

## Mikrostrukturierung organisch - anorganischer Nanomere durch Prägeverfahren

B. Sepeur-Zeitz, M. Mennig, H. Krug\*, H. Schmidt  
INM Institut für Neue Materialien gem. GmbH, Saarbrücken  
\* jetzt PPG, Pittsburgh

### EINLEITUNG

Die Weiterentwicklung der optischen Mikrosystemtechnik ist eng mit dem Entwicklungsstand der dazu erforderlichen optischen Materialien und den Kosten der Formgebung verknüpft. Strukturen mit rechteckigen Profilen, wie Phasengitter oder Wellenleiter werden in der Regel lithographisch hergestellt. Die Herstellung von konvexen, konkaven oder geblazten Strukturen ist mit einem sehr hohen Aufwand verbunden. Mehrere Belichtungsschritte mit verschiedenen Masken müssen mit jeweils nachfolgendem Ätzprozess durchgeführt werden, um die gewünschte Struktur schrittweise aufzubauen, was zu hohen Fertigungskosten führt. Bei der Mikrostrukturierung mittels Prägetechnologien kann eine Masterstruktur zur Abformung hoher Stückzahlen eingesetzt werden und Strukturen mit komplizierten Profilen können in einem Schritt übertragen werden. Das Prägen von Mikrostrukturen in thermoplastische [1-8] oder photopolymerisierbare [9-12] organische Polymere ist für verschiedene Anwendungen mit werkstoffspezifischen Nachteilen (niedrige thermische und chemische Beständigkeit, geringe Oberflächenhärte) verknüpft.

Auch organisch-anorganische Hybridwerkstoffe [13,14] und Nanokomposite (Nanomere<sup>®</sup>) [15] können zur Herstellung von Mikrostrukturen verwendet werden. Bei Nanomeren<sup>®</sup> kann durch nanoskalige keramische Füllstoffpartikel bei Füllgraden bis 25 Vol% die Schrumpfung auf ca. 3 Vol% und die Wärmedehnung auf ca.  $30 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$  minimiert werden, wobei trotz der hohen Füllgrade niedrige Viskositäten (2 Pa·s) in lösemittelfreien Solen durch geeignete Grenzflächenmodifizierung erreicht werden können, ohne daß die optische Transparenz eingeschränkt wird [16].

Ziel der Untersuchungen war es, auf dieser Werkstoffbasis aufbauend ein Verfahren zur reproduzierbaren Herstellung optischer Mikrostrukturen durch Prägeverfahren zu

entwickeln. Zur Gewährleistung reproduzierbarer Strukturierungsparameter wurde eine Prägeapparatur aufgebaut und die abgeformten Strukturen wurden hinsichtlich der Abformgenauigkeit charakterisiert.

#### EXPERIMENTELLER TEIL

Für die Abformversuche wurden photopolymerisierbare Nanomere auf der Basis methacryl- bzw. epoxyfunktionalisierter Silane mit eingelagerten  $ZrO_2$ - bzw.  $SiO_2$ -Nanopartikeln eingesetzt, deren Synthese in [16,17] beschrieben ist. Mit den Nanomern wurden auf Floatglassubstraten Naßfilme mit Dicken von 5  $\mu m$  bis 50  $\mu m$  durch Schleudern, Tauchen bzw. Rakeln abgeschieden. Die Abformung erfolgte durch Einprägen der Struktur in diese Naßfilme und anschließende UV-Härtung mit eingepprägtem Stempel. Die abgeformten Strukturen wurden entsprechend der Strukturdimension mittels Profilometer, Atomkraftmikroskopie (AFM) und hochauflösender Rasterelektronenmikroskopie (HREM) charakterisiert.

Die Temperaturstabilität wurde durch mehrstündige Auslagerung von geprägten Strukturen bei 120°C an Luft überprüft. Die Beständigkeit beim Kontakt mit Lösemitteln wurde durch Auslagerung von Schichten, in Aceton, Pyridin, Ethanol, Chlorbenzol und Dimethylformamid für 30 Minuten bei Raumtemperatur getestet.

