

Metallische konforme Elektroden für dielektrische Elastomeraktoren und -sensoren

Dissertation
zur Erlangung des Grades
des Doktors der Ingenieurwissenschaften
der Naturwissenschaftlich-Technischen Fakultät
der Universität des Saarlandes

von
Jonas Hubertus

Saarbrücken
2022

Tag des Kolloquiums: 9. Dezember 2022

Dekan: Prof. Dr. Ludger Santen

Berichterstatter: Prof. Dr.-Ing. Stefan Seelecke
Prof. Dr. Günter Schultes
Prof. Dr. Tobias Kraus

Akad. Mitglied: Dr.-Ing. Ali Kanso (ZeMA)

Vorsitz: Prof. Dr. Karen Lienkamp

Danksagung

An dieser Stelle gilt es allen Danke zu sagen, die zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben. Zuerst möchte ich mich bei Prof. Dr. rer. nat. Günter Schultes, dem Arbeitsgruppenleiter der Arbeitsgruppe Sensorik und Dünnschichttechnik der Hochschule für Technik und Wirtschaft des Saarlandes, ganz herzlich für seine Betreuung und die gute Zusammenarbeit bedanken.

Des Weiteren gilt es, Herrn Prof. Dr.-Ing Stefan Seelecke, dem Leiter des Lehrstuhls für intelligente Materialsysteme (IMSL) der Universität des Saarlandes, meinen Dank auszusprechen.

Den beiden genannten Professoren danke ich für die Möglichkeit, diese Promotion durchführen zu können und für die Unterstützung, Motivation und Inspiration über den kompletten Zeitraum meiner Promotion. Vielen Dank auch für die Übernahme der Gutachten.

Dank gebührt ebenso meinem wissenschaftlichen Begleiter und Zweitgutachter Prof. Dr. Tobias Kraus, Leiter der Arbeitsgruppe Strukturbildung am Leibniz-Institut für Neue Materialien. Sein offenes Ohr und seine Hilfsbereitschaft sowie die fachlichen Diskussionen brachten stets neue Ideen und Anregungen.

Bei der ganzen Arbeitsgruppe Sensorik und Dünnschichttechnik und all ihren Mitarbeitern möchte ich mich ebenfalls ganz herzlich bedanken. Die Zusammenarbeit war von großer Hilfsbereitschaft und von wertvollem Informationsaustausch geprägt, die Mitarbeiter ermöglichten stets eine sehr angenehme Arbeitsatmosphäre. Im Besonderen sind an dieser Stelle meine beiden studentischen Hilfskräfte Simon Kraß und Hannah Priester zu nennen.

Auch den Mitarbeitern des IMSL sei an dieser Stelle gedankt. Die unkomplizierte gemeinsame Labornutzung oder die Anfertigung von 3D-Druckteilen waren stets eine große Hilfe. Sowohl konstruktive Diskussionen in den Meetings als auch der fachliche Austausch im kleineren Kreis waren für mich sehr wertvoll und von größtem Nutzen.

Bedanken darf ich mich auch bei meiner Familie und meiner Frau. Sie waren mir zu jedem Zeitpunkt der Promotion, eine wichtige Stütze. Sie gaben mir Halt, Kraft und Motivation diese Arbeit zu verwirklichen.

Ein besonderes Dankeschön gilt hierbei meinen Eltern. Ihre tatkräftige Unterstützung eröffnete erst die Möglichkeit, das als Voraussetzung notwendige Studium zu beginnen und durchzustehen.

Weiterhin gilt es, allen weiteren Personen Danke zu sagen, welche hier nicht namentlich erwähnt sind, die aber dennoch zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.

Inhalt

Danksagung.....	I
Inhalt.....	II
Kurzfassung.....	IV
Abstract	V
1 Einleitung	1
1.1 Problemstellung, Motivation und Herangehensweise	2
1.2 Aufbau der Arbeit.....	4
2 Grundlagen	5
2.1 Dielektrische Elastomere.....	5
2.2 Konzepte für Konforme Elektroden	8
2.3 Faltenbildung.....	16
2.4 Materialien	20
3 Experimentelles und Methodik	26
3.1 Prozessablauf.....	26
3.2 Beschichtung durch Sputterverfahren	34
3.3 Bestimmung der Depositionsrate	40
3.4 Oberflächen- und Topologieanalyse	41
3.5 Physikalisch, chemische Schichtanalyse.....	48
3.6 Elektromechanische Charakterisierung.....	54
3.7 Laserstrukturierung	62
3.8 Konstruktion einer Folienstretch-Anlage	66
4 Ergebnisse und Diskussion.....	68
4.1 Voruntersuchungen	68
4.2 Elektromechanische Eigenschaften und Analytik der Dünnschichtelektroden.....	72
4.3 Schichtanalyse	120
4.4 Laserstrukturierung	124
4.5 Dünnschichtelektroden im Einsatz.....	138
4.6 Bau einer automatisierten Folienstretch-Anlage	144
5 Schlussfolgerung und Ausblick.....	147
5.1 Schlussfolgerung	147
5.2 Ausblick	148

6	Anhang	A
A.	References	A
B.	Abbildungsverzeichnis	O
C.	Tabellenverzeichnis.....	U
D.	Abkürzungen	W

Kurzfassung

Dielektrische Elastomere (DE) bilden die Grundstruktur von Aktor- und Sensorsystemen, die sich durch ihr geringes Gewicht und hohe Energieeffizienz auszeichnen. Hochflexible Elastomerfolien werden dazu beidseitig mit dehnbaren Elektrodenflächen beschichtet, an die im Aktorbetrieb eine Hochspannung angelegt wird.

Ziel dieser Arbeit ist es, neuartige Dünnschichtelektroden und deren Strukturierung für DE-Anwendungen zu erforschen. Die auf Nickel, Chrom und Kohlenstoff basierenden Elektroden werden mittels Sputtern auf vorgestreckten Silikonfolien aufgebracht. Eine anschließende Entspannung der Folien führt zu gefalteten Elektroden mit Anfangswiderständen in der Größenordnung von $100 \Omega/\square$ und Dehnbarkeiten von bis zu 240 %.

Die gewünschte Elektrodengeometrie wird durch partielle Ablation mit einem Ultrakurzpuls laser erzielt, was entweder gleichzeitig auf der Ober- und Unterseite erfolgt oder selektiv auf der dem Laserstrahl zugewandten Seite. Durch die Strukturierung von optischen Beugungsgittern wird die Miniaturisierbarkeit des Verfahrens gezeigt. Das elektromechanische Verhalten der DE-Elektroden mit und ohne Hochspannung wird charakterisiert und dadurch deren Eignung nachgewiesen.

Im Ergebnis zeigen laserstrukturierte Dünnschichtelektroden große Vorteile gegenüber gebräuchlichen Elektrodenmaterialien. Zukünftig steht die Verbesserung der Herstellungsprozesse, sowie die Nutzung der Dünnschichtelektroden für neuartige DE-Anwendungen im Fokus.

Abstract

Dielectric elastomers (DE) form the basic structure of actuator and sensor systems which are characterized by their lightweight and high energy efficiency. Highly flexible elastomer foils are coated on both sides with compliant electrodes. The application of a high voltage converts the passive flexible capacitor into an actuator.

The objective of this work is to investigate highly conductive thin film electrodes and their patterning for DE applications. The electrodes are based on the materials nickel, chromium and carbon and they are sputter deposited onto pre-stretched silicone membranes. The subsequent relaxation of the silicone causes a wrinkled electrode with an initial resistivity of $100 \Omega/\square$ and a stretchability up to 240 %. The desired electrode geometry is realized by a partial ablation process executed by an ultra-short-pulse laser. The simultaneous ablation of both electrodes on the top and on the bottom of the silicone is possible as well as the selective ablation only of the electrode facing the laser. By patterning optical diffraction gratings, the miniaturization is demonstrated. The electromechanical characterization of the electrodes with and without high voltage proves their suitability.

Overall, laser structured thin film electrodes are advantageous compared to conventional used electrodes. Future work will address the improvement of the manufacturing processes as well as the integration of the thin film electrodes into DE applications.

1 Einleitung

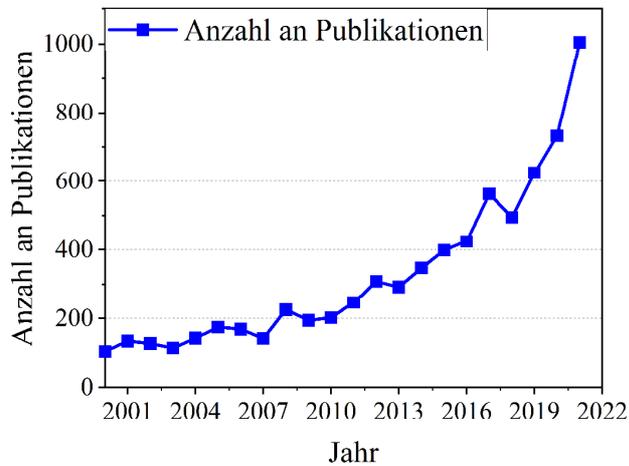


Abbildung 1-1: Übersicht der steigenden Anzahl an Publikationen zum Thema "dielectric elastomers".

Bei der Erforschung von dielektrischen Elastomeren handelt es sich um ein recht junges und aufstrebendes Forschungsgebiet. Die Anzahl an Publikationen steigt pro Jahr an. Während auf sciencedirect.com unter dem Schlagwort „dielectric elastomers“ im Jahre 2000 erst 105 wissenschaftliche Artikel zu finden waren, so waren es 2021 schon über 1000 [1]. Bei dielektrischen Elastomeren (DE) handelt es sich um einen Sandwich, bestehend aus einem weichen und dehnbaren Dielektrikum und zwei außen aufgebracht konformen Elektroden. Je nach elektrischer Ansteuerung können sie als Aktor, als Sensor oder zur Energieumwandlung eingesetzt werden. DEs bieten gegenüber konventionellen Aktor- und Sensorsystemen eine Reihe von Vorteilen. Dazu zählen unter anderem eine energieeffiziente und leise Arbeitsweise. Weiterhin können sie jeglichem Design angepasst werden und bestehen aus günstigen und einfach verfügbaren Materialien [2]. Pneumatische und hydraulische Aktoren können zur Übertragung von großen Kräften und großen Hüben eingesetzt werden. Allerdings ist deren Arbeitsfrequenz eher auf den unteren Frequenzbereich begrenzt. Piezoelektrische Aktoren hingegen decken den hohen Frequenzbereich bis in den MHz-Bereich ab und übertragen große Kräfte, sind allerdings beschränkt auf sehr kleine Deformationen. Dielektrische Elastomere ergänzen die oben genannten Aktorprinzipien. Sie können mit Frequenzen von mehreren kHz betrieben werden, liefern dabei große Verformungen im dreidimensionalen Raum, aber stellen vergleichsweise kleinere Aktorkräfte zur Verfügung [3]. Die Arbeit befasst sich mit der Entwicklung von konformen metallischen Dünnschichtelektroden für dielektrische Elastomeranwendungen. Die vollflächig ausgebildete und aufgefaltete Dünnschichtelektrode soll dabei als Alternative gegenüber konventionell eingesetzten Carbon Black Elektroden entwickelt werden. Es wird das Materialsystem aus Nickel, Chrom und Kohlenstoff untersucht. Die aufgesputterten Elektroden werden nach der

Bei der Erforschung von dielektrischen Elastomeren handelt es sich um ein recht junges und aufstrebendes Forschungsgebiet. Die Anzahl an Publikationen steigt pro Jahr an. Während auf sciencedirect.com unter dem Schlagwort „dielectric elastomers“ im Jahre 2000 erst 105 wissenschaftliche Artikel zu finden waren, so waren es 2021 schon über 1000 [1]. Bei dielektrischen Elastomeren (DE) handelt es sich um einen Sandwich, bestehend

Herstellung mit einem Ultrakurzpulslaser strukturiert und in die gewünschte Geometrie gebracht.

1.1 Problemstellung, Motivation und Herangehensweise

Dielektrische Elastomere, eingesetzt als Aktoren, Sensoren oder Energy Harvester, bieten großes Potential, bestehende Anwendungen effizienter zu gestalten oder gar neue Anwendungsfelder zu eröffnen. Herkömmlich genutzte Carbon Black Elektroden weisen einen vergleichsweise hohen Widerstand auf. Dies limitiert deren Einsatzmöglichkeiten in Hochfrequenzanwendungen und den Wirkungsgrad bei der Energieumwandlung. Die minimale Strukturgröße ist durch die Herstellungsverfahren ebenfalls begrenzt.

In einer Zeit, in der viele Bauteile sukzessive verkleinert werden und in der Energieeffizienz immer wichtiger wird, rückt die Entwicklung neuer, leistungsfähiger dielektrischer Elastomere immer mehr in den Fokus. Dielektrische Elastomere sollen auch in Zukunft das Potential mit sich bringen, in neuartigen miniaturisierten Anwendungen eingesetzt werden zu können. Die Energieverluste während des Betriebs sollen reduziert und die Aktor- bzw. Sensorgeschwindigkeiten erhöht werden.

Um diese Ziele zu erreichen, werden im Rahmen dieser Arbeit metallbasierte Dünnschichtsandwichel Elektroden speziell für dielektrische Elastomere entwickelt. Reine Metaldünnschichten auf der Basis von Nickel, Chrom oder $\text{Ni}_{80}\text{Cr}_{20}$ sowie Metall-Kohlenstoff-Sandwichschichten werden im Sputterverfahren vollflächig auf beiden Seiten einer vorgespannten Silikonfolie aufgebracht. Erfolgt nach der Beschichtung der Silikonfolie eine Entspannung, so zieht sich die Folie zusammen und es entsteht eine wellige Dünnschichtelektrode auf den Folienflächen. Diese Wellen werden im Folgenden als Falten bezeichnet (engl. wrinkles). Dadurch entsteht eine Dünnschichtelektrode mit mechanischer Flexibilität. Die Elektrode kann in gewissen Grenzen ohne Degradation den anwendungsspezifischen Verformungen des DEs folgen. Bei großen Verformungen soll ein anderer Effekt ausgenutzt werden. Es ist bekannt, dass Nickel unter bestimmten Umständen die Graphitbildung katalysiert. Eine eventuell vorliegende Graphitschicht in der Metall-Kohlenstoff-Sandwichel Elektrode könnte als leitfähige und dehnbare Gleitschicht fungieren. Diese würde für mehr mechanische Flexibilität und Dehnbarkeit sorgen und bei großen Dehnungen eine ausreichend große Leitfähigkeit garantieren. Allgemein soll der Metallanteil in der Elektrode für einen geringen Widerstand sorgen und somit die Verluste beim Laden und

Entladen der DE-Kondensatoranordnung deutlich reduzieren. Gleichzeitig kann durch einen kleineren Widerstand und der damit einhergehenden kleineren RC-Konstante die theoretisch nutzbare Aktor- und Sensorgeschwindigkeit erhöht werden.

Die in dieser Arbeit entwickelten Dünnschichtelektroden werden im Rahmen der Arbeit umfangreich elektromechanisch charakterisiert. Der Einfluss der unterschiedlichen Materialien, der Herstellungsprozessparameter und der Einfluss der Vorspannungszustände wird untersucht und eingeordnet. Die Ergebnisse werden im Kontext bereits veröffentlichter Forschungsergebnisse diskutiert.

Neben der Verbesserung der elektromechanischen Eigenschaften der Elektrode sind auch die Designfreiheit und Miniaturisierung ein weiteres Ziel. Dazu erfolgt die Bearbeitung der Elektrode mit einem Ultrakurzpulslaser im Anschluss an die Herstellung. Die gewünschte Elektrodengeometrie wird ablativ erzeugt, um geometrische Details der Elektrodenfläche zu realisieren. In möglichst wenigen Arbeitsschritten soll die Herausarbeitung sowohl der aktiven Flächen eines DEs als auch der benötigten Zuleitungen vonstattengehen. Als Grundlage für die gewünschten Geometrien dienen am Computer erstellte 2D-Zeichnungen.

Der Einfluss verschiedener Laserparameter auf die Silikonfolie und die Elektroden sind Teil der Forschung und die Auflösungsgrenzen der Strukturierung werden ausgelotet. Des Weiteren erfolgt die Analyse der Zuverlässigkeit und der Reproduzierbarkeit, besonders bei kritischen Arbeitsschritten.

Die Wahl der in dieser Arbeit angewandten Herstellungsverfahren ist nicht willkürlich. Es wurde bewusst auf die Anwendung von nasschemischen Prozessen verzichtet. Weiterhin sind alle Prozesse skalierbar und sogar im großindustriellen Maßstab denkbar. Somit würde bei vielversprechenden Forschungsergebnissen die Möglichkeit bestehen, die Ergebnisse aus dem Labormaßstab heraus auf größere Stückzahlen und größere Anlagen zu transferieren.

Zusammenfassend soll eine niederohmige konforme Metallelektrode entwickelt werden, um die Effizienz und die möglichen Aktor- und Sensorgeschwindigkeiten von DE-Anwendungen erhöhen zu können. Des Weiteren soll die Laserstrukturierung die Weiterentwicklung hin zu designoptimierten und miniaturisierten DE-Anwendungen vorantreiben. Insgesamt wurde auf saubere und skalierbare Prozesse gesetzt.

1.2 Aufbau der Arbeit

Die Arbeit gliedert sich in mehrere Abschnitte. Neben Abstract und Einleitung beginnt die Arbeit mit Kapitel 2, den theoretischen Grundlagen. Es erfolgen die Erläuterungen der Grund- und Fachbegriffe und der Funktionsprinzipien sowie die Darlegung zum der Stand der Technik. Kapitel 3, Experimentelles und Methodik, liefert einen Überblick über das experimentelle Vorgehen. Der Ablauf der Herstellung der Elektrodenschichten wird erklärt, ebenso wie die Grundzüge der verwendeten Methoden. Kapitel 4 präsentiert schließlich die Ergebnisse der eigenen Forschungsarbeit. Diese werden im Kontext des aktuellen Forschungsstandes kritisch diskutiert.

Schließlich fasst Kapitel 5 die wesentlichen Ergebnisse dieser Arbeit zusammen und gibt einen Ausblick über die Möglichkeiten weitergehender Forschung.

2 Grundlagen

2.1 Dielektrische Elastomere

Dielektrische Elastomere gehören allgemein zur Gruppe der elektroaktiven Polymere. Elektroaktive Polymere können, basierend auf dem zugrundeliegenden Funktionsprinzip, in ionische und elektronische elektroaktive Polymere eingeteilt werden [4]. Die Formänderung der ionischen elektroaktiven Polymere beruht auf dem Prinzip der Diffusion von Ionen. Freie Ionen wandern aufgrund einer angelegten Spannung zu den jeweiligen Elektroden und bewirken eine Schwellung an der Zielelektrode bzw. eine Schrumpfung an der gegenpoligen Elektrode [4,5]. Resultiert die aktive Bewegung allerdings aus einem reinen elektronischen Ladungstransport, so handelt es sich um elektronische elektroaktive Polymere. Dielektrische Elastomere (DE) gehören hierbei zur letztgenannten Kategorie. Hier kommt es durch einen elektronischen Ladungstransport zur Ladung und Entladung der Elektroden [6].

Die erste Beschreibung einer Änderung von „*Form- und Volumenkörpern*“ aufgrund angelegter elektrischer Felder stammt von Wilhelm Conrad Röntgen aus dem Jahr 1880 [7]. Erst in den 1990er Jahren wird dieser Effekt für die Aktorik entdeckt [8,9] und hat seitdem das Interesse vieler Forschungsgruppen geweckt.

Der Grundaufbau eines dielektrischen Elastomers (DE) ist in **Abbildung 2-1** dargestellt. Ein weiches Dielektrikum, häufig ein Silikon oder ein Acrylelastomer, ist mit zwei flexiblen, konformen Elektroden beschichtet. Somit entsteht ein flexibler Plattenkondensator. Beim Anlegen einer Hochspannung ziehen sich die Elektroden aufgrund des wirkenden E-Feldes an.

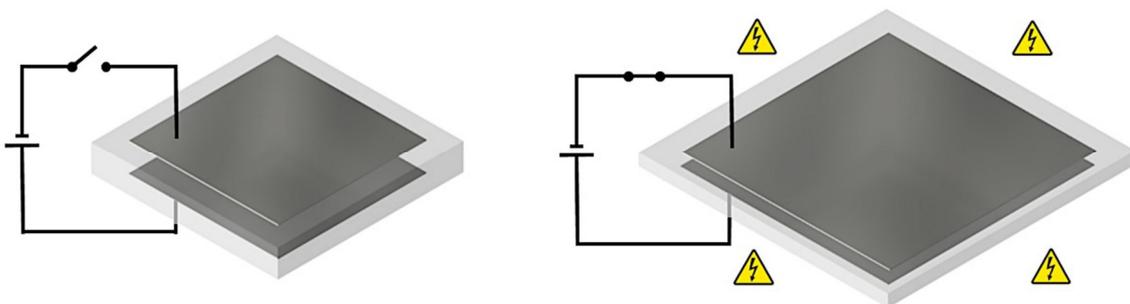


Abbildung 2-1: Funktionsprinzip von dielektrischen Elastomeren: Bei einem flexiblen Plattenkondensator ziehen sich die Elektroden unter Anlegung einer Hochspannung an. Gleichzeitig wird das Dielektrikum dann in der Ebene gestreckt.

Die auftretende mechanische Maxwellspannung σ_M bei angelegter elektrischer Spannung V kann mit **Formel 2-1** bestimmt werden [2]. Dabei stellt Y den E-Modul, z die Dicke des Dielektrikums, ε_0 die Permittivität im Vakuum und ε_R die relative Permittivität dar.

$$\sigma_M = \frac{\varepsilon_0 \varepsilon_r V^2}{Y z^2} \quad \text{Formel 2-1}$$

Aufgrund der Volumenkonstanz des Dielektrikums, bewirkt eine Annäherung der Elektroden eine gleichzeitige Ausbreitung des Dielektrikums in der Ebene. Diese geometrische Änderung dient als Basis zur Realisierung verschiedener Aktorkonzepte [10], deren Umsetzung in diversen Arbeiten nachvollzogen werden kann. Es wurden unter anderem Arbeiten zu PUSH-Aktoren [11], Pumpen [12,13], Braille-Displays [14], künstlichen Muskeln [15], Ventilen [16] und Schaltern [17] auf DE-Basis veröffentlicht. Dielektrische Elastomeraktoren sind sehr leicht, soft, flexibel in ihrer Geometrie und arbeiten lautlos. Sie bieten außerdem den Vorteil einer hohen Energieeffizienz und eines schnellen Ansprechverhaltens [2,18].

Eine Annäherung der Elektroden sowie eine Vergrößerung der Elektrodenflächen führt zu einer Kapazitätsänderung. Des Weiteren ändert sich bei vielen Elektroden mit zunehmender Dehnung der ohmsche Widerstand und die Impedanz. Es kann also die Kapazität, die Impedanz aber auch der ohmsche Widerstand als sensorische Größe ausgewertet werden [19–22]. So können zum Beispiel Dehnung [23], Druck [24], Kraft [25] oder Positionen [26] gemessen werden.

Dielektrische Elastomere können auch zur Energiewandlung genutzt werden. Wird der Abstand der Elektroden bei konstanter Spannung reduziert, so erhöht sich die Ladungsmenge des Kondensators [27]. Wird hingegen die Ladung konstant gehalten und der Abstand vergrößert, so steigt die Spannung an [28]. Je nach Verschaltung kann also aus mechanischer Arbeit elektrische Ladung oder elektrische Spannung generiert werden. Realisiert und untersucht wurden DE-Kraftwerke von Vertechy et al. [29], Jean Mistral et al. [30] und Moretti et al. [31]. Die Eigenschaften eines DEs können auch kombiniert angewendet werden. Es ist möglich, ein dielektrisches Elastomer gleichzeitig sowohl als Aktor und als Sensor zu benutzen oder es sogar zur Energiegewinnung einzusetzen. Einzig die elektrische Ansteuerung und Schaltung muss auf den komplexeren Anwendungsfall angepasst werden [19,32,33].

Soll mehr als die einfache Dickenänderung in der Aktorik ausgenutzt werden [13,34], muss die Verformung des DEs in eine geführte Bewegung umgewandelt werden. Dazu wird die DE-Membran in einem mechanischen Gerüst oder Gehäuse platziert und befestigt, sodass nur noch

der Freiheitsgrad der gewünschten Bewegung übrigbleibt. Der Hub und die Kraft eines Aktors kann dann mithilfe von geeigneten Vorspannmechanismen auf die jeweilige Anwendung angepasst werden. Lineare Metallfedern sind hier als einfacher Vorspannmechanismus mit begrenzter Wirkung zu nennen. Der Einsatz von nicht-linearen Federn mit negativer Steifigkeit führt zu deutlich größeren Kraftübersetzungen und Hübem [35]. Bistabile Vorspannmechanismen oder kleine Kuppeln aus Silikon, sogenannte Domes, können ebenfalls zum Einsatz kommen [36,37]. Für detaillierte Informationen über die mechanische Auslegung, Dimensionierung und das Design solcher Vorspannmechanismen oder kompletter Aktorsysteme wird an dieser Stelle auf die entsprechende Literatur verwiesen [13,34–37].

Das Dielektrikum eines DEs bestimmt maßgeblich dessen Leistungsfähigkeit. Typische Vertreter sind Silikone, Acrylkunststoffe [28,38,39], Naturkautschuk (NR) [39] oder seltener PU-Schäume [18,23,40]. Eine gute Übersicht über die verschiedenen Vertreter und deren Eigenschaften sind in der Arbeit von Romasanta et al. zu finden [41]. Bei der Materialauswahl gilt es, die Eigenschaften wie maximale Dehnung, Dielektrizitätskonstante, Elastizität, Viskoelastizität, Glasübergangstemperatur, Energiedichte, mechanische Dämpfung und Durchschlagsfestigkeit gegeneinander abzuwägen. Die Einsatztemperatur eines DEs muss oberhalb der Glasübergangstemperatur des Dielektrikums liegen [4]. Weiter ist eine hohe elastische Dehnung bei gleichzeitig geringem viskosem Anteil und geringer mechanischen Dämpfung wünschenswert [42]. Eine hohe Durchschlagsfestigkeit ermöglicht eine hohe Aktorspannung und zusammen mit einer hohen Dielektrizitätskonstante und einem kleinen E-Modul führt dies zu einer hohen Maxwellspannung (vgl. **Formel 2-1**) [9].

In dieser Arbeit wird ausschließlich Polydimethylsiloxan, kurz PDMS, also ein Silikon als Dielektrikum verwendet. Neben der kommerziellen Verfügbarkeit in verschiedenen Dicken, sprechen ein niedriger viskoelastischer Anteil, eine schnelle Reaktionszeit und eine kleine mechanische Hysterese für Silikon als Dielektrikum. Zusätzlich sind die Eigenschaften, verglichen mit einem Acrylpolymer, über einen großen Temperaturbereich deutlich stabiler. Die Nachteile, z.B. eine niedrige Dielektrizitätskonstante, eine kleinere Energiedichte und die geringere Dehnung im Vergleich zu einem Acrylpolymer [43] sind in dieser Arbeit weniger von Bedeutung. Die Eigenschaften eines PDMS werden in Abschnitt 2.4.1 detaillierter erläutert.

2.2 Konzepte für Konforme Elektroden

Neben dem Dielektrikum spielt die Elektrode eine wichtige Rolle. Für eine zuverlässige Funktion eines DEs müssen viele Anforderungen von der Elektrode erfüllt werden. Die Konformität, also die Dehnbarkeit und Flexibilität der Elektrode, gilt als Grundvoraussetzung. Dies garantiert eine gute Leitfähigkeit im Belastungsfall auch bei großen Dehnungen von bis zu 100 %. Dabei sollten die elektromechanischen Eigenschaften wie Widerstand, Kapazität und Impedanz auch nach mehreren Millionen Zyklen nicht altern. Weiterhin sollte es sich um eine softe und dünne Elektrode handeln, die nur einen begrenzten Einfluss auf die Gesamtsteifigkeit des DE-Aktors zeigt. Die Hysterese des Dielektrikums sollte im Idealfall nicht vergrößert werden. Die Haftung zwischen Elektrode und Dielektrikum spielt ebenso eine große Rolle wie die chemische Kompatibilität der beiden Teile [2,18,41,44]. Außerdem sollte das Design der Elektrode flexibel gestaltet werden können.

2.2.1 Kohlenstoffbasierte konforme Elektroden

Am weitesten verbreitet sind Elektroden auf der Basis von Kohlenstoffpartikel. Damit ein perkolierendes, elektrisch leitendes Netzwerk entsteht, muss die Partikelkonzentration hoch genug gewählt werden [41]. Die hier vorgestellten Kohlenstoffelektroden sind piezoresistiv, d.h. sie verändern ihren elektrischen Widerstand unter Druck oder Zug. Der elektrische Widerstand ist dabei an den mittleren Partikelabstand benachbarter Partikel geknüpft. Im entspannten Zustand berühren sich die Partikel, sodass durchgängige leitfähige Pfade vorliegen. Bei einer mechanischen Verformung verändert sich dann allerdings der Partikelabstand. Bei kleinen Verformungen und korrespondierenden kleinen Partikelabständen können die Abstände durch die Tunnelleitung überwunden werden. Bei größer werdenden Abständen steigt der interpartikuläre Widerstand exponentiell an und die Elektrode kann irgendwann makroskopisch als isolierend angesehen werden [45,46].

Als einfachste Form kann Kohlenstoffpulver direkt auf das Dielektrikum aufgetragen werden. Es bietet eine genügend hohe Leitfähigkeit bei hohen Dehnungen und steift das DE nicht aus. Allerdings kann es sich leicht ablösen [2,41]. Dennoch wird es in verschiedenen Arbeiten verwendet [34,47–49]. Kohlenstoffhaltige Fette oder Öle sind ebenfalls als Elektrode denkbar. Hier bergen das Eindringen des Trägermediums in das Dielektrikum durch Diffusion sowie die Gefahr der Austrocknung der Elektrode die größten Risiken [2,41]. Häufig wird Carbon-Black (CB) verwendet. Dabei handelt es sich um eine Mischung aus einem vernetzbaren Polymer und

einer Kohlenstoffmodifikation in Form von Graphitflakes, Graphitsheets, Graphitpulver [41] oder Carbon-Nano-Tubes [50]. Die Herstellung von CB geht meist einher mit der Nutzung von chemischen Lösemitteln, die optimale Verarbeitungszeit ist begrenzt und es entsteht entsprechender chemischer Abfall. Die CB-Mischung wird mittels Inkjet [51], Tauchbeschichtung [52], Gießen in Kombination mit einer Laserbehandlung [53], Sprühverfahren [54] oder Siebdruck [55,56] direkt auf das Dielektrikum aufgebracht und dann vernetzt. Die räumliche Auflösung und die Gestaltungsmöglichkeiten sind eingeschränkt und abhängig vom gewählten Verfahren. Die erwähnten Herstellungsverfahren sind mittlerweile Stand der Technik. Es ist also preiswert und recht einfach CB-Elektroden herzustellen.

Folglich ist Carbon-Black das am häufigsten verwendete Material für die Herstellung konformer Elektroden für dielektrische Elastomere. CB bietet für die meisten Anwendungen eine ausreichende elektrische Leitfähigkeit, auch bei großen Dehnungen [55]. Der Anfangswiderstand liegt im Bereich von knapp $100 \text{ k}\Omega/\square$ und erhöht sich bei Dehnung in den Megaohm-Bereich, was die Effizienz gerade bei größeren Aktoren deutlich schmälert. CB-Elektroden sind meist mehrere Mikrometer dick [55], was dazu führt, dass sie einen Einfluss auf die Steifigkeit des dielektrischen Elastomerfilms haben.

Genau hier können plasma-physikalisch abgeschiedene metallische Dünnschichtelektroden ihre Vorteile ausspielen. Saubere Prozesse ohne Abfall, mit niederohmigen Elektroden sind hier das Resultat. Die Erweiterung des Herstellungsprozesses mit einer geeigneten Laserstrukturierung garantiert zusätzliche Designfreiheit und Miniaturisierungsmöglichkeiten.

