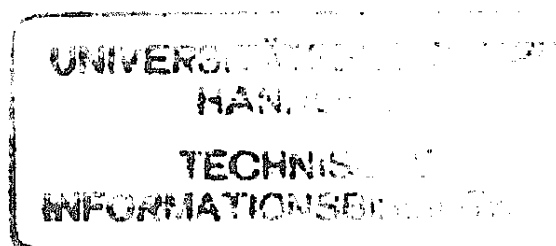


# 66. GLASTECHNISCHE TAGUNG

Fulda

vom 25. bis 27. Mai 1992

Kurzreferate



Deutsche  
Glastechnische Gesellschaft e.V.

## Anorganisch-organischer Nanokompositkleber für die Faser-Chip-Kopplung

M. Mennig, G. Jonschker, G. Maetze, A. Bauer, H. Schmidt und K. Großkopf\*

Institut für Neue Materialien, Saarbrücken

\*IOT Entwicklungsgesellschaft f. Integrierte Optik-Technologie mbH, Waghäusel

In der Aufbau- und Verbindungstechnik für integriert-optische Systeme werden derzeit transparente, UV-aushärtende organische Klebstoffe benutzt. Bedingt durch ihren vergleichsweise großen thermischen Ausdehnungskoeffizienten führen sie bei Temperaturänderungen zwischen  $-40\text{ °C}$  und  $+85\text{ °C}$  zur Dejustage der entsprechenden Verbindungen, was zu erhöhten optischen Verlusten führt. Als wesentlicher Nachteil der bisher verwendeten Klebstoffe ist anzusehen, daß mit ihnen eine untere Anwendungstemperaturgrenze von etwa  $-40\text{ °C}$  nicht unterschritten werden kann, wodurch Anwendungen im High-Tech-Bereich (z.B. Luft- und Raumfahrt) behindert werden, da hier  $-55\text{ °C}$  als unterer Grenzwert gefordert sind.

Die vorliegende Arbeit verfolgte das Ziel, diese Nachteile durch den Einsatz anorganisch-organischer Kompositklebstoffe zu beseitigen. Dabei wurde von der Überlegung ausgegangen, daß anorganisch-organische Komposite geringere thermische Ausdehnungskoeffizienten als organische Kleber haben, die denen der zu verbindenden Partner (z.B. Glas) deutlich näher kommen.

Für die Kompositklebstoffe wurde als Matrix ein speziell für das Kleben von Glas entwickelter Epoxidharzklebstoff (Vitalit X-902-150-00, Fa. Panacol-Elosol) verwendet. Die offene Frage dabei war, ob durch Beigabe geeigneter nanoskaliger anorganischer Füller ( $\text{SiO}_2$ -Pulver mit Primärpartikelgröße von ca.  $7\text{ nm}$ , Füllgrade zwischen 0 und 17 Gew. %) in die optische Transparenz und die Haftung erhalten werden können und gleichzeitig die physikalischen Eigenschaften so weit verbessert werden können, daß der Anwendungstemperaturbereich nach unten erweitert und die durch Dejustage bedingte Dämpfung verringert werden können. Da für die durch Streuung im Komposit hervorgerufenen Verluste nach der Teilchengröße die Brechzahldifferenz zwischen Matrix und Füller entscheidend ist, wurde die Brechzahl der Matrix (ca. 1,510) durch Zugabe von Metacrylsäure an die Brechzahl der  $\text{SiO}_2$ -Partikel (1,46) angepaßt.

Die Untersuchungen wurden an Faser-Chip-Kopplungen (Kieselglasfaser und planarer Lichtwellenleiter aus Brechzahlgradientenglas (Fa IOT) durchgeführt.

Die Tieftemperaturstabilität wurde getestet, indem jeweils 10 einzelne Faser-Chip-Verbindungen mit den verschiedenen Klebern 24 h nach UV-Härtung (100 W Xenon-Lampe innerhalb 10 Minuten bei einem Abstand von 20 cm) zunächst schockartig auf  $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$  und dann innerhalb 1 h auf  $-55\text{ }^{\circ}\text{C}$  abgekühlt (Haltezeit 2 h). Anschließend wurden die Proben im Trockenschrank innerhalb 1 h auf  $80\text{ }^{\circ}\text{C}$  erwärmt und nach 2 h Haltezeit wieder auf Raumtemperatur abgekühlt. Die Verklebungen wurde dann visuell auf Ribbildung hin untersucht. An ribbfreien Proben wurde im Anschluß die Abrißkraft im senkrechten Zug mit einer Materialprüfmaschine bestimmt. Das Aushärteverhalten des gefüllten Klebstoffs wurde mittels DSC charakterisiert. Der Einfluß des Füllstoffs auf die optischen Eigenschaften wurde aus temperaturabhängigen Dämpfungsmessungen (Temperaturzyklen zwischen  $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$  und  $+85\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) an einem 1 auf 4 Verzweiger einer Chip-Faser-Array-Kopplung ermittelt.

