

①⑨ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

①⑫ Patentschrift
①① DE 2933570 C3

⑥① Int. Cl. 3:
B 01 D 53/24
B 01 D 59/18

②① Aktenzeichen:	P 29 33 570.4-43
②② Anmeldetag:	18 8 79
④③ Offenlegungstag:	19 2 81
④④ Bekanntmachungstag:	12 3 81
④⑤ Veröffentlichungstag:	25 2 82

⑦③ Patentinhaber:
Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH, 7500 Karlsruhe,
DE

⑦④ Erfinder:
Becker, Erwin Willy, Prof., 7500 Karlsruhe, DE; Bier,
Wilhelm, Dr., 7514 Leopoldshafen, DE; Ehrfeld, Wolfgang,
Dr.; Krieg, Gunther, Dr., 7500 Karlsruhe, DE

⑤⑥ Entgegenhaltungen:
GB- 9 85 280

⑤④ Verfahren zum Herstellen von Trenndüsenelementen

DE 2933570 C3

DE 2933570 C3

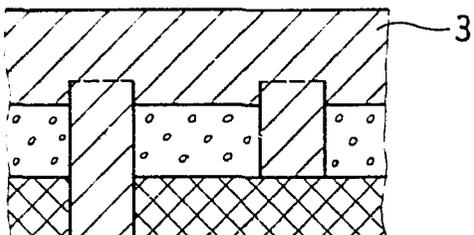
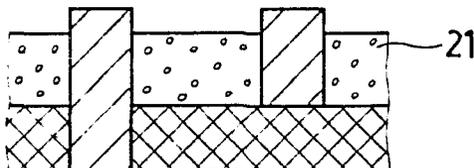
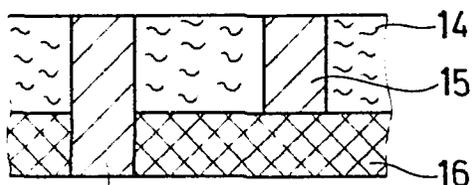
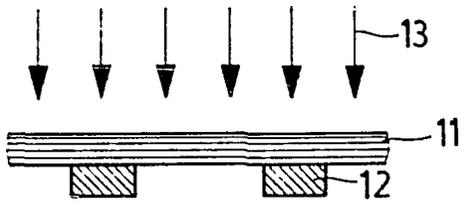


Fig. 1

Fig. 2

Fig. 3

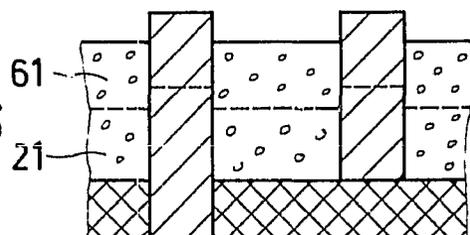
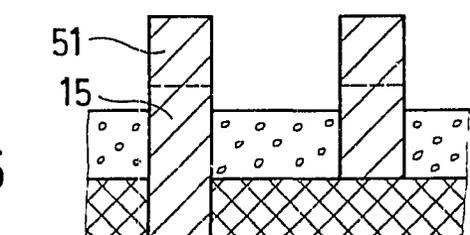
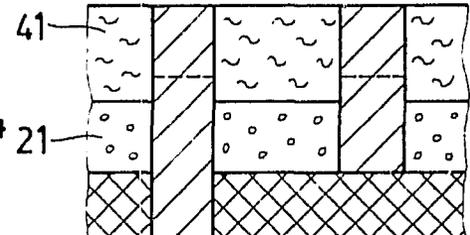
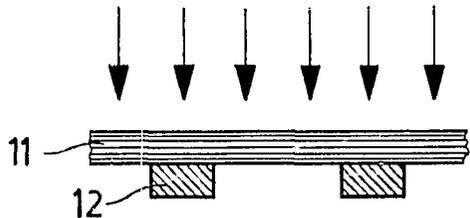


Fig. 4

Fig. 5

Fig. 6

Patentansprüche:

1. Verfahren zum Herstellen eines aus einem Trennkörper mit Abschlußplatten bestehenden Trenndüsenelements zur Trennung gas- oder dampfförmiger Gemische, bei dem die den Trennkörper durchsetzenden Trennstrukturen aus Trennräumen und Gasführungsleitungen bestehen und die Abschlußplatten mit Kanälen für die Zu- und Abfuhr der Gasströme versehen sind, dadurch gekennzeichnet, daß der Trennkörper schrittweise hergestellt wird, indem aus einem durch energiereiche Strahlung in ihren Eigenschaften veränderbaren Materialschicht (Form-Material) durch partielles Bestrahlen mit der Strahlung und partielles Entfernen von Form-Material unter Ausnützung der durch die Bestrahlung erzeugten unterschiedlichen Materialeigenschaften die Trennstrukturen enthaltenden Formschichten hergestellt werden, die mit einem mit dem zu trennenden Gemisch verträglichen Material (Struktur-Material) aufgefüllt werden, worauf die der Strahlenquelle zugewandte Oberfläche wiederholt so oft mit Form-Material beschichtet und der sich hieran anschließende Vorgang des partiellen Bestrahls und Entfernens von Form-Material und Auffüllens mit Struktur-Material so oft wiederholt wird, bis der Trennkörper eine vorgegebene Höhe erreicht hat, wonach das restliche Form-Material entfernt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die mit Struktur-Material gefüllten Formschichten vor dem Aufbringen der nächsten Schicht aus Form-Material strahlungsunempfindlich gemacht werden.

3. Verfahren nach den Ansprüchen 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Abschlußplatten mit den Kanälen für die Zu- und Abfuhr der Gasströme durch Erzeugung entsprechender Formen und deren Auffüllung mit Struktur-Material auf den Trennkörper festhaftend aufgebracht werden.

4. Verfahren nach Anspruch 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß der schrittweise Aufbau des Trennkörpers auf einer Grundplatte durchgeführt wird.

5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als energiereiche Strahlen elektromagnetische Wellen mit Wellenlängen kleiner als 400 nm verwendet werden.

6. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als energiereiche Strahlen Korpuskularstrahlen verwendet werden.

7. Verfahren nach Anspruch 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß als Form-Material ein elektrischer Nichtleiter, als Struktur-Material und als Material für die Grundplatte bzw. die Abschlußplatten ein elektrischer Leiter verwendet wird, und das Auffüllen der Formen galvanisch erfolgt.

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Herstellen von Trenndüsenelementen zur Trennung gas- oder dampfförmiger Gemische nach dem Oberbegriff des Anspruchs 1. Unter gas- oder dampfförmigen Gemischen sind insbesondere Isotopengemische zu verstehen.

Beim Trenndüsenverfahren ist der zu minimalem spezifischem Energieverbrauch führende Gasdruck zu den charakteristischen Abmessungen der Trennstruktur umgekehrt proportional (Chemie Ing. Technik 39 (1967) S. 4). Da die spezifischen Kosten der für die Ausführung des Verfahrens erforderlichen Kompressoren, Rohrleitungen und Ventile mit zunehmendem Gasdruck erheblich abnehmen, muß die Trenndüsenstruktur so klein wie möglich gewählt werden. Einem Einlaßdruck von z. B. 0,5 bar entspricht dabei eine Weite des Abschälerschlitzes von nur etwa 10 µm.

Zur Herstellung von Trenndüsen mit besonders kleinen charakteristischen Abmessungen ist es bekannt, diese aus einem Stapel gegenseitig ausgerichteter Folien aufzubauen, deren jede eine Vielzahl von Durchbrüchen von der Querschnittsform des Gaszuführungskanals, der gekrümmten Laval-Düse, des Abschälers und der Abfuhrkanäle aufweist (DE-AS 20 09 265). In einer bevorzugten Ausführungsform werden die Durchbrüchen in den Folien formgeätzt.

Bei der aus den erwähnten Gründen angestrebten weiteren Verkleinerung der Trenndüsenstrukturen steigen die Genauigkeitsanforderungen beim gegenseitigen Ausrichten der Folien entsprechend der Strukturverkleinerung an. Gleichzeitig nehmen, wegen der größer werdenden Druckdifferenzen zwischen den verschiedenen Bereichen der Trennstrukturen, die nicht völlig zu vermeidenden Leckströme längs der Folienoberflächen zu.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zum Herstellen von Trenndüsenelementen der eingangs erwähnten Art mit extrem kleinen charakteristischen Abmessungen zu finden, bei dem die mit dem Stapeln von Folien verbundenen, oben erwähnten Schwierigkeiten vermieden werden.