2.2.2 Metallische konforme Elektroden

Konforme metallische Elektroden sind schwieriger zu realisieren, da reine Metalle i.d.R. aussteifend wirken und nur sehr limitiert dehnbar sind [57,58]. Diese Nachteile können z.T. durch geeignete Elektrodengeometrien und Herstellverfahren überwunden werden. Mäander- oder Zickzackstrukturen sowie andersartig strukturierte metallische Dünnschichten sind erforscht worden [12,47,59]. Des Weiteren können wellige Schichten hergestellt werden [10,60–62]. Auch exotische Herstellverfahren wie Ionenimplantation werden zur Herstellung konformer Elektroden genutzt [63]. Metallische Elektroden besitzen gegenüber CB einen sehr viel geringeren Anfangswiderstand im Bereich von ca. $100 \Omega/\square$ (vgl. Abschnitt 4). Der geringe Widerstand resultiert in einer reduzierten RC-Konstante. Dies ist vorteilhaft für schnellere Aktuierung, Sensorik und Self-Sensing [64] und für effizientere Energy Harvester [65].

Allgemein liegt der Fokus der Entwicklung konformer Metallelektroden nicht auf dem Gebiet der dielektrischen Elastomere, sondern eher im Bereich der flexiblen, biegbaren, rollbaren und dehnbaren Elektronik [66]. Eine detaillierte Übersicht über metallische Dünnschichtelektroden auf flexiblen Substraten ist nachfolgend beschrieben.

2.2.2.1 Vollflächige Metaldünnschichtelektroden

Ein Bulkmetall ist i.d.R. nur sehr begrenzt elastisch dehnbar (ca. 2 %) [57,58]. Wird die Schichtdicke allerdings in den Sub- μm -Bereich reduziert und das Metall zusätzlich auf einem flexiblen, weichen Substrat aufgebracht, ändern sich die Materialeigenschaften. Voraussetzung ist eine sehr gute Adhäsion zwischen Substrat und Elektrodenmaterial. Xiang et al. demonstrieren in ihrer Arbeit, dass gut haftende, 100 – 170 nm dicke Cu-Dünnschichten, große Dehnungen überstehen. Bis 30 % Dehnung treten nur vereinzelte, kleine Risse auf. Bei schlechter Haftung treten bei der gleichen Schicht kritische Risse schon ab 2 % Dehnung auf [67]. Um den Zusammenhalt von Elektrode und Substrat noch zusätzlich zu vergrößern, wird die Elektrode z.T. in eine flexible Matrix eingebettet und nicht nur oberflächlich aufgebracht [59,68–70].

Es besteht auch die Möglichkeit eine 3D-Oberflächenstruktur, sogenannte Falten bzw. Wrinkles, zu erzeugen (siehe **Abbildung 2-2**). Diese Falten agieren als mechanischer Puffer. Eine aufgefaltete Metaldünnschicht wird bei mechanischer Dehnung erst entfaltet, bevor die Metallschicht selbst belastet wird. Falten entstehen, wenn eine dünne, härtere Schicht von einer darunterliegenden

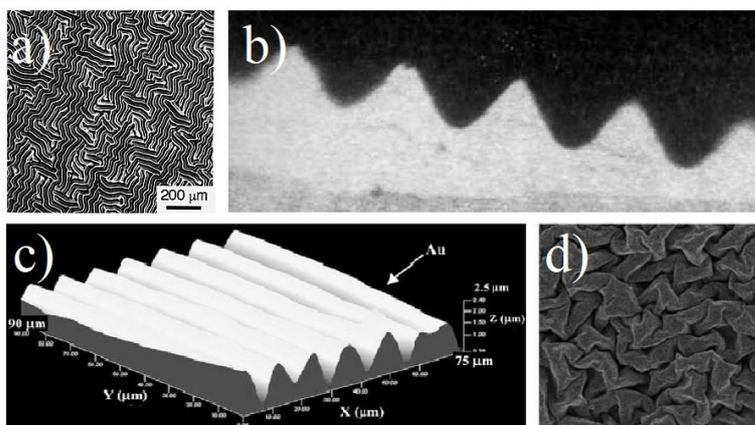


Abbildung 2-2: 3D-Strukturen als flexible Elektroden: a) zufällig orientierte Falten aufgrund von thermischen Spannungen [62], b) Querschnitt einer vorgeprägten welligen Oberfläche [10,61], c) Profil von Falten bei uniaxialer [60] und d) bei biaxialer mechanischer Vorspannung [71].

elastischen Trägermatrix zusammengezogen bzw. zusammengedrückt wird. Die harte Beschichtung kann größere Stauchungen nicht durch elastische Verformung abbauen und sie faltet sich auf. Dadurch werden auftretende Längenunterschiede bzw. Spannungen abgebaut [62]. Bei einer

Metallbeschichtung auf PDMS genügen thermische Spannungen um die Faltenbildung zu initiieren. Der thermische Ausdehnungskoeffizient von Metallen beträgt i.d.R. etwa $10 \cdot 10^{-6}/\text{K}$ und der von Elastomeren etwa $200 \cdot 10^{-6}/\text{K}$ [72]. Wird das erwärmte Substrat beschichtet und anschließend abgekühlt, so führt die thermisch bedingte Schrumpfung zu einer Auffaltung ohne Vorzugsrichtung [62]. Eine zusätzliche mechanische Vorspannung während der Beschichtung erhöht die Triebkraft zur Faltenbildung deutlich. Eine biaxiale Vorspannung führt zu einer ungeordneten Orientierung mit isotropen mechanischen Eigenschaften [71,73]. Anisotrope Eigenschaften werden bei uniaxialer Vorspannung mit gerichteten Falten erzeugt [60]. Ein anderer Ansatz zur Ausnutzung welliger Oberflächen liefert Benslimane et al.. Sie beschichten eine wellig vorgeprägte Oberfläche. Das Resultat ist eine gewellte Elektrode, die durch eine angelegte äußere mechanische Spannung erst glattgezogen wird. Mit der so erzeugten Elektrode können 30 % uniaxiale Dehnung erzielt werden. Die aufgeprägte Wellenstruktur des Substrates führt zu anisotropen mechanischen Eigenschaften [10,61]. Eine theoretische Betrachtung der Faltenbildung ist in Abschnitt 2.3 nachzulesen.

2.2.2.2 Herstellung vollflächiger Metaldünnschichtelektroden

Um eine der bisher beschriebenen Effekte nutzen zu können, ist es nötig, eine vollflächige metallische Beschichtung auf dem Substrat zu erzeugen. Dies kann mit Physical Vapor Deposition Verfahren (PVD Verfahren) realisiert werden. Dabei wird das Metall mittels Elektronenstrahlverdampfen aufgedampft [12,60,62,70] oder aufgesputtert (Verfahren siehe Abschnitt 3.2) [47,59,61]. Häufig wird neben der eigentlichen Elektrode noch eine dünne Titan- oder Chromschicht als Haftvermittler verwendet [12,62]. Die Gesamtdicke einer Elektrode kann je nach Arbeit zwischen 50 nm [62] und 200 nm [59] variieren.

Es gibt auch chemische Verfahren, um dünne metallische Elektroden zu erzeugen. Über eine Reduktionsreaktion wird aus einer Lösung, bestehend aus einem Silberdiaminkomplex, Natriumhydroxid und einem Aktivator, eine Silberelektrode abgeschieden. Diese Abscheidung geschieht stromlos. Die so erzeugten Schichten sind zwischen 120 nm und 180 nm dick [71,73]. Ein vergleichbares Verfahren nutzt als Ausgangsstoffe Goldsäure und Kaliumhydrogencarbonat [69,74]. Gonzales et al. nutzen eine galvanische Abscheidung zur Herstellung von großflächigen, ca. 6 μm dicken Nickel- und Goldelektroden [68]. Durch eine Salzreduktionsreaktion kann hingegen eine Platinelektrode hergestellt werden [75]. Die hier genannten Herstellungsverfahren können sowohl auf entspannten als auch auf vorgespannten Substraten angewendet werden.

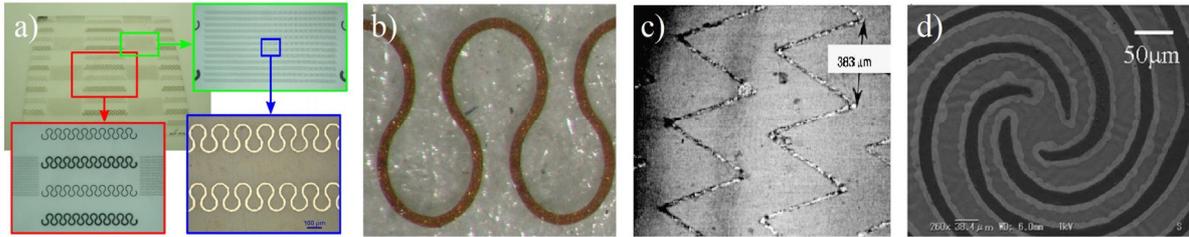


Abbildung 2-3: Strukturierte flexible Elektroden für Elektronikanwendungen: a) Mäanderstruktur von Verplancke et al. [59], b) Mäanderstruktur von Gonzalez et al. [68], c) Zick-Zack-Muster von Pelrine et al. [47], d) radialsymmetrische Struktur von Pimpin [12].

2.2.2.3 Strukturierte Metaldünnschichtelektroden

Funktionierende flexible Dünnschichtelektroden müssen nicht zwangsläufig vollflächig ausgebildet sein. Eine geeignete Geometrie der leitfähigen Pfade führt ebenfalls zu einer flexiblen Metallelektrode (vgl. **Abbildung 2-3**). Bei Dehnung wird dann zuerst die Geometrie und nicht das Metall selbst beansprucht. Eine solche Strukturelektrode verhält sich ähnlich einer Feder [68]. Verplancke et al. und Gonzalez et al. untersuchen in ihren Arbeiten jeweils hufeisenförmige Geometrien. Diese überleben bei einmaligem uniaxialem Zug Dehnungen von bis zu 100 % [59,68]. Pelrine arbeitet hingegen mit Zick-Zack-Muster und erreicht Dehnungen von 80 % [47]. Ein radialsymmetrisches Elektrodenmuster erhöht ebenfalls die zu erreichende Dehnung einer Membran aus der Ebene heraus. Dabei bleibt die Leitfähigkeit stabil [12]. Dehnbare spiralförmige Verbindungen, wie von Li et al. vorgestellt, halten eine Dehnung von 160 % aus [76]. Durch die Strukturierung der Elektrode kann es zu anisotropen Eigenschaften des flexiblen Bauteiles kommen, die im Anwendungsfall berücksichtigt werden müssen. Für die Verwendung als DE-Elektrode entsteht zusätzlich der Nachteil, dass die Elektrodenfläche reduziert wird. Somit sinkt zum einen die Kapazität und zum anderen der Anteil der aktiven Fläche [2].

2.2.2.4 Strukturierung von Metaldünnschichtelektroden

Strukturelektroden können aus einer zuvor vollflächigen erzeugten Beschichtung herausgearbeitet werden. UV-aushärtender Lack (engl. Photoresist) wird dazu auf die Metallschicht aufgebracht und mittels einer Maske und einer UV-Lampe selektiv ausgehärtet. Die nicht ausgehärteten Bereiche werden ausgewaschen. Danach erfolgt ein chemisches

Wegätzen der Elektrode an allen Stellen, an denen sie nicht durch den Fotolack geschützt ist. Im letzten Schritt muss der Fotolack von der zurückgebliebenen Elektrodenstruktur entfernt werden [12,59,70]. Fotolack kann auch genutzt werden, um vor der Beschichtung eine Maske auf dem Substrat zu erzeugen. Im Lift-off-Prozess wird hierzu Fotolack auf das Substrat aufgebracht und anschließend selektiv ausgehärtet. Die nicht ausgehärteten Bereiche werden entfernt. Daraufhin erfolgt das physikalische oder chemische Aufbringen der Metallschicht. Die Fotolackmaske mit der darüber liegenden Dünnschicht wird nach dem Beschichten entfernt, sodass eine strukturierte Metallschicht zurückbleibt. Diese Art der Maske muss allerdings für jeden Beschichtungsprozess neu hergestellt werden [60]. Häufig finden auch dünne Metallsheets, die mehrfach einsetzbar sind, als Maske Verwendung. Der Prozess ist deutlich einfacher als selektives Ätzen oder das Erzeugen von Fotolackmasken. Allerdings ist die Strukturgröße beim Maskenprozess gröber [2].

2.2.2.5 Metallhaltige Elektroden auf Basis perkolierender Netzwerke

Neben der Verwendung von metallischen Dünnschichten ist auch die Herstellung flexibler, metallhaltiger Elektroden basierend auf dem Prinzip der perkolierenden Netzwerke möglich. In Analogie zu CB wird eine Mischung aus einer flexiblen, aushärtenden Matrix und einem Metallanteil hergestellt. Dabei können kleine Metallpartikel, Metallnanodrähte (engl. Nanowires) oder kompliziertere Metallnetzwerke genutzt werden. Der Metallanteil muss dabei ausreichend groß sein, dass ein perkolierendes leitendes Netzwerk entsteht. Finden Nanowires Verwendung, um eine solche Elektrode herzustellen, ist es möglich, je nach Füllgrad und Größe der Nanowires eine transparente und gleichzeitig leitfähige Elektrode zu erzeugen [66] (siehe

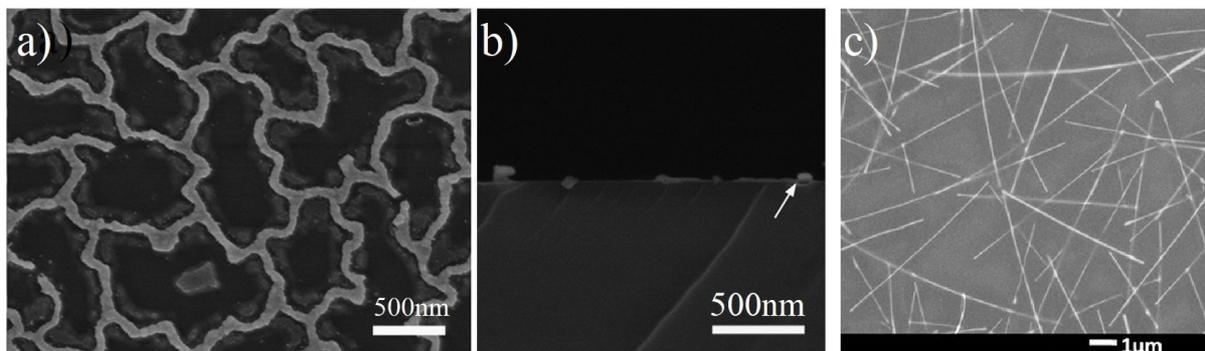


Abbildung 2-4: Flexible Elektroden auf der Basis von perkolierenden Netzwerken und Nanomeshes: a) Draufsicht auf ein Gold-Nanomesh und b) der dazugehörige Querschnitt [77], c) perkolierendes Netzwerk bestehend aus Silbernanodrähten [78].

Abbildung 2-4 c). Häufig werden Silber-Nanowires genutzt. Diese werden in PDMS oder in PU eingebettet. Dehnungen zwischen 20 % und 80 % ohne nennenswerte Widerstandserhöhung konnten mit solchen Elektroden realisiert werden [78–82].

2.2.2.6 Herstellung perkolierender Netzwerke

In einem ersten Schritt findet die Herstellung von Mischungen aus einer isolierenden Matrix und leitfähigen Metallpartikel statt. Diese Mischungen können z.B. durch Siebdruck aufgebracht werden. Li et al. drucken Silber-Nanowires und erzeugen damit eine flexible und transparente Elektrode [76]. Perkolierende Netzwerke lassen sich auch mittels Ink-Jet direkt drucken [83]. Auf den Druckprozess folgt meist noch ein Aushärteschritt der thermisch [83] oder chemisch aktiviert sein kann [76].

Ebenso ist es möglich perkolierende Netzwerke über einen Transferprozess herzustellen. Im ersten Schritt werden die Nanowires auf ein Trägersubstrat aufgebracht [78,79,82]. Dies geschieht mittels Drop-Casting [78,80–82] oder lithographischer Filtration [79,84]. Das Lösungsmittel wird dann verdampft und danach wird eine reaktive Monomerlösung, z.B. ein Silikon- [79–81], ein Acryl- [82] oder ein PU-Polymer [78] auf die Nanowires gegeben. Die Monomerlösung umschließt dabei die Nanowires, ohne diese elektrisch voneinander zu isolieren. Anschließend erfolgt eine Aushärtung der Monomerlösung und die Nanowires sind in der Polymermatrix eingebettet [78–82]. Das Netzwerk kann dann an die benötigte Stelle transferiert werden.

2.2.2.7 Außergewöhnliche Formen metallischer Elektroden und deren Herstellung

Ein Nanomesh als Elektrode stellt eine Weiterentwicklung dar und wird in der Arbeit von Gou et al. vorgestellt [77] (**Abbildung 2-4 a) & b**). Das Nanomesh ist ein 2-D Netz aus gekrümmten, dünnen Gold-Nanodrähten. In einem zweistufigen Prozess wird das Nanomesh zuerst hergestellt und dann auf das Substrat transferiert. Die Herstellung eines Meshes erfordert eine genaue Abfolge an mehreren aufeinanderfolgenden Beschichtungs- und Ätzprozessen. Das fertige Mesh wird dann auf PDMS transferiert [77].

Es ist möglich Dehnungen von 160 % ohne nennenswerten Widerstandsabfall mit einem Nanomesh zu realisieren. Die große Flexibilität ist im Bereich kleiner Dehnungen auf den

Federeffekt der 2-D-Struktur zurückzuführen. Größere Dehnungen werden durch eine zusätzliche Auslenkung der Elektrode aus der Ebene heraus kompensiert [77].

Ionenimplantieren ist ein weiteres exotisches Herstellungsverfahren für die Fertigung von flexiblen Elektroden. Dabei werden hochenergetische Goldatome auf ein vorgestrecktes Substrat geschossen. Das führt je nach Energie zu implantierten Metallclustern in einer Tiefe von ca. 50 nm. Diese bilden ein perkolierendes Netzwerk und die Struktur bleibt bis zu einer Dehnung von 80 % funktionsfähig [63].

2.2.2.8 Zusammenfassung der Konzepte für konforme metallischen Elektroden

In diesem Abschnitt werden die Herstellungsmöglichkeiten von flexiblen metallhaltigen Elektroden für dielektrische Elastomerfolien und flexible Elektronik nochmals zusammengefasst. Neben der Erzeugung von Dünnschichtelektroden, entweder vollflächig als aufgefaltete Oberfläche oder als geometrisch flexible Mäander- oder Zick-Zack-Strukturen, besteht die Möglichkeit auch perkolierende Netzwerke zu erschaffen. Des Weiteren können Nano-Meshes oder ionenimplantierte Pfade als konforme Elektroden genutzt werden. Von den vorgestellten Verfahren finden zurzeit allerdings nur Wenige ihre Anwendung im Bereich der dielektrischen Elastomere. Aus diesem Grund wird in dieser Arbeit eine metallbasierte Dünnschichtelektrode, speziell für den Einsatz als konforme Elektrode, für dielektrische Elastomere entwickelt.

Die hier vorgestellten vollflächigen Dünnschichtelektroden anderer Forschungsgruppen sind aus Kupfer, Silber oder Gold hergestellt und starten ab einer Dicke von ca. 50 nm. Eine solch dicke vollflächige Elektrode beeinflusst die mechanischen Eigenschaften eines weichen Substrates sehr stark. Deshalb liegt der Fokus der vorliegenden Arbeit auf der Entwicklung von Elektroden mit Dicken zwischen 10 und 40 nm. Des Weiteren erfolgt eine eher untypische Materialauswahl. Es kommen Nickel, Chrom und eine Legierung aus 80 wt.-% Nickel und 20 wt.-% Chrom in Kombination mit Kohlenstoff zum Einsatz. Nickel kann unter bestimmten Umständen als Katalysator für die Bildung von Graphit wirken [85,86]. Die Möglichkeit, dass Nickel unter den hier gewählten Prozessparametern eine graphitische Dünnschichtelektrode katalysieren könnte, wird untersucht. Im Sandwichverbund mit einer Metaldünnschicht würde eine Graphitdünnschicht als dehnbare und flexible Gleitschicht agieren können. Somit sollten hohe Dehnungen bei gleichzeitig niedrigem elektrischem Widerstand möglich sein. Chrom dient allgemein als guter Haftvermittler [87]. Durch den gezielten Austausch der Metalle in der

Metall-Kohlenstoff-Sandwichelektrode sollen Aussagen über deren Einflüsse auf die elektromechanischen Eigenschaften der Dünnschichtelektroden getroffen werden.

Die Arbeitsgruppe Sensorik und Dünnschichttechnik forscht seit Langem mit Erfolg an der Entwicklung von nickel-, chrom- und kohlenstoffhaltigen Sensordünnschichten [88–90]. Diese Expertise bzw. Erfahrung dient bei der Entwicklung neuer konformer Elektroden als Basis.

2.3 Faltenbildung

Aufgefaltete Strukturen sind in der Natur weit verbreitet und in allen Größenordnungen zu finden, von Strukturen im μm -Bereich auf Zelloberflächen bis hin zu makroskopischen Strukturen beim Gehirnkortex [91]. Auch in geologischen Größenordnungen entstehen Faltengebirge um Spannungen in der Erdkruste abzubauen [92]. Immer präsenter werden Falten im technischen Bereich in der Entwicklung von flexiblen und dehnbaren Elektronikbauteilen [93,94]. Die Bildung von Falten ist zurückzuführen auf mechanische Instabilitäten [95]. Die Triebkraft für diese Instabilität kann dabei sowohl thermisch, chemisch als auch mechanisch induziert sein [62,95,96]. Entstehen in einer harten Dünnschicht auf einem weichen Substrat Druckspannungen und überschreiten diese einen kritischen Wert, so bilden sich Falten aus. Die Faltenformation führt zu einem globalen Abbau mechanischer Spannungen im Substrat und in der Dünnschicht. Die Energie des Gesamtsystems wird durch die Faltenstruktur reduziert [95,97].

Die Forschung über Faltenstrukturen beschäftigt sich schon lange mit mechanischen Modellen, die deren Entstehung beschreiben. Es existiert eine kritische maximale Wellenlänge λ_{cr} der Falten (siehe **Formel 2-2**). Falten mit einer größeren Wellenlänge können nicht ausgebildet werden. λ_{cr} ist abhängig von der Dicke der Dünnschicht t_f , den jeweiligen E-Moduli E_f und E_s und den jeweiligen Querkontraktionszahlen ν_f und ν_s [95,97–100]:

$$\lambda_{cr} = 2\pi t_f \left[\frac{(1 - \nu_s^2) * E_f}{3 * (1 - \nu_f^2) * E_s} \right]^{1/3} \quad \text{Formel 2-2}$$

Der Index f steht dabei für den Dünnschichtfilm und s für das Substrat. Es ist zu erkennen, dass die kritische Wellenlänge von den Materialeigenschaften und der Dicke der Beschichtung abhängig ist. Mit steigender Dünnschichtdicke und steigender Steifigkeit des Dünnschichtfilms steigt die kritische Wellenlänge. Dahingegen bewirkt ein steiferes Substrat eine kleinere kritische Wellenlänge.

Falten werden erst bei Überschreitung einer kritischen Dehnung ε_{cr} ausgebildet [95,96] (vgl. **Formel 2-3**). Die kritische Dehnung ε_{cr} erhöht sich mit steigender Steifigkeit des Substrates und fällt mit steigender Steifigkeit des Dünnsfilmes.

$$\varepsilon_{cr} = \frac{1}{4} \left[\frac{3 * (1 - \nu_f^2) * E_s}{(1 - \nu_s^2) * E_f} \right]^{2/3} \quad \text{Formel 2-3}$$

λ_{cr} und ε_{cr} stellen Grenzbedingungen dar. Beide Formeln müssen in Kombination betrachtet werden. Nur wenn die kritische Dehnung ε_{cr} überschritten wird, können Falten mit einer Wellenlänge von maximal λ_{cr} ausgebildet werden. Für den Grenzfall, dass Substrat und Dünnsfilm die gleichen mechanischen Eigenschaften besitzen, gibt es unter normalen Umständen keine Faltenbildung. Es existiert zwar eine absolute kritische Wellenlänge, die erforderliche kritische Dehnung beträgt allerdings über 50 %. Eine Faltenbildung ist dann nur realistisch, wenn eine der beiden Schichten mechanisch vorgedehnt ist. Kommt es dann schließlich in einem System zur Faltenbildung, so kann die tatsächliche Wellenlänge der Falten λ mit Hilfe der tatsächlich auftretenden Dehnung ε abgeschätzt werden (**Formel 2-4**) [95].

$$\lambda = \lambda_{cr} * [1 - (\varepsilon - \varepsilon_{cr})] \quad \text{Formel 2-4}$$

Bei einer zuvor aufgeprägten Vordehnung entspricht die tatsächliche Dehnung ε aus **Formel 2-4** der Vordehnung ε_{pre} . Daraus folgt **Formel 2-5**:

$$\lambda = \lambda_{cr} * [1 - (\varepsilon_{pre} - \varepsilon_{cr})] \quad \text{Formel 2-5}$$

Mit steigender Dehnung bzw. Vordehnung reduziert sich die Wellenlänge. Die entsprechende Amplitude A der Falten errechnet sich nach **Formel 2-6** [91,95,97].

$$A = \frac{\lambda_{cr}}{\Pi} * \sqrt{\varepsilon - \varepsilon_{cr}} \quad \text{Formel 2-6}$$

Auch **Formel 2-6** kann im Falle einer Vordehnung zu **Formel 2-7** weiterentwickelt werden.

$$A = \frac{\lambda_{cr}}{\Pi} * \sqrt{\varepsilon_{pre} - \varepsilon_{cr}} \quad \text{Formel 2-7}$$

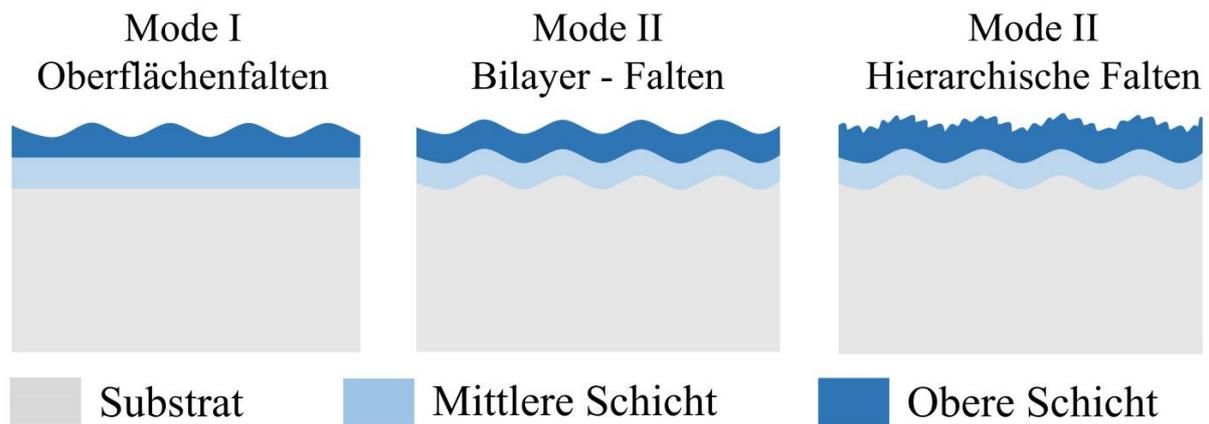


Abbildung 2-5: Verschiedene Moden der Faltenbildung bei Dreischichtsystemen.

Mit steigender Dehnung bzw. Vordehnung bildet sich eine größere Amplitude aus. Diese Modelle beziehen sich in ihrer Herleitung jeweils auf kleine Deformationen und auf Systeme mit einer einfachen Dünnschicht auf dem Substrat.

Die Faltenbildung von Mehrschichtsystemen, in dieser Arbeit konkret Dreischichtsysteme, ist in der theoretischen Abbildung deutlich komplexer. Es wird zwischen 3 verschiedenen Moden unterschieden (**Abbildung 2-5**) [101,102]. Mode I beschreibt den Umstand, dass die Zwischenschicht mechanisch zum Substrat gezählt wird. Nur die obere Schicht bildet Falten aus (hochgestellter Index OF). Bei Mode II wird die Zwischenschicht zum Dünnschichtsystem gezählt. Hier bilden beide Deckschichten gemeinsame Falten aus (Abkürzung BL). Ein Sonderfall zeigt einen hierarchischen Schichtaufbau, bei dem die Wellenlänge in der mittleren Schicht deutlich größer ist als die Wellenlänge in der oberen Schicht.

Mode II wurde schon recht früh von Staffort et al. erforscht. Hier erfolgt die Berechnung eines effektiven E-Moduls in Abhängigkeit der mechanischen Eigenschaften und den Abmessungen der beiden Dünnschichten [103]. Dieser Ansatz wird später in anderen Quellen wieder reproduziert [102,104]. Lejeune et al. erweitern diesen Ansatz. In einem ersten Schritt wird rechnerisch ermittelt, ob sich die mittlere Schicht im Folgemodell zum Substrat oder zur Dünnschicht zählen lässt [101,105]. Somit besteht die Möglichkeit zu unterscheiden, ob es sich um den Mode I oder Mode II handelt. Einen ähnlichen Ansatz verfolgen Jia et al.. Zuerst werden die kritischen Dehnungen für die jeweiligen Moden I ε_{cr}^{OF} und II ε_{cr}^{BL} berechnet (vgl. **Formel 2-8 & Formel 2-9**) [102].

$$\varepsilon_{cr}^{BL} = \frac{1}{4} * \frac{E_{eff}^*}{E_t^*} * \left(\frac{E_s^*}{E_{eff}^*} \right)^{2/3} \quad \text{Formel 2-8}$$

$$\varepsilon_{cr}^{OF} = \frac{1}{4} * \left(\frac{3E_{f2}^*}{E_{f1}^*} \right)^{2/3} \quad \text{Formel 2-9}$$

$$\text{, mit } E_i^* = \frac{E_i}{(1-\nu_i^2)}, \quad E_{eff}^* = \frac{1+m^2n^4+2mn(2n^2+3n+2)}{(n+1)^3*(1+mn)}, \quad E_t^* = E_{f1} \frac{t_{f1}}{t_{f1}+t_{f2}} + E_{f2} \frac{t_{f2}}{t_{f1}+t_{f2}}$$

Der Index l steht dabei für die oberste Schicht und die 2 für die Zwischenschicht. Weiterhin ist $n = t_2 / t_1$ und $m = E_{f2}^* / E_{f1}^*$, mit der Schichtdicke t und dem E-Modul E . Ist nun $\varepsilon_{cr}^{OF} > \varepsilon_{cr}^{BL}$ so bilden sich die Falten in Form des Bi-Layer Mode und umgekehrt. Je größer der Quotient aus E_{f2}^* / E_{f1}^* ausfällt, desto wahrscheinlicher ist die Ausbildung von Mode II. Hierarchisches Wachstum kann lediglich bei sehr großen kritischen Dehnungen auftreten [102,104].

Das geometrische Erscheinungsbild der Falten ist nicht willkürlich. Wird eine eindimensional vorgespannte Folie entspannt, wirken eindimensionale Spannungszustände auf die Dünnschicht. Dies führt zu einer periodischen Ausbildung von parallelen Falten (**Abbildung 2-6 a**). Gerät eine solche Struktur zusätzlich in der perpendicularen Richtung unter Druckspannungen, bildet sich eine geordnete Fischgrätenstruktur aus (**Abbildung 2-6 b**). Es handelt sich also um einen biaxialen Spannungszustand, bei dem nacheinander zuerst die eine und dann die andere Richtung vollständig gestaucht wird. Eine gleichzeitige Entspannung beider Richtungen einer biaxial vorgestreckten Probe führt zur Bildung einer ungeordneten Fischgrätenstruktur [96,97]. Eine uniaxiale Vordehnung einer Probe in x-Richtung geht i.d.R. wegen der Querkontraktion mit einer Einschnürung in y-Richtung einher. Bei der anschließenden Entspannung der Vordehnung in x-Richtung expandiert die Folie auch wieder in y-Richtung. Während sich in der Dünnschicht in x-Richtung Druckspannungen aufbauen und sich Falten entwickeln, entstehen senkrecht dazu Zugspannungen. Diese Zugspannungen können in senkrechter Richtung zur Rissbildung in der Faltenstruktur führen [106].

