Otto-Schott-Institut, FSU Jena
Fraunhofer IWU

Name der Forschungsstelle(n)

AIF 245 ZBR / 1

AiF-Vorhaben-Nr. / GAG

01.02.2007 – 31.01.2009

Bewilligungszeitraum

Schlussbericht für den Zeitraum :

zu dem aus Haushaltsmitteln des BMWA über die

geförderten IGF-Forschungsvorhaben

[ ] Normalverfahren

[X] Fördervariante ZUTECH

Forschungsthema :

Mikrostrukturierung von Glas durch Heißprägen von beschichteten Glaswafern

Für ein ZUTECH-Vorhaben sind folgende zusätzliche Angaben zu machen:

Der fortgeschriebene Plan zum Ergebnistransfer in die Wirtschaft

[X] ist beigefügt

[ ] liegt bereits vor

[ ] wird fristgerecht nachgereicht

Chemnitz, 14. Mai.2009

Ort, Datum

Unterschrift der/des Projektleiter(s)

Fraunhofer Institut Werkzeugmaschinen und Umformtechnik

Schlussberichtbericht über

Mikrostrukturierung von Glas durch Heißprägen von beschichteten Glaswafern

Laufzeit des Vorhabens: 01.02.2007 bis 31.01.2009
Berichtszeitraum: 01.02.2007 bis 31.01.2009

Fraunhofer-Institut
Werkzeugmaschinen und Umformtechnik
Reichenhainer Str. 88
09126 Chemnitz

Otto-Schott-Institut für Glaschemie
der Friedrich-Schiller-Universität Jena
Fraunhoferstr. 6
07743 Jena

bearbeitet von:

Dipl.-Ing. Jan Edelmann Tel.: (03 71) 53 97 – 19 31
Dipl.-Ing. Christian Worsch Tel.: (0 36 41) 94 85 22

Chemnitz, den 14. Mai 2009

Inhalt

1	**Zusammenfassung**	**4**
2	**Projektüberblick**	**6**
2.1	Einleitung / Ausgangssituation	6
2.2	Zielsetzung und technische Bedeutung	7
2.3	Vorgehensweise	9
3	**Projektergebnisse**	**11**
3.1	Anforderungen an mikrostrukturierte Glasbauteile	11
3.2	Auswahl geeigneter Gläser	13
3.3	Auswahl und Untersuchung der Schichten	14
3.4	Realisierung der Versuchswerkzeuge und Anpassung des Werkzeugsystems	17
3.5	Ermittlung prozessrelevanter Parameter für die Schichtsysteme beim Heißprägen	22
3.6	Bewertung der Schichtsysteme hinsichtlich Duktilität	24
3.6.1	Duktilitätstest	24
3.6.2	Pyrosilschichten	25
3.6.3	Titanoxidschichten	26
3.6.4	Kohlenstoffschichten	26
3.6.5	Siliziumoxidschichten	27
3.6.6	Goldschichten	29
3.6.7	Chromschichten	31
3.6.8	Bewertung der Duktilität	31
3.6.9	Schichtdehnung mit Werkzeugkontakt – Stauchversuche	33
3.7	Bewertung der Formausbildung und des Entformungsverhaltens	40
3.7.1	Komplexe Demonstratorstrukturen	40
3.7.2	Prägeversuche mit laserstrukturierten Testwerkzeugen	42
3.7.3	Demonstrator A – Durchflussanalysesystem	43
3.7.4	Demonstrator B - Titerplatte	45
3.8	Wirkung der Beschichtung auf die Funktionalität des realisierten Bauteils sowie Entfernbarkeit der Beschichtung nach dem Prägen	48
3.9	Bewertung der erzielten Strukturpräzision und Oberflächenqualität	49
3.9.1	Durchflußanalysesystem	50
3.9.2	Titerplatte	54
4	**Begriffe**	**56**

1 Zusammenfassung

Ziel der Forschungsarbeiten war die Herstellung von Kavitäten unterschiedlicher Geometrien und Abmessungen im mm- und µm-Bereich in anorganischen Gläsern durch die Heißformgebung. Die Anwendungen überstreichen dabei die Mikrofluidik, die Optoelektronik, das Packaging bis hin zur Solartechnik. Andere Strukturierungsverfahren von Glas zum Einbringen von Mikrostrukturen (Ätzen, Spanen, Strahlabtragen) sind entweder sehr teuer, geometrie- bzw. glasartbeschränkt oder schädigen das Glas in der Nähe der Bearbeitungsstelle. Dies macht die Heißformgebung zu einem ökonomisch sehr interessanten Verfahren, vor allem bei der Herstellung größerer Stückzahlen.

Im Gegensatz zum Blankpressen muss bei hohen Aspektverhältnissen und Strukturbreiten im µm-Bereich unter isothermen Prozessbedingungen abgeformt werden, wobei die alleinige Beschichtung der Formwerkzeuge zur Verhinderung von Klebeerscheinungen zwischen Glas und Werkzeug bisher wenig erfolgreich war. Abweichend von dieser Vorgehensweise wurde hier versucht, mittels einer Beschichtung des Glases, nicht des Werkzeugs, eine Entkopplung der Viskosität im Volumen und des Klebeverhaltens an der Oberfläche zu erzielen. Eine dünne, haftfeste Schicht auf dem Glas dient als Trennung von Substrat und Werkzeug. Diese muss in gewissen Grenzen duktil sowie mechanisch und chemisch stabil sein. Prinzipiell eignen sich dafür dünne Metallschichten, amorpher Kohlenstoff oder keramische Schichten.

Die Vorteile der Glasbeschichtung liegen auf der Hand: Bei jedem Umformvorgang herrschen identische Anfangsbedingungen und es tritt kein Schichtverschleiß auf. Die Beschichtung von Flachglas mit dünnen duktilen Schichten ist Stand der Technik und auch die Anforderungen an die Beschichtung sind sehr viel geringer als an eine Werkzeugbeschichtung. Außerdem ist durch diese Technologie eine breitere Auswahl an Werkzeugwerkstoffen möglich.

In einem ersten Schritt wurden Gold-, Chrom-, Kohlenstoff- sowie Oxidschichten, hinsichtlich ihrer mechanischen und chemischen Stabilität im Prägeprozess untersucht. Alle Schichten zeigten eine klare Reduzierung der Haftkräfte und eine Verschiebung der Klebetemperatur in höhere Temperaturbereiche. Einige Schichten führten sogar zur Aufhebung jeglicher Hafterscheinungen im gesamten für das Heißprägen relevanten Viskositätsbereich. Im Folgenden wurde die Dehnbarkeit der Schichten im Prägeprozess untersucht. Systematische Stauchversuche mit beschichteten Glasproben einerseits sowie die Dehnung von Glas und Beschichtung ohne Kontakt zum Werkzeugwerkstoff andererseits dienten der Beurteilung der Duktilität der Beschichtung. Das Verhalten an den Strukturkanten wurde durch ein Anschneiden der Schichten simuliert. Es zeigte sich, dass alle untersuchten Schichten in einem gewissen Bereich duktil sind. Bei

größeren Umformgraden kommt es jedoch bei allen Schichten zu einem Versagen, meist in Form von Rissen. Dies führt aber nicht notwendigerweise zu einer Beeinträchtigung des Prägevorgangs. Diese Experimente dienten zur Optimierung der Glasbeschichtung für das Heißprägen fluidischer Strukturen.

Schließlich wurde die Übertragung der Ergebnisse auf praktische Mikrostrukturen experimentell realisiert. Verschiedene Demostrukturen wurden in Floatglas geprägt und in Analysesystemen bewertet. Die lateralen Strukturabmessungen der Kanäle und Kammern betrugen zwischen 10 µm und 2 mm bei Prägetiefen bis zu 2 mm. Das größte Aspektverhältnis von Prägetiefe zu Strukturbreite betrug dabei 3. Es konnte nachgewiesen werden, dass die erzielbaren Genauigkeiten und Oberflächenqualitäten dem des verwendeten Werkzeuges entsprechen. Damit wurde das Ziel des Vorhabens erreicht und die Anwendbarkeit der neuen Beschichtungsstrategie für den industriellen Einsatz gezeigt.

Das Forschungsvorhaben 245 ZBR der Forschungsvereinigung Europäische Forschungsgesellschaft Dünne Schichten e.V. wurde im Programm zur Förderung der 'Industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF)' vom Bundesministerium für Wirtschaft und Technologie über die AiF finanziert.

2 Projektüberblick

2.1 Einleitung / Ausgangssituation

Glas ist ein in der Mikrosystemtechnik vielseitig nutzbarer Werkstoff. Die Anwendungen überstreichen den Einsatz in der optischen Informationsübertragung, MOEMS, Anwendungen in der mikrofluidischen Analysetechnik und Biomedizintechnik, im Packaging zur Hausung und als isolierendes Trägermaterial für Kontaktierungen. Funktionale Strukturen sind in Anlehnung an andere Waferlevel-Prozesse der Mikrosystemtechnik in Array-Anordnungen auf dem Glaswafer aufgebracht. Diese Nutzstrukturen können unter anderem Kanalstrukturen, flächige und punktförmige Kavitäten bis hin zu Durchbrüchen für elektrische und fluidische Durchkontaktierungen sein. Der bislang beschrittene Weg, Mikrostrukturen in Anlehnung an die Halbleitertechnik durch photolithografische Verfahren herzustellen, wird durch das Ätzverhalten von Glas limitiert. Somit müssen alternative Fertigungsverfahren zum Zuge kommen, die sich neben der Genauigkeit im Sub-Mikrometerbereich vor allem durch eine hohe Wirtschaftlichkeit auszeichnen. Es ist davon auszugehen, dass die Ergebnisse des Forschungsvorhabens auch für das Blankpressen von Glas und zur Herstellung von Fresneloptiken aus Glas vorteilhaft sind.

Unter den zahlreichen Möglichkeiten Glas an der Oberfläche zu strukturieren, ist Prägen das ökonomisch vorteilhafteste Verfahren, insbesondere zur Fertigung höherer Stückzahlen. Werden hierbei Strukturbreiten im unteren µm-Bereich angestrebt, muss das Prägen isotherm oder annähernd isotherm erfolgen. Hierbei spielt die Temperatur eine entscheidende Rolle, da sie die Viskosität des Glases bei gegebener Zusammensetzung bestimmt. Gleichzeitig ist davon auszugehen, dass die Temperatur bei der das Glas am Formwerkzeug haftet, eine direkte Funktion der Viskosität ist. Dies bedeutet, dass Glasschmelzen bei einer bestimmten Viskosität auch ein bestimmtes Klebeverhalten besitzen. Die bisherigen Ergebnisse belegen, dass die Glaszusammensetzung auf den Zusammenhang zwischen Kleben und Viskosität wenig Einfluss hat. Bis heute wurde versucht, durch Beschichtung der Formwerkzeuge eine Entkopplung von Viskosität und Kleben zu erreichen, was allerdings wenig erfolgreich war.

Die beiden Forschungsstellen werden ihre Kompetenzen bündeln, um den aktuellen Stand der Technik signifikant zu erweitern. Dies sind Erfahrungen zur Anwendung der Umformtechnik im Mikrobereich einerseits, und die Herstellung, Charakterisierung und Oberflächenbeschichtung von Gläsern andererseits, was in der nachfolgenden Übersicht verdeutlicht werden soll.

Tabelle 1: Kompetenzen der Forschungsstellen

Fraunhofer IWU Höchstpräzisions- und Mikrofertigung	**Universität Jena** Otto-Schott-Institut für Glaschemie
■ Langjährige Erfahrung zur Umformung im Mikrobereich ■ Entwicklung von Prägetechnologien, Werkzeugen und Anlagentechnik zur Strukturierung von Metallen bis 1000°C ■ Exemplarische Strukturierung von Flachglas niedriger Verarbeitungstemperatur	■ Umfangreiche Erfahrung zur Herstellung von Gläsern ■ Hauptforschungsgegenstand ist Aufstellung von Zusammensetzungs-Struktur-Eigenschafts-Korrelationen zur Herstellung maßgeschneiderter Werkstoffe ■ Untersuchung von Sputter-; Aufdampf- und Sol-Gel-Verfahren

2.2 Zielsetzung und technische Bedeutung

Im Rahmen des Forschungsvorhabens soll untersucht werden, inwieweit das Heißformen zur Herstellung von Kavitäten unterschiedlicher Geometrien und Abmessungen im mm- und µm-Bereich in anorganischen Gläsern, vorrangig auf dem Anwendungsfeld der Mikrofluidik, genutzt werden kann. Das neue Vorgehen zeichnet sich dadurch aus, dass durch Beschichtung des Glases, nicht des Werkzeugs eine Entkopplung der Viskosität im Volumen und des Klebeverhaltens an der Oberfläche erzielt wird. Eine dünne, haftfeste Schicht auf dem Glaswerkstoff soll beim Abformen der Trennung von Substrat und Werkzeug dienen. Dafür muss diese Beschichtung einerseits duktil und andererseits mechanisch und chemisch stabil sein, um dem Prägewerkzeug standzuhalten. Prinzipiell kommen hierfür dünne Metallschichten, Schichten aus amorphem Kohlenstoff oder keramische Schichten im Nanometerbereich in Frage. Metallschichten und amorphe Kohlenstoffschichten können nach dem Verformungsprozess chemisch bzw. durch Oxidation an Luft entfernt werden, für dünne keramische Schichten gilt es zu untersuchen, inwieweit sie nach dem Verformungsprozess auf dem Glas verbleiben können.

Am IWU wurde nachgewiesen, dass Werkzeugbeschichtungen (z.B. PtAu5) gute Ergebnisse liefern, wenn die Grenzflächentemperatur zwischen Glas und Werkzeug unterhalb der Klebetemperatur liegt. Dies ist sowohl beim klassischen, nicht-isothermen Blankpressprozess der Fall, da hier die Werkzeugtemperatur weit unter der Werkstücktemperatur liegt, als auch beim isothermen Präzisionsblankpressen, da in diesem Fall im Viskositätsbereich unterhalb der Klebetemperatur gearbeitet wird.

Das Vorhaben zielt auf die Herstellung von Mikrostrukturen mit größeren Aspektverhältnissen (≥ 1). Die dabei erforderlichen hohen Scherraten erfordern Pressviskositäten oberhalb der Klebetemperatur. Damit wird zum Einen die Mikrostruktur in einer relativ kurzen Prozesszeit bei mäßigem Prozessdruck vollständig ausgebildet. Zum Anderen werden die insbesondere für optische Anwendungen schädlichen Eigenspannungen im Glas bereits während der Formausbildung stark reduziert. Darüber hinaus wird mit einer im Vergleich zum Präzisionsblankpressen verbesserten Abformtreue gerechnet. Ein Heißprägen bei Viskositäten oberhalb der Klebetemperatur wird mittels der alleinigen Werkzeugbeschichtung nicht realisierbar sein.

Eine Beschichtung des Glases ist weiterhin aus folgenden Gründen der reinen Werkzeugbeschichtung vorzuziehen:

- Möglichkeit der Verwendung reversibler, dünner, duktiler Antihaftschichten
- bei jedem Umformvorgang identische Anfangsbedingungen / kein Schichtverschleiß
- einfachere Anforderungen an die Beschichtung (ebenes Substrat)
- breitere Auswahl geeigneter Werkzeugwerkstoffe und deren Bearbeitungsverfahren

Für die Bewertung der Wirtschaftlichkeit des Heißprägens sind neben der Zykluszeit und Prozesssicherheit die Werkzeugkosten von großem Stellenwert. Werden kostengünstige Werkzeugwerkstoffe durch die Beschichtung des Glaswerkstoffes nutzbar, ist das ein wichtiger Faktor für den zukünftigen Einsatz dieser Technologie für die Strukturierung von anorganischem Flachglas.

Der Innovationscharakter des Projekts liegt in der Nutzung kostengünstiger, etablierter Prozesse zur Beschichtung von Glassubstraten zur Erweiterung der Verfahrensgrenzen beim Heißprägen, indem eine Entkopplung von Viskosität / Verformungsverhalten und dem Kleben des Glaswerkstoffes (Entformungsverhalten) angestrebt wird. Mit erfolgreicher Projektbearbeitung wird es möglich sein, heute noch aufwendige und teure Prozessschritte bei der Strukturierung von Gläsern zu ersetzen und damit neue Anwendungsfelder für anorganische Gläser in der Mikrosystemtechnik zu schaffen. Die Erreichung des Forschungsziels bietet die Chance, eine kostengünstige Fertigungstechnologie für mittlere und große Stückzahlen zu erhalten, deren Einsatz für folgende Produkte und Verfahren Einsparungen bedeutet:

1. Analytik (Integration optischer und mikrofluidischer Funktionen)
2. Packaging mikrosystemtechnischer Komponenten
3. Optoelektronik (diffraktive und refraktive optische Elemente)
4. Mottenaugenstrukturen für Entspiegelungen
5. pyramidale Strukturen auf Abdeckgläsern von Solarzellen zur Wirkungsgraderhöhung

Das Potential der Technologie besteht in der Erschließung eines Verfahrens zur Erzeugung hochkomplexer Geometrien bis in den Submikrometerbereich zur großflächigen Mikrostrukturierung von Flachglas. Damit wird ein wesentlicher Vorteil der abformenden Verfahren, nämlich komplexe hochgenaue Geometrien abzubilden, für die breite Werkstoffgruppe der anorganischen Gläser nutzbar gemacht. Die damit erzielbare deutlich höhere Funktionsintegration lässt auch die Realisierung von Produkten erwarten, die derzeit in Ermangelung kommerziell verfügbarer Fertigungstechnologien nicht herstellbar sind.

2.3 Vorgehensweise

Im vorgesehenen Projekt soll zur Trennung von Werkzeug und Substrat nicht das Formwerkzeug, sondern das Glas selbst beschichtet werden. Die Beschichtung soll duktil sein, wobei hierfür prinzipiell dünne Metallschichten, Schichten aus amorphem Kohlenstoff oder keramische Schichten im Nanometerbereich in Frage kommen. Vorzugsweise soll die Beschichtung dabei durch kostengünstige, etablierte Prozesse erfolgen. Durch die Beschichtung des Glases soll eine Entkopplung der Viskosität im Volumen und des Klebeverhaltens an der Oberfläche erzielt werden. Hierbei ist allerdings darauf zu achten, dass während der für die Verformung nötigen Zeit keine Auflösung der Glasbeschichtung stattfindet, d.h. es sind Reaktionen der Beschichtung mit dem Formwerkzeug, chemische Reaktionen der Beschichtung mit dem Glas (z.B. Redoxreaktionen) sowie eine Diffusion der Beschichtung in das Volumen des Glases zu vermeiden. Gegebenenfalls ist deshalb zusätzlich auf bisher bereits untersuchte Werkzeugbeschichtungen zurückzugreifen, um eine optimale chemische Verträglichkeit zwischen Werkzeug, Beschichtung und Glas zu erzielen.

Hinsichtlich der Beschichtung des Glases sollen zwei unterschiedliche Strategien zum Tragen kommen:

- Nutzung auf dem Glas verbleibender oxidischer Schichten
- Nutzung entfernbarer Metall- bzw. Kohlenstoffschichten

Die Methodik zur Qualifikation der Schichten im Prägeprozess gliedert sich in folgende Teile:

- Prägen mit ebenen Werkzeugen zur Ermittlung eines nutzbaren Prozessfensters und Analyse der oberflächenphysikalischen Effekte
- Untersuchung der Duktilität der Schichten bei steigenden Verformungsgraden
- Analyse von Kanteneffekten und Verhalten der Schichten an senkrechten Wänden

Als geeignete anlagentechnische Basis wird auf die am Fraunhofer IWU entwickelte Hochtemperatur-Heißprägetechnik zur thermisch unterstützten Mikroumformung von Metallen zurückgegriffen. Diese Anlage ermöglicht Prozesstemperaturen bis 1000°C, wobei die Temperiertechnik für den homogenen Wärmeeintrag auch in dünne Substrate ausgelegt wurde.