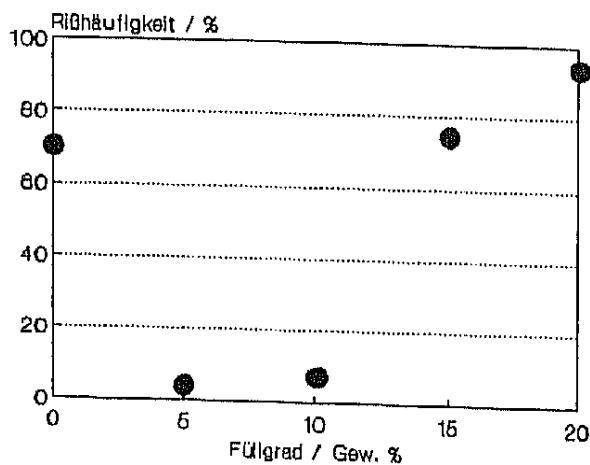


Bild1: Häufigkeit von Rissen in Faser-Chip-Verbindungen nach Tieftemperaturtestes als Funktion des Füllgrades in Vitralit

Die Temperaturtests mit dem partikelhaltigen organischen Klebstoff Vitralit zeigten, daß die Ribbildung bei Tieftemperaturbelastung deutlich vom Füllgrad des Klebstoffs abhängt, wie aus Bild 1 hervorgeht. Während beim ungefüllten Klebstoff 70 % der Verbindungen rissen, betrug die Ribhäufigkeit des Komposits bei einem Füllgrad von 5 % lediglich 4 %. Für Füllgrade oberhalb 10 % steigt die Ribhäufigkeit wieder deutlich an. Die Bestimmung der Abrißkraft als Funktion der Eintauchtiefe der Glasfaser in den Klebstoff zeigte, daß nahezu unabhängig vom Füllgrad für eine Eintauchtiefe von

etwa 1 mm eine Abrißkraft von 5 N erreicht wird, was den gestellten Anforderungen entspricht. Für Füllgrade größer als 10 % zeichnet sich die Tendenz ab, daß die Festigkeit der Verbindung leicht verringert wird. Mit höherem Füllgrad ist zwangsläufig auch eine höhere Zugabe an Metacrylsäure zur Brechzahlanpassung verbunden und es ist nicht auszuschließen, daß die mit höherem Füllgrad häufigere Ribbildung sowie die leicht verminderte Festigkeit auf Wechselwirkungen der Metacrylsäure mit der Matrix zurückzuführen ist.

Der Einfluß des Füllstoffs auf die optischen Eigenschaften wurde exemplarisch an einem 1 auf 4 Verzweiger bei Einsatz von Klebstoff mit einem Füllgrad von 5 % mittels Dämpfungsmessungen während mehrerer Temperaturzyklen zwischen  $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$  und  $+85\text{ }^{\circ}\text{C}$  untersucht. Dabei stellte sich heraus, daß zeitlich parallel zu den Temperaturzyklen periodische, reversible Dämpfungsänderungen von etwa 0, 2 dB pro Kopplung auftreten,

die in dieser Größenordnung auch bei ungefülltem Klebstoff zu verzeichnen sind. Das bedeutet, daß bezüglich dieser reversiblen Dämpfungsänderungen durch den Füllstoff zwar keine Verbesserung aber auch keine Verschlechterung (etwa durch zusätzliche Absorptions- oder Streuverluste an den Füllerpartikeln) auftritt. Im Gegensatz dazu aber wird die bei ungefülltem Klebstoff im ersten Temperaturzyklus bei Temperaturerhöhung zu verzeichnende irreversible Dämpfungszunahme von ca. 0,5 dB pro Kopplung durch den Füllstoff auf etwa 0,1 dB pro Kopplung reduziert. Dies stellt eine deutliche Verbesserung hinsichtlich der optischen Eigenschaften dar.

Die Tatsache, daß gerade die irreversible Dämpfungszunahme bei der ersten Temperaturerhöhung der mit UV-Strahlung ausgehärteten Klebeverbindung unterdrückt wird, läßt vermuten, daß durch den Füllstoff das Aushärteverhalten des Klebstoffs verändert wird. Dies wird durch DSC-Messungen an gefüllten (ca 20 Gew. %) und ungefülltem Klebstoff nach gleicher UV-Bestrahlung (400 W UV-Halogenlampe, 90 s) bestätigt, die in Bild 2 wiedergegeben ist.