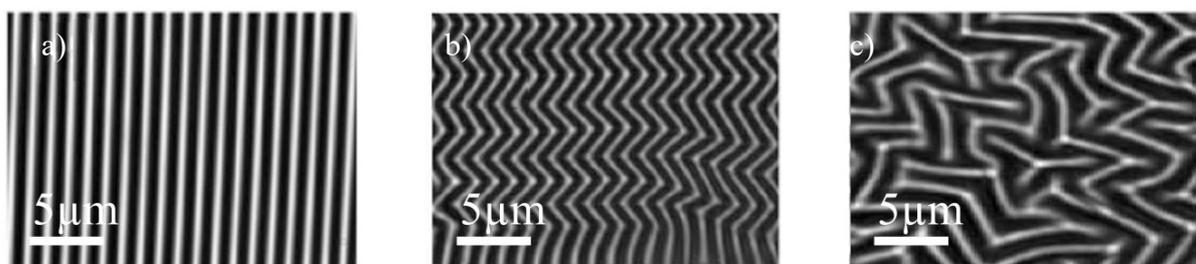


Abbildung 2-6: Ausbildung der Falten in Abhängigkeit verschiedener Spannungszuständen [96].

2.4 Materialien

In diesem Kapitel werden die verwendeten Materialien näher beschrieben und deren physikalischen und chemischen Eigenschaften aufgezeigt. Als Substratmaterial bzw. als Dielektrikum findet ein PDMS in dieser Arbeit Verwendung (Begründung siehe Abschnitt 2.1). Die Materialauswahl für die Dünnschichtelektroden umfasst Nickel, Chrom und eine Legierung aus 80 % Nickel und 20 % Chrom sowie Kohlenstoff. Die wichtigsten Eigenschaften des PDMS (siehe 2.4.1) und der Dünnschichtelemente (vgl. 2.4.2 - 2.4.5) sind den folgenden Abschnitten zusammengefasst.

2.4.1 PDMS

PDMS ist eine Abkürzung für Polydimethylsiloxan. Dieses Polymer gehört zur Familie der Silikone [107]. Silikone unterscheiden sich von den meisten Kunststoffen durch den speziellen Aufbau der Rückgradkette. Die Silikonkette besteht aus einer Abfolge von Silizium und Sauerstoffatomen mit entsprechenden Seitenketten (vgl. **Abbildung 2-7**) [108,109]. Ist an das Silizium auf beiden Seiten eine Methylgruppe angehängt, so spricht man von Polydimethylsiloxan (kurz PDMS).

Im ersten Schritt der Silikonherstellung wird elementares Silicium im Müller-Rochow Prozess zusammen mit Chlormethan und einem Kupferkatalysator bei ca. 300 °C zu verschiedenen Silanen umgesetzt. Für die Silikonherstellung wird Dichlorsilan benötigt. Dieses reagiert mit Wasser unter Abgabe von Chlorwasserstoff zu Silandiol, der Monomereinheit von Silikon. Das Silikonpolymer entsteht dann in einer weiteren Polykondensationsreaktion [107,110,111].

Allgemein zeichnen sich Silikone durch eine gute thermische Beständigkeit aus. Eine niedrige Glasübergangstemperatur und somit eine gute Kaltflexibilität sind typisch für Silikone. Silikone sind elektrisch isolierend, zeigen einen niedrigen elektrischen Verlustfaktor, eine gute

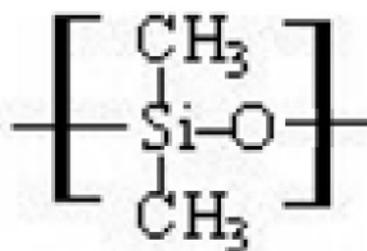


Abbildung 2-7: Rückgradkette von PDMS [107].

Beständigkeit gegen Sauerstoffangriff und eine gute chemische Beständigkeit gegen Wasser, pflanzliche und tierische Fett sowie Mineralöle. Insgesamt sind die genannten Eigenschaften über einen großen Temperaturbereich stabil [107]. Silikon zeigt eine große Transparenz im

Tabelle 2-1: Materialeigenschaften von Wacker Elastosil [112] und Parker Film 18602 [113].

Materialeigenschaft	Wacker Elastosil 2030 250	Parker Film 18602
Dicke	50 μm bzw. 20 μm	40 $\mu\text{m} \pm 10\%$
Shorehärte A	27	45
Weiterreißfestigkeit	10 N/mm ²	5 N/mm ²
Durchschlagsfestigkeit	80-100 V/ μm	80 V/ μm
Reißdehnung	450 %	140 %

Spektralbereich des sichtbaren Lichtes [114]. Die genauen Eigenschaften des Silikons hängen dabei vom Polymerisationsgrad und den Seitenkettensubstituenten ab [107].

In dieser Arbeit wird PDMS von 2 verschiedenen Herstellern verwendet: Wacker Elastosil® Film 2030 und eine Parker Silikonfolie (Produktnummer 610-0186-02 mit Materialnummer Y1463896). Das Materialdatenblatt von Wacker Elastosil® ist im Internet verfügbar [112]. Es gibt kein vergleichbares Datenblatt für Parker-Folien. Alleine die Angaben auf einer Onlineverkaufsplattform liefern vereinzelte Angaben [113]. Eine Gegenüberstellung einiger wichtiger Materialeigenschaften ist in **Tabelle 2-1** aufgeführt.

Keiner der beiden Hersteller gibt einen E-Modul für seine Produkte an. In einer Studie wurden E-Moduli von verschiedenen Silikonen in Abhängigkeit von der Aushärtezeit und der chemischen Zusammensetzung von knapp 1,3 MPa bis 2,6 MPa ermittelt [115]. Der Literaturwert für die Querkontraktionszahl liegt bei 0,47 [116] und für die Dielektrizitätskonstante liegt er zwischen 2,77 und 3,69 [117].

2.4.2 Nickel

Nickel gehört zu der Stoffgruppe der Nicht-Eisen-Metalle und besitzt die Ordnungszahl 28. Nickel kommt in der Erdkruste als sulfidische, oxidische oder silikatische Verbindung vor [118]. Die Schmelztemperatur beträgt 1453 °C und es zählt somit zu den hochschmelzenden Metallen. Die Einheitszelle bildet ein kubisch flächenzentriertes Gitter aus, welches über den gesamten Temperaturbereich stabil ist. Dadurch lässt es sich mechanisch auch gut bearbeiten. Mit einer Dichte von 8,88 g/cm³ zählt Nickel zu den Schwermetallen. Nickel ist sehr korrosionsbeständig [119]. Das Metall ist ferromagnetisch mit einer Curietemperatur von 360 °C. Der E-Modul für Nickel bewegt sich zwischen 197 GPa und 225 GPa [118]. Die Zugfestigkeit für kaltverfestigtes Nickel liegt bei ca. 700 MPa und die Bruchdehnung liegt bei 2 %. Bei weichgeglühtem Nickel reduziert sich die Zugfestigkeit auf ca. 340 MPa und die Bruchdehnung erhöht sich deutlich auf fast 50 % [119]. Der thermische

Ausdehnungskoeffizient von Nickel wird mit $13,3 \cdot 10^{-6}/\text{K}$ und die Querkontraktionszahl mit 0,31 angegeben. [118]. Nickel besitzt eine elektrische Leitfähigkeit von $1,39 \cdot 10^7 \text{ S/m}$ [120]. Nickel zeigt, wie die meisten Metalle, einen positiven Temperaturkoeffizient (näheres siehe Abschnitt 3.6.7) [121]. Im Gegensatz zu den typischen Vertretern der Klasse der Kaltleiter, wie z.B. Bariumtitanat oder speziell dotierten Halbleitern, steigt der Widerstand der Metalle etwa linear mit steigender Temperatur an und zeigt keine S-förmige Charakteristik [122,123].

2.4.3 Chrom

Chrom, ebenfalls ein Nicht-Eisen-Metall, besitzt die Ordnungszahl 24 [118]. Es kommt in der Natur am häufigsten in Form von Oxiden vor [124]. Mit einer Schmelztemperatur von 1903°C ist Chrom noch hochschmelzender als Nickel. Chrom bildet eine kubisch raumzentrierte Elementarzelle aus. Auch Chrom zählt mit einer Dichte von $7,2 \text{ g/cm}^3$ zu den Schwermetallen [118]. Chrom zeichnet sich durch einen hervorragenden Korrosionsschutz aus, zudem ist es mit einer Brinellhärte von 350 HB sehr hart und gleichzeitig spröde [125]. Bei Raumtemperatur ist Chrom antiferromagnetisch, wechselt aber bei einer Néel-Temperatur von nur 38°C in den paramagnetischen Zustand. Im Vergleich zu Nickel besitzt Chrom einen größeren E-Modul von 279 GPa [124]. Die Zugfestigkeit beträgt 520 MPa und die Bruchdehnung von reinem Chrom ca. 40 %, nimmt aber mit steigender Verunreinigung drastisch ab [125–127]. Die Querkontraktionszahl wird mit 0,21 angegeben [128]. Der thermische Ausdehnungskoeffizient ist $6,2 \cdot 10^{-6}/\text{K}$ [125] und die elektrische Leitfähigkeit $7,87 \cdot 10^6 \text{ S/m}$ [124]. Chrom zeigt auch einen positiven Temperaturkoeffizienten mit einem näherungsweise linearen Anstieg (nähere Infos siehe Abschnitt 3.6.7) [121].

2.4.4 Das Nickel-Chrom-Phasendiagramm

Das Nickel-Chrom-Phasendiagramm offenbart ein eutektisches System. Der eutektische Punkt liegt bei knapp 47 wt.-% Nickel bei einer Temperatur von 1345°C . Im Eutektikum liegen der kubisch flächenzentrierte Nickelmischkristall und der kubisch raumzentrierte Chrommischkristall nebeneinander vor. Der eutektische Bereich erstreckt sich über einen Bereich von 53 wt.-% Nickel zu 35 wt.-% Nickel. Bei höheren Nickelkonzentrationen wird ein kubisch flächenzentrierter Nickelmischkristall gebildet. Die Löslichkeit von Chrom im

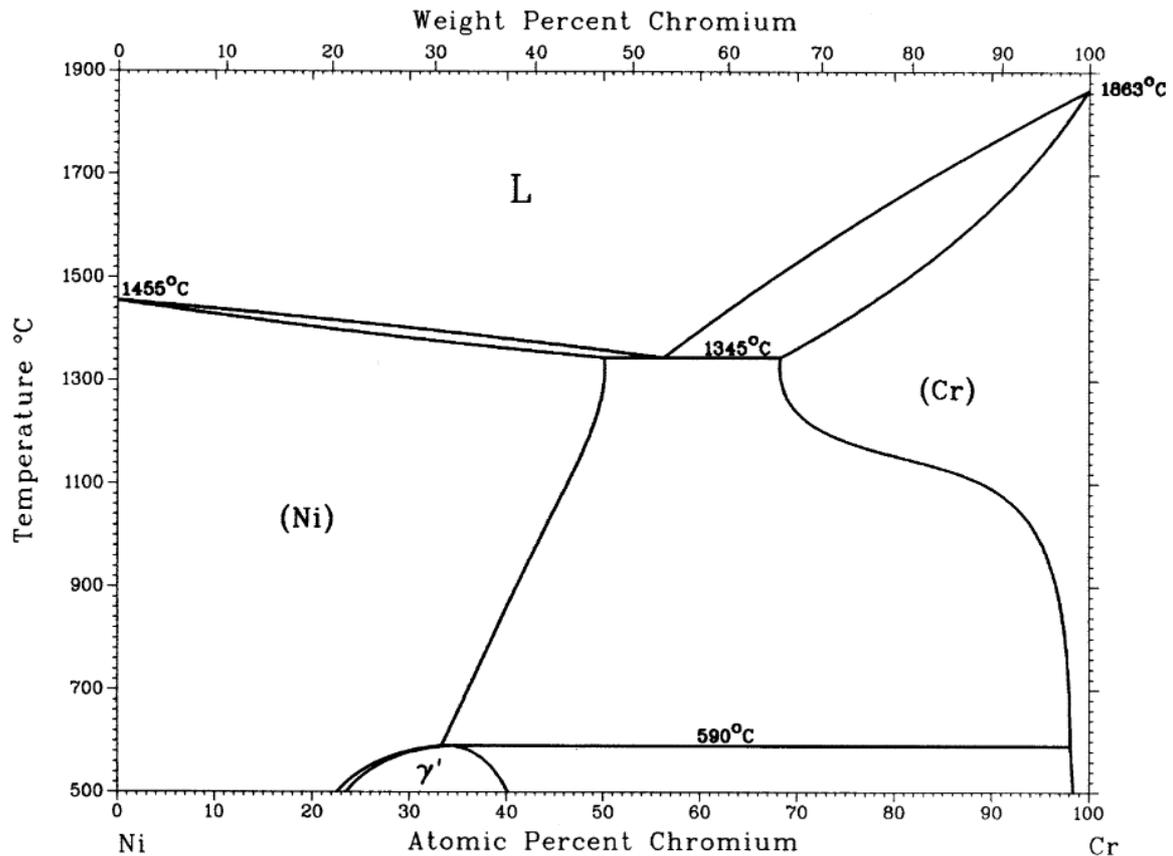


Abbildung 2-8: Das Nickel-Chrom-Phasendiagramm. Bei einer Zusammensetzung von 80:20 liegt ein homogener Nickel-Mischkristall vor [129].

Nickelkristall nimmt allerdings mit sinkender Temperatur ab. Bei hohen Chromkonzentrationen liegt der kubisch raumzentrierte Chrommischkristall vor. Auch hier nimmt die Löslichkeit zu tiefen Temperaturen hin ab. Dabei ist eine deutliche Abnahme der Löslichkeit im Bereich zwischen 1250 °C und 1100 °C zu erkennen [129,130]. Bei tieferen Temperaturen kann sich noch die geordnete γ -Ni₂Cr-Phase bilden. Die Bildung dieser Phase ist allerdings an bestimmte thermodynamische und kinetische Bedingungen geknüpft [131] und spielt daher in dieser Arbeit keine Rolle. In der Literatur sind in Phasendiagrammen, welche aus verschiedenen Quellen stammen, auch verschiedene Schmelztemperaturen für die reine Chromphase angegeben. Die unterschiedlichen Angaben können auf unterschiedliche experimentelle Vorgänge zurückgeführt werden. Manche Phasendiagramme sind auch nur simuliert und nicht experimentell bestimmt (vgl. [129–132]). Da der Hochtemperaturbereich in dieser Arbeit keine Rolle spielt, wird dieses Problem in dieser Arbeit nicht weiter beachtet. Die in der Arbeit vorliegende Legierung von Nickel:Chrom 80:20 wt.-% liegt über den gesamten Temperaturbereich als homogener Nickelmischkristall vor.

2.4.5 Kohlenstoff

Kohlenstoff ist ein Element mit sehr vielseitigen Erscheinungsformen. Auch wenn Kohlenstoff schon seit 5000 v. Chr. in einfachen Formen, wie Ruß und Holzkohle verwendet wurde, so hat das Element bis heute nichts an wissenschaftlicher Aktualität verloren und ist darüber hinaus essentiell für den Aufbau organischer Stoffe [133].

Kohlenstoff kann in verschiedenen Modifikationen vorliegen. Die bekanntesten Vertreter sind dabei Diamant und Graphit. Im Diamantgitter sind alle Kohlenstoffatome sp^3 -hybridisiert und sie bilden i.d.R. eine kubisch flächenzentrierte Struktur, bei der zwei kubisch-flächenzentrierte Einheitszellen gegeneinander verschoben sind (**Abbildung 2-9 a**). Seltener ist Diamant mit einer hexagonalen Struktur zu finden. Dieser entsteht bei sehr hohen Drücken aus Graphit [133]. Diamant ist der härteste in der Natur vorkommende Stoff mit einer Mohs-Härte von 10. Er stellt mit einem Widerstand von 10^{16} bis $10^{18} \Omega\text{m}$ einen elektrischen Isolator dar [133] und ist transparent für Licht im sichtbaren Spektralbereich. Mit einer Dichte von $3,51 \text{ g/cm}^3$ ist er schwerer als Graphit [134]. Der E-Modul von Diamant liegt im Bereich von 1000 GPa und die Querkontraktionszahl ist ca. 0,07 [135,136]. Dagegen ist Graphit ein in Lagen aufgebauter Feststoff. Die Atome sind sp^2 -hybridisiert, was zu starken kovalenten Bindungen in den Atomebenen führt, wohingegen die Ebenen untereinander durch schwache Van-der-Waals Kräfte zusammenhalten. Die so entstehende Struktur ist entweder hexagonal (siehe **Abbildung 2-9 b**) oder rhomboedrisch aufgebaut [133]. Die richtungsabhängigen Bindungsverhältnisse bewirken einen deutlich unterschiedlichen elektrischen Widerstand von $0,5 \times 10^{-6} \Omega\text{m}$ in den Ebenen und etwa $0,5 \times 10^{-2} \Omega\text{m}$ senkrecht zu den Ebenen [133]. Mit einer Mohs-Härte von 1-2 ist Graphit deutlich weicher als Diamant. Der E-Modul von Graphit ist ebenfalls richtungsabhängig und liegt zwischen 4 GPa und 27 GPa. Die Querkontraktionszahl kann mit 0,2 angegeben werden [137].

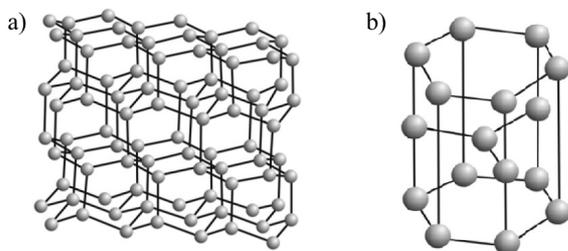


Abbildung 2-9: a) Struktureller Aufbau eines kubischen Diamantgitters und b) struktureller Aufbau des Graphitgitters; entnommen aus Krueger - neue Kohlenstoffmaterialien [133].

Der amorphe Kohlenstoff stellt eine Mischform dar. Hier liegen sowohl sp^2 - als auch sp^3 -hybridisierte Kohlenstoffatome nebeneinander vor. Diese Struktur trägt dann auch häufig die Bezeichnung diamond like carbon, also DLC. DLC wird häufig als Beschichtung im niedrigen Temperaturbereich abgeschieden (0 bis $300 \text{ }^\circ\text{C}$) [138]. Abhängig von Anteil des

jeweiligen Bindungstypes, zeigt der amorphe Kohlenstoff Eigenschaften, welche zwischen denen der beiden oben beschriebenen Kohlenstoffmodifikationen liegen [134]. Einige typische Literaturwerte sind im Folgenden als Richtwerte genannt. DLC hat eine Poissonzahl von 0,22 und einen E-Modul von ca. 100 GPa [139]. Je nach Herstellung und Reinheit wird auch von E-Moduli bis 900 GPa berichtet [140]. Der spezifische elektrische Widerstand liegt in der Größenordnung von $10^8 \Omega\text{m}$, kann durch Tempern oder Variation der Herstellungsparameter aber um mehrere Größenordnungen geändert werden [133]. Weitere Kohlenstoffmodifikationen sind Fullerene und Kohlenstoffzwiebeln, Kohlenstoff-Nanoröhrchen (Carbon Nano Tubes), glasartiger Kohlenstoff, Kohlefasern und Graphen [133,134,138]. Graphit und DLC zählen bei Temperaturen unterhalb von 1000 °C zu den Materialien mit negativem Temperaturkoeffizient [141,142].

3 Experimentelles und Methodik

3.1 Prozessablauf

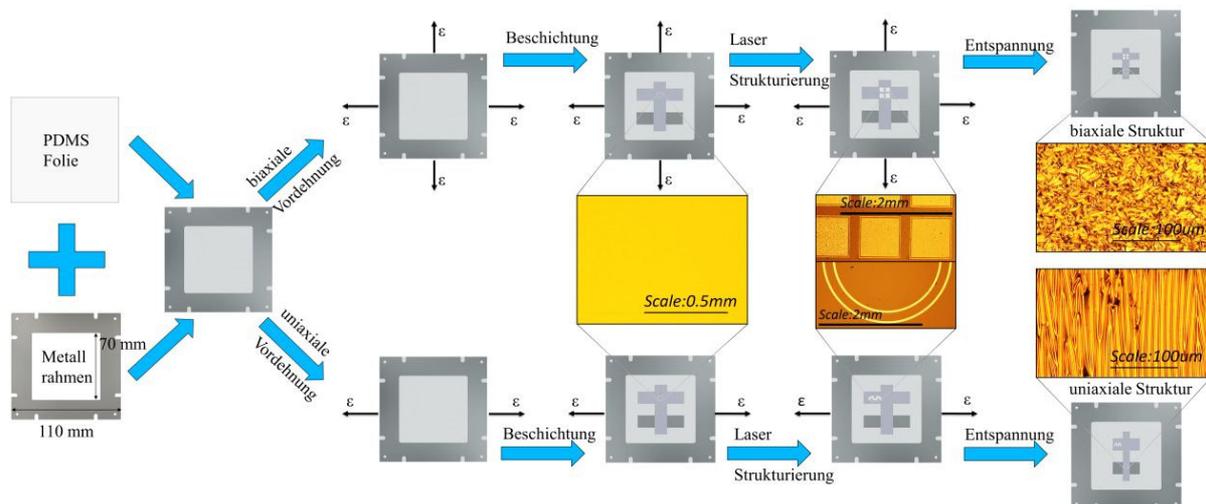


Abbildung 3-1: Prozessschritte der Probenherstellung: Die vorgespannte Folie wird beschichtet, wobei eine Schattenmaske zum Einsatz kommt. Danach erfolgt die Strukturierung von scharfen Kanten und geometrischen Details durch einen Laserprozess. Am Ende wird die Folie entspannt, wodurch sich Falten ausbilden.

In dieser Arbeit werden neuartige konforme Dünnschichtelektroden entwickelt und untersucht. Es kommen die Metalle Nickel und Chrom bzw. eine entsprechende $\text{Ni}_{80}\text{Cr}_{20}$ Legierung als reine Metallschicht oder als Bestandteil einer Metall-Kohlenstoff-Sandwich-Elektrode zum Einsatz. Die Dünnschichten werden auf eine Silikonfolie aufgesputtert und danach charakterisiert. Die Prozessschritte sind in **Abbildung 3-1** dargestellt.

Zwei PDMS Folien, eine von Wacker und eine von Parker (Abschnitt 2.4.1), dienen in dieser Arbeit als Substratfolie. Die NiCr-Schichtvarianten werden hauptsächlich auf Parker-Folie abgeschieden. Zusätzlich auf Wacker-Folie erzeugte NiCr-Schichten ermöglichen es, den Einfluss der beiden Substratfolien auf die elektromechanischen Eigenschaften zu evaluieren. Die Nickel- und die Chromschichtvariationen werden ausschließlich auf Wacker-Folie aufgesputtert und analysiert.

Zu Beginn des Prozesses werden die Folien entweder 37,5 % biaxial oder 57,5 % uniaxial vorgespannt und auf einem Metallrahmen befestigt. Diese konkreten Vorspannungslevel haben ihren Ursprung in den geometrischen Gegebenheiten des Metallrahmens. Der quadratische Metallrahmen mit einer äußeren Seitenlänge von 110 mm besitzt einen inneren quadratischen Ausschnitt mit einer Kantenlänge von 70 mm und folglich eine Stegbreite von 20 mm. Zusätzlich befinden sich in dem Rahmen Bohrungen, die auf einem quadratischen Grundriss

mit einer Kantenlänge von 80 mm angeordnet sind. Bei der biaxialen Vordehnung werden die Punkte des Quadrates mit der Seitenlänge 80 mm auf der Folie mit einem Permanentmarker markiert und dann zu allen Seiten auf die äußere Kante gezogen. 57,5 % Vordehnung wird erreicht, indem das innere Quadrat (70 mm) auf der Folie markiert und dann ebenfalls auf die äußere Kante (110 mm) gezogen wird. Ein Ausgleich der Querkontraktion bei der uniaxialen Dehnung erfolgt, indem die Einschnürung durch zusätzlichen Zug entsprechend verhindert wird. Somit handelt es sich um eine als Pure Shear (PS) bezeichnete Vorspannung. Zusätzlich zu den oben genannten Vorspannverhältnissen, werden einzelne Schichten auf Folien mit erhöhter Vorspannung von entweder 57,5 % biaxialer oder 83 % PS-Vorspannung abgeschieden. Dabei resultiert eine PS-Vordehnung von 83 % aus der Dehnung eines Rechteckes mit den Ursprungsmaßen 60 x 70 mm² auf die Endmaße 110 x 70 mm². Die Adhäsion der Folie auf dem 2 cm breiten Steg des Metallrahmens ist bei allen Vorspannstadien ausreichend groß, sodass keine weiteren Hilfsmittel zum Befestigen nötig sind.

Die vorgespannte Folie wird vor dem Beschichtungsprozess mit ionisierter Druckluft von Staub und losem Schmutz befreit. Eine weitere Oberflächenvorbehandlung findet nicht statt.

Die Beschichtung der Substratfolie geschieht im vorgespannten Zustand in der Sputteranlage. Es werden sandwichartige Schichtkomposite aus einer Metall- und einer Kohlenstoffdünnschicht oder reine metallische Dünnschichten hergestellt. Für jedes Metall bzw. die Legierung gibt es bis zu 6 Schichtvariationen. Dabei ergibt sich die Schichtabfolge des Sandwiches durch die Sputterreihenfolge und die jeweilige Schichtdicke variiert mit der korrespondierenden Sputterzeit. Einen Überblick über die Schichtvariationen ist in **Tabelle 3-1** gegeben.

Die Beschichtung der gespannten Folien führt zu einer spiegelähnlichen Metalloberfläche auf der Silikonfolie. Nach der Entnahme der Probe aus der Vakuumkammer wird die Folie durch manuelles Lösen vom Rahmen entspannt. Dabei zieht sie sich nahezu auf ihre Ausgangsgeometrie zusammen und die metallische Dünnschicht faltet sich auf. Es bildet sich eine wellige, faltige Oberfläche aus (engl. Wrinkles). Abhängig von der Art der Vordehnung unterscheiden sich das Erscheinungsbild und die Ausrichtung der Auffaltungen.

Im Rahmen der Arbeit werden verschiedene Beschichtungsreihen durchgeführt. Neben dem Austausch des Metalls in der Beschichtung, werden gezielt auch Prozessparameter geändert. Die Änderungen resultieren jeweils aus zuvor gewonnenen Erkenntnissen und stellen eine Weiterentwicklung der Prozesse dar. Zum einen wird eine Änderung des Prozessdruckes bei

Tabelle 3-1 – Teil 1: Überblick über die verschiedenen Schichtvariationen. Es werden sandwichartige Ni₈₀Cr₂₀-, Ni- und Cr-haltige Dünnschichtvariationen, z.T. in Kombination mit Kohlenstoff hergestellt. Im Rahmen der Auswertung werden bestimmte Schichttypen als Konfiguration zusammengefasst. Die entsprechende Farbgebung findet sich in der Arbeit wieder. Blau wird für reine Metallschichten verwendet (Me-Konfig.), grün für Metall-Kohlenstoffsandwiches (Me+C-Konfig.) und schwarz für Kohlenstoff-Metallsandwiches (C+Me-Konfig.).

Schicht	Ni ₈₀ Cr ₂₀ , 18,5µbar, 300W				
	1. Schicht	2. Schicht	Sputterzeit NiCr (sec)	Sputterzeit C (sec)	Konfiguration
M10	NiCr 10nm	-	5	-	Me
M20	NiCr 20nm	-	10	-	
M40	NiCr 40nm	-	20	-	
M10+C10	NiCr 10nm	C 10nm	5	60	Me+C
C10+M10	C 10nm	NiCr 10nm	5	60	C+Me
C10+M20	C 10nm	NiCr 20nm	10	60	

Schicht	Ni ₈₀ Cr ₂₀ , 1,5 µbar, 100W				
	1. Schicht	2. Schicht	Sputterzeit Ni (sec)	Sputterzeit C (sec)	Konfiguration
M10	NiCr 10nm	-	15	-	Me
M20	-	-	-	-	
M40	-	-	-	-	
M10+C10	NiCr 10nm	C 10nm	15	60	Me+C
C10+M10	C 10nm	NiCr 10nm	15	60	C+Me
C10+M20	-	-	-	-	

Schicht	Ni, 18,5 µbar, 300W				
	1. Schicht	2. Schicht	Sputterzeit Ni (sec)	Sputterzeit C (sec)	Konfiguration
M10	Ni 10nm	-	5	-	Me
M20	Ni 20nm	-	10	-	
M40	Ni 40nm	-	20	-	
M10+C10	Ni 10nm	C 10nm	5	60	Me+C
C10+M10	C 10nm	Ni 10nm	5	60	C+Me
C10+M20	C 10nm	Ni 20nm	10	60	

Tabelle 3-1 – Teil 2: Überblick über die verschiedenen Schichtvariationen. Es werden sandwichartige Ni₈₀Cr₂₀-, Ni- und Cr-haltige Dünnschichtvariationen, z.T. in Kombination mit Kohlenstoff hergestellt. Im Rahmen der Auswertung werden bestimmte Schichttypen als Konfiguration zusammengefasst. Die entsprechende Farbgebung findet sich in der Arbeit wieder. Blau wird für reine Metallschichten verwendet (Me-Konfig.), grün für Metall-Kohlenstoffsandwiches (Me+C-Konfig.) und schwarz für Kohlenstoff-Metallsandwiches (C+Me-Konfig.).

Schicht	Ni, 1,5 µbar, 300W				
	1. Schicht	2. Schicht	Sputterzeit Cr (sec)	Sputterzeit C (sec)	Konfiguration
M10	Ni 10nm	-	5	-	Me
M20	Ni 20nm	-	10	-	
M40	Ni 40nm	-	20	-	
M10+C10	Ni 10nm	C 10nm	5	60	Me+C
C10+M10	C 10nm	Ni 10nm	5	60	C+Me
C10+M20	C 10nm	Ni 20nm	10	60	

Schicht	Ni, 1,5 µbar, 100W				
	1. Schicht	2. Schicht	Sputterzeit Ni (sec)	Sputterzeit C (sec)	Konfiguration
M10	Ni 10nm	-	15	-	Me
M20	Ni 20nm	-	30	-	
M40	Ni 40nm	-	60	-	
M10+C10	Ni 10nm	C 10nm	15	60	Me+C
C10+M10	C 10nm	Ni 10nm	15	60	C+Me
C10+M20	-	-	-	-	

Schicht	Cr, 1,5 µbar, 100W				
	1. Schicht	2. Schicht	Sputterzeit Ni (sec)	Sputterzeit C (sec)	Konfiguration
M10	Cr 10nm	-	15	-	Me
M20	-	-	-	-	
M40	-	-	-	-	
M10+C10	Cr 10nm	C 10nm	15	60	Me+C
C10+M10	C 10nm	Cr 10nm	15	60	C+Me
C10+M20	-	-	-	-	

der Metallabscheidung hin zu kleineren Prozessdrücken umgesetzt und zum anderen wird die Sputterleistung bei der Metallabscheidung verringert. Eine gleichzeitige Verlängerung der Sputterzeit garantiert eine vergleichbare Schichtdicke zu den zuvor angewendeten Parametersätzen. Um die Vergleichbarkeit von Ergebnissen zu gewährleisten, erfolgt eine Anpassung der Prozessparameter erst nach Abschluss einer jeweiligen Versuchsreihe. Einen Überblick der Beschichtungsparameter ist in **Tabelle 3-1** gegeben.