#### ERGEBNISSE

Die Prägeapparatur und das Verfahren sind schematisch in Bild 1 dargestellt. Das beschichtete, transparente Substrat wird in eine Vakuumkammer mit Kieselglasfenster im Boden eingebracht. Zur Vermeidung von Lufteinschlüssen zwischen Schicht und Stempel wird dieser unter reduziertem Druck (2 mbar) eingepragt.

Für die Abformversuche wurden verschiedene Stempelmateriale bzw. -oberflächen (Glas, Nickel, Aluminium, Stahl, Silikonkautschuk) eingesetzt. Dabei erwies sich das Abgießen von Mikrostrukturen mit handelsüblichem Silikonkautschuk (Elastosil RT® 604) als sehr effiziente und kostengünstige Methode, da von einer

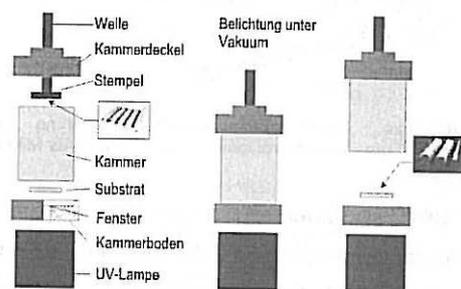


Bild 1: Prägeapparatur und schematische Darstellung des Prägeprozesses:

Masterstruktur beliebig viele Prägestempel (Negativ der Masterstruktur) abgeformt werden konnten. Der Prägedruck wurde durch eine rechnergesteuerte Universalprüfmaschine (Zwick 1446) gesteuert, in welche die in Bild 1 gezeigte Apparatur integriert worden war. Spannungen (z. B. durch thermische Ausdehnung einzelner Komponenten der Anlage) konnten durch die Rechnersteuerung kompensiert werden. Da eine weggesteuerte Ausrichtung von Stempel- und Schichtebenen in der Größenordnung der abzuformenden Strukturhöhen nicht möglich war, wurde eine Halterung konstruiert, bei der ein Kugelgelenk die exakte Ausrichtung des Stempels zum beschichteten Substrat beim Einprägen ermöglichte. Für die Abformversuche waren Anpreßdrücke von maximal  $20 \text{ N/cm}^2$  erforderlich. Nach dem Belichtungsprozeß (3 - 9 min) wurde der Rezipient belüftet und die Struktur entformt. Bei den bisherigen Untersuchungen konnten Flächen bis  $15 \text{ cm} \times 15 \text{ cm}$  strukturiert werden. Die Strukturdimensionen lagen zwischen  $300 \text{ nm}$  (Antireflexstrukturen/ Mottenaugen [18]) und  $800 \mu\text{m}$  (Mikrolinsenarray, s. Bild 2), die Strukturhöhe reichte von  $50 \text{ nm}$  (Phasengitter) bis  $100 \mu\text{m}$  (s. Bild 2/rechts).

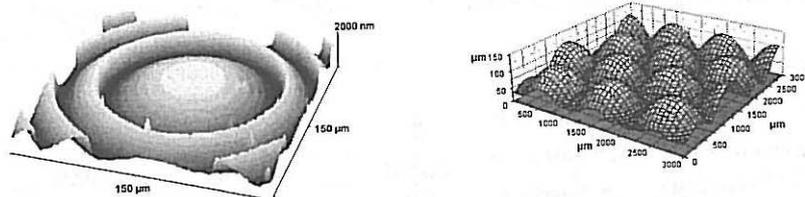


Bild 2: links: Atomkraftmikroskopische Aufnahme einer Fresnel-Linse.(Durchmesser:  $750 \mu\text{m}$ , Höhe:  $1,5 \mu\text{m}$ . rechts: Profilometerdarstellung eines Mikrolinsenfeldes (Periode:  $800 \mu\text{m}$ , Strukturhöhe  $100 \mu\text{m}$ )

In Bild 2 sind zwei extreme Beispiele für geprägte Mikrostrukturen mit gekrümmten Flächen dargestellt. Man erkennt aus Bild 2, daß durch das beschriebene Verfahren möglich ist, Strukturen der Größenordnung einiger 100 Nanometer bis zu einigen 100 Mikrometer fehlerfrei abzuformen.