Für die Lösung dieser Aufgabe werden die im Kennzeichen des Hauptanspruchs enthaltenen Maßnahmen vorgeschlagen.

Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren lassen sich noch bei den kleinsten für die technische Anwendung infrage kommenden Trennstrukturen so hohe Verhältnisse von Dicke der einzelnen Materialschichten zu engster Durchbruchweite (Aspektverhältnis) erzielen, daß die durch Toleranzen beim wiederholten gegenseitigen Ausrichten von Bestrahlungseinrichtung und zu bestrahlenden Bereichen entstehenden Versetzungen der Trenndüsenstruktur die Trennleistung nicht wesentlich beeinträchtigen. Das schrittweise aufgebrachte Struktur-Material bildet einen homogenen Körper, in dem keine wesentlichen Leckströme auftreten.

Vorteilhafte Weiterbildungen der Erfindung sind den Unteransprüchen 2 bis 7 zu entnehmen.

Zur Verminderung des Ausrichtungsaufwandes kann es zweckmäßig sein, die mit Struktur-Material gefüllten Formschichten vor dem Aufbringen der nächsten Schicht aus Form-Material strahlungsunempfindlich zu machen, wie dies z. B. durch Behandeln mit γ -Strahlen, mit Wärme oder auf chemischem Wege möglich ist. Durch diese Maßnahme wird erreicht, daß bei der Bestrahlung der neu aufgebrachten Form-Materialschicht eine nachträgliche Fehlbestrahlung der vorhergehenden Form-Materialschicht ohne Wirkung bleibt.

Der nach dem Verfahren der Erfindung hergestellte, die Trennstrukturen enthaltende Körper (»Trennkörper«) kann durch aufgepreßte mit Gasführungskanälen versehene Platten abgeschlossen werden. Von besonderem Vorteil ist es jedoch, diese Platten mit den Kanälen für die Zu- und Abfuhr der Gasströme durch die

Erzeugung entsprechender Formen und deren Auffüllung mit Struktur-Material nach dem Verfahren der Erfindung festhaltend auf den Trennkörper aufzubringen. Dadurch werden die Vorrichtungen zum Aufpressen eingespart und eventuelle Leckströme zwischen den Platten und dem Trennkörper vermieden.

Beim Aufbau von Trenndüsenelementen aus Folien mußten naturgemäß alle die Trennstruktur bildenden Materialteile räumlich zusammenhängen. Die Forderung nach räumlichem Zusammenhang führte insbesondere bei komplizierten Trenndüsenstrukturen, wie sie zur Verbesserung der Wirtschaftlichkeit des Trenndüsenverfahrens eingesetzt werden sollen, zu Einschränkungen bei der Festlegung der Strukturen und damit in manchen Fällen zu erheblichen technischen und wirtschaftlichen Nachteilen. Durch das Verfahren der Erfindung ist es möglich, Trenndüsenelemente der eingangs erwähnten Art mit extrem kleinen charakteristischen Abmessungen herzustellen, bei denen die einschränkende Forderung nach räumlichem Zusammenhang des die Trennstrukturen bildenden Materials entfällt. Dazu ist es lediglich erforderlich, den schrittweisen Aufbau des Trennkörpers auf einer Grundplatte, vorzugsweise einer der mit Kanälen für die Zu- und Abfuhr der Gasströme versehenen Abschlußplatten, durchzuführen.

Als energiereiche Strahlen können elektromagnetische Wellen verwendet werden, die zur Erzielung eines ausreichenden optischen Auflösungsvermögens Wellenlängen $< 400 \text{ nm}$ haben sollen. Besonders dicke Schichten verbunden mit hohem Aspektverhältnis lassen sich mit sogenannten weichen Röntgenstrahlen erzielen, deren Wellenlänge zwischen $0,1$ und 10 nm liegt. Solche Strahlen lassen sich mit geeigneten Röntgenröhren, mit Elektronensynchrotrons oder mit einem durch einen Riesenimpuls laser erzeugten Mikrop lasma erzeugen.