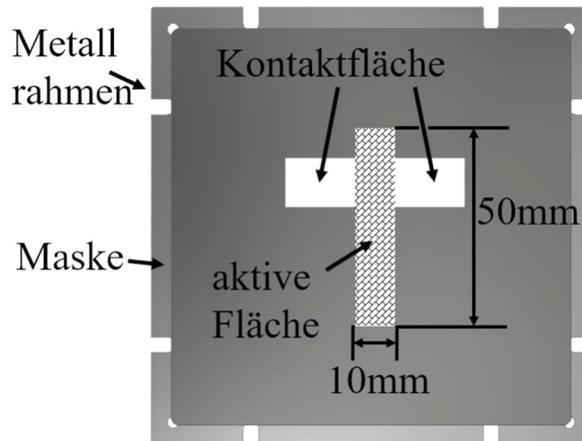


Abbildung 3-2: Geometrie der Maske zur Abscheidung der Messgeometrie.

3.1.1 Aktorgeometrien und -aufbau

Die Elektrodengeometrie wird am Anfang der Arbeit durch einen Maskenprozess realisiert. In **Abbildung 3-2** ist exemplarisch eine Kreuzmaske aus dünnem Federblech gezeigt. Der horizontale Kreuzbalken dient als Kontaktelektrode. Um einen Aktor herstellen zu können, muss die Folie zusätzlich auf der Rückseite beschichtet werden. Eine Drehung der Maske auf der Rückseite um 180° verhindert, dass die Kontaktelektroden auf der Vorder- und der Rückseite deckungsgleich sind. Die überlappenden Elektroden in der Vertikalen stellen die aktive Fläche dar. Neben Streifenaktoren auf der Basis der Kreuzmaske, werden noch andere Aktoren durch Maskenprozesse hergestellt. Ein Überblick findet sich in **Abbildung 3-3**. Ein breiter Streifensensor bzw. -aktor ist in **Abbildung 3-3 b)** dargestellt, ebenso eine im Durchmesser 20 mm große Maske für einen Rondenaktor (**Abbildung 3-3 c)**). Die Herstellung kleiner DE-Arrays erfolgt mit der Maskengeometrie, wie in **Abbildung 3-3 d)** zu sehen ist. Auch bei diesen Aktoren werden die Masken für die Beschichtung auf der zweiten Seite gedreht. Dies verhindert eine Überlappung der Kontaktelektroden. Weitere Aktorgeometrien werden im Verlauf der Arbeit aus einer beidseitig vollflächig beschichteten PDMS-Folie durch eine Laserstrukturierung herausgearbeitet.

Die Kontaktierung der DEs erfolgt durch Aufkleben eines Kupferklebebandes auf die

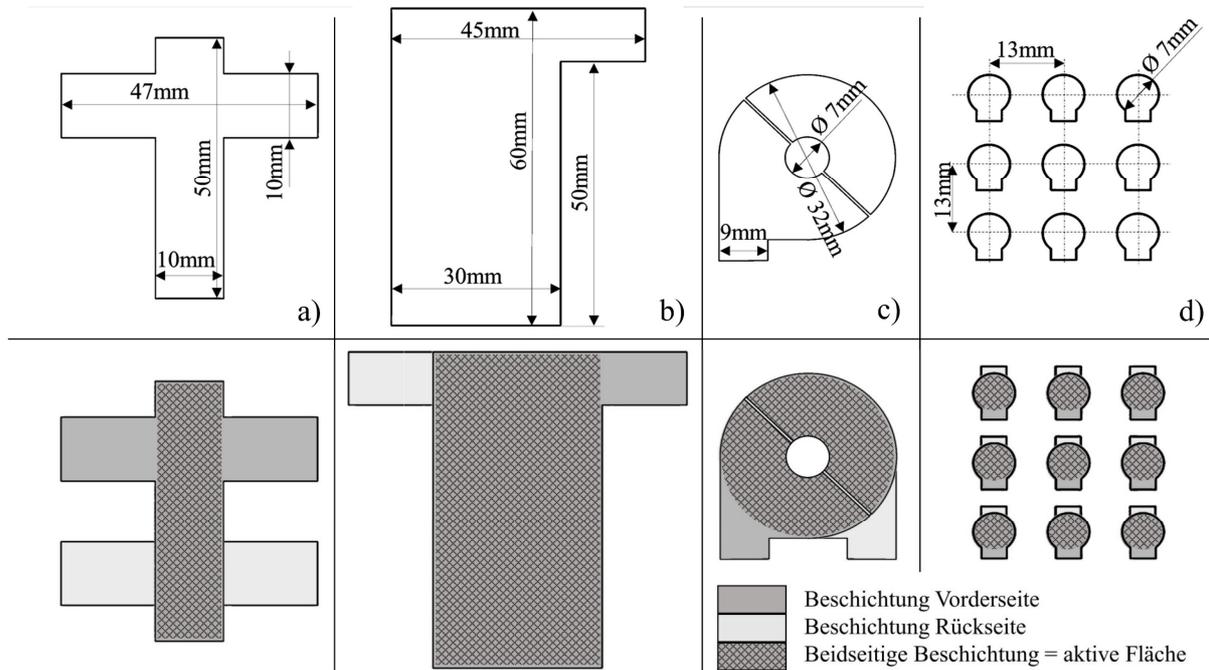


Abbildung 3-3: Technische Zeichnungen von verwendeten Maskengeometrien und die entsprechenden DEA-Geometrien. a) Kreuzgeometrie, b) Streifensensormaske für 37,5 % biaxiale Vorspannung, c) Rondengeometrie für 57,5 % biaxiale Vorspannung, d) Arraymaske für 37,5 % biaxiale Vorspannung. Sofern sich die Vorspannverhältnisse der Folie ändern, müssen die Maße der Masken angepasst werden. Die Kreuzgeometrie wurde als einzige nicht an die Vorspannung angepasst.

Kontaktelektroden. Ein zu langes und überstehendes Stück Klebeband kann direkt an die Elektronik angeklemt werden. Ein kleines, auf die Größe der Kontaktelektrode angepasstes Stück Kupferband dient hingegen als Kontaktpad. Auf dieses Kontaktpad können dann flexible Kabel gelötet werden. Damit ein kontaktiertes dielektrisches Elastomer auch eine ausnutzbare mechanische Bewegung vollzieht, ist es sinnvoll, dieses mit einem geeigneten Vorspannmechanismus zu koppeln. In dieser Arbeit kommen metallische lineare und nichtlineare Federn, Silikonkuppeln und Druckluft zum Einsatz um die Aktoren vorzuspannen. Diese Aktoren wurden zum Teil in Kooperation mit dem Lehrstuhl für intelligente Materialsysteme der Universität des Saarlandes entwickelt und aufgebaut.

3.1.2 Probenherstellung für die Elektrodencharakterisierung

Es findet eine umfangreiche Charakterisierung der Dünnschichtelektroden mit verschiedenen Methoden statt. Je nach Charakterisierungs- oder Bearbeitungsmethode werden verschiedene Proben typen benötigt, ein Überblick liefert die **Abbildung 3-4**.

Abbildung 3-4 a) zeigt die oben erwähnte Kreuzgeometrie. Diese Elektrodenform wird sowohl in vorgespannter, also mit glatter Oberfläche, als auch in entspannter Variante, also mit Falten untersucht. Diese zwei Varianten dienen als Ausgangspunkt zum Herstellen vieler weiterer Probenotypen und werden mit diversen Methoden analysiert. Die Charakterisierungen erfolgen sowohl an PS als auch an biaxial vorgestreckten Proben.

Aus der entspannten Folie aus **Abbildung 3-4 a)** erfolgt die Entwicklung des zweiten Probenotyps, nämlich eine auf einem Glasobjektträger faltenfrei abgelegte, einseitig beschichtete und entspannte Folie. Der horizontale Balken wird dabei mittig auf dem Objektträger positioniert und parallel zur langen Seite ausgerichtet. Die überstehenden Folienränder werden mit einem Skalpell entfernt. Die unbeschichtete Seite der Folie haftet gut auf dem Glasobjektträger, ohne die Faltenstruktur auf der Oberseite zu verändern (vgl. **Abbildung 3-4 b)**). An diesem Probenotyp erfolgt die topologische und optische Untersuchung der Faltenstruktur.

Abbildung 3-4 c) zeigt eine, auf einem O-Ring vorgespannte, beschichtete Folie für Schichthaftungsuntersuchungen. Die Folie wird vor der Beschichtung auf den Gummiring gelegt. Dieser wird in sich zwei Mal nach außen gedreht, sodass die Folie sich um den Ring wickelt. Die Beschichtung erfolgt demnach im gespannten Zustand. Eine anschließende Entspannung der Folie um lediglich eine Ringumdrehung führt dazu, dass noch eine Restspannung erhalten bleibt, sich aber dennoch schon Falten bilden.

Für eine Schichtcharakterisierung im Röntgendiffraktometer (XRD) werden die Dünnschichtelektroden auf Saphirglas abgeschieden. Im Gegensatz zur Silikonfolie bietet Saphirglas eine sehr glatte Oberfläche und liefert aufgrund der speziellen Ausrichtung der Kristallebenen keine zusätzlichen Peaks im Röntgenspektrum. Für die Untersuchungen im XRD sind glatte Oberflächen nötig, es dürfen folglich keine Falten vorhanden sein. Eine Probe für die XRD-Messung ist in **Abbildung 3-4 d)** zu sehen.

Da Glas und PDMS-Folien zu unerwünschter Fluoreszenz im Ramanspektrum führen können, erfolgt die Ramanspektroskopie an Dünnschichten, welche auf Edelstahl abgeschieden werden (vgl. **Abbildung 3-4 e)**). Die Proben für die Ramanspektroskopie haben ebenfalls glatte Oberflächen ohne Falten.

Ein 3-D gedruckter Rahmen für Zugprüfungen ist in **Abbildung 3-4 f)** dargestellt. Hier wird eine unbeschichtete PDMS-Folie zwischen zwei Rahmenteile mit doppelseitigem Klebeband eingeklebt und in die Zugprüfmaschine eingebaut. Vor dem Start des Zugversuches ist es nötig, die dünnen vertikalen Streben rechts und links am Rahmen zu durchtrennen.

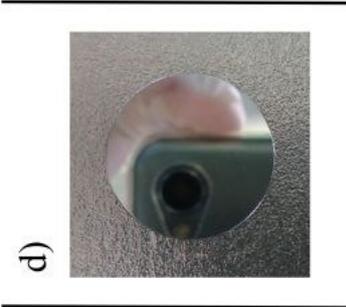
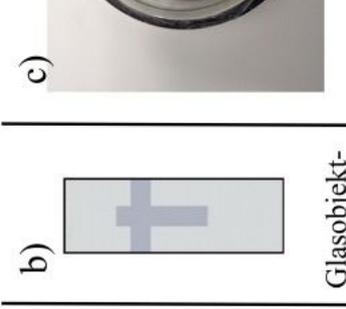
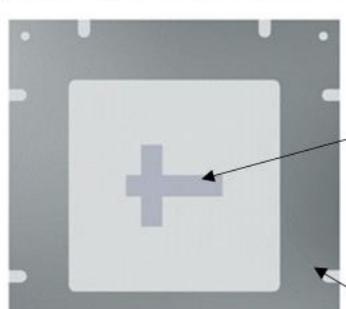
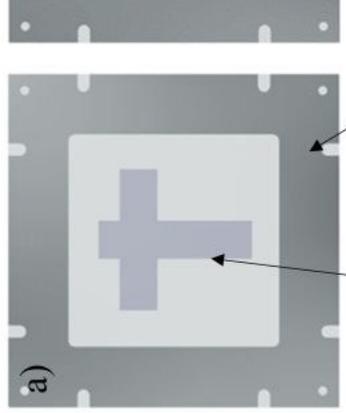
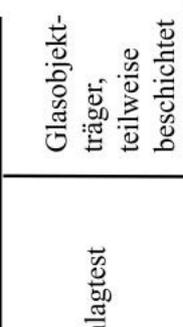
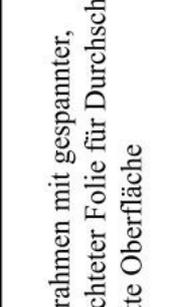
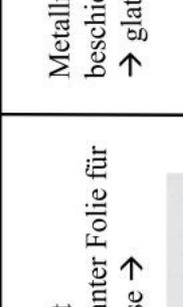
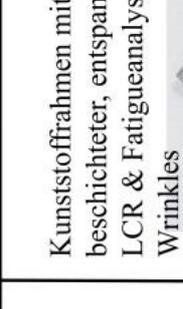
 <p>gespannte Folie mit Dünnschicht → glatte Oberfläche</p> <p>entspannte Folie mit Dünnschicht → Wrinkles</p> <p>Metallrahmen</p>	 <p>b) Glasobjekt-träger mit entspannter, beschichteter Folie → Wrinkles</p>	 <p>c) O-Ring mit halb entspannter, beschichteter Folie → Wrinkles</p>	 <p>d) beschichtete Saphirronde für XRD → glatte Oberfläche</p>	 <p>e) beschichtete Edelstahlronde für Raman → glatte Oberfläche</p>	 <p>f) Kunststoffrahmen für Zugversuche → reine Folie</p>
 <p>g) Kunststoffrahmen mit beschichteter, entspannter Folie für Kapazitätsmessung → Wrinkles</p>	 <p>h) Kunststoffrahmen mit beschichteter, entspannter Folie für LCR & Fatigueanalyse → Wrinkles</p>	 <p>i) Metallrahmen mit gespannter, beschichteter Folie für Durchschlagtest → glatte Oberfläche</p>	 <p>j) Glasobjekt-träger, teilweise beschichtet → glatte OF</p>		

Abbildung 3-4: Überblick über die verschiedenen Proben für die verschiedenen Untersuchungen und Charakterisierungen.

Die nächste Probe zeigt wiederum einen 3-D gedruckten Rahmen für einen Zugversuch (vgl. **Abbildung 3-4 g**). Hier wird allerdings eine doppelseitig beschichtete Probe mit der Geometrie aus **Abbildung 3-3 b**) zwischen 2 Kunststoffrahmen eingeklebt. Die elektrische Kontaktierung erfolgt über angelötete Kabel an der Oberseite. Nach dem Durchtrennen der vertikalen äußeren Streben am Kunststoffrahmen ist somit eine elektrische Charakterisierung des dielektrischen Elastomers während des Zugversuches möglich.

Abbildung 3-4 h) zeigt den am häufigsten hergestellten und charakterisierten Probentyp. Bei dieser Probe wird eine entspannte Folie mit einer kreuzförmigen Elektrode zwischen zwei 3-D gedruckten Teilen mit doppelseitigem Klebeband eingeklebt. In diesem Zustand ist es möglich, die Probe in verschiedene Prüfstände einzubauen. Vor Beginn der Messungen ist es auch hier nötig, die Hilfsstege zu durchtrennen. Der horizontale Kreuzbalken ragt auf jeder Seite bis zu einer Aussparung im Kunststoffrahmen, die für die Kontaktierung Platz lässt. Zur besseren Kontaktierung wird an diesen Stellen noch Kupferklebeband eingelegt, worauf entweder Federkontakte gedrückt oder Drähte angelötet werden. Der vertikale Kreuzbalken (vgl. **Abbildung 3-3 a**) stellt die aktive Fläche dar. Mit einem Seitenverhältnis von 5:1 ist die Interpretation der Fläche als reine Pure Shear Geometrie zulässig [143]. Die Querkontraktion der Probe während des Zugversuches wird also nicht berücksichtigt, was die Interpretation der Ergebnisse vereinfacht. Je nach Messvorhaben sind die Silikonfolien einseitig oder beidseitig beschichtet.

Eine Probe für Durchschlagtests ist in **Abbildung 3-4 i**) dargestellt. Nach der beidseitigen, vollflächigen Beschichtung der Silikonfolie in der Anlage, wird die Dünnschicht zwischen den einzelnen Punkten mit einem Laser wieder entfernt.

Die letzte abgebildete Probe zeigt ein teilweise beschichtetes Objektträgerglas. Während des Beschichtungsvorganges wird die Mitte des Objektträgers mit einem Deckglas abgedeckt, welches nach der Dünnschichtabscheidung wieder entfernt wird. Die so erzeugten Stufen dienen der Schichtdickenmessung (**Abbildung 3-4 j**).

3.2 Beschichtung durch Sputterverfahren

Beschichtungsverfahren können allgemein in drei Klassen eingeteilt werden: Physical Vapor Deposition Verfahren (PVD), Chemical Vapor Deposition Verfahren (CVD) und nasschemische Verfahren, wie z.B. Sol-Gel Verfahren. Sputtern gehört zum Sektor der PVD-Verfahren [144].

3.2.1 Sputterverfahren – Besonderheiten des Magnetron-Sputterns

Es gibt verschiedene Arten von Sputtern: DC-Dioden-Sputtern, HF-Sputtern, Magnetron-Sputtern, Ionenstrahl-Sputtern und Atomstrahl-Sputtern [145]. In dieser Arbeit wurde DC-Magnetron-Sputtern angewendet. Der Grundaufbau ist in **Abbildung 3-5** zu erkennen [144].

Beim Sputtern handelt es sich um einen plasmaphysikalischen Beschichtungsprozess in einer Prozesskammer. Eine Vakuumkammer wird in einem zweistufigen Pumpenprozess mit Vorpumpe und Turbopumpe bis in den tiefen 10^{-6} mbar Bereich evakuiert [146]. Danach wird ein geeigneter Prozessdruck aus einem Inertgas, als Gleichgewicht zwischen einströmendem und abgepumptem Prozessgas eingestellt. Die Steuerung der Pumprate vollzieht sich über ein Drosselventil. Als Prozessgas wird i.d.R. Argon benutzt [144]. Der Prozessdruck liegt typischerweise zwischen $1 \cdot 10^{-3}$ mbar und $5 \cdot 10^{-2}$ mbar, wobei der niedrige Druckbereich dem Magnetron-Sputtern vorbehalten ist [144]. In der Vakuumkammer befinden sich ein Target und das zu beschichtende Substrat. Zwischen Target (Kathode) und Substrat wird eine Spannung angelegt. Im elektrischen Feld zwischen Anode und Kathode wird das Prozessgas ionisiert, wobei die positiv geladenen Ar^+ -Ionen zum Target hin beschleunigt werden. Beim Aufprall auf das Target werden Targetatome aus diesem herausgeschlagen. Die herausgeschlagenen Atome kondensieren auf der Substratoberfläche und bilden somit eine Dünnschicht aus [147]. Art und Dicke der gebildeten Dünnschicht hängen von Faktoren wie Prozessgasdruck, Sputterrate, Sputterzeit, Sputterleistung, Target-Substratabstand, Probertemperatur und Probenvorbehandlung ab [148–151].

Die Sputterrate ist eine materialspezifische Größe, die unter Anwendung des Magnetron-Verfahrens deutlich erhöht werden kann [152]. Beim Magnetron-Sputtern sind hinter dem

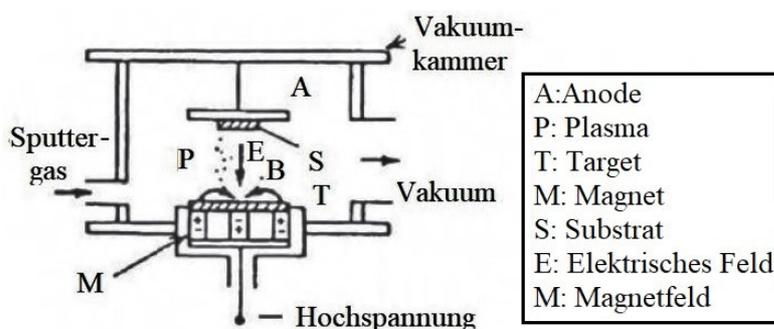


Abbildung 3-5: Schematischer Aufbau einer Sputtervakuumkammer mit Anode (A), Plasma (P), Target (T), Magnet (M), Substrat (S), Ausrichtung des elektrischen Feldes (E) und Ausrichtung des Magnetfeldes (B) [144].

Target Magnete angeordnet, deren Magnetfeldlinien weitgehend parallel zur Targetoberfläche verlaufen. Das E-Feld zwischen Target und Anode steht hingegen senkrecht auf der Targetoberfläche. Elektronen werden durch das E-Feld in Richtung Target beschleunigt und gelangen in den Bereich

der senkrecht zueinander stehenden E- und B-Felder. Dies bedeutet, dass die Elektronen im Bereich der Überlagerung von E- und B-Feld auf spiralförmigen Bahnen driften und dort für eine gewisse Zeit gefangen werden. Die Stoßwahrscheinlichkeit zwischen einem Elektron und einem Argonatom, und somit auch die Ionisierungsrate, nimmt in diesem Bereich deutlich zu. Dies führt zu einer höheren Sputterrate bei gleichem Prozessdruck durch das Magnetron-Verfahren [147,152].

3.2.2 Eigenschaften von gesputterten Dünnschichten

Der Aufbau bzw. die Morphologie der Dünnschicht aus einzelnen, sich nach und nach zusammenlagernden Atomen auf einem Substratmaterial unterscheidet sich signifikant von dem Aufbau des Bulkmaterials. Deshalb können in Dünnschichten deutlich von Bulkwerten abweichende mechanische, elektrische und magnetische Eigenschaften entstehen [153]. Es können Quantum-Size-Effekte in Abhängigkeit der Dicke, des Schichtaufbaus und der Kristallorientierung auftreten [144].

Beim Kondensieren der Targetatome auf der Substratoberfläche kommt es zuerst zur Keimbildung und dann zum Keimwachstum. Die Keimbildungsrate und die Wachstumsverhältnisse sowie die Kristallstruktur und die lokale Kristallorientierung hängen dabei von vielen verschiedenen Parametern ab [144]. Es gibt verschiedene Modelle, welche die Morphologie von Dünnschicht beschreiben.

Das 3-Zonenmodell von Movchan und Demchishin (M&D-Modell, 1969) wurde als erstes Modell veröffentlicht [149]. Es beschreibt die zu erwartende Morphologie von aufgedampften

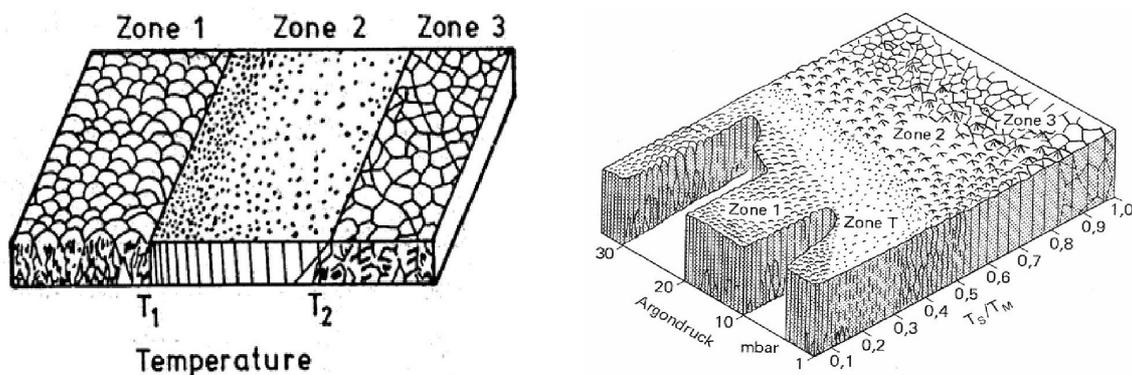


Abbildung 3-6 Strukturmodelle von Vakuumdünnschichtprozessen: links: M&D Modell in Abhängigkeit der Temperatur [149], rechts: Thornton-Modell in Abhängigkeit der Temperatur und des Prozessdruckes (angepasste Graphik aus [154]).

Schichten aus Nickel, Titan, Wolfram, Aluminiumoxid und Zirkonoxid in Abhängigkeit von T/T_m im Vakuum. Dabei ist T die Beschichtungstemperatur und T_m die jeweilige Schmelztemperatur in Kelvin. Bei niedriger Temperatur (Zone I) liegen säulenförmige Körner mit kuppelartigen Enden und sich verjüngenden Hohlräumen zwischen den Säulen vor. In Zone II wachsen säulenartige Körner mit definierten Korngrenzen und vergrößertem Säulendurchmesser. Sie bilden eine matte Oberfläche aus. Zone III besteht aus gleichachsigen Körnern. Hier wird die Struktur bei hoher Temperatur von der Volumendiffusion bestimmt (vgl. **Abbildung 3-6**).

Das Thornton-Modell (1974) erweitert das M&D-Modell und beschreibt die Morphologie speziell für gesputterte Dünnschichten aus Molybdän, Chrom, Titan, Eisen, Kupfer und einer Aluminiumlegierung [148]. Thornton erweitert den Parameterraum neben der Temperatur noch um den Prozessdruck. Er beschreibt zwischen Zone I und Zone II des M&D-Modells noch eine Übergangsphase, die Zone T. Diese ist durch eine dicht gepackte säulenförmige Struktur mit glatter Oberfläche charakterisiert. Mit steigendem Gasdruck verschiebt sich die Grenze zwischen Zone I und Zone T sowie zwischen Zone T und Zone II, hin zu höheren Temperaturen. Im Thornton-Modell ist auch der möglicherweise poröse Charakter von kaltaufwachsenden Schichten in der Zone I durch Lücken im Schaubild dargestellt [154].

In dieser Arbeit wird das Substrat nicht zusätzlich beheizt, jedoch kann die kinetische Energie der kondensierenden Atome Schicht und Substrat erwärmen. Sowohl Nickel, Chrom als auch Kohlenstoff sind hochschmelzende Elemente (es gilt also: $T/T_m < 0,2$). Es wird im Bereich kleiner Prozessdrücke zwischen einem und 20 μbar gearbeitet. Bei niedrigen Drücken bildet sich die nicht dicht gepackte Säulenstruktur aus Zone I aus. Allerdings ist bei dem Schaubild der Druck in Millibar aufgetragen. Die in dieser Arbeit angewendeten Prozessdrücke liegen also fast 3 Größenordnungen darunter. Bei so niedrigen Prozessdrücken ist es möglich und wahrscheinlicher, dass auch die Morphologie von Zone T ausgebildet werden kann. Beide Modelle untersuchen allerdings Dünnschichten im Bereich von 25 μm und dicker. Die Dicke der in dieser Arbeit untersuchten Dünnschichten liegt zwischen 10 nm und 40 nm. Daher sind diese Modelle wahrscheinlich nur begrenzt anzuwenden.

Interessanter und relevanter bei dünnen Schichten ist die Art und Weise wie eine Schicht wächst. Hier werden 3 Arten unterschieden. Frank-van der Merve entwickelte das Modell des schichtweisen Aufbaus [155]. Zuerst wird eine dünne geschlossene Schicht beim Abscheidungsprozess erzeugt, bevor die nächste Schicht auf der ersten aufwachsen kann (**Abbildung 3-7 a**). Wachsen auf der ersten geschlossenen Schicht dann allerdings einzelne

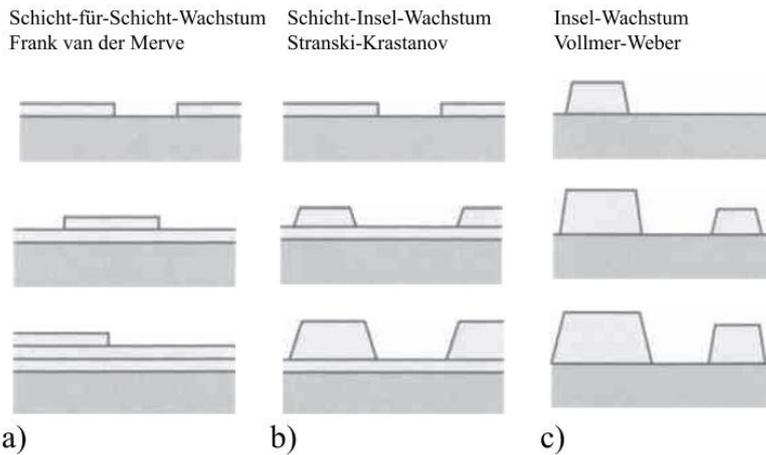


Abbildung 3-7: Schichtwachstum bei der Dünnschichtabscheidung: a) Schicht-für-Schicht Wachstum, b) Schicht- und Inselwachstum, c) Inselwachstum [155].

Inseln auf, so handelt es sich um das von Stranski und Krastanov entwickelte Modell zum Schicht- und Inselwachstum (**Abbildung 3-7 b**). Vollmer und Weber beschreiben zuletzt ein reines Inselwachstum der Schichten. Eine zusammenhängende Schicht wird hier durch eine spätere Koaleszenz der einzelnen

Inseln erreicht (**Abbildung 3-7 c**) [155]. Welcher der 3 Wachstumsprozesse vorliegt, hängt von den jeweiligen Grenzflächenspannungen an der Substratoberfläche, der Schichtoberfläche und der Schicht-Substrat-Grenzfläche ab [155].

Während der Dünnschichtbildung kann es zu der Ausbildung von Eigenspannungszuständen kommen. Eine Ursache findet sich in unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Substrat und Dünnschicht. Somit entstehen nach dem Beschichten bei der Abkühlung auf Raumtemperatur thermisch induzierte mechanische Spannungen [156,157]. Haben Substrat und Dünnschicht nicht die gleichen Gitterkonstanten, so kommt es an der Grenzschicht zu zusätzlichen Eigenspannungen [156,157]. Weiterhin können Kristalldefekte, wie Versetzungen oder eingebaute Fremdatome, zu Verzerrungen und somit zu Eigenspannungen führen [157–159]. Beim Sputtern entstehen in der Regel Zugeigenspannungen in der Schicht [160–164]. Dies kann mit dem Thornton-Modell (siehe oben) erklärt werden. Bei niedriger Temperatur und bei niedrigem Prozessdruck werden säulenförmige Morphologien ausgebildet. Diese sind nicht immer dicht gepackt und es gibt Hohlräume zwischen den Säulen [148]. Hochschmelzende Metalle und Verbindungen versuchen durch elastische Verzerrungen die Hohlräume zu schließen, was die Oberflächenenergie der Kristalle reduziert und gleichzeitig Eigenspannungen aufbaut. Bei Elementen, die bei niedrigeren Temperaturen schmelzen, kann es durch Volumen- und Korngrenzendiffusion zum Kornwachstum kommen. Die elastischen Verzerrungen werden durch Diffusion abgebaut und somit bilden sich in niederschmelzenden Dünnschichten keine allzu großen Eigenspannungen aus [160].

3.2.3 Probenherstellung durch Sputterverfahren

Im Rahmen dieser Arbeit wird eine Beschichtungsanlage der Firma CCR genutzt. Die CCR-Anlage besteht aus einer $45 \times 45 \times 45 \text{ cm}^3$ messenden Vakuumkammer mit zwei $\varnothing 12,7 \text{ cm}$ Magnetron-Targethaltern. Der Target-zu-Substratabstand ist auf $4,5 \text{ cm}$ eingestellt. Das Substrat liegt auf einem drehbaren Probenhalter. Somit kann das Substrat während des Prozesses variabel von einem Target zum nächsten transportiert werden. Es ist zusätzlich möglich, das Substrat in eine Parkposition zu bewegen, in der es nicht unter einem Target steht. Aufgrund des Aufbaus der Kammer und der Tatsache, dass Sandwichschichten erzeugt werden, ist es möglich, zeitgleich 2 Substrate in die Anlage zu legen und ggf. sogar mit unterschiedlichen Schichtvariationen zu beschichten. Die Targets sind an einen DC-Generator PFG 1500 DC der Firma Hüttinger angeschlossen. Weiterhin befindet sich eine Turbopumpe der Firma Varian (mit der Pumpleistung von 1000 l/s) und ein VAT-Pendelventil an der Kammer. Die Position des VAT-Ventiles wird über einen VAT PM-7 Controller geregelt. Die Turbopumpe ist wiederum an eine Varian-Vorpumpe DS602 angeschlossen. Zur Druckmessung gibt es ein Full-Range-Messgerät Inficon PKR 251 und ein MKS Baratron Typ 627B. Letzteres ist an einen MKS-Multigascontroller vom Typ 647B angeschlossen. Als Prozessgas wurde Argon (mit der Reinheit von $99,999 \%$) verwendet. Die Kammer verfügt über keine Schleuse, weshalb sie zum Öffnen nach jedem Prozess mit Stickstoff belüftet wird. Die ganze Anlage ist an das Hauskühlungssystem angeschlossen, sodass die Turbopumpe und die Targets gekühlt werden.