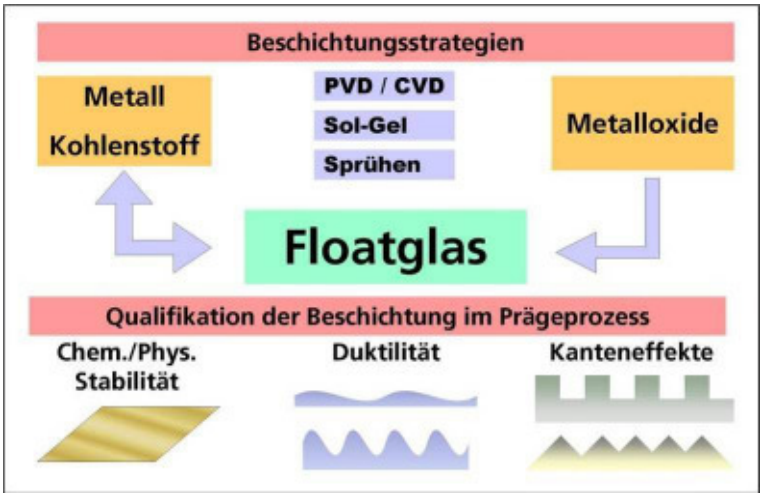


Abbildung 1: Methodisches Vorgehen im Projekt

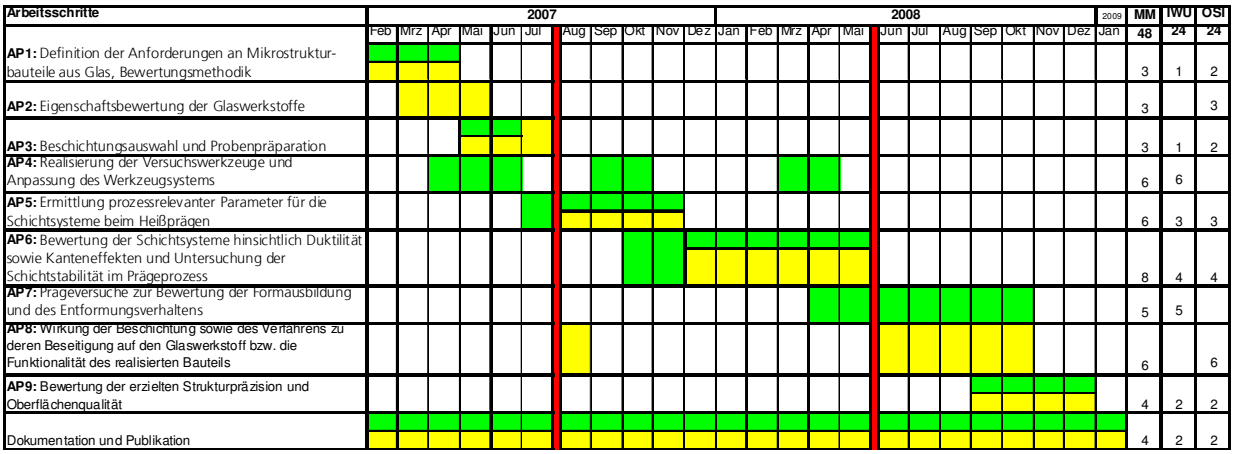


Abbildung 2: Zeitplan über Arbeitsschritte und Personaleinsatz im Berichtszeitraum

3 Projektergebnisse

3.1 Anforderungen an mikrostrukturierte Glasbauteile

Das Heißprägen von beschichteten Glaswafern muss als alternatives Fertigungsverfahren mindestens die Standardanforderungen an Glasbauteile erfüllen, die bisher mit anderen Fertigungsverfahren realisiert werden. Darüber hinaus gehende Möglichkeiten erhöhen die Attraktivität der Technologie.

Prinzipiell sind alle technisch relevanten Gläser mit der beschriebenen Prozess- und Anlagentechnik strukturierbar. Eine Ausnahme stellt lediglich Quarzglas dar, da für den dazu notwendigen Temperaturbereich der Formgebung (ca. 1500°C) weder Formwerkzeuge noch die entsprechende Anlagentechnik zur Verfügung steht. Für die zu erzielenden Anwendungseigenschaften der Bauteile steht damit ein breites Spektrum an Gläsern und demzufolge Stellparametern zur Verfügung. So lassen sich mechanische, optische, chemische Eigenschaften des Anforderungsprofils durch die Glaszusammensetzung gezielt anpassen und stellen somit keine Einschränkung an die Strukturierungstechnologie dar.

Für mikrofluidische Anwendungen wird man aus ökonomischen Gründen auf die kommerziell preisgünstig zur Verfügung stehenden Flachgläser, wie das meist farblose, einfache Kalk-Natron Glas zurückgreifen. Je nach verwendeter Stärke spricht man häufig auch von Dünnglas, Fensterglas oder Dickglas. Sind die Anforderungen hinsichtlich chemischer Beständigkeit und Temperaturwechselbeständigkeit höher, wird man auf Borosilicatglas zurück greifen, ein Silicatglas mit einem Boroxidanteil (B_2O_3) zwischen 7 und 15 %. Auch dieses Glas steht preisgünstig kommerziell als Floatglas zur Verfügung. Auf Grund seiner überragenden chemischen Beständigkeit, welche die der meisten industriell eingesetzten Werkstoffe übertrifft, eignet es sich ideal für Anwendungen in der Medizin und der chemischen Industrie. Nicht zuletzt weil es durch anodisches Bonden dauerhaft mit Silizium verbunden werden kann, zählt es in der Mikrotechnologie zu den meistverwendeten Gläsern. Auch für optische Anwendungen werden diese Gläser eingesetzt. Der Boom der Displaytechnologie hat zudem die Nachfrage an speziellen Dünngläsern (ab ca. 50 µm) erhöht. Die im allgemeinen Sprachgebrauch bedeutungstragende Eigenschaft von Glas, die optische Transparenz, hat im Bereich der Spezialoptiken zu einer nahezu unüberschaubaren Anzahl optischer Gläser mit angepassten optischen Eigenschaften geführt. Eine glasartunabhängige Prozesstechnologie zur Strukturierung von Glas, wie das Heißprägen, beseitigt damit bestehende Einschränkungen bei der Anwendung mikrostrukturierter Gläser.

Hinsichtlich der Anforderungen an abgeformte Glasbauteile bezüglich Strukturabmessungen (lateral und in die Tiefe), Strukturpräzision (Genauigkeit, Toleranzen) und die Oberflächenqualität muss zwischen mikrofluidischen und mikrooptischen Anwendungen unterschieden werden. Sowohl Größe und Abmessungen der Substrate sowie die Qualität der zu strukturierende Fläche unterscheiden sich in den beiden Anwendungsfeldern teilweise stark. Die nachfolgende Tabelle versucht, einen Überblick über die Anforderungen zu geben. Es sind jeweils Bereiche angegeben, die nicht zwingend gleichzeitig gelten.

Tabelle 2: Anforderungen an Mikrostrukturen in Glas

	Mikrofluidik	**Mikrooptik**
laterale Abmessungen	10 µm bis 1 mm	10 µm bis einige mm
Strukturtiefe	50 µm bis 5 mm	0,5 µm bis 500 µm Diffraktiv - Refraktiv
Aspektverhältnis	0,5 bis 10	deutlich kleiner 1
Strukturpräzision	im Detail meist unkritisch, oft nur Forderung nach hoher Präzision in der Gleichartigkeit der Strukturelemente	hoch, speziell bei Arrays (Zentrierung, Mittendickentoleranzen 10..100 µm)
Substratgröße	26 mm x 76 mm x 1 mm bis 128 mm x 86 mm x 3,5 mm	kaum Standards
OF-Rauheit	Ra < 1 µm	RMS < 300 nm Ra < 5 nm
Umformgrad	meist großer Materialfluss, d.h. „Massivumformung“ des Glases	Oberflächenstrukturierung (DOE) oder geringe Materialumverteilung
Steilheit	stufig, scharfkantig, steile Kanten	wellenförmig, flach, stetig (refraktive Optik)

Die erarbeiteten Erkenntnisse dieses Arbeitspunktes sind das Ergebnis aus Literaturrecherchen, umfangreichen Diskussionen mit Mitgliedern des Projektbegleitenden Ausschusses sowie eigenen Untersuchungen und Vorarbeiten an den beiden Forschungsstellen. Der geplante Personalaufwand von 3 MM wurde ausgeschöpft.

3.2 Auswahl geeigneter Gläser

Aus den festgelegten Anforderungen an die strukturierten Bauteile sowie den Kompatibilitätsanforderungen aus Fertigungsprozessen erwies es sich als zweckmäßig für die ersten Untersuchung zunächst kommerziell erhältliche Flachgläser zu verwenden. Hierzu wurde Kalk-Natron-Floatglas und Borofloat 33 ausgewählt. Diese sind in ihren Eigenschaften bereits hinreichend untersucht und dokumentiert.

Tabelle **3**: Transformationstemperatur und Ausdehnungskoeffizient von Borofloat und Kalk-Natron-Glas

	Tg	Ausdehnungskoeffizient
Borofloat Glas	525°C	3,25 · 10-6 K-1
Kalk-Natron-Glas	538°C	9 · 10-6 K-1

Tabelle **4**: Viskositätsfixpunkte Kalk-Natron-Glas und Borofloat® 33

Bezeichnung			Temperatur [°C]	
Viskositätsfixpunkt	Formelzeichen	Viskosität η $[dPa \cdot s]$	Kalk-Natron-Glas	Borofloat® 33
Verarbeitungstemperatur	ϑ_{f1}	10^{4}	1032	1270
Litteltonpunkt / Erweichungstemperatur	ϑ_{f2}	$10^{7,6}$	725	820
obere Kühltemperatur	ϑ_{f3}	$10^{13,2}$	556	560
untere Kühltemperatur	ϑ_{f4}	$10^{14,7}$	530	518
Transformationstemperatur	T_g	$10^{13,3}$	540	525

Beide Glaswerkstoffe werden größeren industriellen Maßstäben beschichtet und stellen keine besonderen Anforderungen an die Beschichtungsart bzw. -technologie.

Entsprechend des AP2, Eigenschaftsbewertung der Glaswerkstoffe, wurde hierfür ein Aufwand von 1 MM benötigt. Der hier eingesparte Personalaufwand wurde bei der Bewertung der Schichtsysteme (AP6) benötigt.

3.3 Auswahl und Untersuchung der Schichten

Für die Beschichtung der Gläser sind gewisse Anforderungen an die Schichten zu stellen. Diese müssen den für den Heißprägeprozess benötigten Temperaturen standhalten. Die Temperaturbeständigkeit der Schichten sollte den Transformationsbereich der verwendeten Gläser abdecken. Weiterhin sollten die Schichten soweit duktil sein, dass sie Strukturen von wellenförmigem bis hin zu scharfkantigem Charakter umschließen, ohne dabei zu versagen. Die Schichten sollten durch ausgereifte Verfahren aufgebracht werden und nach dem Umformungsprozess wieder entfernbar sein. Ein Verbleiben auf der Substratoberfläche ist möglich, wenn damit keine Beeinträchtigung der anwendungsbezogenen Eigenschaften der Gläser einhergeht.

Für die Herstellung von beschichteten Glassubstraten für die durchgeführten Untersuchungen wurden jeweils dünne Flachgläser zurechtgeschnitten. Die Sauberkeit und Qualität der Glasoberfläche ist dabei entscheidend für die Qualität der Schichten. Um die Oberfläche der Glasproben von Staub und Fett zu befreien waren mehrere Reinigungsgänge mit Reinigungsflüssigkeiten und destilliertem Wasser im Ultraschallbad notwendig.

Nachdem die Anforderungen an die Mikrostrukturbauteile und Gläser festgelegt waren, wurden aus einer Vielzahl von Beschichtungen vier verschiedene ausgewählt. Dabei handelte es sich um Schichten aus amorphen Kohlenstoff, als metallische Schicht wurde Gold und Chrom verwendet und als oxidische Schichten SiO_2 und TiO_2. Als Beschichtungsverfahren wurden dabei, auf Grund umfangreicher Erfahrungen, zunächst die für uns am einfachsten zu Realisierenden verwendet.

Die Goldschichten wurden mittels Kathodenzerstäubung (Sputtern) hergestellt. Da sich diese Schichten nach dem Prägen wieder leicht entfernen lassen sollen, wurde auf Einsatz von Haftvermittlern, welche normalerweise eingesetzt werden, verzichtet. Die dünnen Schichten aus amorphem Kohlenstoff wurden unter Vakuum aufgedampft. Die Schichten aus TiO_2 und SiO_2 wurden mittels Sol-Gel-Prozess aufgebracht. Hierzu kam das Verfahren des Dip-Coating zum Einsatz. Bei dem Sol-Gel-Verfahren werden je nach gewünschter Schicht verschiedene Alkoxide (bspw. für Titanoxid das TPOT, für Siliziumoxid das TEOS) eingesetzt. Diese reagieren in einer meist alkoholischen Lösung über Hydrolyse und Kondensationsreaktionen zu Oxiden. Dabei wird die Lösung von einem Sol, wo SiO-Kolloide frei beweglich sind, in ein Gel überführt. Im Gel ist das Siliziumoxid im Dispersionsmittel in unregelmäßigen Gerüsten angeordnet.

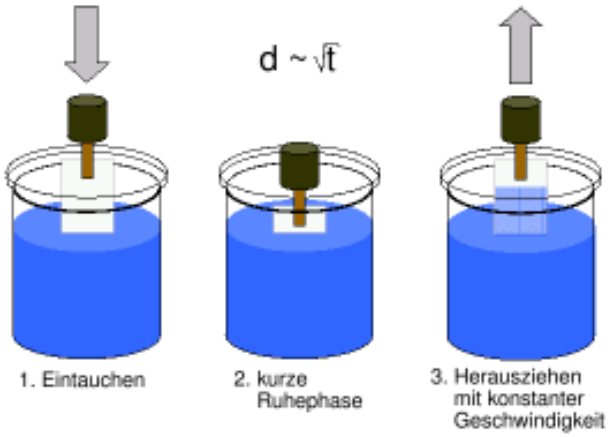


Abbildung 3

Schematische Darstellung des Tauchbeschichtungs-prozesses

Um reproduzierbare Schichten zu erhalten ist es für den Beschichtungsprozess notwendig die Parameter bei der Herstellung der Sole möglichst konstant zu halten. Maßgeblichen Einfluss besitzen hierbei die Raumtemperatur, die Luftfeuchtigkeit, das Alter und die Zusammensetzung des Sols. Bei dem Dip-Coating-Prozess befindet sich die Beschichtungslösung in einem Behältnis, aus dem das eingetauchte Glassubstrat mit Hilfe eines Motors mit einer langsamen konstanten Geschwindigkeit herausgezogen wird. Bei konstanter Temperatur und gleichem Sol ist die Schichtdicke anhängig von der Ziehgeschwindigkeit. Um Schichtdicken unter hundert Nanometer herzustellen liegt diese bei meist bei wenigen cm/s.

Weiterhin sind auch die Siliziumoxidschichten mit einem CCVD-Prozess (Flammenpyrolyse) hergestellt worden. Dabei wird durch flammenpyrolytische Zersetzung einer siliziumorganischen Substanz eine SiO_2-Beschichtung aufgebracht. Alle verwendeten Beschichtungsverfahren sind Stand der Technik. Sie können für die verwendeten Glassubstrate uneingeschränkt angewendet werden.

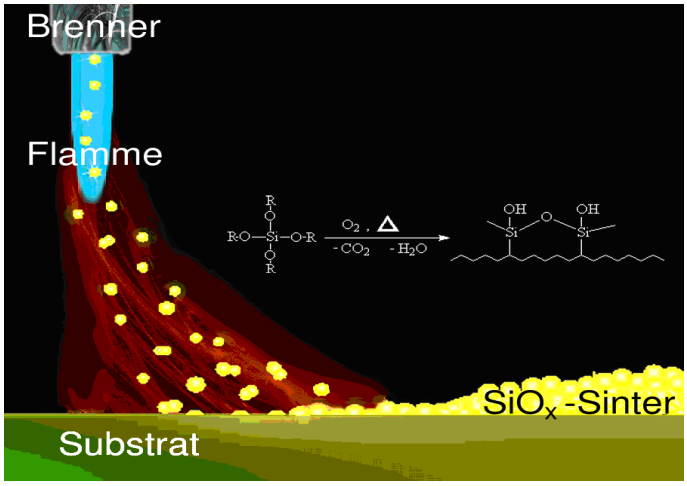


Abbildung 4

Schematische Darstellung der flammenpyrolytischen Beschichtung

Oxidische Schichten sind chemisch sehr beständig, sodass keine Reaktionen zwischen der Schicht und dem Formwerkzeug eintreten. Da sie sehr dünn, optisch transparent und chemisch dem Glas sehr ähnlich sind, können Sie nach dem Prägeprozess auf dem Glas verbleiben. Das Entfernen der Goldschichten kann entweder mechanisch (abwischen) oder durch auflösen mit Königswasser geschehen. Kohlenstoff kann beispielsweise oxidativ durch Aufheizen an Luft entfernt werden.

Um zweckmäßige Schichtparameter festzulegen wurden zunächst Gläser mit den verschiedenen Schichten und unterschiedlichen Schichtdicken beschichtet. Der Bereich für die jeweiligen Schichtdicken wurde dabei zunächst so gewählt, wie er mit den verwendeten Beschichtungstechnologien standardmäßig bzw. ohne größeren Aufwand hergestellt werden kann.

Über das Flammenpyrolyse-Verfahren lagen noch recht wenige Erfahrungen seitens des Otto-Schott-Institutes vor. Hier wurde zunächst untersucht, wie die Parameter gewählt werden müssen um verwendbare Schichten zu erhalten. Ein weiteres Problem war die Herstellung der gesputterten Gold-Schichten. Diese waren Anfangs schlecht reproduzierbar. Zudem konnten die Schichtdicken nicht zweifelsfrei bestimmt werden. Beide Probleme konnten aber gelöst werden.

Die Dicken der oxidischen Schichten wurden im Bereich von unter 100 nm hergestellt und die nichtoxidischen Schichten im Bereich von wenigen bis 50 nm.

Für die Beschichtungsauswahl und Probenpräparation (AP3) wurde am Fraunhofer IWU und am Otto-Schott-Institut insgesamt ein Aufwand von 3 MM benötigt.

Meilenstein Nr. 1 Termin: 31. Juli 2007

Die im Projekt zu untersuchenden Glaswerkstoffe sowie deren Beschichtung und Beschichtungstechnologien wurden ausgewählt. Es wird sich vorrangig auf das am weitesten verbreitete Kalk-Natron-Floatglas sowie das in der Mikrosystemtechnik stark verbreitete Borosilicatglas konzentriert. Im Projektbegleitenden Ausschuss wurde außerdem die Untersuchung eines Dünnglases aus dem Displaybereich (z.B. AF37 von Schott) angeregt. Auch wird eine Verknüpfung der Strukturierungstechnologie Heißprägen mit dem anisotropen Ätzen von Foturan als von großem Interesse angesehen.

Als Schichtsysteme werden im Bereich der Metallschichten Gold und Chrom untersucht, weiterhin Kohlenstoff und aus dem Bereich der oxidischen Schichten mehrer Varianten des Systems SiO_x und TiO_2. Als Beschichtungstechnolo-

gien werden dafür das Sputtern, pyrolytische Abscheideprozesse sowie das Sol-Gel-Verfahren eingesetzt.

Aus den applikationsspezifischen Anforderungen wurde eine Vorgehensweise für die Prägeversuche entwickelt und dafür repräsentative Geometrieelemente ausgewählt. Nach der sicheren und reproduzierbar messbaren Bestimmung der Haftkräfte und Klebetemperatur werden die zu untersuchenden Schichtsysteme zuerst auf ihre Beständigkeit im Heißprägeprozess qualifiziert. Daran schließt sich die temperatur- und zeitabhängige Untersuchung der Haft-/ Klebeneigung der beschichteten Substrate an. Die dabei besonders geeigneten Schichtsysteme sollen Duktilitätsuntersuchungen unterzogen werden, um die maximale Dehnung der Schichten bis zum Versagen experimentell zu ermitteln. Die dabei favorisierten Kombinationen sollen dann in anwendungsnahen Strukturierungen überprüft werden. Die gesetzten Ziele des Meilensteines sind somit vollständig erfüllt.

3.4 Realisierung der Versuchswerkzeuge und Anpassung des Werkzeugsystems

Die Werkzeugsystemfunktionen bestimmen neben den Eigenschaften des Werkzeugaktivteils maßgeblich die erzielbaren Produkteigenschaften. Mit der Erstellung einer Einflussmatrix wurden so die in den einzelnen Prozessschritten kritischen Werkzeugsystemfunktionen bewertet und gewichtet.