Während man bei der Verwendung elektromagnetischer Strahlen zur Erzeugung der gewünschten Strukturen in bekannter Weise mit Masken arbeitet, kann man bei Verwendung energiereicher Korpuskularstrahlen, insbesondere Elektronenstrahlen, die Strukturen im Form-Material auch durch elektromagnetische Steuerung erzeugen.

Als Material für die Formen sind verschiedene, z. B. bei der lithographischen Herstellung mikroelektronischer Schaltungen bereits bewährte Kunststoffe (Resists), beispielsweise PMMA, (Polymethylmethacrylat), geeignet. Das partielle Entfernen von Material nach der Einwirkung der energiereichen Strahlen kann in diesem Fall beispielsweise durch Herauslösen mit Methylisobutylketon (MIBK) oder mit einer Mischung aus MIBK und Isopropylalkohol (IPA) erfolgen. Das vollständige Entfernen des Form-Materials gelingt z. B. mit Chlorbenzol oder Aceton.

Es ist aber auch möglich, zur Herstellung der Formen sogenanntes Fotoformglas (modifiziertes Lithiumsilikat) oder Se-Ge-Gläser zu verwenden, bei denen das partielle Herauslösen mit verdünnter Säure oder Lauge erfolgt.

Das Auffüllen der Formen mit Struktur-Material kann auf verschiedene Weise, z. B. durch chemisches Abscheiden, Aufdampfen oder Aufputtern erfolgen. Das Verfahren der Erfindung läßt sich mit besonders gutem technischen und wirtschaftlichen Erfolg durchführen, wenn als Form-Material ein elektrischer Nichtleiter der vorerwähnten Art, und als Material für den Trennkörper, die Grundplatte bzw die Abschlußplatten ein

elektrischer Leiter verwendet wird, und das Auffüllen der Formen galvanisch erfolgt.

Das erfindungsgemäße Verfahren wird im folgenden anhand der Zeichnungen beispielhaft erläutert:

Die Fig. 1 bis 6 zeigen schematisch die einzelnen Bearbeitungsstufen, wobei die Trennstrukturen vereinfacht dargestellt sind. Die Fig. 7 zeigt in der Draufsicht einen Ausschnitt eines erfindungsgemäß hergestellten Trennkörpers mit einem sogenannten »Doppelumlensystem« als Trenndüsenstruktur, die Fig. 8 zeigt in perspektivischer Darstellung ein erfindungsgemäß hergestelltes Trenndüsenelement mit abgehobener Abschlußplatte unter Verwendung eines Trennkörpers gemäß Fig. 7.

Beim Vorgehen gemäß Fig. 1 bis 6 wird als Form-Material ein sogenanntes Positiv-Resist, z. B. PMMA, verwendet, dessen Löslichkeit durch Bestrahlen erhöht wird. Die Maske gemäß Fig. 1 besteht aus einem die Strahlen nur schwach absorbierenden Träger 11 und den darauf aufgebracht, die Strahlen stark absorbierenden Strukturen 12, die den Querschnittsformen der Trennstrukturen entsprechen. Die Pfeile 13 symbolisieren die Strahlen. Die Gebiete 14 stellen das durch das Bestrahlen löslich gemachte Form-Material dar, während die Gebiete 15 den von den Strahlen nicht erreichten und daher unlöslich gebliebenen Bereich des Form-Materials bilden. Die Form-Material-Schicht ist auf einer elektrisch leitfähigen Grundplatte 16 aufgebracht. Diese Platte ist mit Kanälen 17 für die Zu- bzw. Abfuhr der Gasströme durchzogen, so daß sie gleichzeitig eine der Abschlußplatten bildet.

Nach dem partiellen Bestrahlen gemäß Fig. 1 werden die bestrahlten Gebiete 14 des Form-Materials herausgelöst, so daß eine Formschicht, bestehend aus dem unbestrahlten Material 15 auf der Grundplatte 16, entsteht, die gemäß Fig. 2 galvanisch weitgehend mit Struktur-Material 21, z. B. Nickel, aufgefüllt wird.