Für die Versuchsreihen sind beide Targethalter mit Targetmaterialien bestückt, eines immer mit Kohlenstoff und das andere mit einem der Metalle (Chrom oder Nickel bzw. mit der entsprechenden Legierung $\text{Ni}_{80}\text{Cr}_{20}$).

$\text{Ni}_{80}\text{Cr}_{20}$ wird in einer ersten Versuchsreihe bei einem Prozessdruck von $18,4 \mu\text{bar}$ gesputtert. Die entsprechenden Ventilstellungen und Gasflüsse zum Erreichen eines bestimmten Prozessdruckes sind in **Tabelle 3-2** zusammengefasst. Der hohe Prozessdruck für den NiCr-Beschichtungsprozess basiert auf Vorversuchen, die auf Glasobjektträgern durchgeführt

Tabelle 3-2: Gasfluss und Ventileinstellungen und deren korrespondierende Prozessdrücke.

Gasfluss Argon	Ventilstellung	resultierender Prozessdruck
15 sccm	97	$18,4 \mu\text{bar}$
15 sccm	260	$1,5 \mu\text{bar}$

werden. In Kombination mit Kohlenstoff führt der hohe Prozessdruck zu einer sehr guten Haftung auf Glassubstraten. Der Generator regelt die Targetleistung während des

Prozesses auf 300 W. Bevor der eigentliche Beschichtungsprozess beginnt, wird das Plasma schon gezündet und für 90 s brennen gelassen. Dieser Schritt dient zur Reinigung des Targets. Das Substrat befindet sich in dieser Zeit auf der Parkposition und bleibt vom Reinigungsprozess unbeeinflusst. Dieser Reinigungsprozess wird bei allen in dieser Arbeit beschriebenen Beschichtungen nach dem gleichen Muster angewendet. Eine spätere NiCr-Versuchsreihe erfolgt bei einem Prozessdruck von 1,5 μbar . Gleichzeitig wird die Sputterleistung auf 100 W reduziert und die Sputterzeit entsprechend auf 15 s erhöht.

Reines Ni wird zu Beginn ebenfalls bei 18,4 μbar und 300 W gesputtert. Weitere Versuchsreihen erfolgen dann bei einem Prozessdruck von 1,5 μbar . Ein weiterer Optimierungsschritt führt zu einer Absenkung der Sputterleistung auf 100 W und einer entsprechenden Anhebung der Sputterzeit auf 15 Sekunden pro 10 Nanometer.

Die Herstellung der Chromdünnschichten geschieht ausschließlich bei einem Prozessdruck von 1,5 μbar und einer Sputterleistung von 100 W.

Kohlenstoffdünnschichten werden mit einer Sputterleistung von 300W bei einem Prozessdruck von 1,5 μbar erzeugt. Der niedrige Prozessdruck des Kohlenstoffs führt zu einer vergleichsweise niederohmigen Schicht (Details siehe 4.3).

Die genauen Schichtzusammensetzungen und dazugehörigen Sputterparameter können **Tabelle 3-1** entnommen werden. Die anfängliche Bestimmung der grundsätzlichen Schichteigenschaften, wie elektrischer Widerstand oder Haftung, erfolgt auf Glassubstraten anhand von NiCr- und Kohlenstoffschichten. Diese Erkenntnisse konnten dann später auf die PDMS-Folien und auf die anderen Dünnschichten übertragen werden.

3.3 Bestimmung der Depositionsrate

Die Depositionsrate ist nicht mit der Sputterrate zu verwechseln. Beides sind material- und anlagenspezifische Raten. Die Sputterrate beschreibt, wie viel Material in einer bestimmten Zeiteinheit aus dem Target herausgelöst wird, die Depositionsrate hingegen erfasst lediglich das auf der Probe abgeschiedene Material.

Die Depositionsrate wird indirekt über eine Stufenhöhenmessung an teilweise beschichteten Glasobjektträgern untersucht (Probentyp **Abbildung 3-4 j**, **Tabelle 3-3**). Die Korrelation aus Stufenhöhe und Sputterzeit ergibt die Depositionsrate. Je zwei Messpfade erfassen die Schichtdicke der Stufe aufsteigend bzw. absteigend (vgl. **Abbildung 3-8**). Für jede

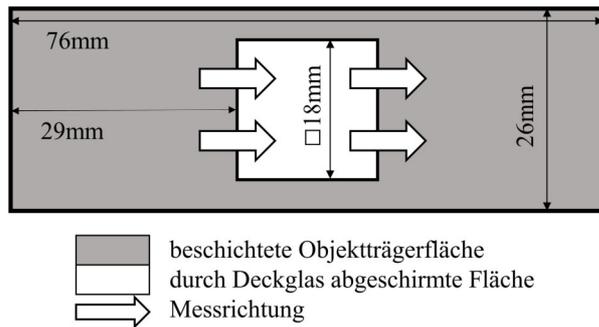


Abbildung 3-8: teilweise beschichteter Glasobjektträger. Die erzeugte Stufe wurde an den 4 Messpunkten in der gezeigten Messrichtung gemessen.

Sputtereinstellung werden mehrere Proben mit verschiedenen Sputterzeiten hergestellt, die Daten ausgewertet und mit Hilfe von *OriginLab* gefittet.

Die Erfassung der Stufenhöhe erfolgt taktil mit einem *Veeco Dektak 150 Profilometer*. Bei der Dickenmessung wird eine Diamantspitze auf der Probenoberfläche aufgesetzt. Durch den verfahrbaren Probentisch wird die Probe anschließend relativ zur Spitze bewegt. Die

Diamantspitze ist über einen Cantilever mit einem LVDT induktiven Sensor verbunden, der die Höhenauslenkung aufnimmt. Das aufgenommene Signal wird in einem Analog-Digital Wandler digitalisiert. Die Datenanalyse erfolgt mit Hilfe der mitgelieferten Software. Somit ist es möglich, die Rauheit, die Welligkeit oder die Schichtdicke zu bestimmen. Die Diamantspitze mit einem Radius von 2 μm drückt mit einer Kraft entsprechend 1 bis 15 mg auf die Probenoberfläche. Die maximale laterale Auflösung beträgt 10 nm und die z-Auflösung 0,6 nm [165].

3.4 Oberflächen- und Topologieanalyse

3.4.1 Weißlichtprofilometrie

Ein Weißlichtprofilometer arbeitet nach dem Prinzip der chromatisch konfokalen Sensorik. Dabei wird weißes Licht durch eine Sammellinse auf eine Oberfläche fokussiert. Durch die chromatische Aberration, also den wellenlängenabhängigen Brechungsindex der Linse, haben

Tabelle 3-3: Verwendete Proben- und Schichtauswahl zur Bestimmung der Depositionsraten.

Probentyp (Abb.)	Wacker/ Parker/ Sonst.	NiCr	NiCr+C	C+NiCr	Ni	Ni+C	C+Ni	Cr	Cr+C	C+Cr	C	Ziel
teilweise besch. Deckglas (3.4 j)	Glas	x			x			x			x	Depositionsrates der einzelnen Targets

die einzelnen Spektralfarben des weißen Lichts unterschiedliche Brennweiten. Das von einer Oberfläche reflektierte Lichtspektrum wird bei der Oberflächenanalyse in einem chromatischen Sensor analysiert. Dabei ist die Intensität der Lichtreflexion einer Spektralfarbe an der Oberfläche umso stärker, je genauer der Brennpunkt der entsprechenden Spektralfarbe auf der Oberfläche des Materials liegt. Die Wellenlänge des Reflexionsmaximums

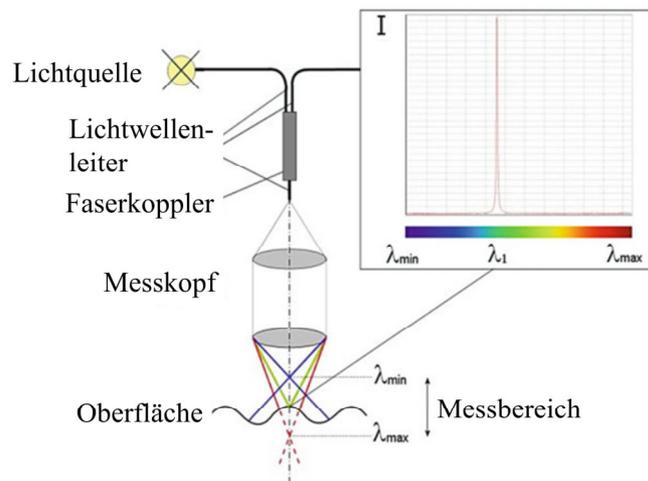


Abbildung 3-9: Chromatisch konfokales Messprinzip eines Weißlichtprofilometers [166].

gibt somit Aufschlüsse über den Abstand zwischen Sensorkopf und Probenoberfläche (vgl. **Abbildung 3-9**). Ein Abscannen der Probenoberfläche ermöglicht die Rekonstruktion einer dreidimensionalen Abbildung [166]. Die Auflösung in z-Richtung beträgt dabei wenige Nanometer. Die laterale Auflösung in der Ebene unterliegt allerdings den Grenzen der Lichtmikroskopie (vgl. Abschnitt 3.4.2) und ist folglich auf wenige Mikrometer limitiert [167,168].

Ein *Microprof Profilometer* der Firma *FRT* kommt im Rahmen dieser Arbeit zum Einsatz. Der *FRT CWL* Sensorkopf mit einer Abtastrate von 4 kHz liefert dabei die Datensätze, welche mit der mitgelieferten Analysesoftware *FRT Mark III* analysiert werden. Die weitere Datenverarbeitung erfolgt dann mit *MS Excel*. Das Ziel der Messungen besteht darin, die Topologie der aufgefalteten Elektroden zu untersuchen.

Die Oberflächenanalyse erfolgt an Wacker- und Parker-Folien, die vor der Beschichtung entweder biaxial oder PS vorgestreckt waren (vgl. **Tabelle 3-4**). Die nach der Beschichtung entspannten Folien werden entweder auf einen Glasobjektträger oder direkt auf den Probentisch des Messgerätes abgelegt. Ziel ist es, Informationen über die Wellenlänge und die Amplitude der ausgebildeten Falten der Elektrode zu bekommen. Dagegen stellt die Betrachtung von beschichteten und noch gespannten Folien weitere Informationen zur Oberflächenbeschaffenheit bereit. Bei diesem Ansatz steht die Untersuchung von Rissen, welche bei der Schichtherstellung in der glatten, nicht gefalteten Dünnschicht entstehen können, im Fokus.

Tabelle 3-4: Verwendete Proben- und Schichtauswahl für Untersuchungen im Weißlichtinterferometer.

Probentyp (Abb.)	Wacker/ Parker/ Sonst.	NiCr	NiCr+C	C+NiCr	Ni	Ni+C	C+Ni	Cr	Cr+C	C+Cr	C	Ziel
besch. Folie im Rahmen gespannt (3.4a)	W/P	x	x	x								Rissuntersuchungen/ Schichtqualität
besch. Folie im Rahmen entspannt (3.4a)	W/P	x	x	x								Topologie Falten
besch. Folie auf Deckglas (3.4 b)	W/P	x	x	x								Topologie Falten
besch. Folie direkt auf Probentisch	W/P	x	x	x								Topologie Falten

3.4.2 Optische Lichtmikroskopie

Das optische Lichtmikroskop besteht im einfachsten Aufbau aus einem Okular und einem Objektiv. Das Objektiv ist dem zu betrachtenden Objekt zugewandt und erzeugt ein vergrößertes reelles Bild, auch Zwischenbild genannt. Das Zwischenbild wird dann durch das Okular betrachtet und kann durch das Okular weiter vergrößert werden. Die nominelle Vergrößerung eines Mikroskops ist also das Produkt aus der Vergrößerung des Objektivs und der Vergrößerung des Okulars [169,170]. Die Auflösungsgrenze d_{min} des Lichtmikroskops ist dabei unabhängig von der Vergrößerung und wird mit der Abbe'schen Auflösungsformel beschrieben (**Formel 3-1**) [171]. Sie ist abhängig von der Wellenlänge λ , dem Öffnungswinkel des Lichtbündels $2\sin(\alpha)$ und dem Brechungsindex n des Mediums zwischen Okular und Objekt und beträgt bei der optischen Lichtmikroskopie ca. 200 nm.

$$d_{min} = \frac{\lambda}{2n * \sin(\alpha)} = \frac{\lambda}{2NA} \quad \text{Formel 3-1}$$

Wird das Objekt von oben beleuchtet und die reflektierende Oberfläche betrachtet, so handelt es sich um ein Auflichtmikroskop. Bei Transmissionsmikroskopen wird die Probe von unten beleuchtet und die Lichtstrahlen müssen das Objekt erst durchstrahlen, bevor sie ins Auge gelangen können. Trifft Licht direkt ins Objektiv, so handelt es sich um Hellfeldmikroskopie. Bei der Dunkelfeldmikroskopie gelangt nur gestreutes oder gebeugtes Licht ins Objektiv [172]. In dieser Arbeit kommt ein *Olympus BX41* Mikroskop zur Probeninspektion zum Einsatz. Alle hier analysierten Bilder werden mittels Auflicht- oder Durchlichthellfeldmikroskopie erzeugt

Tabelle 3-5: *Verwendete Proben- und Schichtauswahl für Lichtmikroskopie.*

Probentyp (Abb.)	Wacker/ Parker/ Sonst.	NiCr	NiCr+C	C+NiCr	Ni	Ni+C	C+Ni	Cr	Cr+C	C+Cr	C	Ziel
besch. Folie im Rahmen gespannt (3.4a)	P	x	x	x								Risse/ Verschmutzung/ Falten/ Laserergebnis
	W	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	
besch. Folie im Rahmen entspannt (3.4a)	P	x	x	x								Falten/ Laserergebnis/ Beschädigung Leiterbahn
	W	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	

und mit der auf dem Mikroskop installierten Kamera *Olympus E330* aufgenommen und digitalisiert. Software *TSView* dient dazu, Maßstäbe einzubrennen. Das Zusammenfügen einzelner Mikroskopbilder zu einem großen zusammenhängenden Bild gelingt mit dem Programm *Autostitch*. Die Faltenanalyse erfolgt mit der Freeware *Gwyddion*.

Als Träger für die Folien für die Lichtmikroskopie dient der Metallrahmen. Beschichtete Folie, entweder PS oder biaxial vorgestreckt und noch gespannt, wird in der Auflichtmikroskopie auf Verschmutzungen, Falten- oder Rissbildung hin untersucht. Die genaue Betrachtung der Falten erfolgt an beschichteten und anschließend entspannten Folien ebenfalls im Auflicht. Zusätzliche Durchlichtmikroskopuntersuchungen dienen der Abgrenzung von Falten gegenüber Rissen. Für die Durchlichtmikroskopie wird eine 3-D gedruckte Probentischaufnahme angefertigt. Mit deren Hilfe ist eine genaue Positionierung der Probe auch im Durchlichtmodus in x- und in y-Richtung möglich. Das Lichtmikroskop liefert weiterhin Informationen über die Qualität der Laserbearbeitung. Dazu wird beschichtete Folie sowohl im gespannten als auch im entspannten Zustand nach dem Laserprozess auf dem Rahmen unter dem Lichtmikroskop untersucht. Diese Untersuchungen erfolgen sowohl im Auf- als auch im Durchlicht. Weiterhin werden Leiterbahnen nach Anlegen einer Hochspannung auf Beschädigungen untersucht. Eine Übersicht ist in **Tabelle 3-5** zu finden.

3.4.3 Rasterkraftmikroskopie (AFM)

Das Rasterkraftmikroskop (engl. Atomic Force Microscopy, Abkürzung AFM) erzeugt ein dreidimensionales Abbild einer Oberfläche. Eine feine Spitze an einem Cantilever wechselwirkt mit der Oberfläche. Der von der Rückseite des Cantilevers reflektierte Laserstrahl trifft auf einen Vier-Quadrantendetektor und liefert so Informationen über die Auslenkung in

z-Richtung und über das Verkippen des Cantilevers [173]. Die Probenoberfläche kann in den verschiedenen Messmodi in x- und in y- Richtung gescannt werden. Im Contact Mode wird die Spitze mit einer konstanten Kraft auf die Probenoberfläche gedrückt. Die Andruckkraft (Größenordnung mehrere nN) bestimmt hier maßgeblich die Bildgebung. Zu hohe Anpresskräfte verformen die Probenoberfläche, wohingegen zu kleine Kräfte dazu führen können, dass Details in der Auflösung

verloren gehen [174]. Im Non-Contact Mode wird die Spitze in einem konstanten Abstand über die Probe gescannt und somit Anpresskräfte vermieden. Allerdings setzt diese Messmethode ein sehr genaues Alignment der einzelnen Komponenten voraus [175]. Im Tapping Mode arbeitet das AFM in der Resonanzschwingung des Cantilevers, sodass er immer nur ganz kurz die Probenoberfläche berührt. Eine Interaktion mit der Probenoberfläche führt hier zu einer Änderung der Resonanzfrequenz. Die liefert wiederum Informationen über die Beschaffenheit der Oberfläche. Besonders bei weichen Materialien ist der Tapping Mode von Vorteil, da die Probenoberfläche nicht durch die konstante Anpresskraft verformt wird [173]. Abhängig von der Beschaffenheit der Spitze und dem Messmodus ist es möglich, die Topographie, den Magnetismus, die Reibungseigenschaften oder sogar chemische Bindungsverhältnisse einer Oberfläche zu untersuchen [173–176].

Das AFM *FastScan Bio* von der Fa. *Bruker* kommt in dieser Arbeit zum Einsatz, um die Topographie der gefalteten Elektrodenoberflächen zu untersuchen. Ausgestattet mit einem Messkopf von *Icon* und einer *HARI-200* Spitze, erfolgt die Aufnahme der Bilder im Tapping Mode. Die aufgenommenen Datensätze werden mit der Software *Gwyddion* analysiert. Die AFM-Messungen wurden am Lehrstuhl für Experimentalphysik der Universität des Saarlandes von Frau Prof. Jacobs extern durchgeführt. Die Auswertung wurde selbst erledigt.

Im AFM werden alle NiCr-Schichtentypen sowie die reine Kohlenstoffschicht auf entspannten Folien untersucht (siehe **Tabelle 3-6**). Ein Glasobjekträger dient als Träger für die Proben (vgl. **Abbildung 3-4 b**). Die Messung erfolgt immer im Kreuzpunkt der beiden Kreuzbalken.

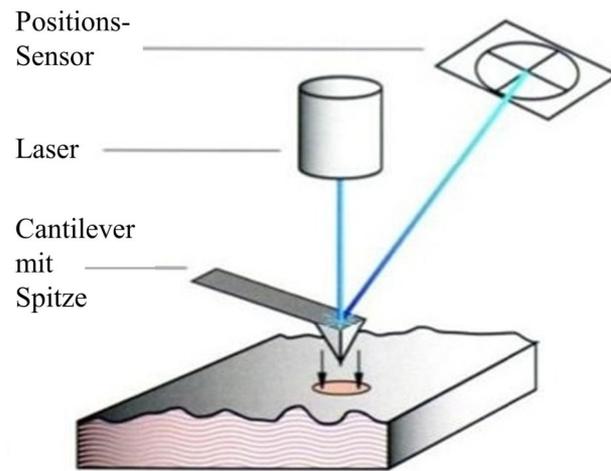


Abbildung 3-10: Schematischer Aufbau eines AFM. Der Positionssensor erfasst über den reflektieren Laser die Auslenkungen der Spitze am Cantilever [173].

Tabelle 3-6: *Verwendete Proben- und Schichtauswahl für AFM-Untersuchungen.*

Probentyp (Abb.)	Wacker/ Parker/ Sonst.	NiCr	NiCr+C	C+NiCr	Ni	Ni+C	C+Ni	Cr	Cr+C	C+Cr	C	Ziel
besch. entspr. Folie auf Objektträger (3.4 b)	P	x	x	x							x	Topologie Falten, Wellenlänge & Amplitude

3.4.4 Rasterelektronenmikroskopie (REM)

Bei einem Rasterelektronenmikroskop (REM) werden Elektronen aus einer Elektronenquelle zunächst beschleunigt und dann über elektromagnetische Linsen fokussiert. Eine Einheit aus Rasterfeldspulen lenkt den Elektronenstrahl dabei in x- und y-Richtung ab [178]. Beim Auftreffen des fokussierten Elektronenstrahls auf der Probenoberfläche wechselwirken diese sogenannten Primärelektronen (PE) mit der Probe (**Abbildung 3-11**) [177]. Verschiedene Detektoren detektieren diverse Wechselwirkungsarten. Ein Rasterelektronenmikroskop erzeugt also keine optische Abbildung. Es stellt lediglich die Wechselwirkung eines Primärelektronenstrahls mit der Probe in verschiedenen Kontrastarten dar. Die Auflösungsgrenze eines REMs liegt dabei

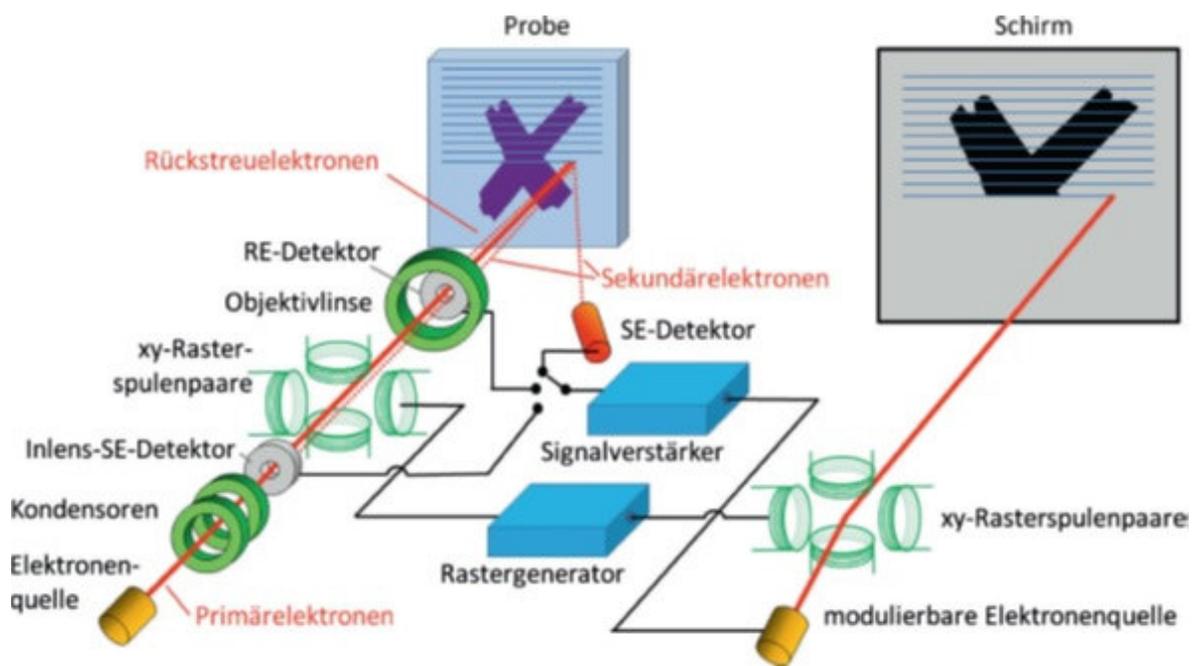


Abbildung 3-11: *Aufbau und Funktionsprinzip eines Raster-Elektronen-Mikroskops [177].*

bei wenigen Nanometern und ist u.a. abhängig von der Kontrastart, der Beschleunigungsspannung und der Vakuumqualität [179].

Aus der Probe zurückgestreute Primärelektronen, welche durch elastische Streuung die Probe wieder verlassen können, werden als Rückstreuielektronen (RE) bezeichnet. Elektronen mit einem geringeren Energiegehalt mit $E < 5 \text{ eV}$, werden Sekundärelektronen (SE) genannt. Sie entstehen durch unelastische Streuvorgänge in der Probe, d.h. es findet ein Energietransfer vom Primärelektronenstrahl in die Probe statt [180]. Durch den Energieübertrag kann ein Atom in der Probe in einen angeregten Zustand übergehen. Dadurch ist es möglich, dass ein Elektron der inneren Elektronenschale das Atom verlässt. Dieser Zustand ist instabil und ein Elektron mit höherer Energie von einer höheren Elektronenschale fällt auf die niederenergetische Elektronenschale hinunter. Diese Energiedifferenz wird als Röntgenquant frei. Diese elementspezifische Röntgenstrahlung dient als Informationsträger bei der EDX-Elementanalyse (engl. EDX = energy dispersive X-ray). Weiterhin können noch Kathodolumineszenz und Auger-Elektronen zur Analyse herangezogen werden [180]. Elektronenmikroskopie funktioniert nur bei leitfähigen und vakuumtauglichen Proben. Bei nicht leitfähigen Proben erfolgt vor der Untersuchung noch eine Beschichtung mit einer leitfähigen Dünnschicht, um eine Probenaufladung zu vermeiden [177].

Das REM dient in dieser Arbeit zu Untersuchung der Faltenausprägung. Es kommt das Elektronenmikroskop *6460LV* der Firma *JEOL* zum Einsatz. Es werden einseitig, mit der Kreuzgeometrie beschichtete Folien untersucht, die nach der Beschichtung im entspannten Zustand auf einem Glasobjektträger abgelegt werden (**Abbildung 3-4 b**). Die REM-Untersuchungen konzentrieren sich auf die Stelle, an der sich der horizontale und der vertikale Kreuzbalken schneiden. Die Aufnahme der Sekundärelektronenbilder erfolgt mit einer Beschleunigungsspannung von 10 kV bei verschiedenen Vergrößerungsstufen. Die Verwendung der Software *Gwyddion* dient zur anschließenden Ermittlung der Wellenlänge der Falten. Da die metallischen Elektroden schon leitfähig sind, müssen sie lediglich mit einem

Tabelle 3-7: *Verwendete Proben- und Schichtauswahl fürs REM.*

Probentyp (Abb.)	Wacker/ Parker/ Sonst.	NiCr	NiCr+C	C+NiCr	Ni	Ni+C	C+Ni	Cr	Cr+C	C+Cr	C	Ziel
besch. entsp. Folie auf Objektträger (3.4 b)	W	x	Topologie Falten, Wellenlänge & Amplitude									

Tabelle 3-8: *Verwendete Proben- und Schichtauswahl für Haftungsuntersuchungen.*

Probentyp (Abb.)	Wacker/ Parker/ Sonst.	NiCr	NiCr+C	C+NiCr	Ni	Ni+C	C+Ni	Cr	Cr+C	C+Cr	C	Ziel
O-Ring (3.4 c)	P	x	x	x								Haftungsuntersuchungen
O-Ring (3.4 c)	W	x	x	x	x	x	x	x	x	x		Haftungsuntersuchungen

Stück Kupferband mit dem Probenhalter verbunden werden. Alle Dünnschichtvariationen werden auf diese Weise im REM untersucht (siehe **Tabelle 3-7**).

3.5 Physikalisch, chemische Schichtanalyse

3.5.1 Haftungsuntersuchungen

Die Adhäsion zwischen Dünnschichtelektrode und Folie erfolgt mittels Peel-off-Test. Diese Untersuchungen finden an einem beschichteten Folienstück statt, welches auf einem O-Ring vorgespannt ist (vgl. **Abbildung 3-4 c**). Ein Klebstreifen wird in der Mitte der Folie fest auf die Beschichtung gedrückt und dann wieder abgezogen. Ziel ist es, das Verhalten der Silikonfolie, des Klebstreifens und der Dünnschicht beim Ablösen qualitativ zu untersuchen. Bei den NiCr-Schichtenvariationen kommt sowohl Parker- als auch Wacker-Folie als Substrat zum Einsatz. Die Nickel und die Chromvariationen werden ausschließlich auf Wacker-Folie getestet. Eine Übersicht über Proben, verwendete Schichten und Versuchsziele findet sich in **Tabelle 3-8**.

3.5.2 Eigenspannungsanalyse

Zur Untersuchung des Eigenspannungszustandes gibt es verschiedene Möglichkeiten, wie Krümmungsanalyse, XRD-Analyse oder FIB-Untersuchungen [181]. In dieser Arbeit wird die Krümmungsanalyse nach Stoney angewendet. Mithilfe der Stoney-Formel (**Formel 3-2**) lässt sich die Eigenspannung in Abhängigkeit der Krümmungsradien eines Substrates vor (r_0) und nach der Beschichtung bestimmen (r) [182]:

$$\sigma = \frac{E_s}{6(1 - \nu_s)} \frac{t_s^2}{t_f} \left(\frac{1}{r} - \frac{1}{r_0} \right) \quad \text{Formel 3-2}$$

Tabelle 3-9: *Verwendete Proben- und Schichtauswahl für Eigenspannungsuntersuchungen.*

Probentyp (Abb.)	Wacker/ Parker/ Sonst.	NiCr	NiCr+C	C+NiCr	Ni	Ni+C	C+Ni	Cr	Cr+C	C+Cr	C	Ziel
beschichtete Deckgläser	Glas				x							Eigenspannungszustand der Dünnschicht in Abhängigkeit des Prozessdruckes

Weiter hängt die Formel vom E-Modul E_s , der Dicke t_s und der Querkontraktion ν_s des Substrates, sowie der Dicke des Dünnschichtes t_f ab [182].

Bei der Eigenspannungsanalyse kommt ein *Veeco Dektak 150 Profilometer* zum Einsatz, um die Krümmungsradien eines Deckglases vor und nach der Beschichtung zu messen. Die beiden Radien werden dann zusammen mit einem E-Modul E_s von Glas von 64 GPa [183], einer Querkontraktion ν_s von 0,2 [183] und einer Dicke h_s von 0,5 mm in **Formel 3-2** eingesetzt. Als Proben dienen gesputterte Deckgläser. Die Schichtabscheidung der reinen Nickelschicht erfolgt für 45 s bei 300 W und 13 verschiedenen Prozessdrücken im Bereich von 1,5 μbar – 36 μbar . Eine Übersicht der verwendeten Proben findet sich in **Tabelle 3-9**.

3.5.3 UV-VIS Spektroskopie

Bei der UV-VIS Spektroskopie wird die Wechselwirkung zwischen einer Probe und elektromagnetischer Strahlung untersucht [178]. Bei der Bestrahlung einer Probe können neben Absorption noch Transmission und Reflexion auftreten. Die Summe der Intensitäten aus Transmission (I_{trans}), Absorption (I_{abs}) und Reflexion (I_{ref}) ist dabei gleich der Intensität der eingestrahlten Strahlung (I_{ein}). Sind die Intensitäten der eingestrahlten Strahlung, der Reflexion und der Transmission bekannt, so ist es möglich die Intensität der Absorption zu berechnen (**Formel 3-3**) [184]:

$$I_{ein} = 100\% = I_{ref} + I_{abs} + I_{trans} \quad \text{Formel 3-3a}$$

$$\Leftrightarrow I_{abs} = I_{ein} - I_{ref} - I_{trans} \quad \text{Formel 3-3b}$$

Tabelle 3-10: *Verwendete Proben- und Schichtauswahl für die UV-VIS Spektroskopie.*

Probentyp (Abb.)	Wacker/ Parker/ Sonst.	NiCr	NiCr+C	C+NiCr	Ni	Ni+C	C+Ni	Cr	Cr+C	C+Cr	C	Ziel
unbesch. Folie im Rah-men entspannt	P/W											Absorptionsspektrum der Silikonfolie als Referenz
besch. Folie im Rah-men gespannt (3.4a)	P	x	x									Absorptionsspektrum der Dünnschichtelektroden
besch. Folie im Rah-men gespannt (3.4a)	W				x	x						Absorptionsspektrum der Dünnschichtelektroden

Die gemessenen Intensitäten lassen Rückschlüsse auf z.B. Probenkonzentrationen oder Probenzusammensetzungen zu [185].