Werkzeugsystem-funktionen	Führung	Temperierung	Vakuum / Schutzgas	Handling	Antrieb
Prozessschritte					
Einbringen	++	(-)	(+)	++	+
Positionieren	+++	(-)	(-)	+	+
Evakuieren	(+)	(-)	+++	(-)	(+)
Aufheizen	(+)	+++	++	(-)	(+)
Temperieren	(+)	++++	+++	(-)	(+)
Prägen	++++	++++	++	(-)	++++
Entformen	++++	++++	++	(-)	+++
Abkühlen	(-)	+++	+	(-)	(-)
Belüften	(-)	(-)	+++	(-)	(-)
Ausbringen	(+)	(-)	(+)	++	(+)

Abbildung 5

Einflussmatrix zu den Werkzeugsystem-funktionen

Daraus abgeleitet wird ersichtlich, dass Führung, Temperierung und Antrieb als Haupteinflussfaktoren auf das Abformergebnis wirken. Die Führung der Werkzeuge beim Prägen und Entformen muss hochpräzise die Positionierung der Prägestempel lateral in der X- und Y-Achse sowie in allen drei Rotationsachsen garantieren. Dabei muss sie prozesssicher, hochtemperaturfest und vakuumtauglich ausgelegt sein. Die Temperierung muss ein schnelles Aufheizen und Durchwärmen des Glases bei präziser Regelung der Prozesstemperatur gewährleisten, wobei die thermische Entkopplung der Prägemaschine zu beachten ist. Nur so kann der Antrieb eine präzise Regelung von Kraft und Weg unabhängig von Prozesstemperatur und Last sicherstellen. Auf die erzielbare Bauteilqualität wirkt sich dabei auch die Laufgüte des Antriebs bei kleinen Prägegeschwindigkeiten aus.

In der Heißprägeanlage des Fraunhofer IWU kommt beispielsweise eine äußere Werkzeugführung zum Einsatz. Damit liegt eine hochpräzise, maschinenseitige kalte Werkzeugführung vor. Zur gleichmäßigen Erwärmung flächiger Substrate kommt ein axialer Wärmeeintrag zum Einsatz. Weitere Herausforderungen für Temperierung, Formgebung und Entformung ergeben sich beim Prägen mit Werkzeugen mehrerer Kavitäten. Der Werkzeugkontakt zum Glas darf einerseits erst unmittelbar vor dem Formgebungsprozess stattfinden, andererseits ist über eine geeignete Temperierstrategie eine prozesssichere Erwärmung des Substrates zu realisieren. Eine zweckmäßige Entformungseinrichtung muss anschließend die benötigte Entformkraft aufbringen und übertragen.

Speziell für die Untersuchungen zur Mikrostrukturierung von beschichteten Glaswafern wurden Aktivteile, Substrataufnahmen für unterschiedliche Substratgrößen sowie eine Niederhaltervorrichtung konstruiert und in die vorhandene Versuchsanlage zur thermisch unterstützten Mikroumformung implementiert. Zur Überwachung der Prozessparameter wird einerseits die vorhandene Sensorik genutzt, andererseits wurden zusätzliche Thermoelemente zur Überwachung der Glastemperatur integriert.

Für die Untersuchungen der Klebeneigung und der Haftkräfte bei unbeschichteten und beschichteten Glassubstraten wurde ein ebenes Prägewerkzeug verwendet (Abbildung 6). Dieses ist unbeschichtet und dessen Prägefläche ist quadratisch. Die Seitenlängen betragen ca. 11 mm. Die Vorteile dieses Werkzeugs sind dessen einfache Herstellung und die relativ große Kontaktfläche zum Glas an der die Adhäsionsmechanismen, welche für das Haften beziehungsweise Kleben verantwortlich sind, wirksam werden können.

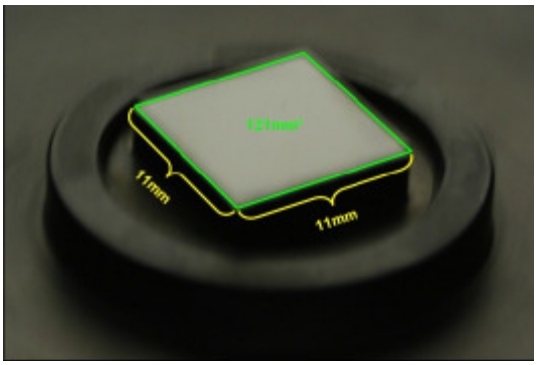


Abbildung 6

ebenes TZM-Werkzeug

Ziel des Duktilitätswerkzeugs ist es, mit einem Prägeversuch mehrere unterschiedliche Schichtdehnungen zu realisieren. Der Vorteil hierbei ist, dass die unterschiedlichen Schichtdehnungen alle unter exakt gleichen Prozessbedingungen entstehen. Hierfür wurden in die Oberfläche eines kreisrunden TZM-Werkzeugs Bohrungen mit einem Durchmesser von 500 µm eingebracht. Durch diese Oberflächenstruktur ist es bei einem Versagen der Schichten während der Umformung nicht möglich, dass es zu einem Kontakt des Glases mit dem Werkzeugmaterial kommen kann. Die Wirkungsweise des Werkzeugs ist in der Schnittdarstellung (Abbildung 7) zu erkennen. Das Duktilitätswerkzeug wird von oben in das viskose beschichtete Glas gedrückt. Im Glas herrscht eine radiusabhängige Druckverteilung, durch welche die unterschiedlich stark ausgeprägten sphärischen Strukturen zustande kommen.

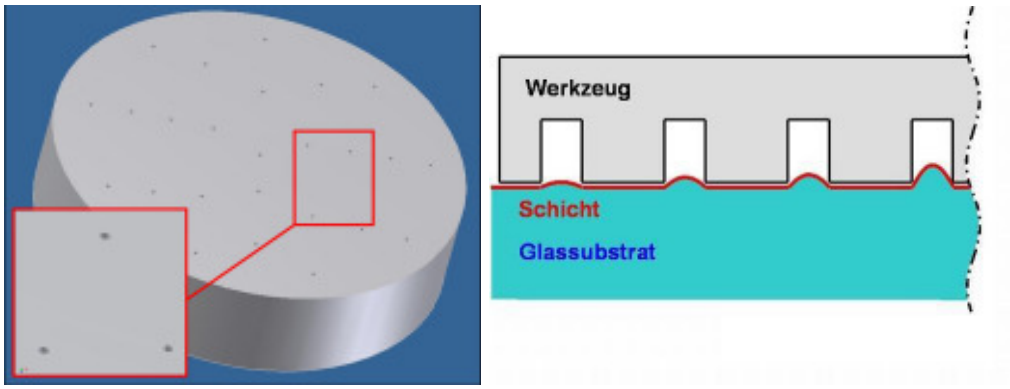


Abbildung 7

Duktilitätswerkzeug (links: 3D-Darstellung, rechts: Schnittdarstellung / Wirkungsweise)

Auf die Fläche des Glaswafers wirkt ein Pressdruck, welcher durch die Presskraft über die Fläche des Werkzeugstempels hervorgerufen wird. In axialer Richtung, d.h. normal zur prägenden Fläche ist dieser Druck konstant, da in axialer Richtung kein viskoses Material strömen und so einen Druckverlust hervorrufen könnte. Im Gegensatz dazu kann in radiale Richtung Material fließen und einen Druckverlust verursachen. Somit ist der radiale Pressdruck nicht konstant. Dieser Druck nimmt ausgehend von der Mittellinie in radiale Richtung stetig ab. Grund dafür ist, dass mit ansteigendem Radius r immer mehr Material verdrängt werden muss, welches mit einer Reibkraft dieser Strömung entge-

gen wirkt. Schließlich ergibt sich eine parabelförmige Pressdruckverteilung über der geprägten Fläche. Wird nun auf eine planparallele Probe auf der Werkstückauflage mit dem beschriebenen Duktilitätswerkzeug gepresst, entweicht das viskose Glas in den Hohlraum der Bohrungen. Dort wölbt sich das Material zu einem linsenförmigen Volumenkörper aus. Unter Beachtung der Pressdruckverteilung ergibt sich somit beim Prägen eine steigende Aufwölbung des Glases in den Bohrungen zur Mitte des Prägewerkzeuges hin und somit eine ansteigende Dehnung der Schichten, ohne dass es zu einem direkten Kontakt der Schicht mit dem Prägewerkzeug im Dehnungsbereich kommt.

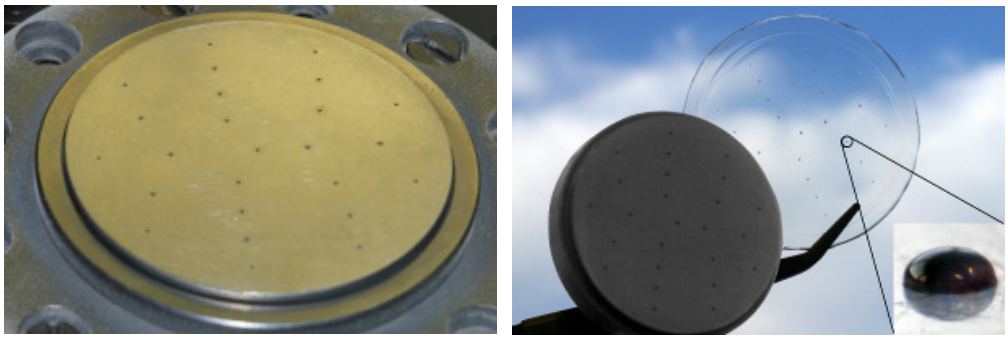


Abbildung 8

erstes Duktilitätswerkzeug in der Prägeanlage (links) und zusammen mit einer Prägung (rechts)

Das entsprechend hergestellte Duktilitätswerkzeug in Abbildung 9 dargestellt.

Die ersten Duktilitätsuntersuchungen zeigten Probleme bei der vollständigen Abformung der gewünschten Struktur (vgl. Kapitel 3.6), weshalb später noch ein zweites, verbessertes Werkzeug mit einer stark verbesserten Bohrungsqualität gefertigt wurde. Das Bohrbild und die Nomenklatur für die Positionierung ist Inhalt von Abbildung 10. Der jeweilige Radius, auf denen sich die Bohrungen befinden wird ausgehend von der Mitte mit Buchstaben versehen; z.B. r = 4,25 mm entspricht Lochkreis B. Die genaue Lage der Bohrung auf dem entsprechenden Radius wird durch die Winkelangabe definiert.

Abbildung 9

zweites gefertigtes Duktilitätswerkzeug aus TZM

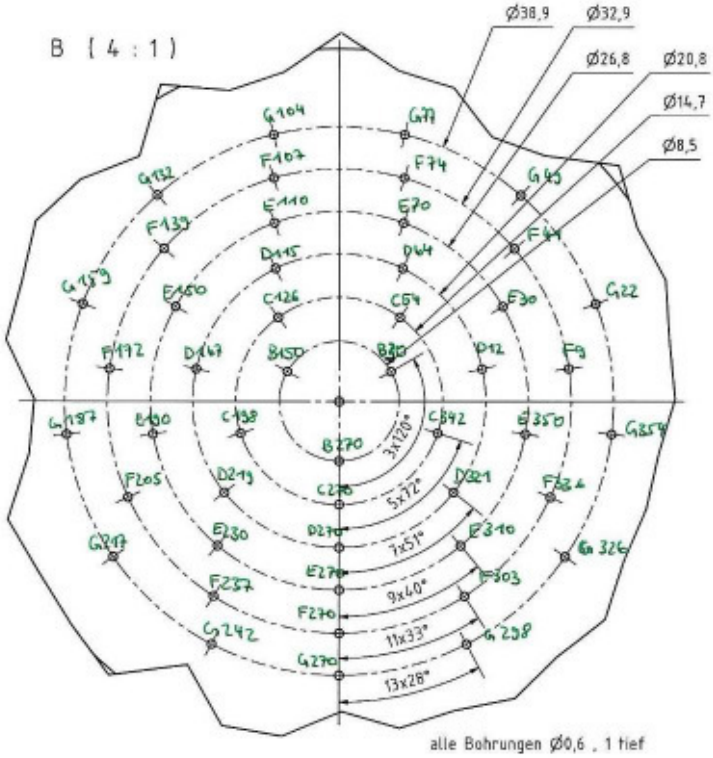


Abbildung 10

Beschriftung der Bohrungen des verbesserten Duktilitätswerkzeuges

Weitere Versuchswerkzeuge wurden zur Untersuchung des Schichtverhaltens an Kanten und senkrechten Wänden realisiert. Hier wurde einerseits auf die in der Forschungsstelle verfügbare Laserstrukturierung, als auch auf spanende Fertigungsverfahren zurückgegriffen. Zum Teil wurden in diesen Testwerkzeugen schon Formelemente der später zu untersuchenden Demonstratoren aufgenommen, welche Mikrofluidstrukturen realisieren. Abbildung 11 zeigt zwei laserstrukturierte Testwerkzeuge in Siliziumkarbid mit Mikrofluidikstrukturen und anderen charakteristischen Formelementen.

Abbildung 11

Laserstrukturierte Testwerkzeuge aus SiC

Die Realisierung der vorgenommenen Anpassungen des Werkzeugsystems und der Versuchsanlage entsprach den Planungen weitestgehend. Weitere Arbeiten wurden zur Realisierung der anwendungsrelevanten Strukturierungen und Demonstratoren notwendig. Der dafür vorgesehene Aufwand mit den beantragten Mitteln wurde vollständig ausgeschöpft. Die Strukturierung der Demonstratorwerkzeuge konnte allein mit den geplanten Mitteln nicht realisiert werden, jedoch wurde dieses Problem insoweit gelöst, dass die Ergebnisse weiterer Forschungsprojekte zur Laserstrukturierung an der Forschungsstelle Fraunhofer IWU mitgenutzt werden konnten.

3.5 Ermittlung prozessrelevanter Parameter für die Schichtsysteme beim Heißprägen

Zur Ermittelung der prozessrelevanten Prägeparameter wurde als erstes das Haft- und Klebeverhalten der unbeschichteten Glassubstrate untersucht. Die kritische Klebeneigung ist der Wert der Viskosität, bei der sich Werkzeug und Glassubstrat nicht mehr von einander trennen lassen. Für die Untersuchungen wurde ein ebenes Werkzeug verwendet, welches aus dem Werkzeugwerkstoff TZM besteht. Hierbei ergab sich, dass sich dieser Punkt der Viskosität bei Kalk-Natron-Floatglas bei einer Temperatur von 680 °C ($\eta = 10^{8,5}$ dPa·s) und bei Borofloat bei einer Temperatur von 720 °C ($\eta = 10^{9,2}$ dPa·s) befindet. Bei höheren Viskositäten ließen sich Werkzeug und Glas unter Aufbringen einer Entformkraft trennen, ohne das hierbei Werkzeug oder Glas beschädigt beziehungsweise zerstört wurden. Die dabei gemessenen Haftkräfte wurden im weiteren Verlauf der Untersuchungen als Vergleichswerte für die Wirksamkeit der Glasbeschichtung herangezogen.

Es wurden Siliziumdioxid, Titandioxid, Gold und Kohlenstoff als Schichtmaterial untersucht, im Verlauf des Vorhabens kam auf Anregung des projektbegleitenden Ausschusses noch Chrom als Schichtmaterial hinzu. Die Prozesstemperaturen, welchen diese verschiedenen Schichten standhalten sollen, ergeben sich aus dem für das Heißprägen relevanten Viskositätsbereich von der Transformationstemperatur bis zum Erweichungspunkt der verwendeten Gläser. Für das Kalk-Natron-Floatglas reicht dieser Bereich von 540 °C bis 725 °C und bei Borofloat von 525 °C bis 820 °C. Bei jeder Schicht sind, bei den Untersuchungen, verschiedene Schichtdicken verwendet worden. Durch den Temperatureinfluss kam es bei allen Schichten und jeder Schichtdicke zu einer Veränderung oder Schädigung der Schichtoberfläche. Dieses bedeutet jedoch nicht gleichermaßen ein Versagen der Schichten. Nach den Temperaturuntersuchungen wurde bei jeder Schicht die Schichtdicke, welche die geringsten Schädigungen aufwies für die weiteren Untersuchungen ausgewählt und angewandt.

Bei den Untersuchungen der Auswirkungen der Beschichtung auf die Haftkräfte und die Klebeneigung wurde ebenfalls das ebene unbeschichtete TZM-Werkzeug verwendet. Durch die Beschichtung der Glassubstrate wurde bei al-

len untersuchten Schichten eine Verschiebung der Klebeneigung nahe des Litteltonpunktes erreicht. Dieser Wert der Temperatur entspricht in etwa einer Viskosität von $10^{7,6}$ dPa·s. Weiterhin wurde beobachtet, dass bis zum Erreichen dieses Punktes Haftkräfte auftraten, welche einer Größenordnung von maximal 10% derer bei den unbeschichteten Substraten entsprachen. Abbildung 12 fasst die Untersuchungen zum Einfluss der Beschichtung auf die Haftkraft beim Entformen zusammen und verdeutlicht die Verschiebung der Klebetemperatur in Bereiche außerhalb des relevanten Prägebereichs oberhalb der Erweichungstemperatur des Glases.

Glas Beschichtung	Gold	Kohlen-stoff	SiO_x (Flammen-pyrolyse)	SiO_2 (SolGel)	TiO_2 (SolGel)	Chrom
Kalk-Natron Floatglas	Vergleichswerte beim Prägen ohne Beschichtung Reproduzierbare Haftkraft (670°C) = 27 N Klebetemperatur = 680 °C					
	0 N	0…2 N	0…2 N	0 N	0 N	0 N
	710…720 °C	>720 °C	720 °C	>720 °C	>720 °C	>720 °C
Borofloat® 33 (Pyrex)	Vergleichswerte beim Prägen ohne Beschichtung Reproduzierbare Haftkraft (700°C) = 34 N Klebetemperatur = 720 °C					
	2..6 N	0 N	0 N	0 N	0 N	----
	800 °C	>800 °C	>800 °C	>800 °C	>800 °C	----

Haftkräfte bei der Vergleichstemperatur Klebetemperatur

Abbildung 12

Auswirkung der Beschichtung auf repräsentative Haftkräfte beim Prägen mit einem ebenen Stempel

Im Ergebnis können alle untersuchten Schichtsysteme bei der Herstellung von Technologiedemonstratoren verwendet werden. Durch die Untersuchungen liegt für diese Werkzeug-Substrat-Kombinationen ein prinzipiell geeignetes Prozessfenster vor. Bei den oxidischen Schichten, welche mittels Sol-Gel-Prozess hergestellt wurden, ist eine Schichtdicke im Bereich von 50 nm bis 90 nm und bei den flammenpyrolytisch aufgebrachten SiO_2-Schichten eine Schichtdicke von 40 nm bis 100 nm untersucht worden. Bei den nichtoxidischen Schichten wurden Dicken von ca. 10 nm bis 40 nm untersucht.

Der Arbeitsaufwand entsprach an beiden Forschungsstellen dem geplanten Umfang.

3.6 Bewertung der Schichtsysteme hinsichtlich Duktilität

3.6.1 Duktilitätstest

Bei den Duktilitätsuntersuchungen wurde als erstes untersucht, inwieweit das Modell des Glasflusses mit der tatsächlichen Versuchsdurchführung übereinstimmt. Es sollte so tief geprägt werden, dass sich die Struktur in der Werkzeugmitte halbkreisförmig ausbildet, wodurch sich in einer Prägung verschiedenste Schichtdehnungen realisieren lassen. Der Prägeimpuls wurde so gewählt, dass die Höhe der Ausprägungen (vom Mittelpunkt des Werkzeuges zum Rand) 50%, 49%, 43%, 34% und 16% des Durchmessers dieser beträgt. Dies entspricht einer Schichtdehnung von 100, 96, 74, 46 und 10%.

Zur Bewertung der Wirkung der Substratbeschichtung auf den Prägeprozess wurden die Duktilitätsproben mittels Laser-Scanning-Mikroskope (LSM) und Scanning-Electron-Microskope (SEM) untersucht.

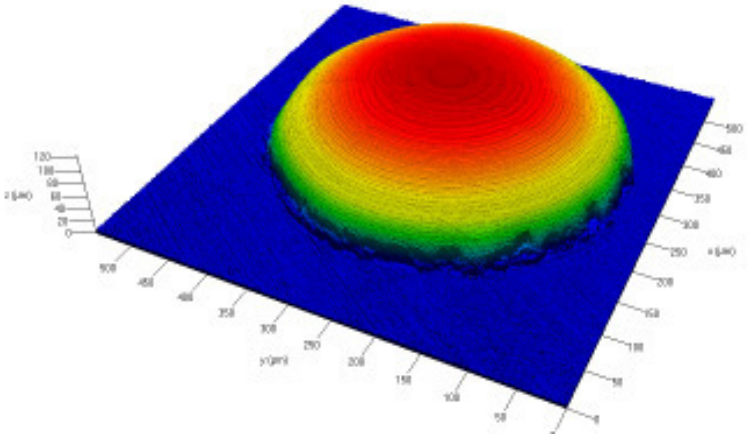


Abbildung 13

LSM Aufnahme einer geprägten Halbkugel

Mit dem LSM wurden die ausgeprägten Halbkugeln topographisch analysiert. Dabei erfolgte die Vermessung der Parameter: Höhe der jeweiligen Ausprägungen, deren Rauheit, sowie die Bewertung der Form der Halbkugeln. Weiterhin entstanden über die Reflexion des Lasers Intensitätsprofile der einzelnen Ausprägungen. Zusätzlich sind optische DIC (Differential Interference Contrast) Aufnahmen mit hoher Vergrößerung von den Mitten der Ausprägungen durchgeführt worden. DIC ist eine Methode der abbildenden Mikroskopie, die Unterschiede in der optischen Dichte des betrachteten Objektes in Kontrastunterschiede des Bildes umwandelt. Mit Hilfe der Intensitätsprofile und den DIC Aufnahmen ist es möglich nach dem Prägeprozess das Schichtverhalten zu charakterisieren. Auf Grund der starken Krümmung der Halbkugeln ist eine Untersuchung des Randes bzw. der Kante der Ausprägung nur schwer durchführbar. Um eine Aussage über Randeffekte machen zu können wurden Aufnahmen mittel SEM gemacht.