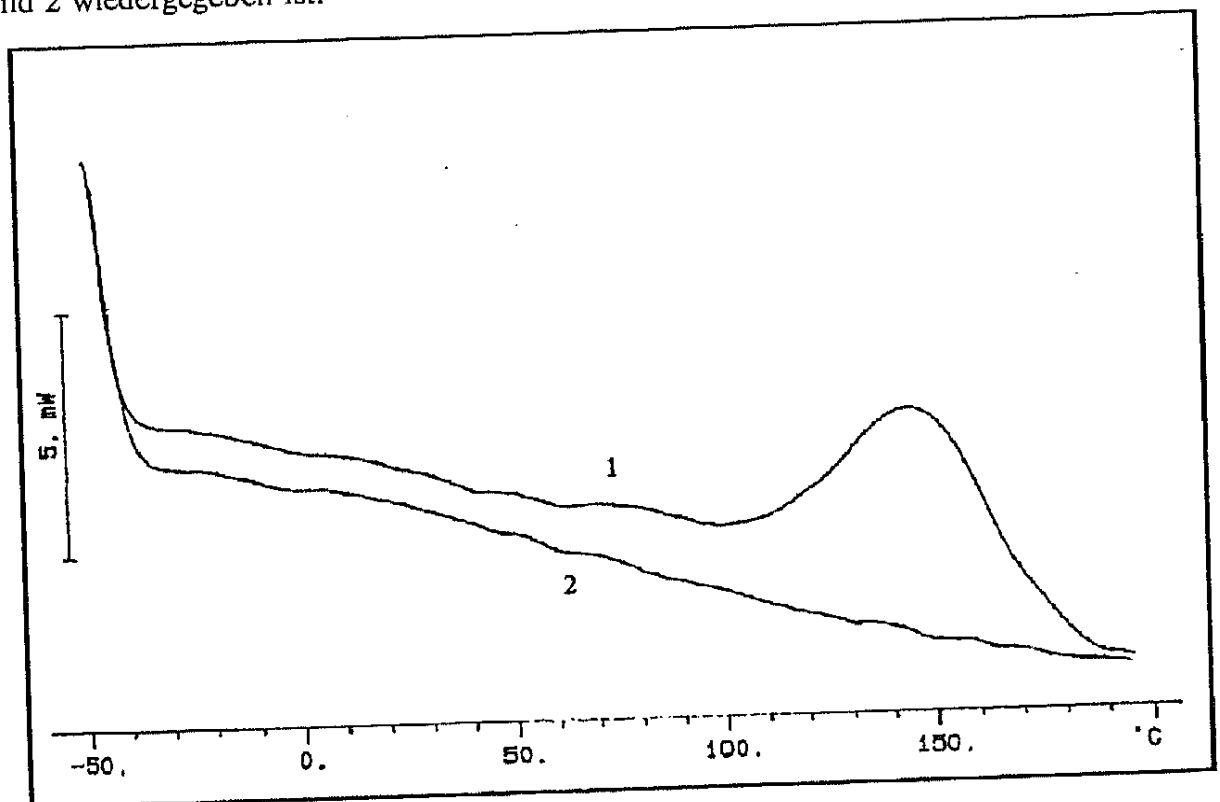


Bild 2: DSC-Messungen an ungefülltem (Kurve 1) und gefülltem Vitralit-Klebstoff nach gleicher UV-Aushärtung

Beim ungefüllten Klebstoff (Kurve 1) ist oberhalb 100 °C ein deutlicher exothermer Peak zu erkennen, der auf ein thermisch aktiviertes Nachhärten schließen läßt. Beim gefüllten Klebstoff tritt dieser Effekt nicht auf, der Kompositklebstoff ist bereits durch die UV-Bestrahlung vollständig ausgehärtet.

Die bisherigen Untersuchungen haben gezeigt, daß durch den Einsatz eines mit feinskaligen anorganischen Partikeln gefüllten organischen Klebers gute Aussichten bestehen, die Qualität von Faser-Chip-Kopplungen zu verbessern, denn durch den Einsatz des Füllers konnte erstmalig eine Anwendungstemperatur von  $-55\text{ °C}$  realisiert werden, wobei die Festigkeit der Verbindung nicht nachteilig beeinflußt wurde. Man kann abschätzen, daß eine Erhöhung des optischen Verlusts durch Streuung an den Füllerpartikeln in der vergleichsweise dünnen Klebstoffschicht zwischen den Wellenleitern von Faser und Chip (10 bis  $50\text{ }\mu\text{m}$ ) klein gehalten werden kann und vernachlässigbar ist gegenüber einer Reduzierung der durch Dejustage bei thermischer Belastung erzeugten Dämpfung (Größenordnung  $0,5\text{ dB}$  pro Kopplung) ist. Darüber hinaus konnte im Rahmen der Arbeiten keine Optimierung der Partikelgröße des Nano-Füllersystems durchgeführt werden. Es darf eher erwartet werden, daß durch die Anwendung vollkommen agglomeratfreier Nanofüller mit enger Größenverteilung praktisch streufreie Systeme hergestellt werden. Dazu werden weitere Untersuchungen durchgeführt.

Das Prinzip, die thermomechanischen Eigenschaften eines organischen Klebers durch den Einsatz von brechzahlangepaßten feinskaligen Füllerpartikeln gezielt zu steuern, ohne dabei die optischen Eigenschaften und die Festigkeit zu verschlechtern, sollten auch zur Verbesserung der Fügetechnik bei anderen Materialien für die IO (z. B. Halbleiter) führen.

Die Autoren danken Herrn A. Battermann, Geschäftsführer der Panacol-Elosol GmbH, Frankfurt, für seine aktive Unterstützung, insbesondere für die in der Arbeit aufgeführten DSC-Messungen.