In dieser Arbeit werden Absorptionsspektren der Silikonfolien und der entsprechenden Dünnschichten gemessen (vgl. **Tabelle 3-10**), um die Interaktion der Folie und der Dünnschichten mit der verwendeten Laserwellenlänge des Strukturierungslasers abzuschätzen. Die Messungen werden mit einem *Bruker FT-IR Spektrometer Vertex 80v* im Wellenlängenbereich von 200 nm bis 550 nm durchgeführt. Die Messung der Proben erfolgt im Vakuum. Eine erste Messung ohne Probe im Strahlengang dient als Referenz. Die Verrechnung der Datensätze der darauffolgenden Proben mit der Referenz liefert dann Informationen über die Absorption der Silikonfolie bzw. der verschiedenen Dünnschichten. Die Auswertung der Daten und der Graphen erfolgt mit *MS Excel* und *OriginLab*. Diese Messungen wurden beim Lehrstuhl für Messtechnik der Universität des Saarlandes durchgeführt.

3.5.4 Röntgendiffraktometrie (XRD)

Röntgenbeugung oder Röntgendiffraktometrie ist ein Verfahren zur Untersuchung periodischer Strukturen von kristallinen Materialien [186]. Die Wellenlänge der Röntgenstrahlen liegt im Bereich von 1 Å, also in der Größenordnung der Atomabstände in einem Kristallgitter. Unter diesen speziellen Umständen kann Beugung am Kristallgitter auftreten. Der Begriff Beugung beschreibt eine von einem Kristall verursachte systematische Ablenkung der eingestrahnten Strahlung von ihrem direkten Weg [187].

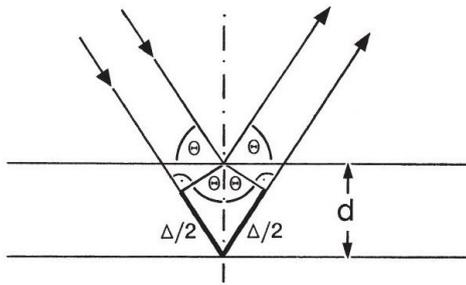


Abbildung 3-12: Visualisierung der Braggbedingung mit Ebenenabstand d und Beugungswinkel θ [188].

Durch die Bestrahlung eines Kristallgitters mit Röntgenstrahlung werden die Elektronen in der Atomhülle angeregt. Die angeregten Atome senden Strahlung in Form von Kugelwellen aus. Die abgestrahlte Strahlung besitzt die gleiche Wellenlänge, wie die eingestrahle Strahlung, es handelt sich also um einen elastischen Streuvorgang ohne Energieverlust. In einem Kristallgitter interferiert die abgestrahlte Strahlung eines Atoms nun mit den abgestrahlten Kugelwellen der anderen

Atome. Je nach Atomabstand und Betrachtungswinkel der Probe, kommt es zu konstruktiver oder destruktiver Interferenz [188].

Im einfachen zweidimensionalen Fall beschreibt die Bragg-Gleichung die Bedingungen für konstruktive Interferenz (**Formel 3-4 & Abbildung 3-12**). Die auf einer Gitterebene liegenden Atome interferieren unter dem Beugungswinkel θ konstruktiv mit den Atomen der nächsten Gitterebene im Abstand d , sofern der Gangunterschied der beiden Wellen $2d \cdot \sin(\theta)$ gleich einem ganzzahligen Vielfachen der eingestrahnten Wellenlänge ist. Ist diese Bedingung nicht erfüllt, so tritt destruktive Interferenz auf [186].

$$n\lambda = 2d \sin \theta$$

Formel 3-4

Bei der experimentellen Durchführung der Messungen sind die Wellenlänge und der Beugungswinkel bekannt. Somit kann über **Formel 3-4** auf den Netzebenenabstand geschlossen werden. Der Netzebenenabstand von Atomebenen im Kristallgitter ist strukturspezifisch und gibt somit z.B. Auskunft über die vorliegende Phase eines Materials, über Legierungszusammensetzungen oder über Eigenspannungszustände [187].

Dünne Schichten in dieser Arbeit, werden im streifenden Einfall untersucht. Der Einfallswinkel der Röntgenstrahlung bleibt dabei konstant bei Winkeln von typischerweise kleiner 1° . Bei größeren Einfallswinkeln besteht die Gefahr, dass die Röntgenstrahlung die zu untersuchenden dünnen Schichten durchdringt und somit Beugungsreflexe vom Substrat und Probenhalter die Interpretation der Ergebnisse erschweren. Um die verschiedenen Beugungswinkel zu erfassen, bewegt sich der Detektor auf einer Kreisbahn um die Probe.

Die Messungen werden im streifenden Einfall mit einem Röntgendiffraktometer *Typ 8* der Fa. *Bruker* mit einer Cu-K α -Röntgenquelle mit einer Wellenlänge von $1,5406 \text{ \AA}$ durchgeführt. Als

Tabelle 3-11: Proben- und Schichtauswahl für XRD-Messungen.

Probentyp (Abb.)	Wacker/ Parker/ Sonst.	NiCr	NiCr+C	C+NiCr	Ni	Ni+C	C+Ni	Cr	Cr+C	C+Cr	C	Ziel
beschichtete Saphirronde (3.4d)	Saphir	x	x	x								Analyse der Kohlenstoffmodifikation in der Dünnschicht

Steuersoftware kommt *DiffraPlus XRD Commander* und als Auswerteprogramm *DiffraPlus EVA* zum Einsatz. Die Analyse der 2 θ -Peaklage in den aufgenommenen Spektren erfolgt mit *JCPDS-Daten (Powder Diffraction File (pdf2-2009))* der Fa. *ICDD*. Mit NiCr-Dünnschichten beschichtete Saphirglasronden werden als Proben verwendet. Für die XRD-Messungen ist es nötig, vergleichsweise dicke Schichten im Bereich von 100 nm herzustellen und zu messen. Eine Übersicht der verwendeten Proben findet sich in **Tabelle 3-11**.

3.5.5 Ramanspektroskopie

Ramanspektroskopie verfolgt das Ziel, Informationen über Moleküle oder Kristallgitter zu gewinnen. Das zu untersuchende Material wird dabei mit einem Laser bestrahlt. Bei der Bestrahlung kommt es zur Energieabsorption und zur Anregung des Materials. Kehrt die angeregte Materie wieder in den Ausgangszustand zurück, so erfolgt eine Abgabe der absorbierten Energie zu einem gewissen Anteil in Form von Strahlung. Diese gestreute Strahlung hat dieselbe Wellenlänge wie die Eingangswellenlänge und wird als Rayleigh-Streuung bezeichnet. Gibt das Material mehr Energie ab als es aufgenommen hat, so wird von Anti-Stokes Streuung gesprochen. Stokes Streuung beschreibt hingegen den Vorgang, wenn die gestreute Wellenlänge größer als die absorbierte Wellenlänge ist. Daraus resultiert, dass das angeregte Material, verglichen zum Ausgangsniveau, auf einem erhöhten Energieniveau verbleibt. Dieses erhöhte Energieniveau ist material- oder molekülspezifisch für diskrete Rotations-, Phonon- oder Schwingungsprozesse und gibt somit Aufschluss über den Zustand der vorliegenden Substanz [189,190].

In dieser Arbeit kommt die Ramanspektroskopie an gesputterten Kohlenstoffschichten und Metall-Kohlenstoff-Sandwichschichten zum Einsatz, um herauszufinden, ob graphitische Schichten, diamantartige Schichten oder entsprechende Mischformen (amorphous carbon bzw. DLC) vorliegen. Die zu untersuchenden Schichten werden auf polierten Edelstahlronden

Tabelle 3-12: Proben- und Schichtauswahl für Ramananalyse.

Probentyp (Abb.)	Wacker/ Parker/ Sonst.	NiCr	NiCr+C	C+NiCr	Ni	Ni+C	C+Ni	Cr	Cr+C	C+Cr	C	Ziel
besch. Edelstahl (3.4 d)	Stahl		x	x		x	x					Untersuchung Kohlenstoffmodifikation

abgeschieden und analysiert (**Abbildung 3-4 d**). Die Auswahl der Proben ist in **Tabelle 3-12** zu sehen. Die Weiterverarbeitung der aufgenommenen Datensätze erfolgt mittels *MS Excel* und *OriginLab*. Die Ramanuntersuchungen wurden extern am Institut für neue Materialien INM in Saarbrücken durchgeführt

3.5.6 Qualitative Analyse der Oberflächenenergie

Die Beurteilung der Oberflächenenergie der Folie erfolgt rein qualitativ. Mit einer Pipette wird ein Wassertropfen auf die zu benetzende Oberfläche abgeschieden und die Tropfengeometrie begutachtet. Ziel ist es, herauszufinden, ob die Laserstrukturierung die Oberflächeneigenschaften der PDMS-Folie ändert. Dazu wird die Geometrie der Tropfen sowohl auf unbeschichteter Folie als auch auf beschichteter Folie als auch auf Folie, welche eine vorangehende Laserbehandlung erfahren hat, untersucht (siehe **Tabelle 3-13**).

Tabelle 3-13: Proben- und Schichtauswahl für Analyse der Benetzungswinkel

Probentyp (Abb.)	Wacker/ Parker/ Sonst.	NiCr	NiCr+C	C+NiCr	Ni	Ni+C	C+Ni	Cr	Cr+C	C+Cr	C	Ziel
besch. Folie im Rahmen gespannt (3.4a)	W				x							Benetzungswinkel
besch. Folie im Rahmen gespannt und laserstrukturiert	W				x							Benetzungswinkel

3.6 Elektromechanische Charakterisierung

3.6.1 Dickenmessung der PDMS-Folien

Es kommt die Messuhr *Millimes 1003* der Fa. *Mahr* mit einer Anpresskraft von 0,3 N und einem Messstempel mit einem Durchmesser von 11 mm zum Einsatz, um die Dicke der PDMS-Folien zu ermitteln. Die direkte Messung der Dicke der reinen Silikonfolie gestaltet sich als schwierig. Daher erfolgt eine indirekte Dickenmessung der unbeschichteten Folie. Bei Parker-Folie dient die Messung der Silikonfolie inklusive der oberen und der unteren Schutzfolien als Grundwert. Danach werden die Schutzfolien vom Silikon getrennt und die Schutzfolien alleine gemessen. Die Differenz der beiden Messungen ergibt die rechnerische Dicke der Silikonfolie. Das gleiche Prinzip wird bei Wacker-Folien angewendet, mit dem Unterschied, dass hier nur eine Trägerfolie vorhanden ist.

Weiterhin erfolgt auch eine direkte Dickenmessung beschichteter Folien. Ziel ist es, den Einfluss der Dünnschichten bzw. der Falten auf die Folie zu untersuchen. Hierzu wird doppelseitig beschichtete und dann im Metallrahmen hängende, wieder entspannte Folie faltenfrei unter der Messuhr positioniert. Eine Übersicht über die verwendeten Proben findet sich in **Tabelle 3-14**.

3.6.2 LCR-Prüfstand

Die elektromechanische Charakterisierung wird an einem LCR-Prüfstand (LCR = Induktivität L, Kapazität C, Widerstand R), den Mitarbeiter des Lehrstuhls für intelligente Materialsysteme aufgebaut haben. Der *LabVIEW*-gesteuerte Prüfstand besteht aus 2 beweglichen Achsen, einer

Tabelle 3-14: Proben und Schichtauswahl für die Dickenmessung.

Probentyp (Abb.)	Wacker/ Parker/ Sonst.	NiCr	NiCrC	C+NiCr	Ni	NiC	C+Ni	Cr	Cr+C	C+Cr	C	Ziel
Folie auf Trägerfolie	P											Dickenmessung der Silikonfolie
	W											
besch. Folie im Rahmen entspannt (3.4a)	P	x	x	x								Dickenmessung beschichtete Folie, Klärung Einfluss Falten
	W				x	x	x					

x-Achse und einer y-Achse. Eingebaute Proben können in Richtung der eigentlichen Zugachse, der x-Achse, uniaxial gedehnt werden. Eine simultane Dickenmessung während eines Zugversuches kann durch einen an der y-Achse befestigten Dickenmesskopf realisiert werden. In den Probenklemmen an der x-Achse befinden sich elektrische Federkontakte mit Kabellitzen. Somit kann eine eingespannte Probe elektrisch kontaktiert und entweder mit einer Hochspannungsquelle verbunden oder an ein LCR-Meter angeschlossen werden. Das *LabVIEW*-Programm ermöglicht die Durchführung von einfachen Zugversuchen, Kriechversuchen, und Versuchsreihen mit mehreren Zyklen. Die Dehnrates und die maximale Dehnung können an die Versuchsanforderungen angepasst werden. Eine Kraftmessdose registriert die Kraftverläufe während den Messungen. Je nach elektrischer Kontaktierung wird entweder die Kapazität, der Widerstand oder die angelegte Spannung mit in die Datensätze geschrieben. Die Weiterverarbeitung der aufgenommenen Datensätze erfolgt dann nach der Messung mit *MS Excel* und *OriginLab*. Ausführlichere Informationen über den Prüfstand können der entsprechenden Veröffentlichung entnommen werden [191].

Die dehnungsabhängige Widerstandsmessung findet inkrementell statt. Ein Dehnungslevel wird angefahren, für 25 s gehalten und der Widerstand über die Haltezeit aufgenommen. Anschließend folgt die Errechnung des Mittelwertes des Widerstandes und die Auftragung der Daten in einem Diagramm über der entsprechenden Dehnung. Durch die Betrachtung der Mittelwerte an den einzelnen Dehnungslevel wird der Einfluss der dehnungslevelabhängigen Viskoelastizität der Silikonfolie gegenüber einem kontinuierlichen Zugversuch deutlich reduziert. Beginnend bei 0 % Dehnung, erfolgt die Erhöhung der Dehnung schrittweise um 5 %. Zwischen zwei Dehnungslevels findet eine komplette Entlastung der Folie auf 0% Dehnung statt. Um den Wert der Vordehnung herum kommen noch 2 kleinere Inkremente von 2,5 % Dehnung hinzu, um hier eine feinere Auflösung zu erhalten. Später werden die Dehnungslevel unterhalb der Vordehnung in 10 %-Schritten erhöht. Das jeweilige Dehnungsniveau wird mit einer Dehnrates von 100%/s angefahren. Die schrittweise Erhöhung der Dehnungslevel einer Probe findet so lange statt, bis die Probe entweder mechanisch reißt oder der gemessene Widerstand 100 k Ω überschreitet. Für die Widerstandsmessungen werden einseitig beschichtete und danach wieder entspannte Silikonfolien in einen Kunststoffrahmen eingeklebt (**Abbildung 3-4 h**) und alle Dünnschichtsysteme untersucht (vgl. **Tabelle 3-15**).

Auch für die Kapazitätsmessungen werden die entsprechenden Dehnungslevel angefahren, für 25 s gehalten und die jeweiligen Mittelwerte betrachtet. Für die Kapazitätsmessungen sind beidseitig beschichtete Silikonfolien nötig, die ebenfalls in einen Kunststoffrahmen geklebt (**Abbildung 3-4 h**) sind. Die Messungen erfolgen an allen NiCr- und Ni-Dünnschichtsystemen

(Tabelle 3-15). Die Kapazität eines Plattenkondensators lässt sich mit Hilfe der Permittivität des Vakuums ε_0 , der relativen Permittivität des Dielektrikums ε_r , der Elektrodenfläche A und dem Abstand der Elektroden d errechnen (siehe Formel 3-5).

$$C = \varepsilon_0 \varepsilon_r \frac{A}{d} \quad \text{Formel 3-5}$$

Neben den quasi-statischen Zugversuchen dienen dynamische Zugversuche dazu, das kurzzeitige dynamische Verhalten des Widerstandes und der Kapazität einer Dünnschicht zu untersuchen. Gleichzeitig erfolgt die Aufzeichnung des Hystereseverhalten der DEs. Hierzu werden jeweils 5 aufeinander folgende Zyklen eines Zugversuches ohne Unterbrechung durchgeführt. Das Anfahren einer bestimmten Testdehnung und das anschließende Entlasten auf 0 % findet mit einer Dehnrates von 10 %/s statt. Abhängig von der gewünschten Messgröße kommen einseitig oder doppelseitig beschichtete Folien zum Einsatz. Diese werden vor der Messung entspannt und in einen Kunststoffrahmen geklebt (Abbildung 3-4 h). Eine Auflistung der gemessenen Dünnschichtsysteme ist in Tabelle 3-15 gelistet.

Kraft-Weg-Messungen werden ebenfalls durchgeführt, wobei der Kraftverlauf im Zugversuch mit und ohne angelegte Hochspannung gemessen wird. Die Dehnlevels entsprechen bei biaxial vorgestreckten Proben 50 % und bei PS vorgestreckten Proben 70 %, die angewandte Dehnrates entspricht 10 %/s. Die Testspannung für mit NiCr-Elektroden beschichteten Parker-Folien beträgt 2 kV. Dahingegen ist es möglich, eine Spannung von 3 kV an mit Ni-Elektroden beschichteten Wacker-Folien anzulegen. Für HV-Messungen kommen beidseitig beschichtete

Tabelle 3-15: Proben- und Schichtauswahl für die LCR-Messungen.

Probentyp (Abb.)	Wacker/ Parker/ Sonst.	NiCr	NiCr+C	C+NiCr	Ni	Ni+C	C+Ni	Cr	Cr+C	C+Cr	C	Ziel
besch. Folie im Kunststoffrahmen entspannt (3.4h)	P	x	x	x								Widerstandsmessungen statisch bzw. dynamisch
	W	x	x	x	x	x	x	x	x	x		
besch. Folie im Kunststoffrahmen entspannt (3.4h)	P	x	x	x								Kapazitätsmessungen statisch bzw. dynamisch
	W	x	x	x	x	x	x					
besch. Folie im Kunststoffrahmen entspannt (3.4h)	P	x	x	x								Kraftmessungen mit Hochspannung
	W				x	x	x					

und wieder entspannte Folien im Kunststoffrahmen zum Einsatz (**Abbildung 3-4 h**). Einen Überblick der gemessenen Proben findet sich in **Tabelle 3-15**.

3.6.3 Durchschlagtests

Ein von Mitarbeitern des IMSL selbstgebauter Durchschlagtester dient zur Durchführung von Durchschlagtests. Eine einseitig beschichtete Folie, wie in **Abbildung 3-4 a)** gezeigt, wird mit der unbeschichteten Seite auf eine metallische Grundplatte gelegt. Die Grundplatte ist mit der Masse eines Hochspannungsgenerators verbunden, die beschichtete Seite der Silikon-Folie ist mit der Hochspannung verbunden. Der ganze Aufbau befindet sich zur Sicherheit in einem Plexiglasgehäuse. Im Versuch erfolgt eine schrittweise Erhöhung der an die Probe angelegten Hochspannung. Aus der Durchschlagsspannung und der Foliendicke lässt sich die Durchschlagsfestigkeit errechnen.

Ein zweiter Prüfstand dient zur Untersuchung der Durchschlagsfestigkeit in Abhängigkeit verschiedener klimatischer Bedingungen. Dazu wird eine Wacker-Folie in einem Rahmen vorgespannt und doppelseitig beschichtet. Ein Laser kommt zum Einsatz, um 11 Messpunkte aus der vollflächigen Elektrode herauszuarbeiten (**Abbildung 3-4 i**). Diese klimaabhängigen Durchschlagsversuche wurden von Mitarbeiter des IMSL durchgeführt.

Eine Übersicht über die Durchschlagsversuche zeigt **Tabelle 3-16**. Die entsprechende Datenauswertung erfolgt mittels *OriginLab* und *MS Excel*.

Tabelle 3-16: Proben- und Schichtauswahl zur Messung der Durchschlagsfestigkeiten.

Probentyp (Abb.)	Wacker/ Parker/ Sonst.	NiCr	NiCr+C	C+NiCr	Ni	Ni+C	C+Ni	Cr	Cr+C	C+Cr	C	Ziel
besch. Folie im Rahmen entspannt (3.4a)	P	x	x	x								Durchschlagsfestigkeit der Folie nach Beschichtung
besch. Folie im Rahmen gespannt (3.4i)	W				x							Durchschlagsfestigkeit der besch. Folie unter versch. Klimabedingungen

Tabelle 3-17: Proben- und Schichtauswahl für Fatigue-Messungen.

Probentyp (Abb.)	Wacker/ Parker/ Sonst.	NiCr	NiCr+C	C+NiCr	Ni	Ni+C	C+Ni	Cr	Cr+C	C+Cr	C	Ziel
besch. Folie in Kunststoffrahmen entspannt (3.4h)	P	x	x	x								Elektromechanische Charakterisierung der Dünnschichten
	W				x	x	x					

3.6.4 Untersuchung der Ermüdungseigenschaften (Fatigue Test)

Dielektrische Elastomere müssen je nach Anwendungsfall eine lange Lebensdauer und somit gute Fatigue bzw. Ermüdungseigenschaften aufweisen. Eine beschichtete Folie, eingeklebt in einen Kunststoffrahmen (**Abbildung 3-4 h**), wird dazu mit bis zu 10 Millionen Zyklen bei einer Frequenz von 20 Hz mechanisch belastet, während der elektrische Widerstand aufgenommen wird. Bei den NiCr-Dünnschichtelektroden dient die Parker-Folie als Substrat, bei den Ni-Elektroden die Wacker-Folie. Die Testung der 37,5 % biaxial vorgespannten Folien findet sowohl unterhalb der Vordehnung bei 35 % Dehnung als auch oberhalb bei 50 % Dehnung statt. 55 % und 65 % Dehnung werden für 57,5 % PS vorgestreckte Proben als Testdehnung angewendet. Eine Übersicht der verwendeten Proben ist der **Tabelle 3-17** zu entnehmen.

Die Messungen erfolgen mit Hilfe einer *Bose Electroforce 3230* Anlage. Die Probe wird von einem *Keithley 2612 System SourceMeter* mit einem konstanten Strom von 1 mA versorgt und die abfallende Spannung mit der Software *WinTest7* aufgezeichnet. Die Auswertung der Messdaten geschieht mit *MS Excel* und *OriginLab*.

3.6.5 Uniaxialer Zugversuch

Die mechanischen Eigenschaften der Folie werden mittels eines Pull-Testers im Zugversuch untersucht. An der Traverse *MultiTest-d* der Firma *Mecmesin* ist eine Kraftmessdose *BFG 50N* der Fa. *Mecmesin* mit einer Klemmschraube für die Proben befestigt. Am Fuße der Traverse befindet sich ein Schraubstock. Eingespannt zwischen Schraubstock und Klemmschraube, lassen sich die Folien mit einer Dehnrates von 10 %/s bis zum Bruch bzw. bis zum Ende der Traverse ziehen. Die Enden der Zugproben sind mit Kaptonband verstärkt. Die Zugproben besitzen anfänglich eine freie Weglänge von 40 mm. Später kommen Proben mit einer freien Weglänge von nur 20 mm zum Einsatz (vgl. **Abbildung 3-4 f**). Die Aufzeichnung der

Tabelle 3-18: Proben- und Schichtauswahl für den uniaxialen Zugversuch.

Probentyp (Abb.)	Wacker/ Parker/ Sonst.	NiCr	NiCr+C	C+NiCr	Ni	Ni+C	C+Ni	Cr	Cr+C	C+Cr	C	Ziel
unbesch. Folie in Kunststoffrahmen entspannt (3.4f)	P											Elektromechanische Charakterisierung Folien, z.T. vor und nach Lasern
	W											
besch. Folie in Kunststoffrahmen entspannt (3.4g)	W						x					dehnungsabhängige Kapazitätsmessungen

Messdaten erfolgt mittels der Software *EmporerLite* und die Auswertung geschieht später mit *MS Excel* und *OriginLab*.

Die dehnungsabhängige Kapazität lässt sich während des Zugversuches an größeren doppelseitig beschichteten Proben (**Abbildung 3-4 g**) messen. Die Dehnrates beläuft sich auch hier auf 10 mm/s. Es werden verschiedene Positionen angefahren und die Kapazität wird mit einem *Hioki IM 3570 Impedance Analyser* gemessen und händisch notiert. Bei Pure Shear vorgedehnten Proben beträgt die Dehnungserhöhung pro Schritt 5 % und bei biaxial vorgedehnten Proben 2,5 %. Die Messungen erfolgen jeweils bis 2,5 % unterhalb bzw. bis 2,5% oberhalb der Vordehnung. Bei diesen Untersuchungen kommen nur C+Ni-Schichten zum Einsatz. Eine Übersicht der verwendeten Probenvariationen findet sich in **Tabelle 3-18**.

3.6.6 Widerstandsmessungen

Im Rahmen dieser Arbeit kommen verschiedene Widerstandsmessgeräte zum Einsatz. An den verschiedenen Messplätzen sind Messgeräte z.T. integriert. Diese Messgeräte sind dann in den entsprechenden Abschnitten aufgeführt.

Mobile Widerstandsmessungen im Bereich bis 6 M Ω werden mit einem *Fluke True RMS 175* Handmessgerät durchgeführt. Im einfachsten Fall gelingt die Messung durch simples Aufdrücken der Messspitzen auf die Proben- bzw. die Elektrodenoberfläche. Bei der Messung sehr sensibler Oberflächen hilft ein Stück Kupferklebeband. Aufgeklebt auf die Messspitzen vergrößert es die Auflagefläche und verringert so den ausgeübten Anpressdruck.

Für hochohmige Proben kommt ein Tera-Ohmmeter *H12* der Fa. *Knick* mit einem Messbereich bis 10¹⁵ Ohm bei Messspannungen von 10 V, 100 V oder 500 V zum Einsatz. Die einfache

Tabelle 3-19: Proben- und Schichtauswahl für Widerstandsmessungen.

Probentyp (Abb.)	Wacker/ Parker/ Sonst.	NiCr	NiCr+C	C+NiCr	Ni	Ni+C	C+Ni	Cr	Cr+C	C+Cr	C	Ziel
unbesch. Folie in Kunststoffrahmen ge- und entspannt (3.4a)	P	x	x	x								Widerstandsanalysen der Dünnschichtelektroden
	W	x	x	x	x	x	x	x	x	x		
komplett besch. Glasobjektträger (ähnlich 3.4j)	Glas										x	Widerstandsanalysen der C- Dünnschichten

Messung erfolgt durch direktes Aufsetzen der Messspitzen auf die Probe. Eine schonendere Kontaktierung ist mit Hilfe von Kupferklebeband möglich. Weiterhin dienen Salzwassertropfen, in die die Messspitzen eingetaucht werden können, als Hilfsmittel.

Die Messungen erfolgen an Kohlenstoffschichten auf Glasobjektträgern, aber auch an sämtlichen Dünnschichtvariationen auf Parker- und Wacker-Folien sowohl im gespannten als auch entspannten Zustand. Gelaserte Dünnschichten auf gespannter und entspannter Folie dienen ebenfalls als Messobjekte. Einen Überblick findet sich in **Tabelle 3-19**.

3.6.7 I-U-Kennlinien

Eine I-U-Kennlinie gibt Aufschluss über den Leitungsmechanismus von elektrischen Leitern. Dabei wird die Spannung in einem Versuch sukzessive verändert und der korrespondierende Strom gemessen. Für metallische Leiter gilt das Ohm'sche Gesetz. Dieses besagt, dass der Quotient aus der angelegten Spannung und dem fließenden Strom, also der Widerstand, eine Konstante ist. Dies bedeutet für die I-U-Kennlinie, dass die Messpunkte auf einer Geraden liegen. Die Ableitung der Messkurve ist eine Konstante (**Abbildung 3-13 b**) [121,169]. Sinkt der Widerstand beim Erwärmen eines Leiters, so besitzt das Material einen negativen Temperaturkoeffizienten (TK). In diesem Fall liegt bei tiefen Temperaturen ein Gitter mit einer geringen Zahl freier Elektronen vor. Steigt die Temperatur, so werden die Elektronen zunehmend ins Leitungsband angeregt und der Widerstand sinkt. Durch die sich ändernde eingespeiste elektrische Leistung beim Messen der Kennlinie, erhöht sich auch die Temperatur der Probe, was dann eine Widerstandserniedrigung zur Folge hat. Die I-U-Kennlinie ist folglich

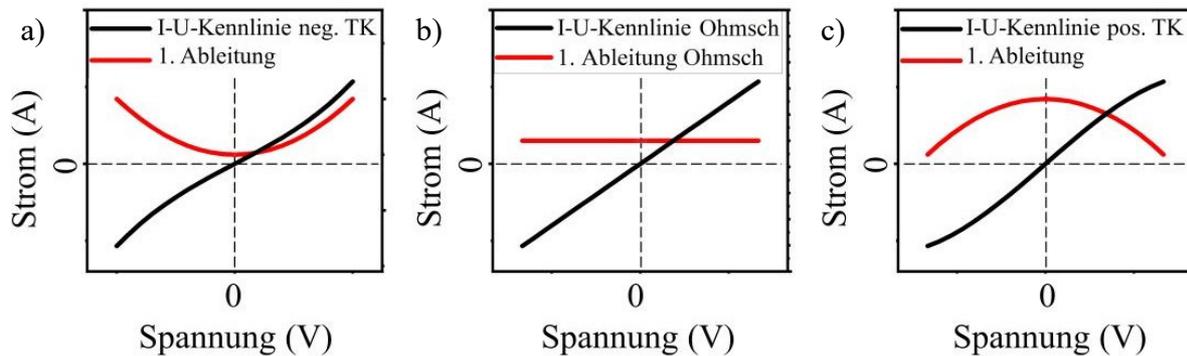


Abbildung 3-13: a) I-U-Kennlinien für einen negativen Temperaturkoeffizienten bzw. für Heißeiter (HL) oder für Elektronentunneleffekte, b) für rein ohmsches Verhalten und c) für Kaltleiter (KL) bzw. einen positiven TK.

gekrümmt und die Ableitung der Messkurve ergibt eine Parabel (**Abbildung 3-13 a**). Ist der Temperaturkoeffizient stark nichtlinear, werden diese Materialien als Heißeiter bezeichnet. Dieser Effekt kann bei Halbleitern und bei vielen dotierten oder aus verschiedenen Metalloxiden hergestellten Keramiken beobachtet werden [192].

Liegt ein Leitungsmechanismus vor, der auf Tunneleffekten oder Elektronen-Hopping basiert, ergibt sich ebenfalls eine gekrümmte Messkurve mit einem Krümmungsverhalten ähnlich dem der Heißeiter. Als Ableitung der Messkurve resultiert dann ebenfalls eine parabelförmige Kurve (vgl. **Abbildung 3-13 a**) [193].

Liegt ein positiver Temperaturkoeffizient vor, erhöht sich der elektrische Widerstand mit steigender Temperatur [123]. Auch bei diesem Effekt wird eine gekrümmte I-U-Kennlinie gemessen, da sich die Proben temperatur mit der eingespeisten Leistung ändert. Die Ableitung dieser Messkurve ist eine umgedrehte Parabel (**Abbildung 3-13 c**). Es wird von Kaltleitern (KL) gesprochen, wenn der Verlauf des Temperaturkoeffizienten stark nicht linear ist. Reine Metalle zeigen typischerweise einen näherungsweise linearen positiven Temperaturkoeffizienten. Die Anzahl der Ladungsträger kann in einem Metallgitter bei Temperaturerhöhung als konstant angesehen werden. Allerdings nehmen die Gitterschwingungen und somit die Störstellen, welche die Elektronenbewegung negativ beeinflussen, zu [192,194].

Die Messung der I-U-Kennlinien der Ni-Elektrodenkonfigurationen erfolgt in dieser Arbeit sowohl auf biaxial als auch auf PS vorgestreckten Folien. Die Untersuchungen finden an beschichteten Folien statt, welche in einen Kunststoffrahmen eingeklebt und dann in die Zugprüfmaschine eingespannt werden. Beginnend bei 0 % Dehnung kommt es pro Messzyklus zur schrittweisen Erhöhung des Dehnungslevels um 15 %, bis die Elektrode einer Probe nicht mehr leitet. Für jedes Dehnungsniveau erfolgt eine Aufnahme der I-U-Kennlinie, indem eine

Tabelle 3-20: Proben- und Schichtauswahl zur I-U-Kennlinienmessungen.

Probentyp (Abb.)	Wacker/ Parker/ Sonst.	NiCr	NiCr+C	C+NiCr	Ni	Ni+C	C+Ni	Cr	Cr+C	C+Cr	C	Ziel
besch. Folie in Kunststoffrahmen entspannt (3.4h)	W				x	x	x				x	Erforschung des Leitungsmechanismus der Dünnschichtelektroden

sich über die Messung verändernde Spannung an die Probe angelegt und der korrespondierende Strom gemessen wird. Die Höhe der Anfangsspannung richtet sich dabei nach dem Anfangswiderstand der Probe. Die Messdatenaufzeichnung übernimmt ein *LabVIEW*-Programm. Als Stromquelle und Messgerät dient ein 2-kanaliges *Keithley 2612 System SourceMeter*. Die Datenauswertung erfolgt mit *MS Excel* und *OriginLab®*. Einen Überblick über die gemessenen Proben findet sich in **Tabelle 3-20**.