Bei den ersten Duktilitätsuntersuchungen kam es speziell bei den stark ausgeformten Linsen zum Ausbruch. Dies sind somit keine auswertbaren Messpunkte. Die Ausbrüche resultierten aus Verunreinigungen des Werkzeugs durch Glasrückstände bzw. aus Fertigungsungenauigkeiten bei der Werkzeugherstellung. Aus diesem Grund wurde ein weiteres Versuchswerkzeug für die Duktilitätsuntersuchungen mit verbesserter Oberflächenqualität und angepasster Struktur gefertigt. Damit wurden weitere Untersuchungen durchgeführt, damit eine genauere Eingrenzung, ab welchem Wert der Schichtdehnung ein Versagen der verschiedenen Schichten auftritt, ermöglicht werden konnte. Weiterhin konnten dadurch die Ergebnisse überprüft und deren Reproduzierbarkeit nachgewiesen werden. Durch eine Optimierung der Prägeparameter bei der Durchführung dieser Versuche war es möglich, Abformungen ohne Ausbrüche in den Strukturen zu realisieren.

3.6.2 Pyrosilschichten

Bei den mit SiO_2, welches per Flammenpyrolyse aufgebracht wurde, beschichteten Duktilitätsproben zeigte sich, dass es zu keinen Strukturausbrechungen beim Entformen des Werkzeuges vom Glassubstrat kam.

Die Schicht ist bei den Ausprägungen des äußeren Radius (E) noch intakt. Bei größer werdenden Ausformgraden ist zu beobachten, dass die Beschichtung zunächst rissig wird und dann immer weiter aufreißt. Dabei werden bereits entstandene Risse nicht breiter, sondern es nimmt die Anzahl und Verzweigung zu. Bei sehr großen Ausformgraden (A) sind viele kleine und einzeln vorliegende Schichtfragmente vorhanden.

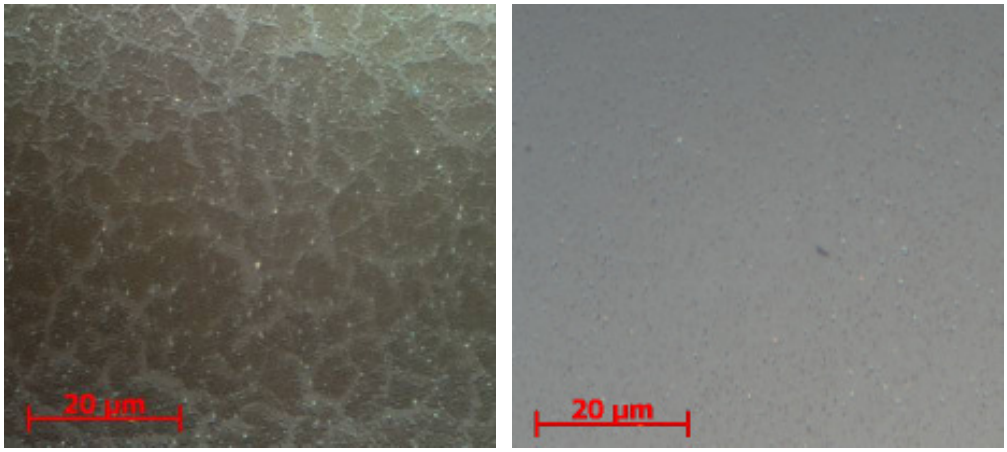


Abbildung 14: :DIC Aufnahme, LSM; Links: A00 SiO_2 Schicht (Pyrosil) Rechts: E10 SiO_2 Schicht (Pyrosil)

In Abbildung 14 sind DIC Aufnahmen zu sehen, welche mittels LSM angefertigt wurden. Das linke Bild stellt die Mitte einer Ausformung A00 dar. Es sind

Risse und die einzelnen Schichtfragmente zu erkennen, welche auf ein Versagen der Schicht hinweisen. Dagegen ist die Schicht einer Ausformung E10 (Bild rechts) vollständig intakt.

3.6.3 Titanoxidschichten

Bereits bei den Ausprägungen auf dem äußeren Radius (E) bzw. kleinen Umformgraden kommt es zu feinen Rissen in der Beschichtung. Diese werden je nach Ausformungsgrad, zur Mitte der Duktilitätsprobe hin mehr und bis zu einem gewissen Grad breiter. Allerdings zeigt sich, dass die Rissbreite anschließend konstant bleibt und lediglich die Anzahl und Verzweigungen der Risse ansteigen. Bei der mittleren Prägestruktur ist eine Vielzahl an Rissen zu erkennen.

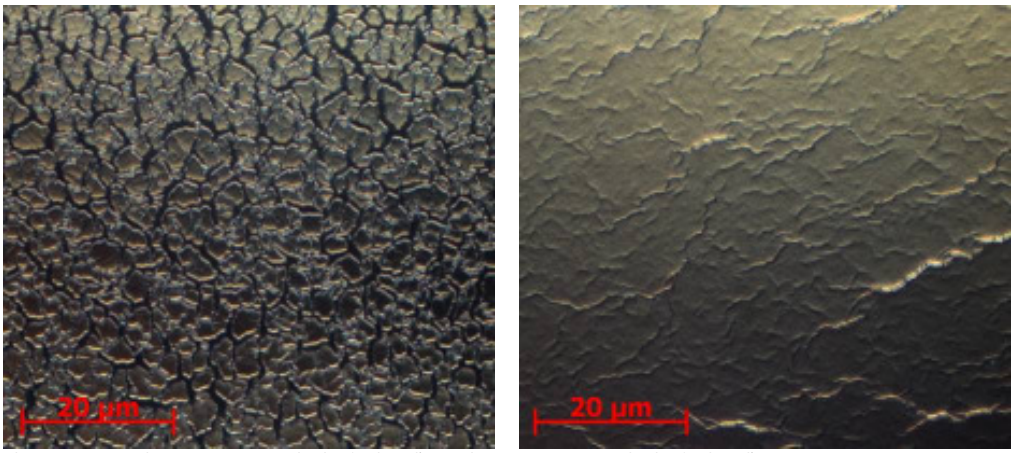


Abbildung 15: DIC Aufnahme, LSM; Links: : B02 TiO_2-Schicht (Sol-Gel), Rechts: : E02 TiO_2-Schicht (Sol-Gel)

3.6.4 Kohlenstoffschichten

Die Kohlenstoffschichten zeigen auch bei geringen Umformgraden (E) bereits feine Risse. Bei etwas größeren Umformgraden (D) zeigen die Kohlenstoffschichten starke Rissbildung und liegen in einzelnen „Schollen“ vor. Je größer der Grad der Ausformung ist, desto größer und zahlreicher werden die Risse und umso kleiner werden die einzelnen „Kohlenstoffschollen“.

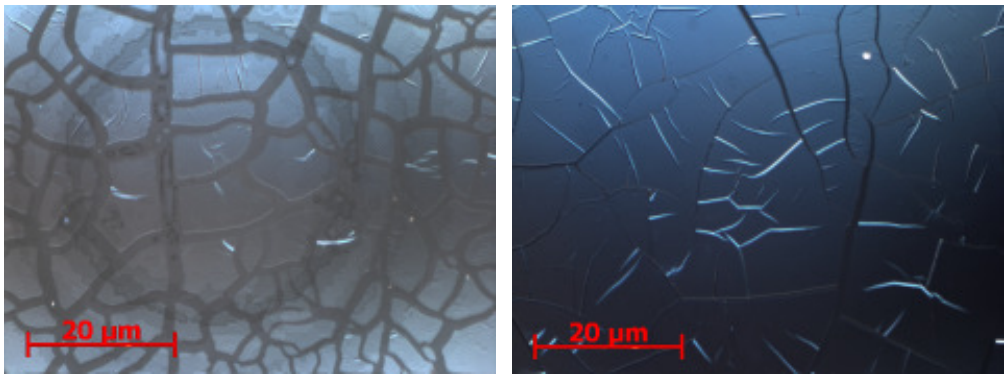


Abbildung 16: DIC Aufnahme, LSM; Links: A00 Kohlenstoff-Schicht, Rechts: E02 Kohlenstoff-Schicht

In Abbildung 17 ist eine SEM-Aufnahme einer Kante der Prägestruktur zu sehen. Es ist deutlich das Versagen der Kohlenstoffschicht zu erkennen. Die rechte Seite zeigt den Bereich der Probe, welcher mit dem Werkzeug in Kontakt war und die linke Seite einen Ausschnitt der abgeprägten Struktur. Weiterhin sind auf dem Bild horizontale Linien zu sehen. Diese sind Bildfehler und werden durch Aufladungen, welche durch die aufgerissenen und damit elektrisch zueinander isolierten Kohlenstoffschollen, hervorgerufen. Die Kohlenstoffschicht scheint von der nicht ausgeformten Seite bis zum Rand der Ausprägung noch intakt zu sein.

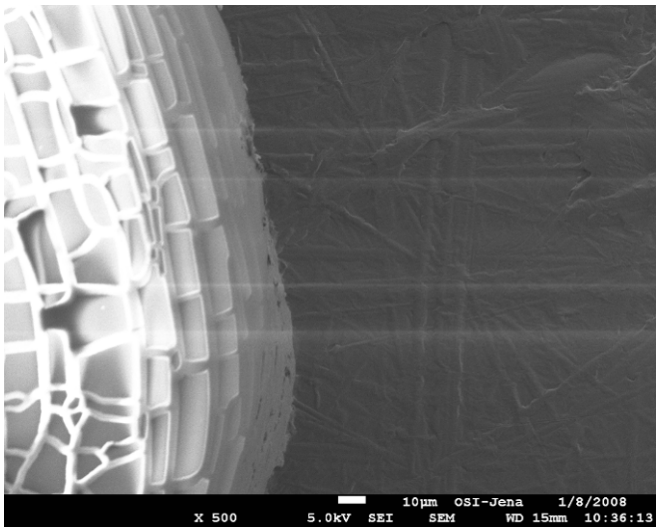


Abbildung 17

SEM Aufnahme der Kante einer mit Kohlenstoff beschichteten Ausprägung)

3.6.5 Siliziumoxidschichten

Die SiO_2-Schichten, welche per Sol-Gel-Prozess hergestellt wurden, verhalten sich bei den Duktilitätsuntersuchungen vollkommen anders als die bisher beschriebenen Schichten. Es ist bei keinem Ausformungsgrad zu einer ähnlichen Verzweigung von Rissen und dadurch zur einer „Schollenbildung“ wie bei den

anderen Schichten gekommen. Die DIC Aufnahmen der einzelnen Prägestrukturen zeigten zunächst keinerlei auswertbare Schichtdefekte, wie Risse, partielles Ablösen, etc. Es ließen sich anhand der Intensitätsprofile, welche mittels LSM erstellt wurden, genauere Aussagen über das Schichtverhalten treffen. Dabei wird die Reflexionsintensität des Lasers an der Oberfläche graphisch dargestellt. Um die Ausprägung insgesamt darstellen zu können, wurden jeweils 3 x 3 Bilder zu einem zusammengesetzt. Jedes dieser Einzelbilder wurde durch die Überlagerung mehrerer Schichten bzw. fokussierten Ebenen erstellt, welche per Software zu einem Bild zusammengesetzt wurden.

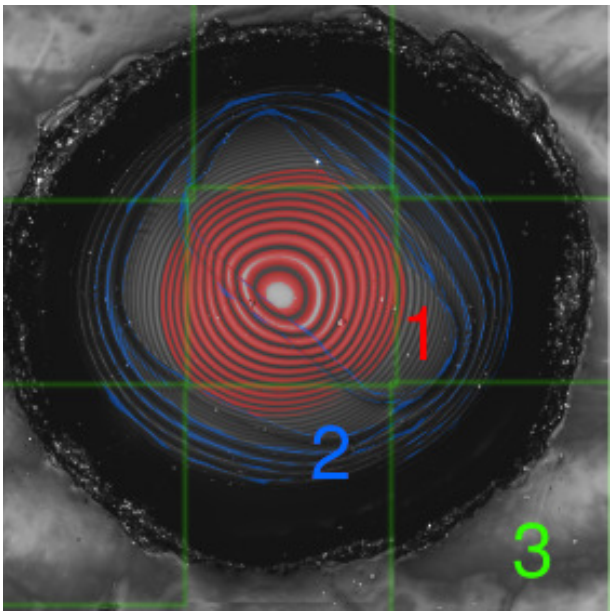


Abbildung 18

Intensitätsprofil
1 – Interferenzen
2 – Risse
3 – Einzelbilder

Abbildung 18 zeigt ein Beispiel eines Intensitätsprofils einer SiO_2-Schicht. Über den Rand der Ausprägung sind keine Informationen vorhanden (daher schwarz), da der Laser auf Grund der Reflexion nicht mehr zurück ins Objektiv reflektiert wird. Mit 1 (rot) und 3 (grün) markierte Bereiche zeigen Interferenzen bzw. Bildfehler, welche beim Erstellen der Bilder auftreten. Im Gegensatz zu den nahezu kreisförmigen Interferenzen zeigen die blau (2) markierten Bereiche Unterschiede im Reflexionsverhalten der Schicht. Diese Unterschiede sind mit einem Aufreißen der Schicht zu erklären. Die Risse verlaufen annähernd senkrecht zum Radius der Halbkugel. Je stärker der Umformgrad der Schichten umso mehr dieser Risse sind erkennbar. In der Mitte der Duktilitätsprobe (A, B) sind diese geschlossen. Auf äußeren Radien (C - E) sind diese zum Mittelpunkt der Probe offen. Von den großen Rissen gehen teilweise mehrere kleine in Richtung Mitte der Halbkugel aus. Diese sind maximal 5 µm lang.

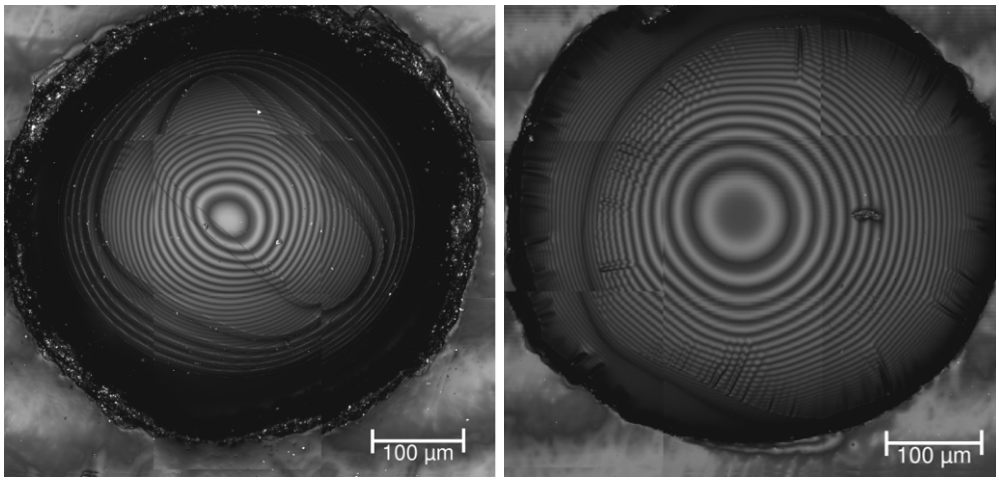


Abbildung 19: A00 (links) und E10 (rechts) Intensitätsprofil SiO_2 (Sol-Gel) beschichtete Probe

3.6.6 Goldschichten

Bei Glassubstraten, welche mit Gold beschichtet wurden zeigen die Duktilitätsuntersuchungen, dass diese Schichten nicht reißen. Allerdings weisen alle Goldschichten Veränderungen in ihrer Oberflächenstruktur auf. Diese werden durch die Abdampfung des Goldes und nicht durch die Umformung der Schichten während des Prozesses verursacht.

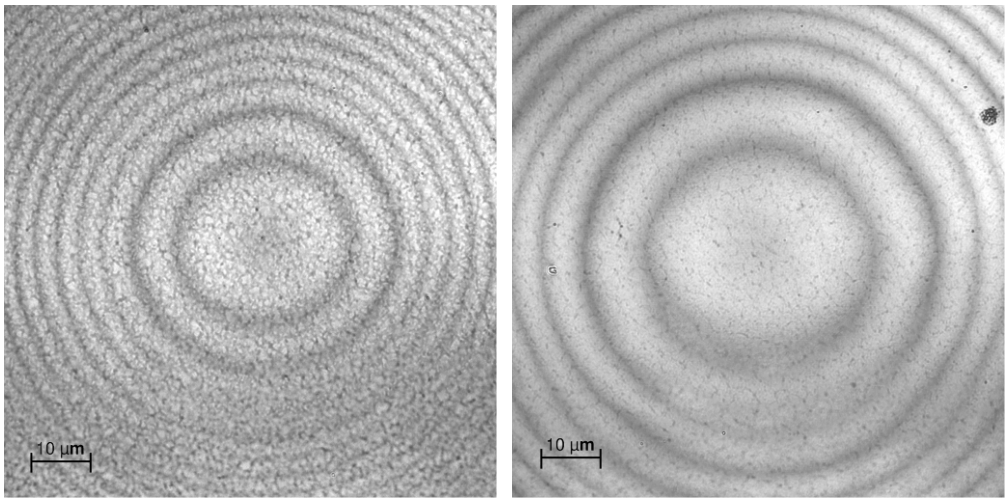


Abbildung 20: DIC Aufnahmen, LSM; Links: B06 Gold-Schicht, Rechts: E10 Gold-Schicht

In Abbildung 21 ist eine SEM-Aufnahme einer Kante der Ausprägung zu sehen. Auf der linken Seite der Aufnahme ist der Ausschnitt einer Ausprägung erkennbar. Die rechte Seite zeigt den Bereich der Probe, welcher mit der ebenen

Werkzeugoberfläche in Kontakt war. An dem Übergangsbereich ist die Verformung der Schichten am größten und hier ist ein Aufreißen der Goldschicht sichtbar.

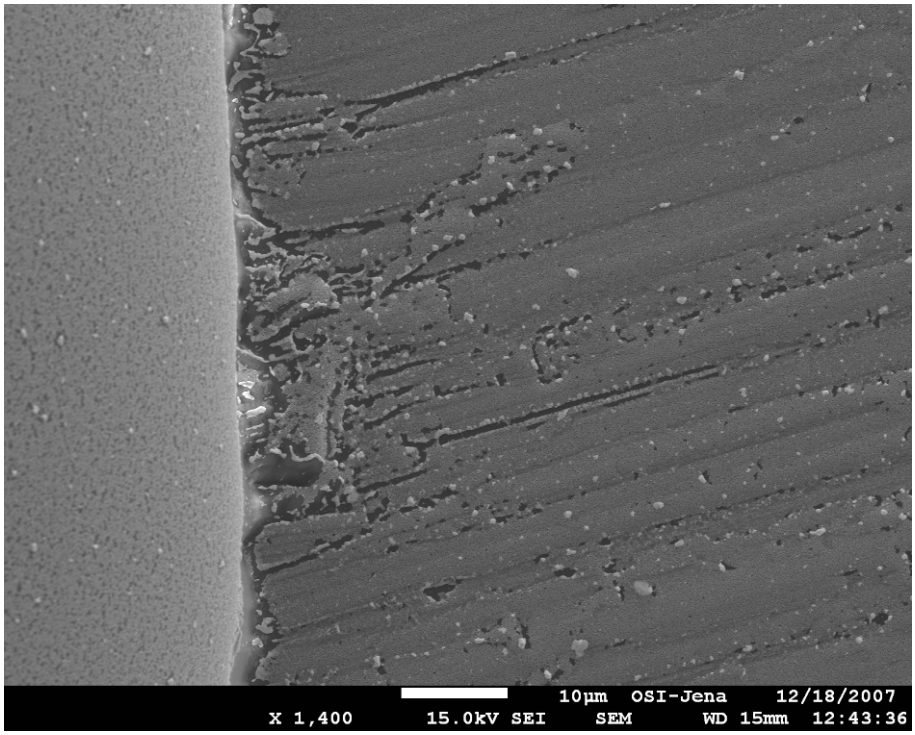


Abbildung 21

SEM Aufnahme der Kante einer mit Gold beschichteten Ausprägung

Schon während der Bearbeitung dieses Arbeitspaketes wurde deutlich, dass der geplante Personaleinsatz mit insgesamt 8 MM wahrscheinlich zu knapp bemessen war. Vor allem am Otto-Schott-Institut wurde für die Bewertung der Schichtsysteme hinsichtlich Duktilität sowie Kanteneffekten und die Untersuchungen der Schichtstabilität bereits ein erhöhter Aufwand benötigt. Es wurde zwischen den Forschungsstellen vereinbart, den zusätzlichen Personalaufwand durch freigewordene Kapazitäten aus Arbeitspaket 2 und Arbeitspaket 8 zu bewältigen.