In Fig. 3 ist die der Strahlenquelle zugewandte Oberfläche erneut mit Form-Material 31 beschichtet. Nach erneutem Ausrichten der Maske wird diese Schicht 31 gemäß Fig. 4 partiell bestrahlt, wobei lösliche Bereiche 41 entstehen, die über dem Struktur-Material 21 liegen. Durch Herauslösen der Bereiche 41 entsteht gemäß Fig. 5 eine neue Formschicht 51, die die Formschicht 15 fortsetzt.

Fig. 6 zeigt den Zustand nach erneutem galvanischem Abscheiden von Struktur-Material 61, das mit dem Struktur-Material 21 einen homogenen Körper bildet. Dieses schrittweise Vorgehen wird so lange wiederholt, bis der Trennkörper seine vorgegebene Dicke erreicht hat. Anschließend wird das gesamte Form-Material herausgelöst.

Die gestrichelten Linien in den Fig. 1 bis 6 symbolisieren die Grenzen der Fertigungsschritte zwischen Bereichen mit einheitlichem Material.

In manchen Fällen kann es zweckmäßig sein, an Stelle des im Ausführungsbeispiel gemäß Fig. 1 bis 6 verwendeten Positiv-Resists einen Negativ-Resist zu verwenden, dessen Löslichkeit durch Bestrahlen vermindert wird. Die stark absorbierenden Strukturen der Maske müssen dann das Negativ der Querschnittsformen der Trennstrukturen darstellen. Die Entscheidung, mit welchem Resisttyp am zweckmäßigsten gearbeitet wird, hängt u. a. von der Form der gewünschten Anordnung der Trennstrukturen ab.

Bei den in Fig. 7 verwendeten Doppelumlensystemen wird das zu trennende Stoffgemisch D durch zweimalige, gegensinnige Umlenkung mit jeweils sich

anschließender Aufteilung in die Fraktionen *L*, *M*, *S* zerlegt. Die leichte Fraktion *L* enthält den höchsten Anteil an leichten Komponenten, die mittlere Fraktion *M* entspricht in ihrer Zusammensetzung etwa der des zu trennenden Stoffgemisches *D*, während die schwere Fraktion *S* den höchsten Anteil an schweren Komponenten enthält. Wie aus Fig. 7 zu ersehen ist, hängen die den Trennkörper bildenden Teile 71, 72, 73 und 74 räumlich nicht miteinander zusammen. Ihre gegenseitige Ausrichtung wird ausschließlich über eine nicht dargestellte Grundplatte, auf der sie freistehend aufgebaut sind, gewährleistet. Die gezeigte Anordnung hat den Vorteil, daß die Zuführung des zu trennenden Stoffgemisches *D* und die Abführung der schweren Fraktion *S* für zwei benachbarte Trenndüsenysteme jeweils gemeinsam erfolgt, was den Platzbedarf für die Gasführungsleitungen bei vorgegebenem Druckverlust wesentlich vermindert. Außerdem gelangen die leichte und die mittlere Fraktion auf kürzesten Wegen in die angrenzenden Gassammelräume. Es ist unmittelbar ersichtlich, daß diese vorteilhafte Art der Gasführung durch den freistehenden Aufbau ermöglicht wird.

Bei dem in Fig. 8 gezeigten Trenndüsenelement ist der Trennkörper 81 zickzack-förmig auf der Grundplatte 82 angeordnet. Die Grundplatte 82 ist von Kanälen 83 durchdrungen, durch die der Trennkörper 81 mit dem zu trennenden gasförmigen Stoffgemisch (Pfeil *D*) versorgt wird. Der Trennkörper 81 zerlegt das Stoffgemisch *D* in

die Fraktionen *L*, *M*, *S*. Die Fraktion *L* strömt in die zur Rückseite hin geöffneten, aus den Schenkeln 88 und den Abschlußplatten 82, 87 gebildeten V-förmigen Gassammelräume 84. Die Fraktion *M* strömt in die zur Vorderseite hin geöffneten, ebenfalls V-förmigen Gassammelräume 85. Die Fraktion *S* strömt nach oben in die Kanäle 86 der oberen in der Figur abgehobenen Abschlußplatte 87. Die in den Schenkeln 88 des Trennkörpers eingearbeiteten Trennstrukturen sind aus Gründen der besseren Übersichtlichkeit stark vereinfacht dargestellt und sollen nur das Prinzip der Führung der Gasströme verdeutlichen.