3.7 Laserstrukturierung

Laser ist ein Akronym und steht für **L**ight **A**mplification by **S**timulated **E**mission of **R**adiation und beschreibt die Entstehung von Laserlicht [195]. Ein Laser besteht im Wesentlichen aus einem aktiven Medium, einem Pumpmechanismus und einem Resonator, bestehend aus einem Spiegel und einem etwas durchlässigen Spiegel (Reflexion $\approx 99\%$) [195]. Dem aktiven Medium wird von außen Energie zugeführt, es wird gepumpt. Dies kann optisch oder elektrisch geschehen. Beim Pumpen gehen Atome in einen angeregten Zustand über, das bedeutet, dass einzelne Elektronen erhöhte Energieniveaus annehmen. Fallen die angeregten Elektronen wieder spontan in den Zustand niedriger Energie zurück wird die Energiedifferenz in Form

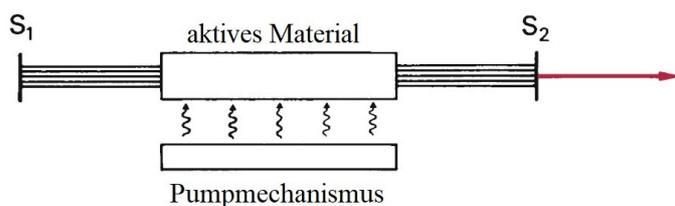


Abbildung 3-14: schematischer Aufbau eines Lasers [195].

eines Photons abgestrahlt. Wird ein benachbartes Atom im aktiven Zustand von diesem Photon getroffen, so kommt es zur stimulierten Emission eines weiteren Photons, wobei sich deren Wellen kohärent zusammensetzen. Das Elektron auf dem erhöhten

Energieniveau gibt also die ihm zugeführte Energie wieder in Form von Strahlung ab. Eine Lichtverstärkung kann nur stattfinden, wenn eine Besetzungsinversion vorliegt. Dabei befinden sich im aktiven Medium mehr Atome im angeregten Zustand als im Grundzustand. Dadurch kommt es zu einer Kaskade an stimulierten Emissionen von kohärenten Photonen. Die Besetzungsinversion wird durch die Energiezufuhr durch das Pumpen erst ermöglicht und aufrechterhalten. Ein Resonator dient als Verstärker dieses Effektes, indem er dafür sorgt, dass das Licht zwischen den Spiegeln immer wieder reflektiert wird und es so zur immer zahlreicheren Emission neuer Photonen kommt. Einer der Spiegel ist dabei meist ein wenig durchlässig, sodass ein Teil des Laserlichtes hier austreten kann. Die Wellenlänge bzw. der Wellenlängenbereich des emittierten Lichtes hängt dabei vom aktiven Medium ab. Die Bezeichnung continuous wave Betrieb, also CW-Betrieb beschreibt den kontinuierlichen Austritt von Laserstrahlung aus dem Resonator (**Abbildung 3-15**) [142,195,196].

Mit CW-Lasern ist eine Materialbearbeitung grundsätzlich möglich. Trifft das Laserlicht auf eine Oberfläche, so findet abhängig von der Laserintensität, der Laserwellenlänge und der entsprechenden Absorption des Materials eine starke Erwärmung statt. Das Material schmilzt in einem ersten Schritt auf, bevor es durch weitere Energiezufuhr verdampft [197]. Die eingetragene Wärme wird von dem Material auch in umliegende Bereiche, in die sogenannte Wärmeeinflusszone (WEZ) weitergeleitet. In diesem Bereich kann es, etwa durch Gefügeänderungen, zu Änderungen der Materialeigenschaften kommen [198]. Mit kontinuierlichen Lasern ist z.B. das Schneiden von Blechen, das Bohren von Löchern, das Gravieren oder das Laserschweißen möglich [197].

Die Bearbeitung von hitzeempfindlichen Materialien mit dem Laser erfordert Kurzpuls- bzw. Ultrakurzpulslaser. Mit einem kurzen Puls wird hierbei innerhalb kürzester Zeit eine große Energiemenge transportiert. Trifft ein Laserpuls auf ein Material, so kann das Material diese Energie nicht im klassischen Sinne absorbieren [199]. Bei der Erwärmung bzw. Wärmeleitung eines Materials greifen drei Prozesse ineinander, die Elektron-Elektron-Kopplung, die Elektron-Phonon-Kopplung und die Phonon-Phonon-Kopplung. Die Aufnahme der eingestrahnten Laserenergie erfolgt hauptsächlich durch Elektronen, wodurch deren Temperatur lokal sehr stark ansteigt. Die Elektron-Phononen-Kopplung überträgt die Energie dann auf das Gitter und die Phonon-Phonon-Kopplung leitet die Wärme im Gitter weiter. Bei einem kurzen energiereichen Laserpuls wird die Elektronentemperatur innerhalb kürzester Zeit über die Schmelztemperatur des jeweiligen Materials erhöht. Die Zeitdauer des Pulses ist so kurz, dass eine Elektron-Phonon-Kopplung fast nicht stattfinden kann. Eine Übertragung der Energie auf

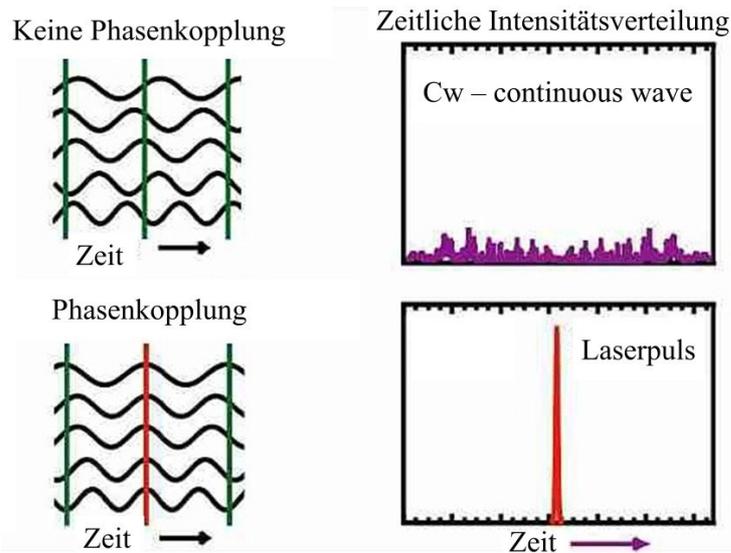


Abbildung 3-15: Laser im CW-Modus, wenn keine Phasenkopplung vorliegt und Laserpulserzeugung durch Modenkopplung. (Abbildung entnommen aus [200] und angepasst).

das Gitter bzw. eine Ableitung der Energie über das Gitter findet praktisch nicht statt. Es erfolgt eine extrem schnelle und starke Erhitzung des bestrahlten Bereichs, sodass das Material aus dem festen Zustand direkt in die Gasphase übergeht. Es kommt also zur kalten Ablation [201]. Der Vorteil dieser Methode besteht darin, dass praktisch keine WEZ vorhanden ist und dass auch wärmeempfindliche Materialien sowie Materialverbunde aus

niedrig- und hochschmelzenden Materialien behandelt werden können (vgl. PDMS und Metallelektrode) [198,199].

Laserpulse im Nanosekunden-Bereich können mit der Güteschaltung (engl. Q-Switch) realisiert werden. Hier erfolgt die Steuerung der Güte des Resonators während des Pumpens des Lasers durch mechanische, elektrooptische oder akustooptische Schalter bzw. durch sättigbare Absorber. Das Pumpen des optischen Mediums findet bei schlechter Resonatorgüte statt. Dadurch wird ein spontan emittiertes Photon aufgrund der schlechten Güte des Resonators nicht reflektiert und kann somit keine stimulierte Emission auslösen. Die Aufrechterhaltung dieses Vorgangs führt zur Herstellung einer größtmöglichen Besetzungsinversion. Dann wird die Güte des Resonators wiederhergestellt. Die nun spontan emittierten Photonen werden im Resonator reflektiert und lösen die stimulierte Emission im Lasermedium aus. Es erfolgt in kürzester Zeit der Abbau der Besetzungsinversion und es entsteht ein energiereicher Puls. Danach beginnt der Prozess wieder von vorne [198,202].

Noch kürzere Pulse im Piko- und Femtosekunden-Bereich können mit der sogenannten Modenkopplung erreicht werden [196]. Im normalen Laserbetrieb schwingen im Resonator viele Moden im Bereich der Bandbreite des Lasers an. Diese haben keine feste Phasenbeziehung. Es kommt sozusagen zu einem Grundrauschen der Laserintensität über der Zeit. Dieser Zustand wird, wie oben schon erwähnt, im Continuous Wave (CW) Betrieb ausgenutzt. Eine zeitliche Kopplung der Moden führt in definierten Abständen zur

konstruktiven Interferenz der einzelnen Moden (siehe **Abbildung 3-15**). Somit entsteht ein kurzer und hochenergetischer Laserpuls. Umso breiter die anschwingende Bandbreite des Lasermediums ist, desto kürzer und energiereicher können die Pulse sein [203,204]. Es existiert das Prinzip der passiven und der aktiven Modenkopplung. Bei der aktiven Modenkopplung kommen z.B. optoakustische Bauteile zur Amplitudenmodulation zum Einsatz. Dadurch entstehen Seitenbänder der ursprünglich im Laser anschwingenden Mode. Wird die Modulationsfrequenz genau auf den Frequenzabstand der im Laser auftretenden Moden eingestellt, so koppeln benachbarte Moden. Diese erfahren dann ihrerseits wieder eine Modulation, wodurch eine weitere Kopplung mit deren benachbarter Moden stattfindet. Dieser Prozess setzt sich fort, bis alle Moden miteinander gekoppelt sind [203–205]. Bei der passiven Modenkopplung kommen z.B. Kerr-Elemente oder sättigbare Absorber zum Einsatz. Auch hier werden die anschwingenden Moden moduliert. Allerdings kann hier keine nachträgliche Anpassung der Modulation erfolgen. Die Bauteile agieren passiv und müssen daher genauestens auf das System abgestimmt sein [203–205].

In dieser Arbeit wird ein Ultrakurzpulslaser (UKP Laser) der Fa. *Lumera Laser GmbH* verwendet. Ein Diodenlaser pumpt das aktive Medium, einen Neodym-dotierten Yttrium-Vanadat-Kristall. Das aktive Medium liefert eine Primärwellenlänge von 1064 nm. Durch Auskoppeln der 2. bzw. 3. harmonischen Wellenlänge kann zusätzlich mit 532 nm und 355 nm gearbeitet werden. Die Laserarbeiten in dieser Arbeit erfolgen ausschließlich mit der Wellenlänge von 355 nm. Der Laser hat eine Ausgangsleistung von 3 W und eine maximale Pulsenergie von 30 μJ . Die Pulsdauer liegt minimal bei 7-10 ps, bei einer maximalen Pulsrepetitionsfrequenz von bis zu 500 kHz. Der Durchmesser des Laserspots beträgt ca. 25 μm . Eine Abschätzung der Pulsleistungsdichte mit mittleren Laserkennwerten führt zu einem Wert von ca. 100 GW/cm^2 . Diese erstaunlich hohe Leistungsdichte für eine ultrakurze Zeit lässt die augenblickliche Verdampfung des getroffenen Materials plausibel erscheinen. In der vorliegenden Arbeit muss mit einer hohen Abschwächung des Laserstrahls gearbeitet werden. Die Kommunikation mit dem Lasersystem geschieht über selbstgeschriebene Skripte auf Basis der *VisualBasic* Programmiersprache. Zeichnungen von gewünschten Geometrien werden mit Hilfe der CAD Programme *AutoCAD Inventor* und *VariCAD* erstellt und als dxf-Datei auf den Rechner des Lasersystems geladen.

Unbeschichtete Folien werden z.T. mit dem Laser ausgeschnitten und gezielt strukturell geschwächt. Hier steht die Untersuchung des Einflusses des Lasers auf die mechanischen Eigenschaften der Silikonfolien im Fokus. Die Strukturierung der Elektroden findet an

Tabelle 3-21: Proben- und Schichtauswahl zur Laserbearbeitung.

Probentyp (Abb.)	Wacker/ Parker/ Sonst.	NiCr	NiCr+C	C+NiCr	Ni	Ni+C	C+Ni	Cr	Cr+C	C+Cr	C	Ziel
unbesch. Folie im Kunststoffrahmen (3.4f)	W											Einfluss Laser auf mechan. Eigenschaften des PDMS
besch. Folie im Rah- men entspannt (3.4a)	W				x	x	x					Strukturierung der Dünnschichtelektroden
besch. Folie im Rah- men gespannt (3.4a)	W				x	x	x					Strukturierung der Dünnschichtelektroden

doppelseitig beschichteten Folien sowohl im vorgespannten als auch im entspannten Zustand statt. Eine Übersicht der Probenauswahl findet sich in **Tabelle 3-21**.

3.8 Konstruktion einer Folienstretch-Anlage

Im Rahmen dieser Arbeit wurde in Kooperation mit der Fa. *Scienceneering* eine Folienstretch-Anlage konzipiert und aufgebaut. Das Ziel besteht darin, den händisch durchgeführten Prozess der Foliendehnung und -entspannung reproduzierbarer, exakter und automatisiert durchführen zu können. Eine geforderte Dehnung von bis zu 120 % sowohl uniaxial als auch biaxial soll in einem gleichmäßigen und kontinuierlichen Dehnprozess möglich sein, ohne dass die Folie dabei Schaden nimmt. Verschiedene Rahmengenometrien sollen bespannt und die Folien mit der Anlage nach dem Beschichtungsprozess auch wieder entspannt werden können. Der kleinste Rahmen hat Außenmaße von 110 mm x 110 mm, während der größte quadratische Rahmen eine Kantenlänge von 226 mm aufweist. Außerdem soll es möglich sein, die runde Rahmengenometrie eines 6 Zoll Waferframes vom Typ DISCO (Waferträger aus der Chipproduktion) mit einem Außendurchmesser von 228 mm zu bespannen. Dies erfüllt eine wichtige Voraussetzung für den Übergang von der kleinen manuellen CCR-Beschichtungsanlage zu einer automatisierten Beschichtungsanlage (Fa. Aurion). Beim Spannvorgang muss die Folie in einer geeigneten Art von der Folienstretch-Anlage aufgenommen, gespannt und danach auf dem Rahmen abgelegt und befestigt werden. Vor dem Spannen ist es nötig, die Trägerfolie der Silikonfolie zu entfernen. Beim Entspannen bedarf es einer erneuten Aufnahme der Folie durch den Folienstretcher. Die Folie muss vom Trägerrahmen gelöst, entspannt und wieder auf einem Trägerrahmen abgelegt werden.

Möglichst viele dieser Schritte sollten dabei automatisch ablaufen. Die Reduktion der Handarbeit steht im Fokus, um systematische Fehler beim manuellen Spannen und Entspannen zu vermeiden. Nach erfolgreicher Fertigstellung ist eine systematische Studie zur Feststellung der Grenzen der Vordehnung geplant. Der Einfluss größerer Vorspannungen auf die mechanischen Eigenschaften der Folie sowie auf die elektromechanischen Eigenschaften einer auf vorgespannter Folie abgeschiedener Dünnschichtelektrode soll dabei untersucht werden.

4 Ergebnisse und Diskussion

4.1 Voruntersuchungen

4.1.1 Untersuchung der Silikonfolien

Abbildung 4-1 zeigt Ergebnisse der eigens durchgeführten Foliencharakterisierungen, sowohl die Ergebnisse der Parker-PDMS-Folie mit der Produktnummer 18602 und der Materialnummer Y1463896 als auch die Ergebnisse der gemessenen Wacker PDMS-Folie mit Typbezeichnung Elastosil 2030 250 mit der Chargennummer SF00312. Im ersten Schritt erfolgt die Dickenmessung der PDMS-Folien (siehe **Abbildung 4-1 a**). Die Parker-Folie ist mit $40\ \mu\text{m}$ etwas dünner als die Wacker-Folie mit $47,5\ \mu\text{m}$. Die Messungen der Parker-Folie zeigen eine deutlich größere Dickenvariation sowohl absolut als auch relativ gesehen.

Der Mittelwert aus 5 Zugversuchen ist im Spannungs-Dehnungs-Diagramm für die jeweilige Folie dargestellt (**Abbildung 4-1 b**). Bei beiden Folien ist die für Elastomere typische S-förmige Krümmung zu erkennen, deutlicher bei Parker. Die Reißdehnung der Parker-Folie liegt bei ca. 250 %, die der Wacker-Folie bei 450 %. Bei Elastomeren ist der lineare Bereich am Anfang der Spannungs-Dehnungs-Kurve nur sehr eingeschränkt ausgeprägt. Da die in dieser Arbeit angewandten und relevanten Dehnungsniveaus weit außerhalb von diesem linearen Bereich liegen und sich die Materialeigenschaften dann drastisch ändern, wird auf die

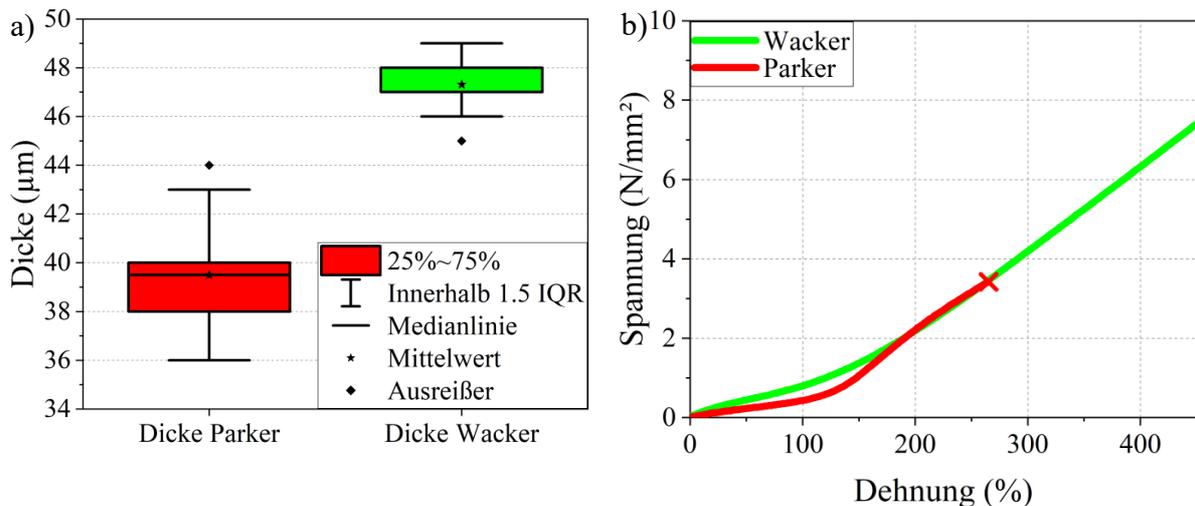


Abbildung 4-1: a) zeigt die Daten der Dickenmessungen in einem Boxplot. Abbildung b) zeigt die Mittelwertkurven von einfachen Zugversuchen der jeweiligen Folien.

Tabelle 4-1: Materialeigenschaften der beiden Silikonfolien im Vergleich. Die Daten wurden aus den Herstellerangaben übernommen (weißer Hintergrund) oder selbst ermittelt (hellbraune Füllung).

Eigenschaft	Wacker-Elastosil 2030 250	Parker-Folie 18602
Dicke	47,5 ± 5 % μm	40 μm ± 10 %
Shore Härte A	27	45
Reißfestigkeit	10 N/mm ²	3,5 N/mm ²
Durchschlagsfestigkeit	80-100 V/μm	80 V/μm
Reißdehnung	> 450 %	> 250 %

Bestimmung eines E-Moduls verzichtet. Vielmehr müssen die kompletten Verläufe der Messkurven bei der Interpretation der Ergebnisse in den Fokus treten.

Eine Übersicht über die wichtigsten mechanischen Eigenschaften findet sich in **Tabelle 4-1**. **Tabelle 2-1** wird hier durch eigene Messdaten aktualisiert. Neben der größeren Dicke und der höheren Reißfestigkeit sind die Durchschlagsfestigkeit und die Bruchdehnung bei der Wacker-Folie höher als bei der Parker-Folie. Die Parker-Folie ist allerdings härter.

4.1.2 Messung der Depositionsraten

Abbildung 4-2 präsentiert die Ergebnisse der Messungen der Depositionsraten (DR) der einzelnen Targetmaterialien unter den verschiedenen Bedingungen. Teil a) zeigt die Messkurven der Metalltargets und Teil b) die Kurven des Kohlenstofftargets. Die linearen Fits der jeweiligen Messkurven sind teilweise deckungsgleich mit den Messkurven. Fehlerbalken an den entsprechenden Messstellen sind ebenfalls nicht zu erkennen, da die Symbolgröße der Messpunkte die korrespondierenden Streubreiten übertrifft. Die Abbildungsteile c) und d) visualisieren die jeweils errechneten Depositionsraten. Die Raten der Metalltargets liegen bei einer Sputterleistung von 300 W alle im Bereich zwischen 2,48 nm/s und 2,77 nm/s. Wird die Leistung gedrittelt, so nimmt die Depositionsrate auch um knapp ein Drittel von 2,54 nm/s auf 0,81 nm/s ab. Die Depositionsraten von Kohlenstoff sind knapp um ein Zehntel geringer (unterschiedliche Skalierung der x-Achse) und liegen zwischen 0,16 nm/s und 0,23 nm/s. Die Depositionsrate hängt mit der Sputterrate zusammen (Details siehe 3.2.1 und 3.3). Aus der Literatur ist bekannt, dass die DR neben dem Aufbau der Anlage und der Sputterleistung auch von dem Prozessdruck abhängt [145,206,207]. Mit steigendem Prozessdruck steigt die

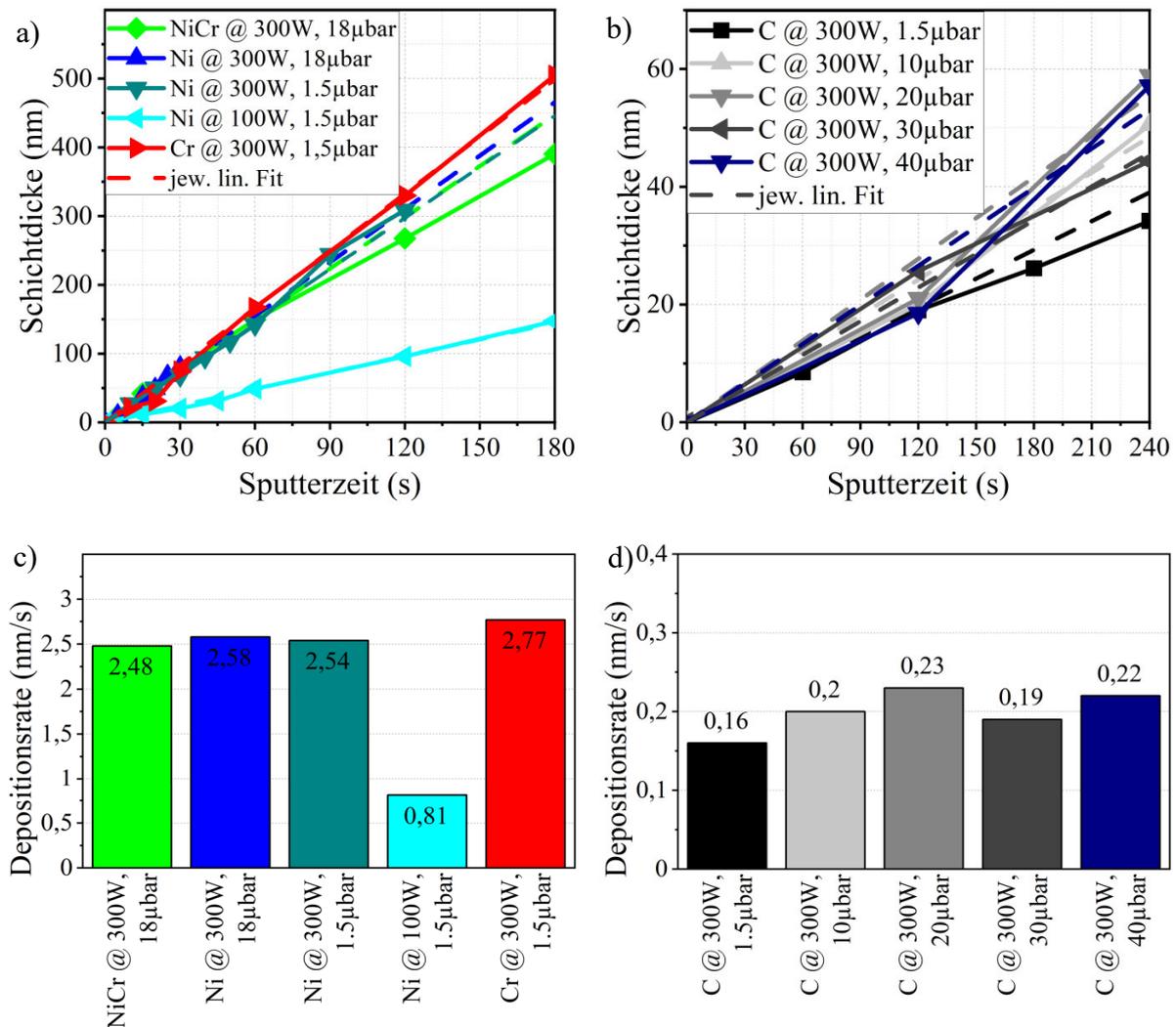


Abbildung 4-2: Depositionsratenmessreihen der verschiedenen Dünnschichten bei den entsprechenden Prozessparameter, a) Messdaten der Metallkonfigurationen und b) Kurven der Kohlenstoffschichten. Abbildungen c) und d) zeigen die jeweils aus den Kurven extrahierten Depositionsraten.

Sputterrate und folglich auch die Depositionsrate an, da mehr freie Ionen verfügbar sind, die das Target bombardieren. Weiter steigende Drücke führen wieder zu einer Abnahme der Depositionsrate. Die Wahrscheinlichkeit, dass ein Atom das Substrat erreicht, sinkt bei hohen Drücken durch interatomare Kollisionen und Rückdiffusion [145,206]. Die hier präsentierten Daten bestätigen diese Gesetzmäßigkeit allerdings nicht. Bei einer Reduktion des Prozessdruckes von 18 μbar auf 1,5 μbar beim Ni-Prozess bleibt die Depositionsrate annähernd konstant. Beim Kohlenstoffprozess steigt die Depositionsrate mit steigendem Druck von 1,5 μbar auf 20 μbar zuerst an. Sie fällt dann bei 30 μbar wieder ab um letztlich bei 40 μbar wieder anzusteigen. Der Grund für diese Unregelmäßigkeiten könnte der niedrige Prozessdruckbereich und geringfügige Ungenauigkeiten bei der Schichtdickenmessung der

dünnen Schichtdicken sein. Bei einer größeren Prozessdruckspanne könnten sich deutlichere Änderungen zeigen und bei größeren Schichtdicken würden eventuell auftretende Fehler in der Schichtdickenmessung nicht so stark ins Gewicht fallen. Der Target-zu-Substrat-Abstand wird bei dieser Reihe konstant auf 4,5 cm gehalten. Dieser könnte die oben genannten Effekte ebenfalls in einer Art und Weise beeinflussen, dass die Depositionsrate unter diesen Voraussetzungen nahezu konstant bleibt. Weitere Versuche in einem größeren Druckbereich und mit verschiedenen Target-zu-Substrat-Abständen wären nötig, um die oben gezeigten Ergebnisse besser einordnen zu können. Die Depositionsrate ist in dieser Arbeit allerdings nur von geringer Bedeutung und dient lediglich der indirekten Elektrodendickenbestimmung. Aus diesem Grund wurden keine weiteren Untersuchungen angestellt.

Ein Vergleich der ermittelten Depositionsraten mit den Sputterzeiten und den genannten Schichtdicken aus **Tabelle 3-1** zeigt, dass es einen gewissen Unterschied zwischen nomineller und errechneter Schichtdicke gibt. Eine in 60 Sekunden bei 300 W und 1,5 μ bar aufgesputterte Kohlenstoffschicht ergibt rechnerisch eine Dicke von 9,6 nm, aufgerundet 10 nm. Eine Sputterrate der Metalltargets von ca. 2,5 nm/s bei 300 W und 18 μ bar resultiert bei einer Prozesszeit von 5 s in einer Schichtdicke von 12,5 nm. Die Prozesszeit von fünf Sekunden umfasst allerdings den Transfer der Probe aus der Parkposition hinaus unter das Target und zurück. Die effektive Beschichtungszeit ist somit um die Transferzeit reduziert. Dies erklärt die Annahme einer 10 nm dicken Schicht pro fünf Sekunden, wie sie in der weiteren Nomenklatur der Proben Anwendung findet.

4.1.3 Haptik der Probenoberfläche

Beide Silikonfolien besitzen im Werkszustand eine klebrige Oberfläche, die Folie von Parker noch stärker als die von Wacker. Diese Eigenschaft lässt sich qualitativ nicht durch eine Oberflächenbehandlung mit Spülmittel, Ethanol oder Isopropanol verändern. Weder das Reinigen der Folie mit ionisierter Luft noch eine Vakuumbehandlung bewirken eine Änderung. Erst nach der Beschichtung der Folie in der Sputteranlage mit einer Dünnschicht ändert sich die Haptik der Oberfläche. Eine 10 nm dicke Dünnschicht eliminiert den klebrigen Charakter der Folie komplett. Laut Hersteller liegt die Folie als ein vollständig vernetztes Polymer mit einer sehr glatten und hydrophoben Oberfläche vor. Die Klebrigkeit basiert somit auf Van-der-Waals Wechselwirkungen (VdW). Diese haben ihren Ursprung in temporär gebildeten Dipolmomenten, wie sie in Molekülen oder Atomen vorkommen können. Moleküle und Atome

können dann mit anderen Oberflächen wechselwirken, auch mit Metallen. In Metallen selbst findet aber keine spontane Bildung von temporären Dipolen statt, das heißt, sie können selbst kein Ursprung für VdW Wechselwirkungen sein. Die VdW Wechselwirkungen sind umgekehrt proportional zur 6. Potenz des Abstandes. Eine extrem nahe Annäherung zweier Partner gilt somit als Grundvoraussetzung [208,209]. Bei glatten Oberflächen sind die Wechselwirkungen deutlich stärker ausgeprägt, da die anteilige effektive Kontaktfläche größer ist als bei rauen Oberflächen. Die unbeschichtete Silikonfolie haftet also über VdW Kräfte am Metallrahmen. Nach dem Beschichten existiert eine 10 nm dicke metallische Trennschicht zwischen möglichen Kontaktpunkten der Silikonfolie mit dem Rahmen. Diese Trennschicht verhindert, dass die Silikonfolie über VdW Kräfte an dem Rahmen anhaftet, da die Wechselwirkungen eine stark limitierte Reichweite haben. Wird die Folie zusätzlich nach der Beschichtung entspannt und liegt eine aufgefaltete Oberfläche vor, so resultiert dies in einer Reduktion der möglichen Kontaktfläche. Dies verhindert ebenfalls das Anhaften der Silikonfolie über VdW Kräfte an dem Rahmen.