3.6.7 Chromschichten

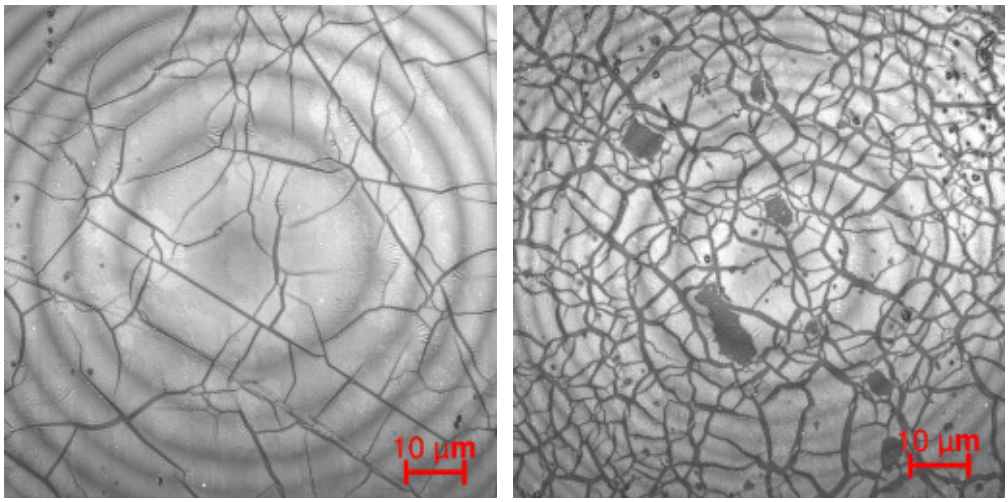


Abbildung 22: : A (links) und E (rechts) Intensitätsprofile mit Chrom beschichteter Proben

Mit Chrom beschichtete Duktilitätsproben weisen ein ähnliches Verhalten wie die Kohlenstoffschichten auf. Jedoch sind die Risse schmaler und feiner verzweigt, wodurch die Schollen kleiner als bei den Kohlenstoffschichten sind.

3.6.8 Bewertung der Duktilität

Es sind erste Prägeversuche, unter Verwendung der errechneten Prägeparameter F = 3500 N, t = 53 s und T = 660 °C, durchgeführt worden. Durch einen bestehenden Temperaturabfall zwischen den Heizfolien und dem Glassubstrat musste die Prägetemperatur für die weiteren Versuche auf T = 680 °C erhöht werden. Diese Werte wurden für die weiteren Duktilitätsuntersuchungen verwendet.

In Tabelle 5 ist eine Übersicht der Strukturhöhen der Duktilitätsproben mit den verschiedenen Schichten dargestellt. Es ist jeweils die Durchschnittshöhe der auf einem Radius befindlichen Ausprägungen angegeben. Die Abweichung der Höhe der Ausprägungen auf dem gleichen Radius jeweils einer Probe ist kleiner als 10%. Dieser Fehler resultiert aus mehreren Quellen: aus einer Verkippung des Werkzeuges während des Prägens, einer inhomogenen Durchwärmung der Glassubstrate oder aus Fertigungsfehlern hinsichtlich des Durchmessers der Bohrungen.

Tabelle 5: Höhe der Ausprägungen in Abhängigkeit vom Radius

Ausprägung (Umformgrad, theoretisch)	*A (50%)*	*B (49%)*	*C (43%)*	*D (34%)*	*E (16%)*
	Höhe [µm]				
Theoretische Höhe	250	245	215	170	80
Gold	245	236	205	180	101
Kohlenstoff	239	212	187	146	102
SiO2 (Pyrosil)	240	235	216	180	90
SiO2 (Sol-Gel)	259	245	195	150	80
TiO2 (Sol-Gel)	259	240	220	173	90
Chrom	250	231	218	146	100

Es lässt sich sagen, dass die Höhe der einzelnen Ausprägungen vom Mittelpunkt (A) zum Rand (E) der Duktilitätsproben abnimmt. Die Geometrie und Genauigkeit des Randes der ausgeprägten Halbkugeln entspricht der des Duktilitätswerkzeuges. Bei höheren Ausformgraden kam es bei manchen Proben zum Abreißen der Ausformungen. Problematisch erweist sich das vollständige Entfernen der im Werkzeug stecken gebliebenen Glasreste. Diese können Klebeerscheinungen begünstigen. Tabelle 6 zeigt eine Übersicht der Rauhigkeiten der Ausprägungen. Diese ist innerhalb des Fehlers bei allen Schichten nahezu identisch.

Tabelle 6: Rauhigkeiten der Ausprägungen in Abhängigkeit vom Radius

	Rauhigkeit [µm] ± 0,05 µm				
	A	B	C	D	E
Gold	0,15	0,14	0,15	0,13	0,06
Kohlenstoff	0,12	0,14	0,13	0,11	0,08
SiO2 (Pyrosil)	0,14	0,16	0,15	0,16	0,15
SiO2 (Sol-Gel)	0,37	0,13	0,19	0,13	0,13
TiO2 (Sol-Gel)	0,13	0,15	0,15	0,14	0,12
Chrom	0,15	0,13	0,14	0,14	0,13

Es zeigte sich, dass die bisher untersuchten Schichten alle über einen gewissen Bereich duktil sind. Die Werte, um wie viel sich die einzelnen Schichten bei eintreten eines gewissen Schichtversagens dehnen lassen, sind in Tabelle 7 dargestellt. Die farblich unterlegten und mit Zahlen gekennzeichneten Felder repräsentieren das Versagen der Schichten bei der entsprechenden Verformung, wobei die Zahlen (1 bis 4) ansteigend für ein höheres Schichtversagen stehen.

Tabelle 7: Duktilität der untersuchten Schichten

Schichtdehnung [%]	Schichtmaterial					
	Gold	Kohlenstoff	SiO_2	TiO_2	SiO_2 (Pyrosil)	Chrom
50	3	4	4	3	3	3
49	2	4	4	3	2	2
43	2	4	3	2	2	2
34	1	3	2	1	1	1
16	1	1	2	1	1	1

Erläuterung:		
	4 starke Schichtschädigung	2 geringe Schichtschädigung
	3 mittlere Schichtschädigung	1 keine/kaum Schichtschädigung

Aus den ermittelten Messwerten lässt sich erkennen, dass die Chrom-, die Gold und die Pyrosilschichten das geringste Versagen aufwiesen. Die Titanoxidschichten verhalten sich nur unwesentlich schlechter.

An wenigen Proben war es mit Hilfe einer Auswertsoftware möglich das Schichtversagen quantitativ zu erfassen. Dabei weisen die Proben ein Schichtversagen von 5 - 15% bei kleinen Umformgraden und bis zu 35 - 45% bei großen Umformgraden auf.

Jedoch wurden auch die Kohlenstoff- und die Siliziumdioxidschichten nicht von weitern Untersuchungen ausgeschlossen, da es noch unklar ist, inwieweit das hier auftretende Schichtversagen sich auf die Klebeneigung beziehungsweise die Haftkräfte auswirken wird. Bei Gold als Schichtmaterial kam es auf Grund der hohen Mobilität der Goldteilchen im Vakuum und unter den Prozesstemperaturen zu einem Abdampfen des Goldes, wodurch eine Verunreinigung der Prozesskammer und des Werkzeugsystems nicht ausgeschlossen werden kann. Bei allen anderen untersuchten Schichten wurde keine Kontamination des Werkzeugsystems oder der Prozesskammer durch herausgerissene Schichtpartikel beobachtet.

3.6.9 Schichtdehnung mit Werkzeugkontakt – Stauchversuche

Eine weitere zu untersuchende Kontaktart zwischen Werkzeug und Glas kann als Formänderung mit Kontakt in der Formänderungszone beschrieben werden. Am Einfachsten lässt sich dieser Kontakt durch die Stauchung der beschichteten Glassubstrate analysieren. Hierbei wird, der aus der Werkstoffprüfung bekannte Druckversuch als Vorbild herangezogen. Dieser wird bei den beschichten Glassubstraten, bei einer Temperatur, bei welcher diese viskoses Verhalten vorweisen, durchgeführt. Hierbei kommt es zu einer Oberflächenvergrößerung und somit zu einer Bildung „neuer“ Oberfläche. In

den Bereichen in welchen diese Oberflächenneubildung auftritt, ist es möglich, das Verhalten der verschiedenen Schichten unter dieser extremen Belastung zu charakterisieren.

In Abbildung 23 sind die einzelnen, bei der Stauchung des Substrates, im Glas auftretenden Verformungszonen dargestellt. Beim Einsatz von planparallelen Druckplatten im Versuchsaufbau kommt es zu einer Querdehnungsbehinderung infolge der Reibung zwischen den Kontaktflächen der Probe und den Druckplatten. Durch diese Behinderung der Querdehnung entsteht im Probeninneren ein mehrachsiger Spannungszustand. Dieser ist für eine Bauchung der Probe verantwortlich. Im Bereich II wird eine Druckspannung infolge der Reibung wirksam, weshalb es hier nur zu einer geringen Verformung kommt. Bereich I kennzeichnet das Volumen, welches die größte Verformung erfährt. Durch die hier wirkenden Schubspannungen bewegt sich das Material nahezu ungehindert und somit mit der höchsten Geschwindigkeit. Durch die Materialverdrängung aus dem Probeninneren werden im Bereich III Zugspannungen wirksam, welche wiederum zu einer mäßigen Verformung führen.

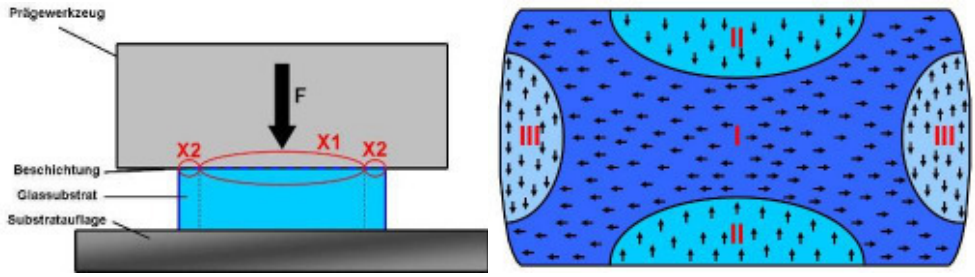


Abbildung 23

Formänderung mit Kontakt in der Formänderungszone (links) und Verformungszonen bei der Stauchung des Glases (rechts)

Die Stauchversuche wurden an mit Gold und Kohlenstoff beschichtetem Glas durchgeführt. Der Einfachheit halber wurden die zu stauchenden Proben nicht rund, sondern recheckig zugeschnitten. Die Abmessungen der rechteckigen Proben betrug 10 mm x 10 mm. Somit ergibt sich eine Ausgangsoberfläche von 100 mm². Die verschiedenen Stauchgrade auf welche die Substrate abgedünnt wurden sind in Tabelle 8 dargestellt.

Tabelle 8: Stauchgrade

Versuchsschritt	Substratoberfläche [mm²]	Substratdicke [mm]
Ausgangssituation	100	3
Stufe 1	150	2
Stufe 2	200	1,5
Stufe 3	300	1

Die Charakterisierung der gestauchten Substrate ergab, dass die Schichten nicht über die gesamte Oberfläche gedehnt wurden. Vielmehr verblieben sie zentrisch auf dem Substrat. Am Rand der Proben, in den Bereichen auf denen sich kein gedehntes Schichtmaterial befand, kam es zum „Umklappen" des Glases von der Substratkante hin zur Substratoberfläche. Weiterhin wurde beobachtet, dass im Zentrum des Substrates keine Schichtdehnung durch die Substratstauchung hervorgerufen wurde. Hier ist ein Bereich zu erkennen, wo die Schicht in Bezug auf axiale Dehnung nicht beansprucht wurde. Durch die reibungsbedingten Druckspannungen tritt kein axialer Materialfluss in Substratoberflächennähe auf, was zur Folge hat, dass sich Substratmaterial im Probeninneren bewegt ohne das die Schicht an der Oberfläche beansprucht wird. Um die Dehnung der Schichten zu ermitteln, ist es somit sinnvoll, diesen Bereich von der gesamten Schichtoberfläche nach dem Stauchprozess abzuziehen. Das Auftreten von Reibung wird zusätzlich dadurch erkennbar, dass es zu einem Ausbauchen der gestauchten Probe kommt.

Bewertung der goldbeschichteten Substrate nach dem Stauchprozess

Abbildung 24 zeigt den Übergang zwischen der zentralen beziehungsweise statischen Zone (Bereich I) und der Fließzone (Bereich II). Bei den Goldschichten wurden im zentralen Bereich des Substrates, an der Stelle wo die Schicht kaum umgeformt wurde, einzelne dünne Risse sichtbar (Abbildung 24, Bereich III). Beim Auftreten dieser Risse verlaufen diese vorwiegend senkrecht zur axialen Fließrichtung des beschichteten Glasmaterials. Sie weisen eine stochastische Verteilung auf. Der Übergang zwischen dieser statischen zentralen Zone und der daran angrenzenden Fließzone ist deutlich erkennbar. Die direkte Grenze zwischen den beiden Zonen (Abbildung 24, Bereich IV) entspricht nicht einem allmählichen Übergang, sondern es ist ein abrupter Zonenwechsel zu erkennen. Bis auf die stochastisch auftretenden Risse, welche nicht zu einem Schichtversagen führen, sind keine weiteren Beschädigungen der Schicht sichtbar.

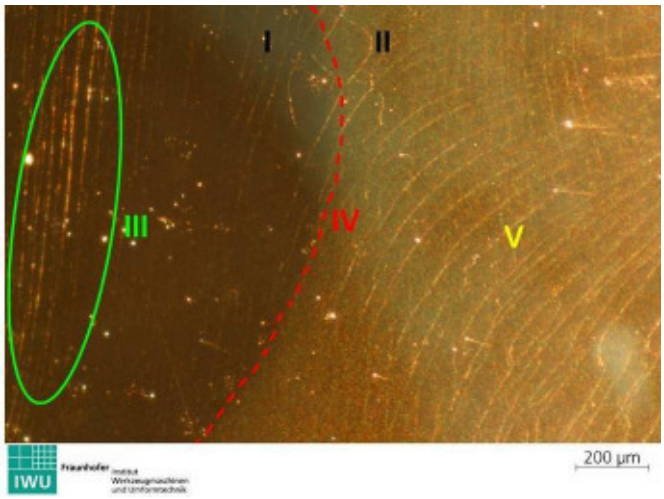


Abbildung 24: Goldbeschichtung - zentrale Zone

In der Fließzone sind ebenfalls Risse gleichen Charakters, wie im zentralen Bereich der Probe, erkennbar (Abbildung 24, Bereich V). Weiterhin treten hier, zum Probenrand hin zunehmend, Schichtschädigungen auf, welche parallel zum axialen Materialfluss verlaufen (Abbildung 25, Bereich I und Abbildung 26, Bereich IV). Diese Fließspuren der Schicht scheinen nicht auszureichen, damit unbeschichtetes Glas durch die Schicht dringt und somit in Kontakt mit dem Werkzeug kommen kann.

Abbildung 25: Goldbeschichtung - Fließzone

Abbildung 26 zeigt den Randbereich einer mit Gold beschichteten Stauchprobe. Mit II gekennzeichnet ist die Fließzone und mit III der Randbereich. Die Grenze zwischen den beiden ist, analog zu der Grenze zwischen Zentrum und Fließzone, auch durch einen deutlichen Schichtunterschied erkennbar. Die

Schicht in Bereich II ist die Schicht, welche sich vor dem Stauchprozess ausschließlich auf der Probenoberfläche befand. Die in Bereich III sichtbare Schicht befand sich ursprünglich auf dem Rand des Substrates. Durch den Umformprozess kam es zu einer Materialumlagerung von der Substratwand auf die Substratoberfläche. Diese Beschichtung in Bereich III kann somit nicht zur Auswertung des Schichtverhaltens hinsichtlich der Schichtdehnung heran gezogen werden.

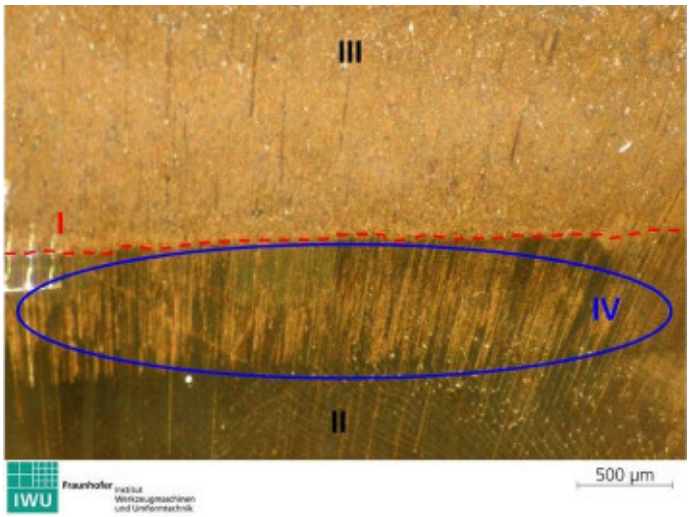


Abbildung 26: Goldbeschichtung Randbereich

Bewertung der kohlenstoffbeschichteten Substrate nach dem Stauchprozess

In Abbildung 27 ist das Zentrum einer gestauchten Kohlenstoffprobe dargestellt. Der Bereich der Schicht, welcher beim Stauchprozess kaum umgeformt wurde ist mit I gekennzeichnet. Die Begrenzung zur benachbarten Fließzone ist bei den kohlenstoffbeschichteten Proben ausgeprägter als bei den goldbeschichteten Proben. Die Kohlenstoffbeschichtung hat sich durch den Prägeprozess lediglich in seiner Oberflächenstruktur verändert. Vor den Versuchen war diese glatt, anschließend körnig strukturiert. Es war nicht möglich, Beschädigungen der Schicht, welche unter dem Aspekt des Schichtversagens zu berücksichtigen wären, festzustellen.

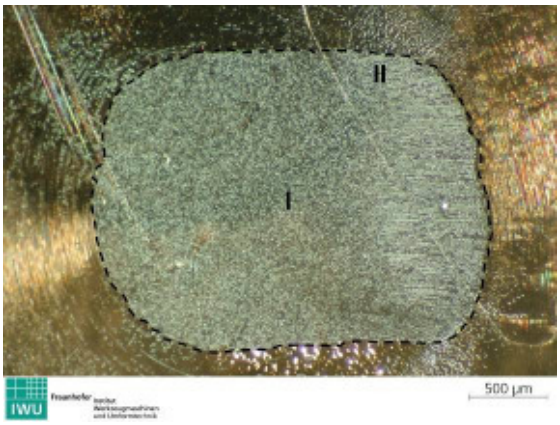


Abbildung 27: Kohlenstoffbeschichtung Zentrum

Abbildung 28 zeigt den Übergang zwischen der statischen Zone im Zentrum des Substrates (Bereich II) und der angrenzenden Fließzone (Bereich III). Die Grenze zwischen den beiden Verformungszonen ist mit I gekennzeichnet.