In Fig. 7 haben benachbarte Trenndüsenstrukturen gemeinsame, innerhalb des Trennkörpers verlaufende Gasführungsleitungen für das zu trennende Stoffgemisch *D* und die schwere Fraktion *S*. In manchen Fällen kann es zweckmäßig sein, im Rahmen der Erfindung andere Anordnungen zu wählen. Zum Beispiel kann man die Trennstrukturen so anordnen, daß die gemeinsamen Gasführungsleitungen jeweils für die Abführung der leichten bzw. mittleren Fraktionen verwendet werden können. Die Zuführung des zu trennenden Gemisches und die Abführung der schweren Fraktionen erfolgt dann über die Gassammelräume 84 bzw. 85. Die Entscheidung, mit welcher Anordnung gearbeitet wird, hängt u. a. von der vorgesehenen Art des Einbaus der Trenndüsen-elemente in die technischen Trenneinrichtungen ab.

Hierzu 2 Blatt Zeichnungen

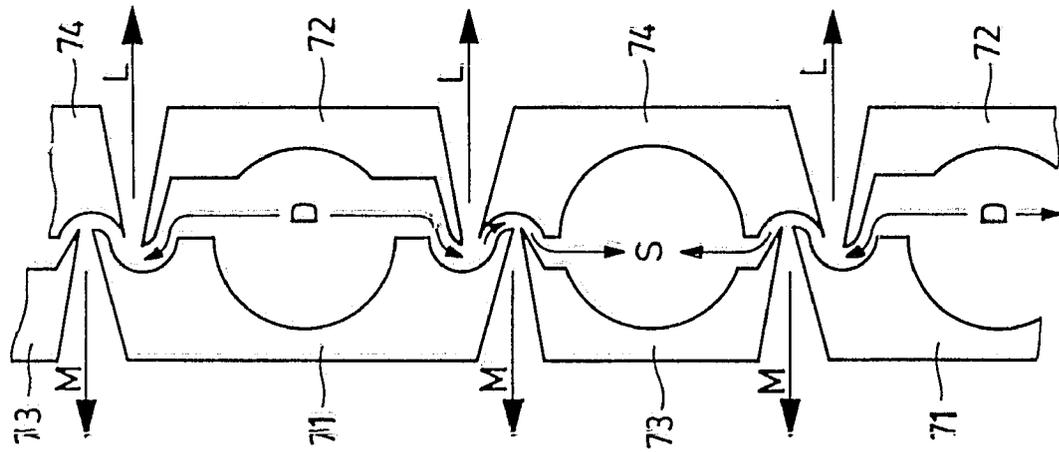


Fig. 7

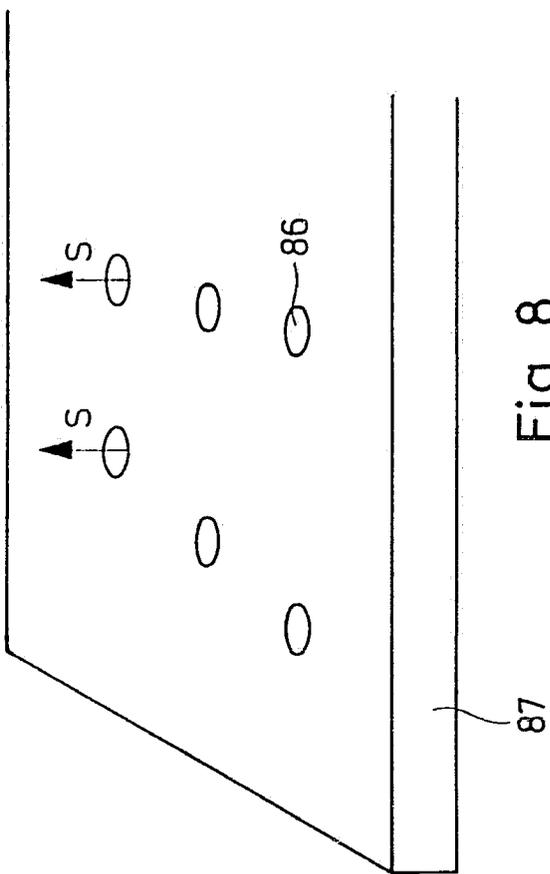


Fig. 8