Durch optische Messungen an geprägten Phasengittern wurde die Abformgenauigkeit des Verfahrens zu  $\pm 10 \text{ nm}$  bei  $550 \text{ nm}$  Strukturhöhe und die durch Aushärtung senkrecht zum Stempel auftretende Schrumpfung zu ca. 5 % bestimmt. Die Beugungseffizienzen wurden durch thermische Langzeitbelastung bei  $120 \text{ }^\circ\text{C}$  nicht

verändert. Analoges gilt für die oben genannte Resistenz gegen organische Lösemittel.

### SCHLUSSFOLGERUNG

Nanomer bietet ein hohes Potential zur kostengünstigen Herstellung von Mikrostrukturen mit breiter Geometrievielfalt über Prägeverfahren. Die Werkstoffe erlauben ein Near-net-shaping und zeichnen sich durch hohe thermische und chemische Beständigkeit aus.

### DANKSAGUNG

Wir danken den Firmen Jenoptik L.O.S., Jena und AMS Mikrooptik GmbH, Saarbrücken für die Bereitstellung der Masterstrukturen.

---

### LITERATUR

- [1] C. Puech, Optics communication, Vol. 7, Nr. 2, Februar 1973, S. 135-138
- [2] G. D. Aumiller, E. A. Chandross, W.J. Tomlinson, H.P. Weber, J. of Appl. Phys., 45, 1974, 4557-4562
- [3] R. Ulrich, H.P. Weber, E. A. Chandross, W.J. Tomlinson, E.A. Franke, Appl. Phys. Lett., 6, 1972, 213-215
- [4] R. Waldhäusel, P. Dannberg, E. B. Kley, A. Bräuer, W. Karthe, Int. J. Optoelectron., 8, 1993, 529-536
- [5] P. Dannberg, E. B. Kley, Th. Knoche, A. Neyer, in Integrated optics and microoptics in polymers, ed. Wolfgang Ehrfeld, Leipzig, Teubner, 1993, S. 211-218
- [6] A. Picard, W. Ehrfeld, H. Löwe, H. Müller, J. Schulze, SPIE's 42nd Annual Meeting International Symposium on Optical Science, Engineering and Instrumentation, 1997
- [7] L. Baraldi, R.E. Kunz, J. Meissner, SPIE Vol. 1992 Miniature and Micro-Optics and Micromechanics, 1993, S. 21-29
- [8] M. T. Gale, J. Kane, K. Knop, Journal of Applied Photographic Engineering, 4, 1978, 41-47
- [9] M. Tanigami, S. Ogata, S. Aoyama, T. Yamashita, K. Imanaka, IEEE Phot. Techn. Lett., 1, 1989, 384-385
- [10] F. P. Shvartsman, SPIE Vol. 1507 Holographic Optics III: Principles and Applications, 1991, S. 383-391
- [11] T. E. Yeo, N.J. Phillips, S.J. Clements, S. Ojha, International conference on holographic systems, components and application London UK: IEE 4, 1993, S. 186-191
- [12] K. Goto, K. Mori, Jap. J. of Appl. Phys., 31, 1992, 1586-1590
- [13] J.E. Chisham, M.P. Andrews, C.-Y. Li, S.L. Najafi, A. Malek-Tabrizi, SPIE Vol. 2695, 1996, S. 52-56
- [14] M. Popall, J. Kappel, M. Pilz, J. Schulz, VDI Bericht Nr. 933, 1991, 139-161
- [15] H. Krug, N. Merl, H. Schmidt, J. Non-Chryst. Solids. 147 & 148 (1992) 447-450
- [16] H. Schmidt, M. Mennig, G. Jonschker, V. Gerhard PCT/EP96/01448
- [17] H.K. Schmidt, H. Krug, B. Zeitz, E. Geiter, Sol-Gel Optics IV, 1997, 220-228
- [18] Jahrestätigkeitsbericht 1996, Institut für Neue Materialien, 102

# 72. GLASTECHNISCHE TAGUNG

Münster

vom 25. bis 27. Mai 1998

Kurzreferate  
(Poster-Beiträge)



Deutsche  
Glastechnische Gesellschaft e.V.