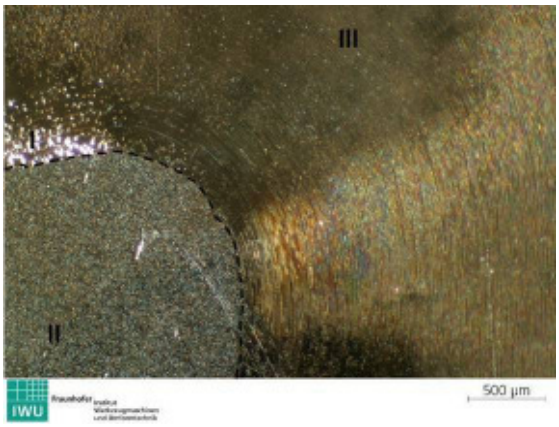


Abbildung 28: Kohlenstoffbeschichtung Zentrum - Fließzone

Mit höherer Vergrößerung beim Stereomikroskop kann man die Schichtschädigung von kohlenstoffbeschichteten Stauchproben detaillierter erkennen. Unten links in Abbildung 29 befindet man sich näher am Substratzentrum und nach oben rechts hin bewegt man sich auf den Rand der Probe zu. Nahe dem Substratzentrum tritt ein Schichtversagen in Form von senkrecht zur Fließrichtung des Materials verlaufenden Rissen auf. Nähert man sich weiter dem Substratrand treten zusätzlich Risse in axialer Richtung auf. Durch dieses Verhalten kommt es, je weiter man vom Substratzentrum entfernt ist, zu massiv zunehmender Schollenbildung. Weiterhin ist deutlich zu erkennen, dass zum Rand der Probe die Risse in der Schicht deutlich breiter werden und dass die Verzweigung der Risse ab einem bestimmten Punkt nicht mehr zunimmt.

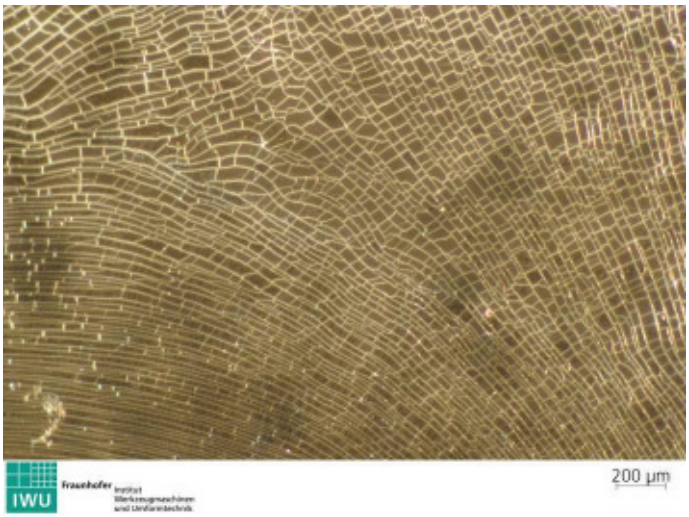


Abbildung 29: Kohlenstoffbeschichtung Fließzone Detailansicht

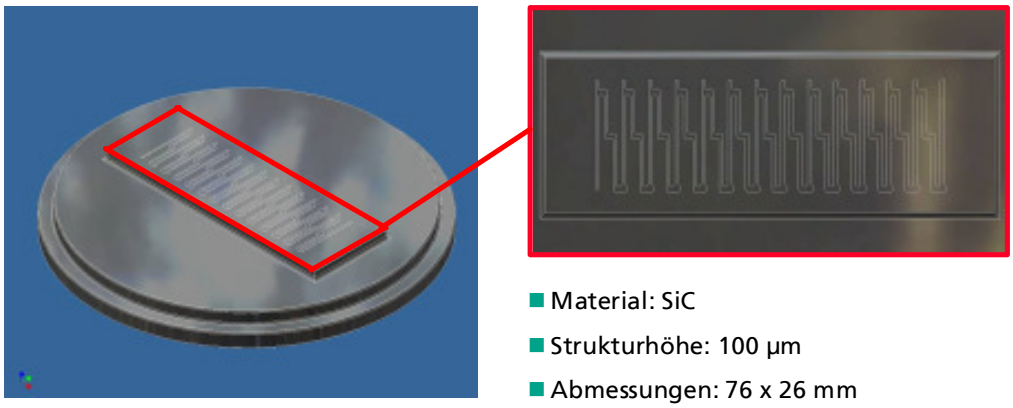
Der Arbeitsaufwand in diesem Arbeitspaket überstieg die ursprünglichen Planungen bei der Beantragung des Forschungsvorhabens deutlich. Sowohl am Fraunhofer IWU war ein größerer Aufwand zur Herstellung der Versuchswerkzeuge und für Prägeversuche notwendig, als auch am Otto-Schott-Institut wurden die notwendigen Arbeiten zur Bewertung des Schichtverhaltens ursprünglich unterschätzt. Statt der geplanten jeweils 8 MM mussten zur vollständigen Bearbeitung dieses Arbeitspaketes insgesamt mehr als 10 MM eingesetzt werden. Zur Finanzierung dieses Mehraufwandes konnten jedoch Einsparungen aus dem Arbeitspaket 2 verwendet werden.

3.7 Bewertung der Formausbildung und des Entformungsverhaltens

3.7.1 Komplexe Demonstratorstrukturen

Bei der Auswahl komplexer Demonstratorstrukturen wurde der projektbegleitende Ausschuss frühzeitig mit einbezogen. Es wurden verschiedene mikrofluidische als auch optische Teststrukturen diskutiert und hinsichtlich ihrer Machbarkeit und ihres finanziellen Aufwandes bewertet. Da der Schwerpunkt des Vorhabens in der Realisierung mikrofluidischer Strukturen lag, dort aber verschiedene Anforderungsklassen definiert werden können, wurden zwei Demonstratoren aus dem Bereich Mikrofluidik vereinbart.

Der Demonstrator A, eine strukturierte Kanalplatte für ein Durchflussanalysesystem, ist in Abbildung 30 dargestellt.



- Material: SiC
- Strukturhöhe: 100 µm
- Abmessungen: 76 x 26 mm

Abbildung 30

Demonstrator A - Durchflussanalysesystem, Werkzeugdesign

Der Demonstrator weist eine komplexe Struktur auf einem Glasw in der Größe eines Objektträgerglases auf. Die Kanalbreiten variieren von der linken Seite zur rechten gestuft von 500 µm bis 753 µm, da im Analysesystem an 12 Zulaufstellen Fluid hinzugefügt wird, die Durchflussmenge des zu analysierenden Fluids aber konstant gehalten werden soll. Die Kanaltiefe beträgt über die gesamte zu strukturierende Fläche 100 µm, wodurch sich ein relativ geringes Aspektverhältnis von 0,2 ergibt.

Aufgrund der zeit- und kostenaufwendigen Werkzeugstrukturierung (Laserstrukturierung von Siliziumkarbid-Werkzeugeinsatz) wurde als Zwischenschritt ein kleineres Prägewerkzeug vom Durchmesser 18 mm mit einem Strukturausschnitt geplant. Dies sollte die Beschädigung des Demonstratorwerkzeuges bei Prägeversuchen zur optimalen Glasbeschichtung und Prozessoptimierung ausschließen und lässt bereits frühzeitig Rückschlüsse auf die Abformgenauigkeit und das Entformverhalten zu.

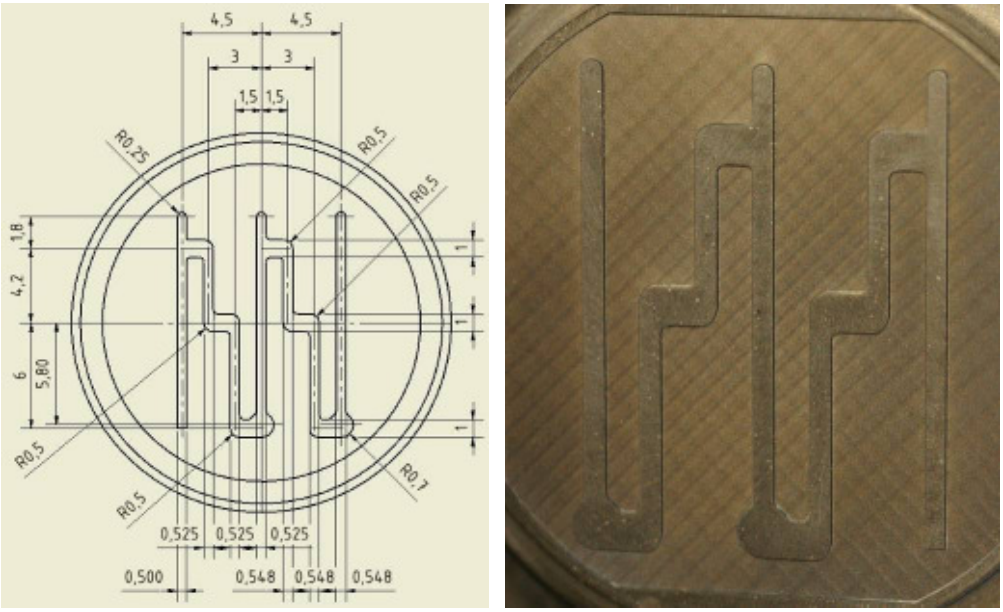


Abbildung 31

Demonstrator A - Durchflussanalysesystem, Stempel mit Teilstruktur

Für die Untersuchung und Bewertung tiefer Strukturen wurde der Demonstrator B, eine Titerplattenstruktur, ausgewählt. Titerplatten aus Kunststoff es in standardisierten Größen, meist im Format 113x77 mm² mit verschiednen Napfstrukturen (rund, quadratisch). Speziell für Lab-on-a-chip-Systeme sind aber auch kleinere Titerplatten mit einer Größe von einem Quadratzoll interessant, welche die gleiche Napfstruktur besitzen.

Die Strukturtiefe liegt bei etwa 2 mm, ist allerdings vom absoluten Maß her unkritisch. Es muss nur immer ein bestimmtes Minimalvolumen erreicht werden, damit die Näpffchen nicht "überlaufen". Auch die Seitenflanke ist nicht kritisch. Es sollte nur ein ebener Boden geprägt werden, durch den man hindurchsehen kann. Abbildung 32 zeigt das Modell des Prägewerkzeugs sowie einige Bemaßungsdetails.

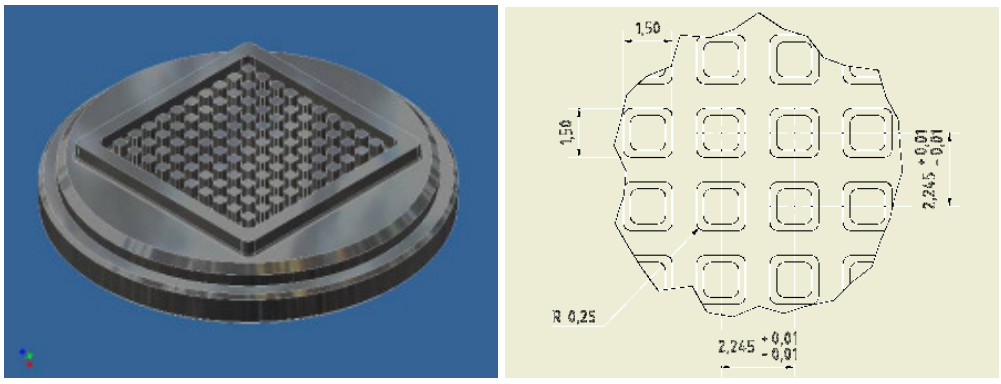


Abbildung 32

Demonstrator B, Werkzeugdesign Titerplatte

Bei diesem Demonstrator ist die Komplexität der Struktur zwar vergleichsweise gering, jedoch stellt das Aspektverhältnis extreme Anforderungen an die Prägetechnologie. Der Demonstrator wurde jedoch bewusst danach ausgewählt, um die Grenzen der Technologie erforschen zu können. Die schmalsten Stege der Struktur haben eine Breite von 0,7 mm, was bei einer Strukturtiefe von 2 mm einem Aspektverhältnis von 3 entspricht. Dieses Aspektverhältnis stellt auch erhöhte Anforderungen an den Werkzeugbau, weshalb dafür auf eine Prototypentechnologie zurück gegriffen wurde. Die Werkzeugstruktur wurde in einen einfach zu bearbeiteten Kunststoff gefräst, der als Masterbauteil für eine Feingusstechnologie diente.

3.7.2 Prägeversuche mit laserstrukturierten Testwerkzeugen

Die SiC-Testwerkzeuge wurden in verschieden beschichtete Glassubstrate abgeprägt. Hierbei wurden vorerst die Beschichtungen: Kohlenstoff, Pyrosil und Chrom verwendet. Da die Chromschichten sich als ausgezeichnet, in Bezug der Auswirkungen auf die Haftkräfte und auch der Duktilität erwiesen, wurden diese vorwiegend verwendet. Das Abprägen der beiden Teststrukturen in chrombeschichtete Glaswafer war so relativ problemlos möglich. Beim Abprägen der Teststrukturen in Kalk-Natron-Floatglas traten anfangs Haftkräfte bis zu 30 N auf und es kam zu vereinzelten Ausbrüchen der Strukturen am Werkzeug und auch im Glas. Diese könnten auf die mangelnde Qualität der Werkzeuge und auf den hohen Anforderungsgrad (hohes Aspektverhältnis) der Strukturen zurückzuführen sein. Aus Kostengründen wurden, wie bereits erwähnt, laserstrukturierte SiC-Werkzeuge eingesetzt, die im Rahmen der Entwicklung der Laser-Abtragstechnologie hergestellt wurden. Dabei wurden Grenzbereiche der Strukturierungstechnologie erprobt, was teilweise zu instabilen und für die Prägetechnologie nicht abformbaren Strukturen führte, wie sie beispielsweise bei Hinterschnitten entstehen.

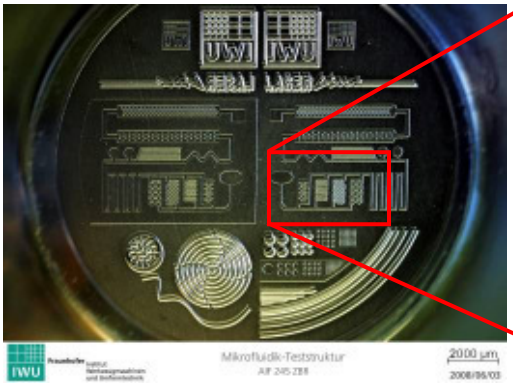


Abbildung 33: Heißgeprägte Mikrofluidikstruktur in Kalk-Natron-Flachglas

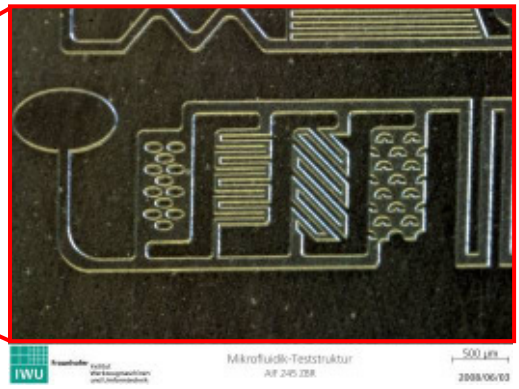


Abbildung 34: Detailaufnahme mit verschiedenen 50 µm-Kanalstrukturen

3.7.3 Demonstrator A – Durchflussanalysesystem

Aufbauend auf die Vorversuche mit SiC Testwerkzeugen wurde die Demonstratorstruktur Durchflussanalysesystem in Kalk-Natron-Floatglas mit den Beschichtungen SiO_2, Kohlenstoff und Chrom abgeformt. Die dabei verwendeten Eingangs-Prägeparameter zeigten bereits eine sehr gute Abformqualität (Abbildung 35 links), jedoch mit leichten Kantenausbrüchen an den Stellen enger Radien der Struktur. Deutlich ist auch der Unterschied in der Oberflächenrauheit zwischen Kanalgrund und Prägeebene zu sehen, welcher die Oberflächenstruktur des Prägewerkzeuges exakt abbildet. Der Kanalgrund wird durch die geschliffene Oberfläche des SiC-Prägestempels repräsentiert, während die Prägeebene dem Werkzeuggrund mit der raueren laserstrukturierten Oberfläche entspricht.

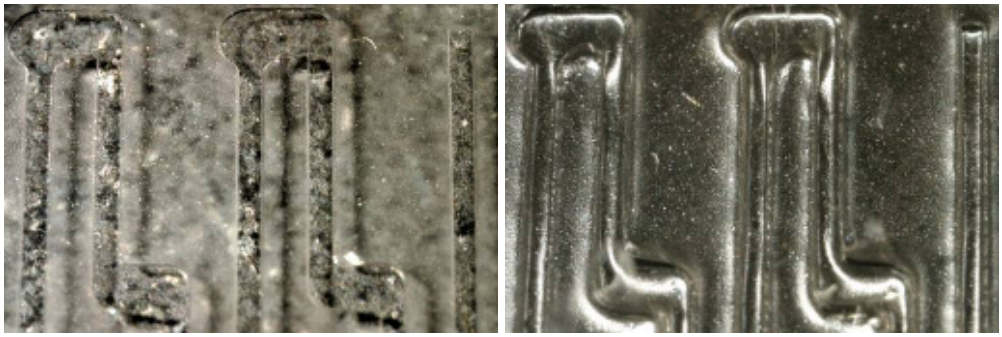


Abbildung 35

Abformung Durchflussanalysesystem mit Eingangsparametern (links) und verlängerter Relaxation (rechts)

Der Versuch diese Ausbrüche durch eine verlängerte Relaxationszeit zu vermindern, indem das Prägewerkzeug nach dem Einbringen des gleichen Prägeimpulses länger mit dem Glas in Kontakt bleibt, bevor die Entformung stattfindet, brachte nicht den erwünschten Erfolg. Zwar traten keine Glasausbrüche an den Strukturkanten auf, jedoch führten die Hafterscheinungen zwischen Prägewerkzeug und Glas zu einem Verzug der Struktur nach dem Prägen, sodass keine plane Prägeebene erhalten blieb (Abbildung 35 rechts).

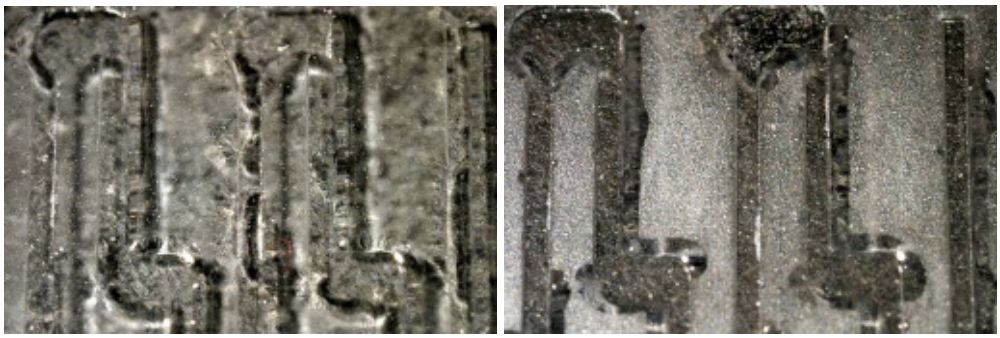


Abbildung 36

Abformung Durchflussanalysesystem mit verringerter Viskosität

Eine weitere Absenkung der Viskosität um ein Drittel, mit dem Ziel der schnelleren Formgebung, führte zu verstärkten Glasausbrüchen an den Strukturkan-

ten (Abbildung 36), unabhängig von der verwendeten Beschichtung. Dabei ist anzumerken, dass in diesem Stadium des Forschungsvorhabens keine Schichtoptimierung mehr erfolgte, sondern nur die als günstig abgeleiteten Schichten aus den Haftkraft- und Duktilitätsuntersuchungen verwendet wurden.

Die Versuche zeigten deutlich, dass zur optimalen Replikation der Struktur in einem engen Prozessfenster geprägt werden muss. Die alleinige Anpassung eines Parameters, wie etwa der Prägeviskosität oder der Relaxationszeit führt nicht zwangsläufig zur Verbesserung der Formgenauigkeit bei der Abformung.

Abbildung 37

Abformung Durchflussanalysesystem, Einfluss des Prägeimpulses auf die Strukturausformung

Zur Ermittlung des notwendigen Prägeimpulses zur vollständigen Abformung der Struktur wurde deshalb eine Versuchsreihe durchgeführt, bei welcher der Prägeimpuls langsam gesteigert wurde, bis eine Kalibrierung der Struktur erreicht wurde, d.h. die Werkzeugstruktur vollständig abgeformt wurde, ohne dass ein Kanteneinzug wie in Abbildung 37 links auftritt.

Die Abbildung 37 zeigt zwei Prägeversuche mit unterschiedlichem Prägeimpuls. Auf der linken Seite (kohlenstoffbeschichtete Probe) ist deutlich die noch starke Kantenverrundung zwischen Kanalstruktur und Prägeebene zu erkennen. Der beim Verschließen durch einen Strukturdeckel entstehende Kanal hätte hier nicht den gewünschten rechteckigen Querschnitt und es ist nicht auszuschließen, dass Lecks zwischen zwei Kanälen auftreten. Die Abformung auf der rechten Seite in Abbildung 37 (chrombeschichtete Probe) zeigt hingegen eine vollständig ausgeformte Struktur ohne Kantenverrundung. Der Prägeimpuls war dabei im Vergleich zur Probe auf der linken Seite um ca. 40% höher, bei sonst unveränderten Prägeparametern.

