

[8] R. Bandorf, S. Waschke, F. C. Carreri, M. Vergöhl, G. Grundmeier, G. Bräuer, *Surface and Coatings Technology* **2016**, *290*, 77.

[9] S. Spange, A. Pfuch, C. Wiegand, O. Beier, U. C. Hipler, B. Grünler, *Journal of materials science. Materials in medicine* **2015**, *26*, 76.