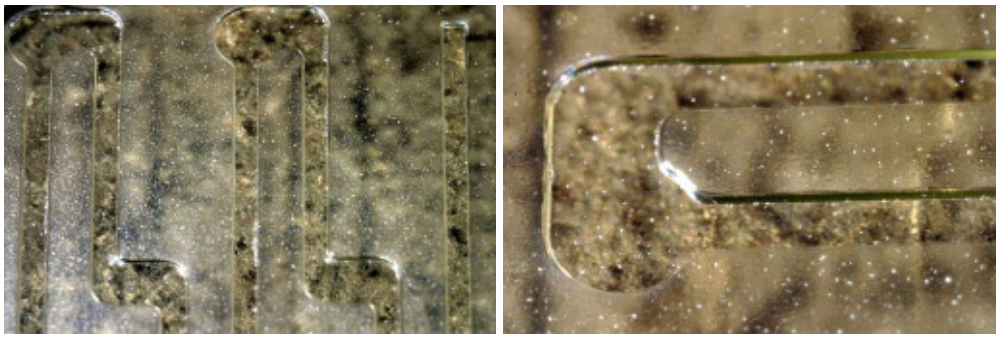


Abbildung 38

Abformung Durchflussanalysesystem mit optimierten Prozessparametern

Mit den optimierten Prozessparametern konnte die Demonstratorstruktur anschließend defektfrei abgeformt werden. Die Abbildung 38 zeigt einen Ausschnitt der Kanalstruktur (links) sowie eine Detailaufnahme. Sie zeigt die Detailtreue im Hinblick auf die vollständige Ausformung als auch die prozesssichere Replikation ohne Kantenausbrüche.

Die Bewertung des Schichtverhaltens an den nahezu senkrechten Wänden und Strukturkanten war Inhalt der weiteren Untersuchungen am Otto-Schott-Institut und wird im Kapitel 3.9 näher erläutert.

3.7.4 Demonstrator B - Titerplatte

Ziel der Untersuchungen zum Demonstrator Titerplatte war die Herstellung einer genormten Titerplattenstruktur in Flachglas durch Heißprägen, wozu ein Prägewerkzeug mit einer Prägefläche von 1 Quadratzoll konstruiert und gefertigt wurde (vgl. Kapitel 3.7.1). Die für die Herstellung des Prägewerkzeuges angewendete Titan-Feingusstechnologie konnte die Struktur zwar ohne Einschränkungen realisieren, allerdings entsprach die erzielte Oberflächenqualität der Strukturwände nicht den Anforderungen an ein Heißprägewerkzeug zur Mikrostrukturierung von Glas wie in den Anforderungen in Kapitel 3.1 beschrieben. Abbildung 39 zeigt das realisierte Werkzeug sowie eine Detailaufnahme der Strukturwände. Bereits visuell betrachtet wird die hohe Oberflächenrauheit deutlich sowie das Auftreten von Poren im Werkzeugwerkstoff, die bis an die Oberfläche reichen. Die Oberseite des Werkzeuges wurde überschliffen und poliert, um die Transparenz des Kavitätengrundes zu gewährleisten.

Abbildung 39

Demonstrator B, Werkzeug Titerplatte in Titan (links) mit Detailaufnahme der Strukturwände (rechts)

Trotz der schlechten Ausgangsbedingungen wurde eine Abformung in Glaswafer versucht. Dazu wurden in systematischer Vorgehensweise steigende Prägetiefen angefahren. Die Versuche wurden zum Nachweis der Reproduzierbarkeit zweifach wiederholt. Geplant wurde ein Versuchsprogramm mit gestuften Prägetiefen von 100, 300, 500, 700, 900, 1100 und 1450 µm, wobei die letzte Stufe der vollständigen Abformung der Struktur entspricht, da das verdrängte Glasmaterial in den Kavitäten nach oben steigt und somit bei diesem Prägeweg eine Kavitätentiefe von 2 mm erreicht werden würde. Als Beschichtung wurde Kohlenstoff eingesetzt. Die Versuchsergebnisse sind komprimiert in Tabelle 9 dargestellt.

Tabelle 9

Prägestufe	**Kavitätentiefe**	**Prägeergebnis**
100 µm	110 µm	- keine Haftkräfte messbar - problemlose Entformung
300 µm	370 µm	- geringe Haftkräfte < 30 N - problemlose Entformung
500 µm	780 µm	- stärke Hafterscheinungen - manuelle Enformung nach leichter Abkühlung
700 µm	1100 µm	- große Haftkräfte (300..500 N) - Einzelne Strukturausbrüche - nur eine Probe defektfrei
900 µm	(1350 µm)	- großflächiger Ausbruch des Glases - vollständige Haftung am Werkzeug

Bis zu einer Prägetiefe von 300 µm traten keine Probleme auf, bereits ab einer Tiefe von 500 µm kam es aber schon zu verstärkten Entformproblemen. Aus diesem Grund wurden ab einer Prägetiefe von 700 µm mehrere Prozessstrategien untersucht, welche jedoch zu sich kaum unterscheidenden Ergebnissen führten. Die Haftkräfte stiegen so stark an, dass es zuerst zu einzelnen Strukturausbrüchen kam, d.h. die einzelne Kavitätenwände wurden beim Entformen

mit aus dem Glas heraus gerissen. Bei einer weiteren Steigerung der Prägetiefe kam es dann zum vollständigen Ausreißen der geprägten Struktur aus dem Glaswafer (Abbildung 40).

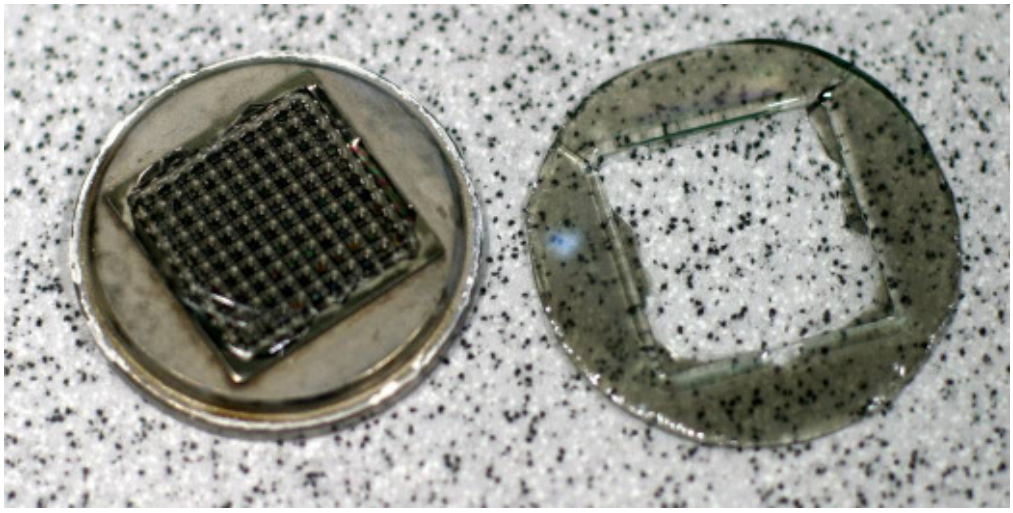


Abbildung 40

Großflächiger Strukturausbruch bei einer Prägetiefe von 900 µm

Leider war es im Rahmen des Projektes nicht mehr möglich weiter Iterationsstufen durchzuführen, um einerseits die Werkzeugqualität und andererseits die Beschichtung zu optimieren. Mit dem vorhandene Werkzeug konnten immerhin Kavitätentiefen von über einem Millimeter prozesssicher abgeformt werden (Abbildung 41), jedoch nicht die vollständige Strukturabformung erreicht werden. Dies wird hauptsächlich auf die mangelnde Werkzeugqualität zurück geführt. Die raue Oberflächenstruktur der Werkzeugseitenwände führt neben den durch die Beschichtung minimierten Haft- und Klebeerscheinungen zu einer mechanischen Verklammerung der Struktur im Werkzeug, welche die Entformung ab einem bestimmten Abformgrad unmöglich macht. Prinzipiell ist das Verfahren jedoch geeignet, um auch tiefe Kanal- und Kammerstrukturen abformtechnisch in Glas herzustellen.

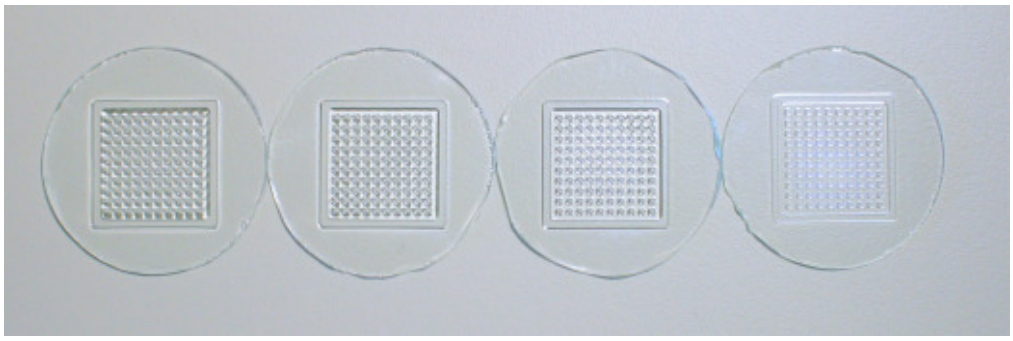


Abbildung 41

Abgeformte Titerplattenstrukturen in Kalk-Natron-Floatglas

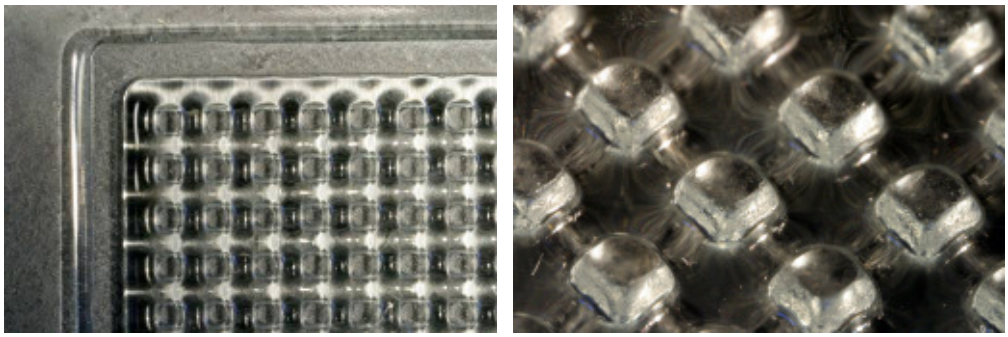


Abbildung 42

Detailaufnahme einer geprägten Titerplattenstruktur

Der eingesetzte Arbeitsaufwand im gesamten Arbeitspaket 7 entsprach den Planungen, es wurden 5 Personenmonate für die Untersuchungen eingesetzt.

3.8 Wirkung der Beschichtung auf die Funktionalität des realisierten Bauteils sowie Entfernbarkeit der Beschichtung nach dem Prägen

Die untersuchten nichtoxidischen Schichten (Gold, Kohlenstoff und Chrom) sollten auf Grund ihrer chemischen, mechanischen und optischen Eigenschaften im Hinblick auf die Funktionalität des strukturierten Bauteils nach dem Heißprägen wieder entfernt werden.

Eine mechanische Entfernung oder das Ablösen der Schichten mittels Ultraschallbad ist bei den Kohlenstoff- und Goldschichten möglich. Allerdings können an engen Kanten Schichtreste verbleiben, welche die Gebrauchseigenschaften des Bauteils beeinflussen können. Eine Entfernung der Kohlenstoffschichten ist durch 30 minütiges Aufheizen auf 500°C an Luft möglich. Hierbei wird die Glasoberfläche nicht verändert. Die Goldschichten können mittels eines Gemischs aus drei Teilen konzentrierter Salzsäure und einem Teil konzentrierter Salpetersäure (Königswasser) entfernt werden. Auf Grund der kurzen Wirkphase von weniger als 30 Sekunden kommt es zu keiner Schädigung der Glasoberfläche. Nach dem Entfernen konnte bei beiden Schichten keine Rückstände mehr nachgewiesen werden.

Die Chromschichten ließen sich mit keiner der untersuchten Methoden entfernen. Vermutlich kommt es bei dem Prägeprozess zu einer Passivierung der Schicht, welche äußerst beständig ist.

Mit Rücksprache des projektbegleitenden Ausschusses wurde auf weitergehende Untersuchungen auf eine Diffusion der nichtoxidischen Schichten in das Substrat verzichtet, da ein eventueller Einfluss auf die Gebrauchseigenschaften zunächst als unwahrscheinlich angenommen wurde. Eine Untersuchung auf den Einfluss der oxidischen Schichten auf die Gebrauchseigenschaften sollte erst an fertigen Demonstratoren vorgenommen werden. Der Arbeitsaufwand

für dieses Arbeitspaket beträgt 2 MM. Der eingesparte Personalsaufwand von 4 MM wird für die Bewertung der erzielten Strukturpräzision und Oberflächenqualität (AP9) benötigt.

3.9 Bewertung der erzielten Strukturpräzision und Oberflächenqualität

Die Demonstrationsstrukturen wurden mittels mikroskopischer Methoden untersucht. Zunächst mussten Aufnahmeverfahren und eine Methodik für die Probenpräparation gefunden werden um Informationen über die Präzision der geprägten Strukturen zu erhalten. Die Topografie und die Rauhigkeit konnten mittels LSM sehr Präzise bestimmt werden. Wie bereits in Kapitel 3.6.1 erwähnt ist die Vermessung steiler Kanten auf Grund der begrenzten numerischen Apertur der Objektive sehr schwierig. Abbildung 43 zeigt den „Kanteneffekt“ an einer Stufe einer mit Kohlenstoff beschichten Demonstrationsstruktur. In der Topografie ist deutlich eine Überhöhung am Rand zu erkennen. Zudem wird dieser deutlich zu breit dargestellt.

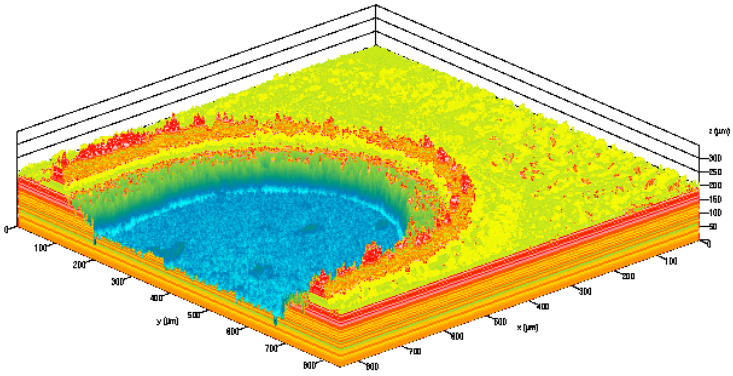


Abbildung 43

„Kanteneffekt“ an einer Stufe

Für die Ermittlung der Abformgenauigkeit wurden optische Aufnahmen der geprägten Strukturen angefertigt. Mit Hilfe einer Bildbearbeitungssoftware wurden Übersichtsaufnahmen der Strukturen binarisiert und bearbeitet, sodass nur die Kanten der Struktur zu sehen sind. Über die Breite und den Verlauf der Kanten ist eine Aussage über die Abformgenauigkeit möglich. Weiterhin wurden Querschliffe der Demonstrationsstrukturen angefertigt und optisch vermessen.

Es zeigte sich, dass die Demonstrationsstrukturen (laserstrukturierte Testwerkzeuge, Durchflussanalysesystem) bei optimierten Prozessbedingungen vollständig ausgeformt werden können. Dabei entspricht die erzielbare Präzision der des verwendeten Werkzeuges. Die Titerplatten konnten, wie im Abschnitt 3.7.4 bereits geschrieben, nicht vollständig ausgeformt werden. Daher konnte

hier nur das Schichtverhalten bewertet, aber keine Aussage über die Prägequalität getroffen werden.

Da keine optischen Bauelemente als Demonstratoren hergestellt wurden, wurde auf eine Auswertung der optischen Eigenschaften verzichtet.

Der Arbeitsaufwand zur Bewertung der erzielten Strukturpräzision und Oberflächenqualität war mit 8 MM höher als die geplanten 4 MM. Der Grund hierfür war einerseits die aufwändige Probenpräparation. Andererseits waren viele Messschritte und Bildauswertungen zur Bestimmung der Reproduzierbarkeit und Genauigkeit der Prägeergebnisse notwendig, wobei diese nicht automatisierbar sind. Für diesen Mehraufwand von 4 MM wurden die freigewordenen Kapazitäten aus AP 8 verwendet.

3.9.1 Durchflußanalysesystem

Abbildung 44 zeigt eine mikroskopische Aufnahme des 18 mm Demonstratorwerkzeuges des Durchflussanalysesystems. Es sind deutlich Ausbrüche der mikrofluidischen Struktur zu sehen.

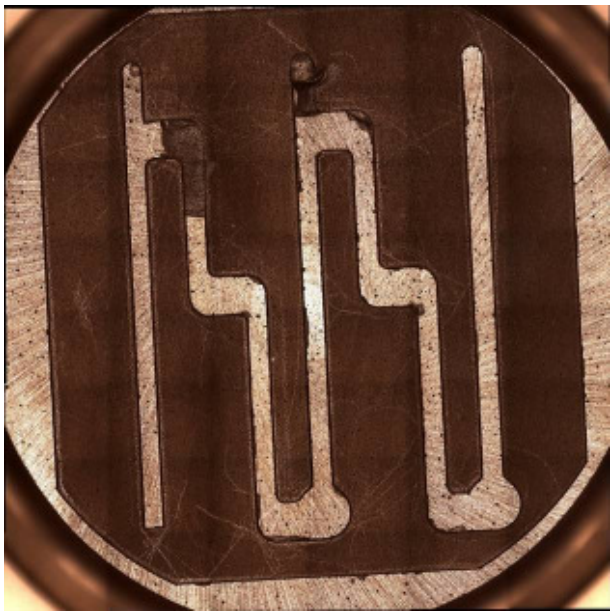


Abbildung 44

Aufnahme des Werkzeugs Durchflußanalysesystem

Die Struktur wurde mit schrägen Kanten erodiert, sodass die Kanäle im Grund schmaler und oben breiter sind als auf der Zeichnung. Die Abweichung zu einer senkrechten Kante beträgt ungefähr 20°. In engen Radien ist die Kantenschräge nahezu 90°.

Die Rauhigkeit der beschichteten und geprägten Bauteile entspricht im Rahmen des Messfehlers der des verwendeten Werkzeuges.

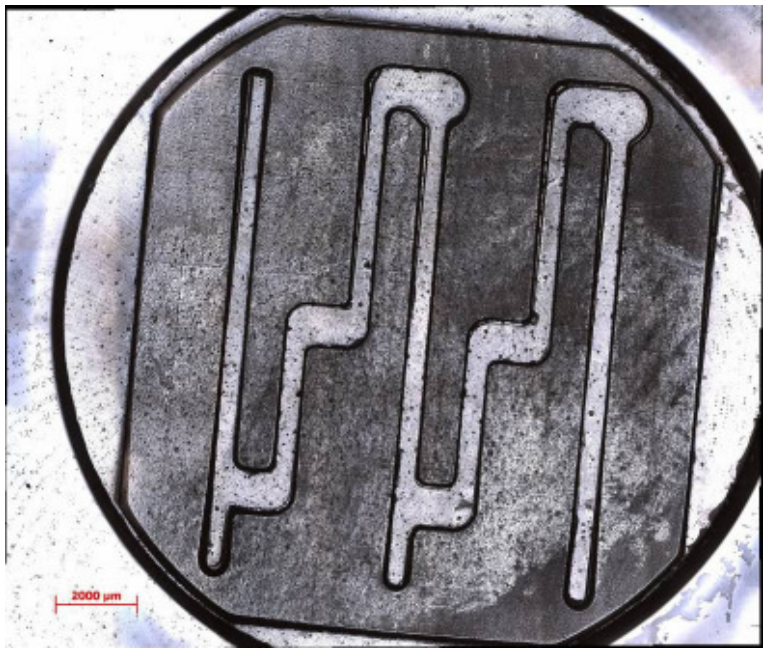


Abbildung 45

Mikroskopische Aufnahme des Durchflußanalysesystems (mit Chrom beschichtet)

Für das Prägen des Durchflußanalysesystems wurden mit TiO_2-, Kohlenstoff und Chrom beschichtete Proben ausgewählt. Grundsätzlich entspricht die Rauhigkeit der beschichteten und geprägten Bauteile der des verwendeten Werkzeuges. Abbildung 48 zeigt eine mikroskopische Aufnahme des geprägten Demonstrators, welcher mit Chrom beschichtet ist. Aus einer solchen Aufnahme wurden mittels Software die Kanten herausgearbeitet.

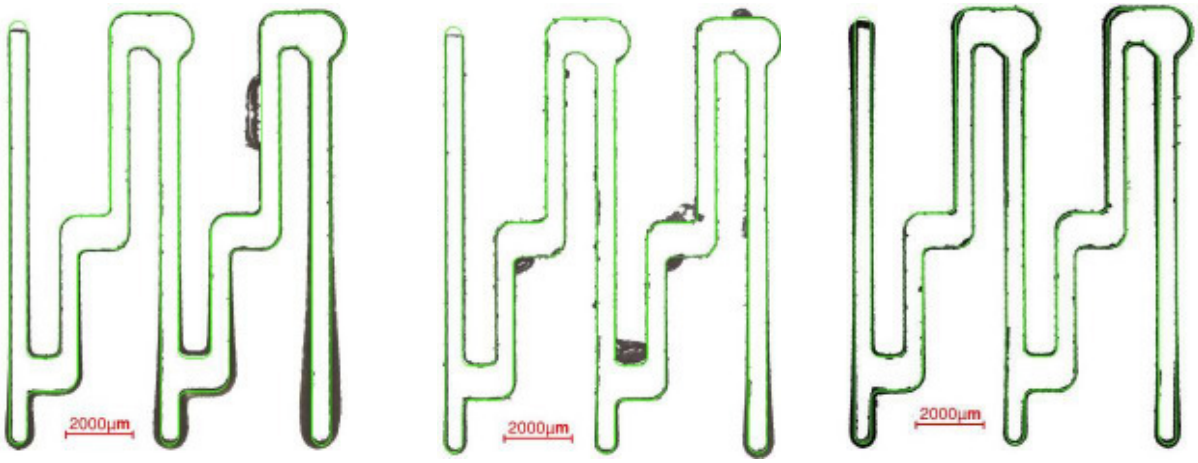


Abbildung 46: Abbildung der Kanten des Durchflußanalysesystems Kohlenstoff-Schicht, SiO_2-Schicht (Sol-Gel), Chrom-Schicht

Abbildung 46 zeigt die Kanten der geprägten Demonstratorstrukturen. Der Verlauf der Kante (laut Konstruktionszeichnung) des Durchflussanalysesystems ist dabei als grüne Linie eingeblendet. Je weniger die schwarze Linie von der Grünen abweicht und je schmaler diese ist, desto genauer wurde die Struktur im Glas abgebildet. Alle Abbildungen weisen eine Abweichung an der linken oberen Kante auf. Diese resultiert daher, dass das verwendete Werkzeug an dieser Stelle von der Konstruktionszeichnung abweicht.

Bei allen geprägten Demonstratoren kommt es im unteren Teil der Struktur zu Abweichungen. Diese resultieren aus einer nicht vollständigen Ausformung während des Prägevorgangs. Bei den TiO_2 und Kohlenstoff beschichteten Proben kam es zu Glasausbrüchen. Da der Bereich in engen Radien eine steilere Kantenschräge aufweist (nahezu 90°), kommt es hier zu einer erhöhten Pressung. Dies, in Verbindung mit einem Schichtversagen, könnte ein Grund für die Ausbrüche sein.

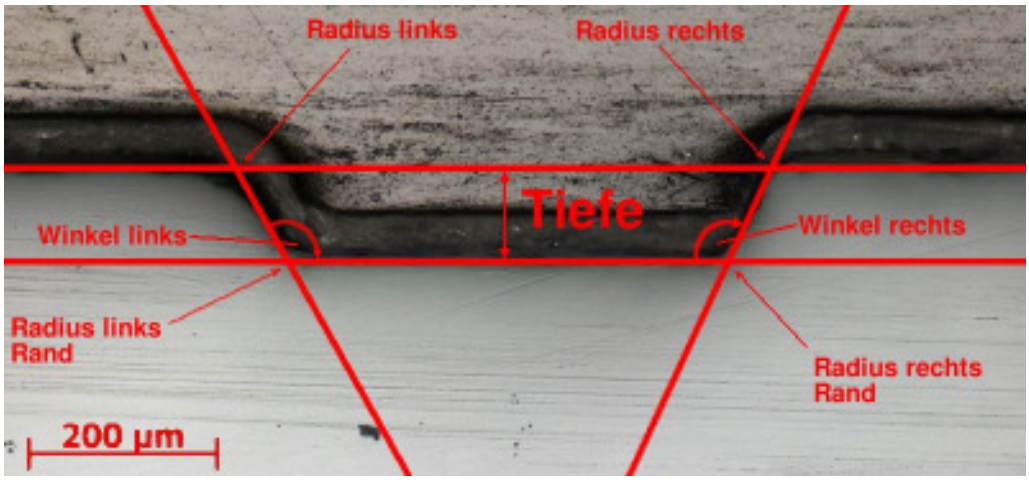


Abbildung 47

Mikroskopische Aufnahme des Querschnitts eines geprägten Kanals

Abbildung 47 zeigt beispielhaft eine Aufnahme des Querschnitts eines geprägten Kanals des Durchflussanalysesystems. Die eingezeichneten Parameter wurden für jede Probe bestimmt. Dabei wurden von jeder Probe 5 Kanäle vermessen. Der Durchschnittswert ist in Tabelle 8 dargestellt. Der angegebene Fehler beinhaltete sowohl Abweichungen der einzelnen Kanäle zueinander, als auch die Ungenauigkeit, welche aus der Vermessung resultieren. Aus der Größe des Fehlers ist eine Aussage über die Gleichmäßigkeit der Prägung möglich.

Tabelle 10: Geometrische Parameter der Querschliffe der geprägten Strömungskanäle

	Kohlenstoff		SiO2 Sol-Gel		Chrom	
Tiefe [µm]	**107**	± 4 µm	**104**	± 4 µm	**102**	± 1 µm
Radius links [µm]	19	± 8 µm	13	± 10 µm	17	± 20 µm
Radius rechts [µm]	15	± 1 µm	23	± 23 µm	6	± 3 µm
Radius links Rand [µm]	141	± 32 µm	50	± 58 µm	50	± 14 µm
Radius Rechts Rand [µm]	108	± 4 µm	57	± 32 µm	89	± 26 µm
Winkel links [°]	121	± 5°	114	± 7°	110	± 3°
Winkel rechts [°]	108	± 4°	110	± 4°	111	± 1°

Bei den vermessenen Querschliffen wurde bei allen Proben an der gemessenen Stelle die gewünschte Prägetiefe im Rahmen des Fehlers erreicht. Die gemessenen Winkel stimmen mit dem des Werkzeuges überein. Nur bei der mit Kohlenstoff beschichten Probe ist die Abweichung der Winkel etwas größer, da wie bereits erwähnt die Struktur noch nicht voll ausgeformt wurde.

Aus den Radien der Kanten sind Rückschlüsse auf die erzielbare Genauigkeit der Prägung möglich. Weiterhin geben diese ein Hinweis auf eine Relaxation nach dem Prägeprozess auf Grund der Viskosität und Oberflächenspannung des Glases. Die Radien sollten möglichst klein sein bzw. dem des Werkzeuges entsprechen. Die größeren Radien am Rand der Kanäle weisen darauf hin, dass die Strukturen noch nicht vollständig ausgeprägt wurden. Daher resultiert auch der große Fehler (4 bis 116%), da hierdurch die Kontur der einzelnen Kanäle an den Kanten voneinander abweicht. Die Radien der Kante sind deutlich kleiner und entsprechen weitgehend dem des Werkzeuges. Die Abweichungen sind hier auf die Probenpräparation zurückzuführen, welche eine Messung auf Grund der geringen Radien erschwert.

3.9.2 Titerplatte

Für die Bewertung des Schichtverhaltens wurden Proben mit den in Tabelle 9 verwendeten Prägestufen, abgesehen der Prägestufe 900 µm, mikroskopisch untersucht. Die gemessenen Prägetiefen entsprechen denen aus Abschnitt 3.7.4.

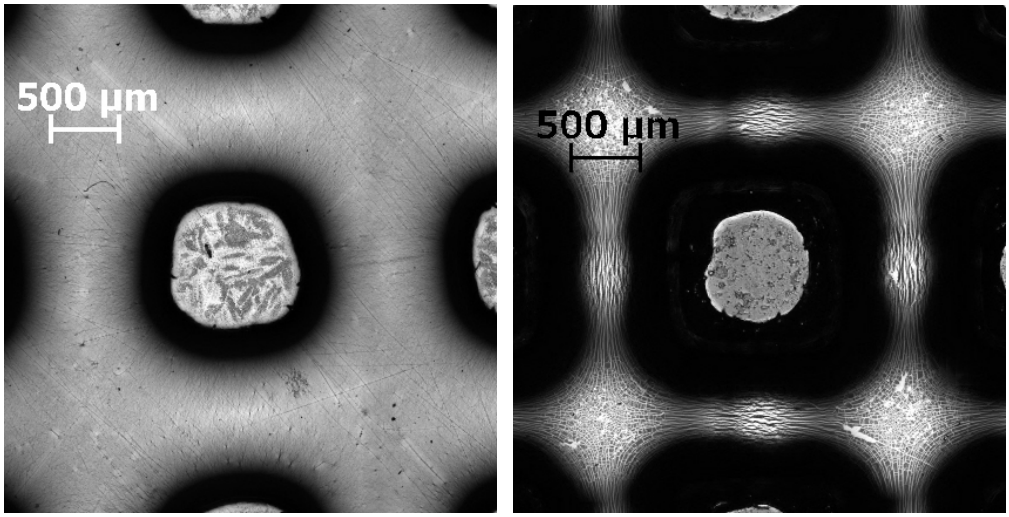


Abbildung 48

Mikroskopische Aufnahme Titerplatte; links 110µm Prägetiefe, rechts 1,1mm Prägetiefe

Bei einer geringen Ausformung ist an den Stegen zwischen den Näpfchen noch kein Schichtversagen erkennbar. Erst bei größeren Umformgraden zeigt sich das im Abschnitt 3.6 beobachtete Schichtversagen.

Um das Schichtverhalten an diesen stark verformten Stellen zu charakterisieren, wurden Proben gebrochen und mikroskopische Aufnahmen von Querschnitten der Näpfchen gemacht. Diese sind in Abbildung 49 und Abbildung 50 zu sehen.

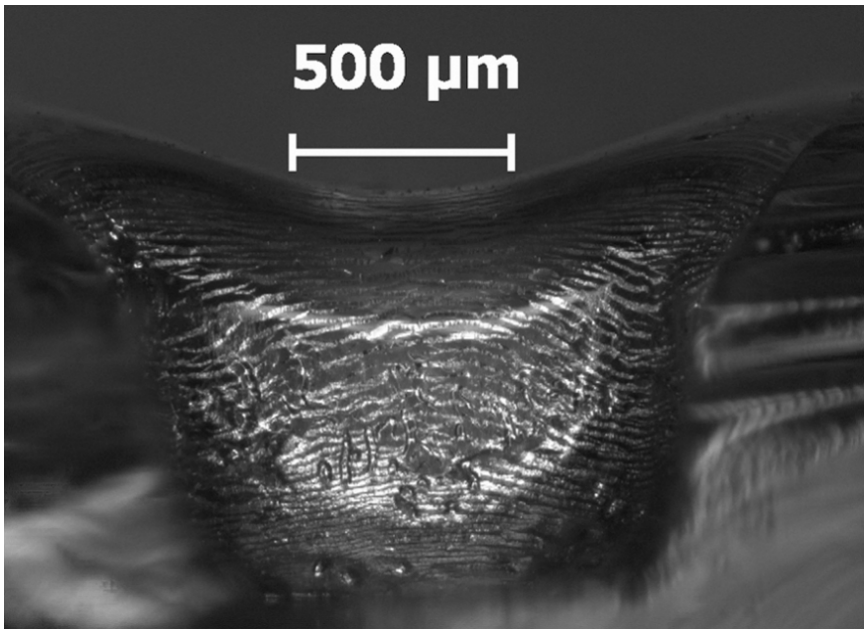


Abbildung 49

Mikroskopische Aufnahme Titerplatte Prägestufe 500 µm

Bei geringen Ausformungen zeigt sich das im Abschnitt 3.6 beschriebene Schichtverhalten. Die Kohlenstoffschichten reißen senkrecht zur Fließrichtung des Materials. Dabei kommt es mit zunehmender Ausformung zu einem massiven Schichtversagen, wodurch große Teile der Oberfläche schichtfrei vorliegen.

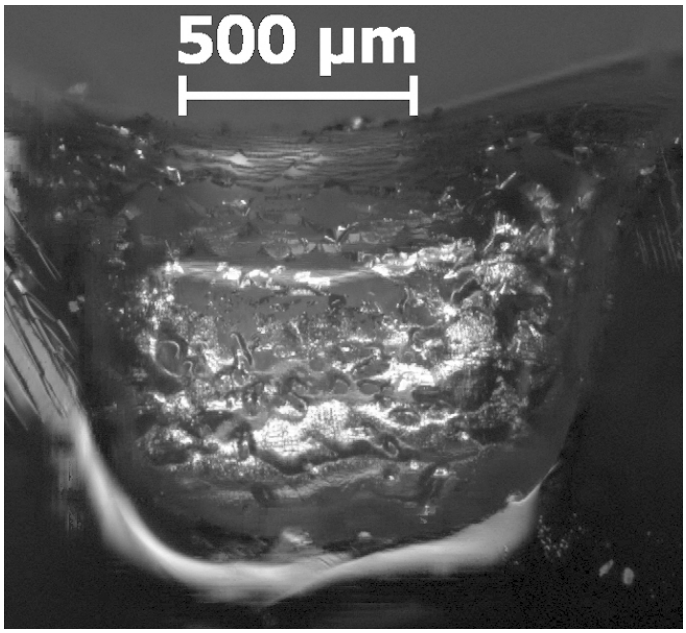


Abbildung 50

Mikroskopische Aufnahme Titerplatte; Prägestufe 700 µm

4 Begriffe

CCVD	Catalytical Chemical Vapour Deposition (Katalytische chemische Gasphasenabscheidung)
DIC	Differential Interference Contrast (ist eine Methode der abbildenden Mikroskopie, die Unterschiede in der optischen Dichte des betrachteten Objektes in Kontrastunterschiede des Bildes umwandelt)
LSM	Laser Scanning Microscope (ein konfokales Mikroskop)
MOEMS	Micro Opto Electro Mechanical Systems (Mikrooptisch elektromechanische Systeme, engl. Bezeichnung für Mikrosystemtechnik)
PVD	Pysical Vapour Deposition (Physikalische Gasphasenabscheidung)
REM / SEM	Rasterelektronenmikroskop(ie) / Scanning electron microscope
Sputtern	Kathodenzerstäuben (ein Unterverfahren der PVD)

Fortgeschriebener Plan zum Ergebnistransfer in die Wirtschaft

Mikrostrukturierung von Glas durch Heißprägen von beschichteten Glaswafern

1. Wirtschaftliche Erfolgsaussichten nach Projektende

Wirtschaftliche Erfolge aufgrund der Forschungsergebnisse im Projekt ergeben sich einerseits für Glashersteller, die durch eine Erhöhung der Fertigungstiefe nicht mehr nur Vorformen für Anwendungen, sondern fertig bearbeitete Bauteile liefern können. Andererseits profitieren Firmen der Oberflächen- und Beschichtungstechnik, die sich sowohl im Bereich Anlagenbau als auch Beschichtungstechnologien neue Absatzmöglichkeiten erschließen.

Neben diesen Gruppen auf Technologie- und Produktionsseite sind die Ergebnisse des Forschungsvorhabens natürlich auch für Anwender der Mikrosystem- und Gerätetechnik intensiv verwertbar. Diese überwiegend kleinen und mittelständigen Firmen, welche Speziallösungen für Mikrosysteme anbieten, profitieren durch das effizientere Fertigungsverfahren zur Mikrostrukturierung von Flachglas und werden außerdem in die Lage versetzt, neue Anwendungsfelder zu erschließen. Auf dem Gebiet der Mikrosystemtechnik betrifft dies das Packaging von fluidischen Sensoren und Aktoren, in der Medizin- und Bioverfahrenstechnik werden aufgrund der den Kunststoffen überlegenen inerten Eigenschaften von Gläsern bessere und teilweise günstigere Komponenten für die Analysetechnik möglich. Zum Teil sind die Ergebnisse auch für die Mikrooptik von Interesse, wenngleich die Übertragung auf dieses Anwendungsfeld noch nicht vollständig nachweisbar ist. Ein weitaus ökonomischeres Fertigungsverfahren für optische Gitter, Linsen, Strahlteiler und Strahlformer könnte sich damit eröffnen. In der Informations- und Kommunikationstechnik sind somit in Hinblick auf die optische Datenübertragung und -verarbeitung auch langfristige Vorteile für die beteiligten Unternehmen zu erwarten.

Folglich wurde bei der Zusammenstellung des projektbegleitenden Ausschusses darauf geachtet, dass Vertreter aller Industriezweige vertreten sind, welche die Ergebnisse der Arbeiten verwerten können.

- Glasindustrie
- Beschichtung, Dünne Schichten
- Mikrofluidik
- Optik

Diese Unternehmen unterstützten das Forschungsvorhaben aktiv durch die Bereitstellung von vorhandener Technologie und Dienstleistungen und profitieren aus den Ergebnissen durch das erweiterte Anwendungsspektrum ihrer jeweiligen Produktlösungen.

Die Ergebnisse wurden in den Fachausschüssen laufend beraten, in Transfer-Workshops der EFDS und der HVG der Öffentlichkeit vorgestellt und in der Zeitschrift „Vakuum in Forschung und Praxis“ gemäß Vereinbarung der EFDS mit dem Verlag Wiley-VCH sowie weiteren Zeitschriften demnächst publiziert. Weitere Transfermaßnahmen werden mit dem Transferzentrum Oberflächen- und Schichttechnologien der Forschungsvereinigung

EFDS e.V. abgesprochen. Veröffentlichungen von Zwischenergebnissen wurden bereits in den Jahresberichten der Forschungsstellen und -vereinigungen, auf der Glastechnischen Tagung 2008 sowie zur euspen-Konferenz publiziert.
Weiterhin werden die Ergebnisse im Fachausschuss I sowie dem Glasforum der Deutschen Glastechnischen Gesellschaft im Rahmen von Vorträgen präsentiert.

Das Forschungsvorhaben erweitert an der Forschungsstelle Fraunhofer IWU die Kompetenz auf dem Gebiet der Höchstpräzisions- und Mikrotechnik. Weiterhin laufen auf dem Gebiet der Werkzeugbeschichtung bei der EFDS mehrere weitere Forschungsvorhaben, die sich für die Anwendung zum Heißprägen von Gläsern wertvoll nutzten lassen. Es ist eine direkte Anbindung an verschiedenste Forschungscluster auf dem Gebiet des Werkstoffs Glas und der Optik/Photonik im Raum Jena gegeben.

2. Wissenschaftliche Erfolgsaussichten nach Projektende

Das Forschungsvorhaben erschließt eine neue Technologie zur Erzeugung hochkomplexer Geometrien bei der großflächigen Mikrostrukturierung von Flachglas. Dabei wird die Kombination kostengünstiger etablierter Prozesse genutzt und auf ein neues Werkstoffspektrum angewendet werden. Die Zusammenarbeit zwischen der Produktionstechnik und der Werkstofftechnik der Glasindustrie wurde bedeutend intensiviert und es kann von einer nachhaltigen Zusammenarbeit ausgegangen werden.

Es ist davon auszugehen, dass die Ergebnisse des Forschungsvorhabens neben dem Anwendungsgebiet der Mikrofluidik auch für das Blankpressen von Glas und zur Herstellung von Fresneloptiken aus Glas vorteilhaft sind. Auch diese Verfahren werden durch das Zusammenwirken von Viskosität / Verformungsverhalten und dem Kleben des Glaswerkstoffes bzw. dessen Entformungsverhalten beschränkt.

3. Wissenschaftliche und wirtschaftliche Anschlussfähigkeit

Im Anschluss an das beantragte Forschungsvorhaben sind weitere Projekte zur Realisierung von konkreten Anwendungen geplant. Dies betrifft zum einen das Prägen von Gitterstrukturen für optische Transmissionsgitter, aber auch die Herstellung funktionalisierter Deckwafer für das Packaging von Mikrosystemen in der Glassensorik. Auch lassen sich viele Anknüpfungspunkte im FuE-Themenfeld der FhG »Maßgeschneidertes Licht« finden.