4.2 Elektromechanische Eigenschaften und Analytik der Dünnschichtelektroden

4.2.1 Ni₈₀Cr₂₀-Schichtvariationen

In diesem Abschnitt erfolgt die Vorstellung der Ergebnisse der NiCr-Reihe. Sowohl NiCr-Dünnschichten mit einer Dicke von ca. 10 nm als auch NiCr+C- und C+NiCr-Sandwichschichten mit einer Gesamtdicke von 20 nm werden zum einen auf Parker- und zum anderen auf Wacker-Folie abgeschieden. Es kommen entweder 37,5 % biaxial oder 57,5 % PS vorgestreckte Folien bei der Beschichtung zum Einsatz. Die elektromechanische Charakterisierung der mit der Elektrode beschichteten Folie findet ausgehend vom entspannten Zustand statt. Die Schichthaftung wird überprüft und der Widerstandsverlauf und die Kapazität als Funktion der Dehnung gemessen. Es erfolgen ebenfalls Ermüdungstests und Zugversuche mit angelegter Hochspannung. Die Bildung und Ausprägung der Falten stehen ebenfalls im Fokus. Die Ergebnisse werden im folgenden Abschnitt präsentiert und führten bereits zu einer Veröffentlichung [210].

Die NiCr-Elektroden sind die ersten, welche im Rahmen dieser Arbeit hergestellt und analysiert werden. Der Nickelanteil sollte die Graphitbildung der Kohlenstoffschicht katalysieren und so

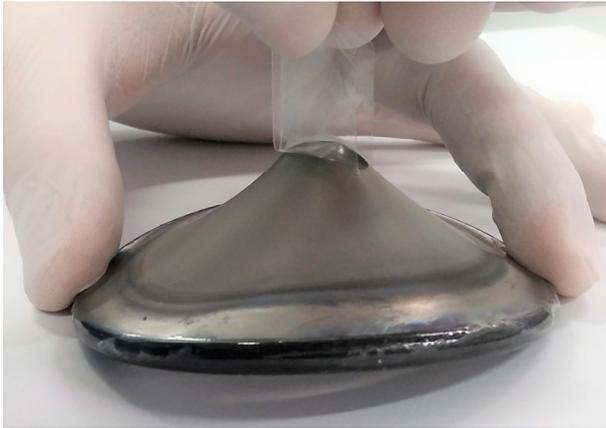


Abbildung 4-3: NiCr-Schichten: Peel-off-Test einer NiCr+C-Schicht, aufgesputtert auf eine Parker-PDMS-Folie.

für gute elektromechanische Eigenschaften bei Dehnung sorgen. Der Chromanteil soll als Haftvermittler dienen.

4.2.1.1 Schichthaftung

Die Schichthaftung, mittels Peel-off-Test ermittelt, erweist sich bei allen 3 Schichtsystemen als sehr gut. Beim Abziehen des Klebestreifens von der beschichteten PDMS-Folie wird die im O-

Ring gespannte Folie aus der Ebene ausgelenkt (siehe **Abbildung 4-3**). Die Dünnschicht delaminiert nicht und es findet eine Übertragung der Zugkraft beim Abziehen des Klebestreifens über die Dünnschicht auf das PDMS statt. Zum Teil kommt es bei diesem Versuch zu einer so starken Deformation der PDMS-Folie, dass sie reißt. Gelingt es vor dem Reißen der Folie den Klebstreifen von der Dünnschicht abzulösen, können optisch keine Dünnschichtrückstände am Klebestreifen nachgewiesen werden. Diese Ergebnisse sind sowohl für Parker- als auch Wacker-Folie repräsentativ. Die Haftung ist somit für alle PDMS-Dünnschichtvariationen ausreichend gut. Es wurden keine quantitativen Untersuchungen angestellt.

4.2.1.2 Widerstandsmessungen und Rissbildung

Die gemessenen Widerstände als Funktion der Dehnung sind in **Abbildung 4-4** dargestellt. Die erste Zeile, Abbildung a) und b), zeigt die Messergebnisse der Dünnschichten auf Parker-PDMS. C) und d) beinhalten die Ergebnisse für Wacker-PDMS. Die erste Spalte beinhaltet Messdaten der Dünnschichten, welche auf biaxial vorgedehnten Folien abgeschieden wurden, die zweite Spalte b) und d) die Messresultate der Elektroden auf PS vorgedehnten Folien. Ein entsprechender farbiger Bereich umfasst mehrere Messkurven einer Elektrodenkonfiguration und wird von der Maximum- und der Minimummesskurve der entsprechenden Konfiguration umschlossen.

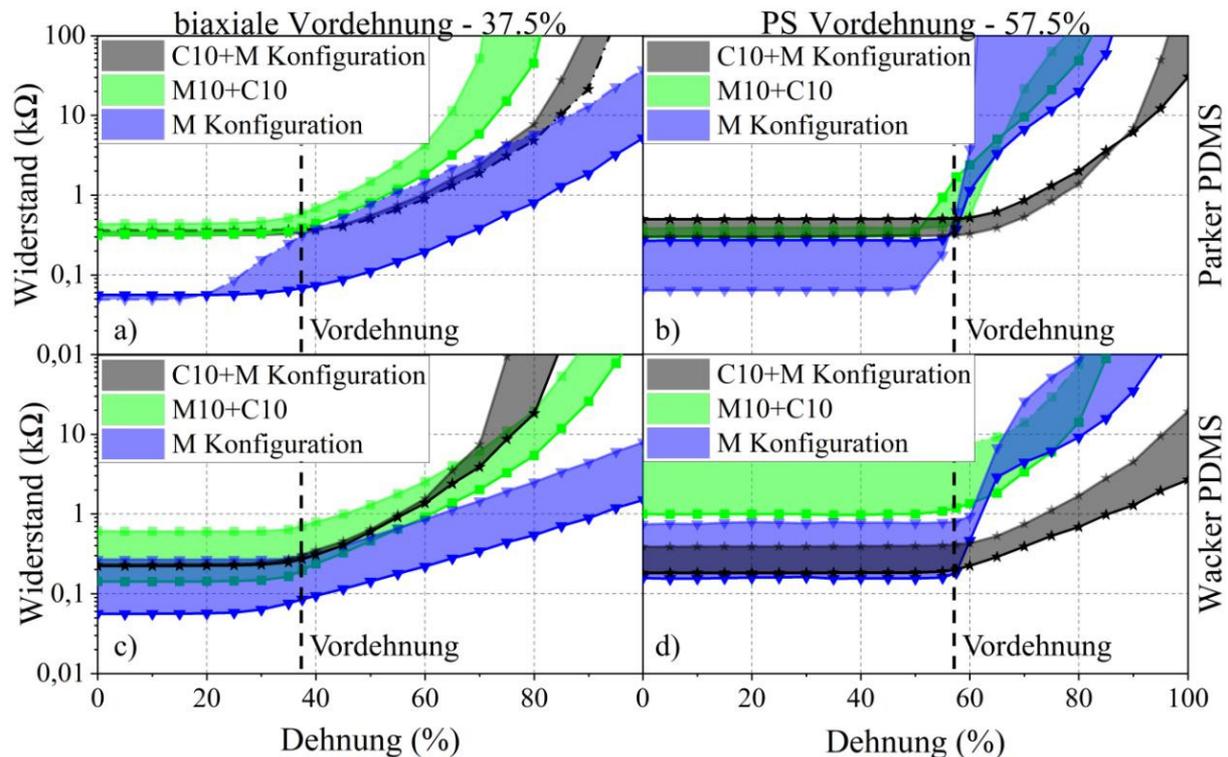


Abbildung 4-4: NiCr-Schichten: Widerstand als Funktion der Dehnung für die NiCr-Dünnschichten auf Parker-Folie (a & b) und auf Wacker-PDMS (c & d). 37,5% biaxial vorgestreckte Proben sind in der linken Spalte (a & c) und 57,5% PS vorgedehnte Proben sind in Spalte 2 (b & d) dargestellt. Der Widerstand ist auf einer logarithmischen Skala aufgetragen.

Der Anfangswiderstand aller Elektrodenkonfigurationen liegt im Bereich von wenigen 100 Ω . Im Vergleich zu typischen Anfangswerten von Carbon Black Elektroden von 30 – 50 k Ω , stellt dies eine Reduktion um etwa 2 Größenordnungen dar [51,55]. Die aufgesputterte Metallschicht sorgt für die geringen Widerstände. Mit einem für Metalle typischen spezifischen Widerstand von $1,0 \times 10^{-7} \Omega\text{m}$, errechnet sich für eine Leiterbahn der Länge 4,5 cm, der Breite 1,25 cm und der Dicke 10 nm, ein theoretischer Widerstand von 3,6 Ω . Der Unterschied zwischen errechnetem und gemessenem Wert kann von Defekten oder Inhomogenitäten in der Dünnschichtelektrode kommen, welche dann den Leitungsquerschnitt entsprechend verkleinern. Weiterhin existieren Kontaktwiderstände von Federstiftkontakten oder mechanischen Klemmen innerhalb des Messsystems, was ebenfalls den Gesamtwiderstand des Systems beeinflusst. Nähere Untersuchungen wurden an dieser Stelle nicht durchgeführt. Messungenauigkeiten im Bereich von wenigen Ohm im Messbereich bis 100 k Ω bzw. kleinere Anfangsbeschädigungen können bei den Untersuchungen von großen Dehnungen vernachlässigt werden.

Bis zur Vordehnung bleiben die Widerstände annähernd konstant. Die Dünnschichtelektrode

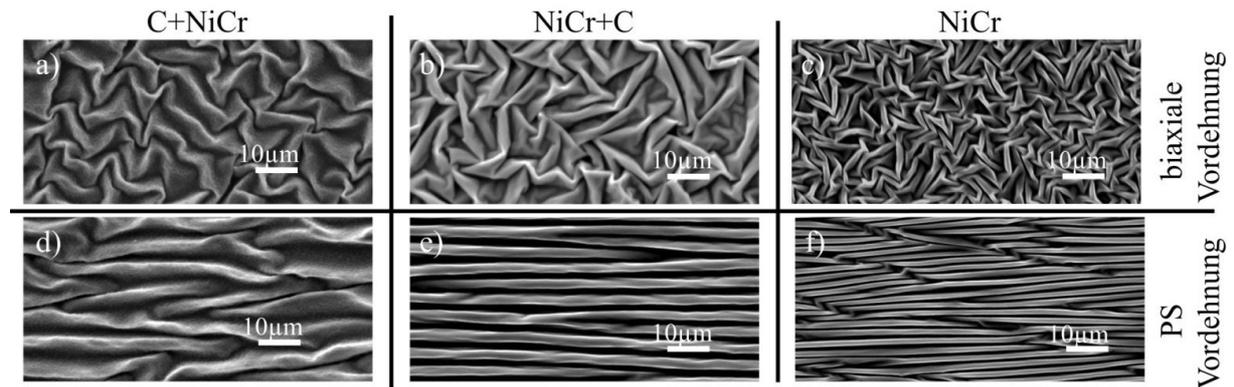


Abbildung 4-5: NiCr-Schichten: Faltenstruktur der NiCr-Dünnschichten auf biaxial und PS vorgestrecktem Wacker-Elastosil nach Entspannung.

liegt im entspannten Zustand bei 0 % Dehnung als aufgefaltete Struktur vor. Bei Dehnung der Dünnschichtelektrode wird diese bis zum Level der Vordehnung lediglich entfaltet. Erst bei Überschreitung der Vordehnung greift die mechanische Spannung die Elektrode selbst an. Dies resultiert dann in einer Schädigung und damit einhergehend in einem Widerstandsanstieg mit steigender Dehnung. Lambricht et al. zeigten ebenfalls, dass der Widerstandsanstieg mit dem Level der Vordehnung korreliert. Eine größere Vordehnung verschiebt den Anstieg hin zu größeren Dehnungslevels [211]. Manche Messkurven können in der logarithmischen Darstellung in drei lineare Bereiche eingeteilt werden. Die Erläuterung dieses Umstandes findet zu einem späteren Zeitpunkt der Arbeit statt (siehe Kapitel 4.2.2).

Der Widerstandsanstieg zeigt eine klare Abhängigkeit von der Art der Vordehnung. Ist die Vordehnung bei PS vorgestreckten Proben erreicht, so steigt der Widerstand ziemlich direkt stark an. Hingegen bleibt nach Überschreiten der biaxialen Vordehnung beim Zugversuch bei allen Dünnschichtkonfigurationen noch ein Puffer von ca. 20 %, bis der elektrische Widerstand stärker ansteigt. Dieses Verhalten lässt sich auf die unterschiedlich ausgeprägte Faltenstruktur von biaxial und PS vorgestreckten Proben zurückführen (vgl. **Abbildung 4-5**). Wird eine biaxial vorgespannte beschichtete Folie entspannt, so bildet sich eine unregelmäßige Faltenstruktur aus. Dahingegen ist eine klare Vorzugsrichtung bei ursprünglich PS vorgestreckten Proben zu erkennen. Die Falten bilden sich senkrecht zur Vordehnungsrichtung aus. Bei einem uniaxialen Zugversuch in derselben Richtung entfalten sich bei einer biaxial vorgestreckten Probe nur die senkrecht zur Zugrichtung orientierten Falten. Parallel zur Zugrichtung bleibt die Faltenstruktur erhalten bzw. wird durch die Querkontraktion der Zugprobe verstärkt. Dies führt auf der Probe zu einem inhomogenen Spannungsfeld senkrecht zur Zugrichtung. Risse, welche ebenfalls senkrecht zur Zugrichtung entstehen, müssen beim

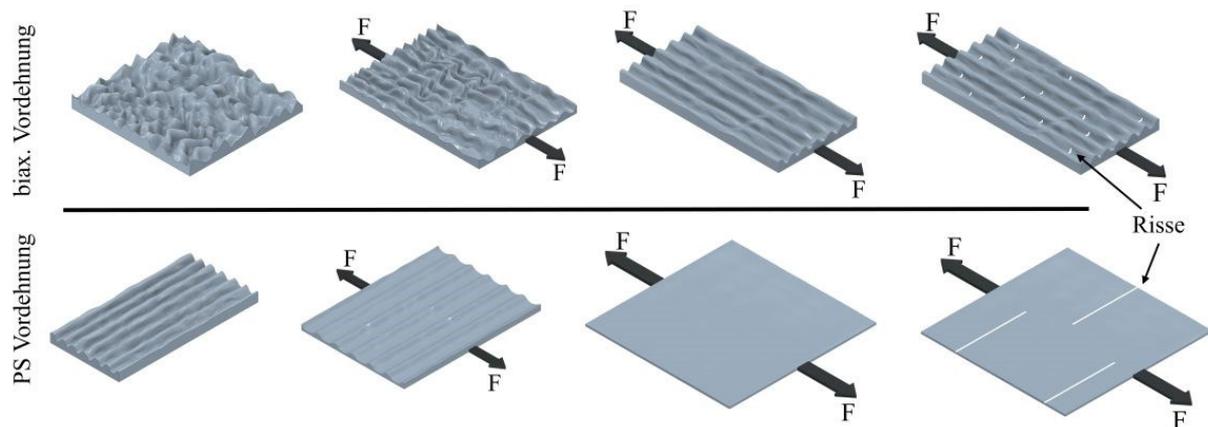


Abbildung 4-6: Schematische Darstellung der Rissinitiierung und des Risswachstums bei biaxialer und uniaxialer Faltenstruktur im uniaxialen Zugversuch.

Risswachstum die vorhandene Oberflächenstruktur überwinden und durch ständig wechselnde Spannungsfelder propagieren, was das Risswachstum hemmt. Das Resultat ist eine Dünnschichtelektrode, welche unter Zugspannung eine große Anzahl an kleinen, nicht zusammenhängenden Rissen ausweist. Eine PS vorgestreckte Probe wird in der idealisierten Annahme im uniaxialen Zugversuch parallel zur ursprünglichen Vordehnung vollständig geglättet. Lediglich durch die Querkontraktion kann es zur Faltenbildung parallel zur Zugrichtung kommen. Diese sind sowohl geometrisch als auch zahlenmäßig nur schwach ausgebildet. Dem Risswachstum bereits entstandener Risse stehen also nur wenige und schwache geometrische Hindernisse entgegen. Daraus resultieren Dünnschichtelektroden mit

weniger, dafür aber längeren und im kritischen Fall sogar durchgehenden Rissen.

Abbildung 4-6 visualisiert die Entfaltungs- und Risswachstumsprozesse im Modell. Zusätzlich bestätigen Mikroskopaufnahmen die Risszustände der unterschiedlichen Vorspannzustände während eines Zugversuches (siehe **Abbildung 4-7**). Übertragbare Ergebnisse liefert eine Veröffentlichung von Lambricht et al. [211], in der die Dehnbarkeit von dünnen Goldelektroden auf rauen Oberflächen untersucht wird. Die Dehnbarkeit steigt mit steigender Rauigkeit der Oberflächen an.

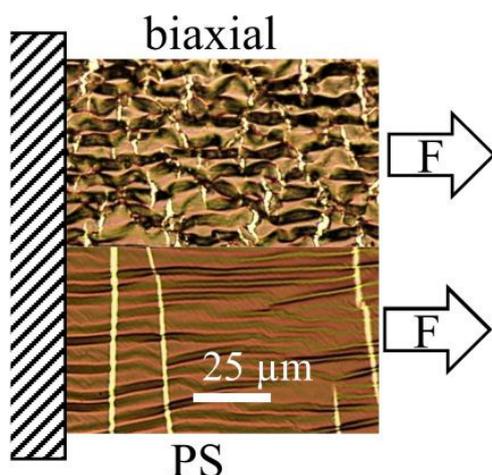


Abbildung 4-7: NiCr-Schichten: Mikroskopaufnahmen während eines uniaxialen Zugversuchs. Viele kleine Risse bei biaxialer Vorstreckung und wenige große Risse bei PS.

Auf einer glatten Oberfläche erfolgt eine Schädigung der Elektroden schon bei kleinen Dehnungen. Eine raue Oberfläche kann als Faltenstruktur ohne Vorzugsorientierung angesehen werden, die das Risswachstum erschwert. Eine glatte Oberfläche entspricht hingegen einer glattgezogenen Faltenstruktur, welche ursprünglich PS vorgedehnt wurde. Es gibt keine Hindernisse gegen das Risswachstum. Somit sind die Ergebnisse übertragbar und stützen die hier gefundenen Resultate [211]. Wird ein niedriger Widerstand bei großen Dehnungen angestrebt, so übertrifft eine Dünnschicht mit vielen kleinen Rissen eine Dünnschicht mit wenigen großen Rissen. Mechanische Spannungen und lokale Spannungsspitzen werden bei vielen kleinen Rissen effektiv abgebaut, indem sich die Struktur um die Risse verdrehen und aufstellen kann [212–214].

Die Dehnbarkeit der Elektroden hängt neben der Art der Vordehnung auch von der Substratfolie ab. Die gleiche Dünnschicht auf Wacker-Folie zeigt bei gleichem Dehnungslevel niedrigere elektrische Widerstände. Eine gute Haftung zwischen Dünnschicht und Substrat ist essentiell für eine hohe Dehnbarkeit der Elektroden [67,212]. Bei den Haftungsuntersuchungen (siehe 4.2.1.1) sind allerdings keine Unterschiede der verschiedenen Dünnschicht-PDMS-Schichtverbunde zu erkennen. Die Shore-Härte von Wacker Elastosil ist allerdings geringer als die der Parker-Folie. Somit kann es möglich sein, dass die Dünnschichten auf Wacker-Folie eine bessere Konformität erzielen können. Dies bestätigen REM-Aufnahmen. Hier werden gleiche Dünnschichten auf unterschiedlichen Substraten abgebildet (**Abbildung 4-8**). Es zeigt sich auf Parker-PDMS eine deutlich scharfkantigere (vgl. b und e) bzw. defektreichere Faltenstruktur (c) vs. f) bzw. d) vs. g). Eine Vorschädigung der Dünnschichtelektrode stellt in jedem Fall einen Nachteil dar. Beim Vorhandensein von Rissen, (c) und d), müssen diese nur

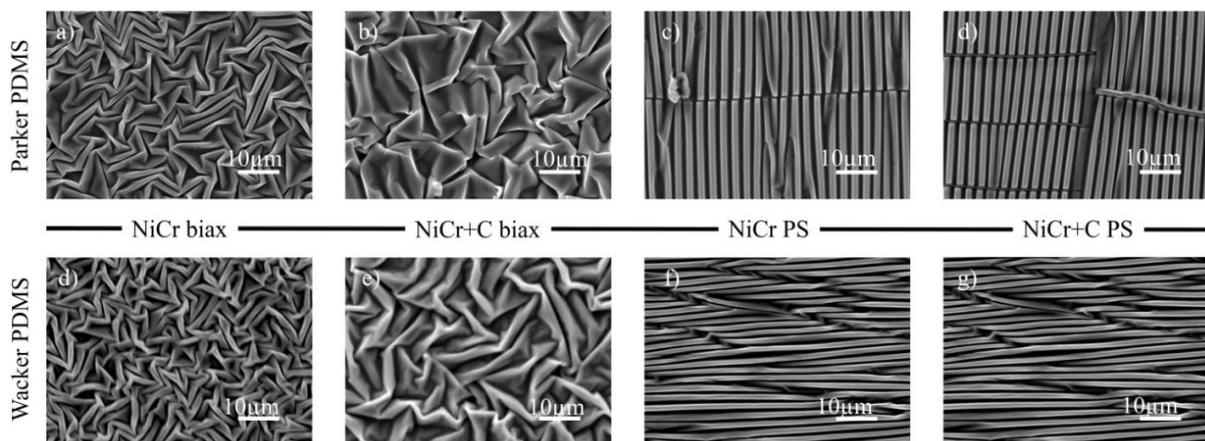


Abbildung 4-8: Vergleich verschiedener Dünnschichtkonfigurationen, abgeschlossen sowohl auf Parker-PDMS (erste Reihe) als auch auf Wacker-PDMS (zweite Reihe).

noch wachsen, aber die Neubildung ist nicht mehr nötig. Scharfe Ecken und Kanten (b) sind Stellen an denen durch lokale Spannungsüberhöhung leichter Risse entstehen können. Dieses Risiko ist an homogen ausgebildeten Falten deutlich gemindert.

Die Dünnschichtkombination entscheidet zusätzlich über die dehnungsabhängige Leitfähigkeit. Auf biaxial vorgestreckten Proben (siehe **Abbildung 4-4** a und c) zeigt die reine NiCr-Schicht bei 100 % Dehnung einen Widerstand kleiner als 100 k Ω . Auf PS vorgestreckten Proben ist der C+NiCr-Sandwich den anderen Dünnschichten überlegen.

Die Dicke der Elektrode spielt bei der Widerstandsentwicklung während des Zugversuches eine untergeordnete Rolle. Es können keine gravierenden Unterschiede zwischen einer 10 nm oder einer 40 nm dicken Elektrode festgestellt werden. Eine 40 nm dicke Elektrode weist einen umgekehrt proportional zur Dicke geringeren Anfangswiderstand auf. Dieser Vorteil verschwindet allerdings bei höheren Dehnungen. Zusätzlich steift eine dickere Elektrode das DE-System stärker aus. Der Anfangswiderstand einer nur 10 nm dicken Metaldünnschicht weist gegenüber der CB-Elektrode schon eine deutliche Verbesserung auf. Aufgrund des ausreichend niedrigen Widerstandes und des minimierten mechanischen Einflusses, werden in der folgenden Arbeit nur noch 10 nm dicke Dünnschichten bzw. 20 nm dicke Sandwichdünnschichten untersucht.

Die Idee, dass eine mögliche graphitische Kohlenstoffzwischen-schicht die Dehnbarkeit der C+NiCr-Elektrode generell erhöht, könnte hier nur im PS-Fall Gültigkeit haben. Die genaue Modifikation des Kohlenstoffes in den vorliegenden Dünnschichtkonfigurationen wird weiter unten diskutiert (siehe Kapitel 4.3).

Allgemein ist die Dehnbarkeit einer Dünnschichtelektrode von drei Faktoren abhängig, nämlich von der Art der Vordehnung, von dem Substrat und von der Dünnschichtkonfiguration. Biaxial vorgestreckte Folien liefern beim durchgeführten uniaxialen Zugversuch die niedrigeren Widerstandswerte im Vergleich zu PS vorgestreckten Folien. Auf Wacker-Elastosil abgeschiedene Dünnschichtelektroden sind flexibler und dehnbarer als die gleichen Elektroden auf Parker-Folie. Eine reine NiCr-Schicht schneidet auf biaxial vorgestreckten Proben am besten ab, wohingegen C+NiCr-Schichten für PS vorgestreckte Proben geeigneter sind.

Die Erzeugung und Ausnutzung von Falten bringen einen entscheidenden Vorteil. Während Bulkmetalle ohne spezielle Wärmebehandlung lediglich eine Dehnbarkeit von nur ein bis zwei Prozent aufweisen [2], erzielen gefalteten Strukturen deutlich höhere Dehnungen. Wie oben gezeigt, können im Messintervall bis 100 k Ω Dehnungen von über 100 % realisiert werden. Dies ist keine neue Errungenschaft. In anderen Forschungsfeldern erfolgt die Ausnutzung der Flexibilität der Falten, um die Dehnbarkeit von Dünnschichtelektroden zu erhöhen schon länger

[60,63,71,215]. Dem Prinzip der Vordehnung sind aber Grenzen gesetzt. Hsien et al. erreichen gute Leitfähigkeitswerte bis zu einer Dehnung von lediglich 35 % bei einer radialen Vordehnung von 150 %. Allerdings werden in dieser Studie auch dickere Silberschichten mit einem anderen Verfahren erzeugt [73].

4.2.1.3 Geometrische Analyse der Falten

Abbildung 4-9 zeigt eine Auswertung der mittels Lichtmikroskop gemessenen Wellenlängen der Falten. Die Wellenlänge steigt ausgehend von der reinen NiCr-Schicht über die NiCr+C-Schicht bis hin zur C+NiCr-Schicht an. Die gemessene Wellenlänge der ursprünglich 57,5 % PS vorgestreckten Proben ist dabei immer größer als die Wellenlänge der Falten von 37,5 % biaxial vorgespannten Folien.

Mithilfe der **Formeln 2-2 bis 2-7** kann für das Einschichtsystem NiCr auf PS vorgestreckten Folien eine Abschätzung der Wellenlänge durchgeführt werden. Das größte Problem sind die fehlenden genauen Materialeigenschaften. Es ist weder ein E-Modul für Parker- noch für Wacker-PDMS zu finden. Es wird daher ein gemittelter Literaturwert von 2 MPa angenommen. Ähnlich verhält es sich mit dem E-Modul einer gesputterten NiCr-Dünnschicht. Der E-Modul der reinen Bulkmetalle ist bekannt. Schmelzmetallurgisch liegt bei der Zusammensetzung NiCr 80:20 ein homogener Mischkristall vor. Es ist also von einer Mischkristallhärtung auszugehen und der E-Modul für die Legierung könnte größer sein als die jeweiligen E-Moduli für die

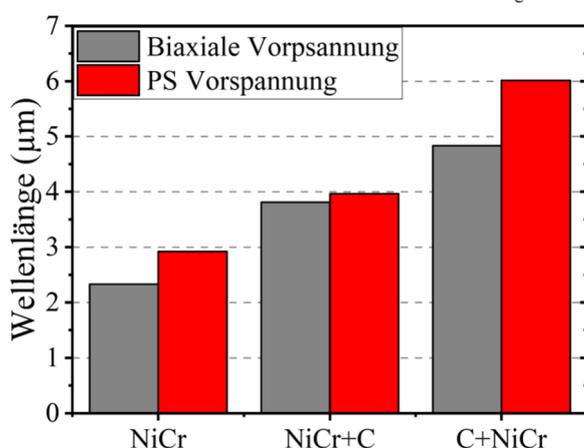


Abbildung 4-9: NiCr-Schichten: Gemessene Wellenlängen der Falten in Abhängigkeit der Dünnschichtkonfigurationen und der Vorspannung. Diese Dünnschichten sind auf Parker-Folie abgeschieden.

Reinmetalle [194]. Es ist fraglich, inwiefern diese Theorie auf dünne Schichten angewendet werden kann. In der Abschätzung wird ein E-Modul von 240 GPa eingesetzt. Der Einfachheit halber wird die eingesetzte Querkontraktion für NiCr aus den bekannten Querkontraktionen von Nickel und Chrom gemittelt, was einen Wert von 0,26 ergibt. Die Dicke der Dünnschicht und die Dicke des Substrates betragen 10 nm bzw. 40 µm. Mit den obigen Werten errechnet sich die kritische Wellenlänge λ_{cr} zu 2,02 µm, die kritische

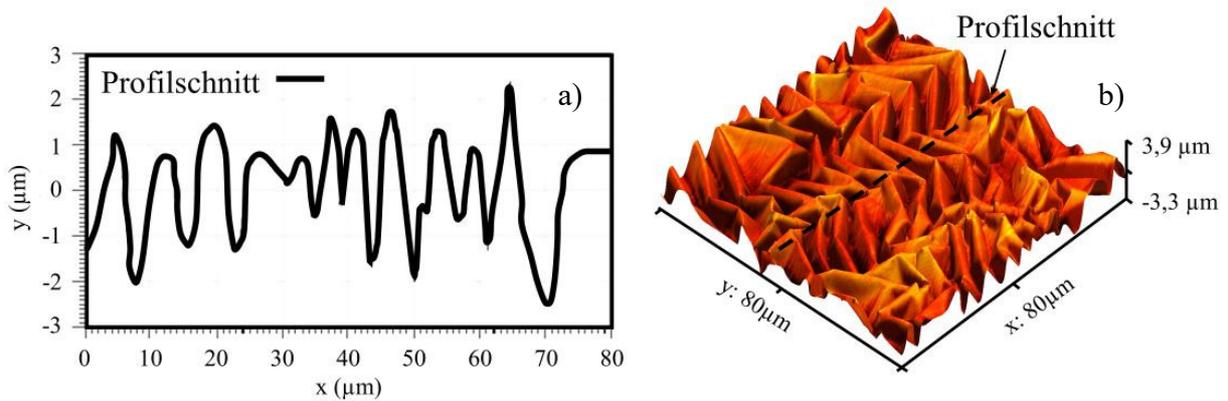


Abbildung 4-10: NiCr-Schichten: AFM-Messungen einer biaxial vorgestreckten NiCr+C-Dünnschicht mit a) 2D Profilschnitt und b) 3D Oberfläche.

Dehnung ϵ_{cr} zu 0,024 %. Ein Wert ungefähr gleich Null bedeutet, dass auch bei kleinsten Dehnungen eine Faltenbildung stattfindet. Die zu erwartende Wellenlänge λ errechnet sich zu 1,3 μm und die Amplitude A zu 0,38 μm . Bei größerer Vordehnung sinkt die rechnerisch zu erwartende Wellenlänge. Eine 37,5 % biaxiale Vordehnung stellt eine größere Gesamtdehnung gegenüber einer 57,5 % PS-Vordehnung dar. Somit errechnen sich kleinere Wellenlängen (**Abbildung 4-9**). Bei AFM-Messungen der Oberflächen konnte eine Amplitude zwischen 1 μm und 4 μm festgestellt werden (vgl. **Abbildung 4-10**). Da die Strukturgröße der Falten im Bereich der lateralen Auflösungsgrenze des Weißlichtprofilometers liegt, konnte dieses Messverfahren für die Faltenanalyse nicht sinnvoll genutzt werden.

Die errechneten Werte liegen alle deutlich unter den gemessenen Werten. Die in Abschnitt 2.3 vorgestellten Modelle zur Vorhersage der Faltenbildung beziehen sich auf kleine Dehnungen. Die in dieser Arbeit angewendeten Dehnungen übersteigen höchstwahrscheinlich die Grenzen der Modelle. Die Druckspannungen in der Dünnschicht steigen bei größerer Vorspannung stark an und beeinflussen den Faltenbildungsprozess. Dieser Umstand ist in den Modellen nicht berücksichtigt. Sie unterscheiden auch nicht zwischen biaxialer oder PS-Vordehnung. Die ausgeprägte Faltenformation zeigt sich allerdings grundlegend verschieden und die Eigenspannungszustände der Dünnschichten variieren entsprechend des Vorspannungstypes. Zusätzlich ist eine fundierte Abschätzung aufgrund der großen Unsicherheiten bei der Auswahl der geeigneten Materialparameter fast unmöglich. Selbst bei exakt bekannten Materialparametern kann das Materialverhalten von Elastomeren bei großen Dehnungen nicht mehr hinreichend durch den E-Modul abgebildet werden, da die Spannungs-Dehnungs-Messkurve extrem nichtlinear ist. Dennoch wird in den Modellen lediglich mit dem E-Modul gerechnet.

Tabelle 4-2: NiCr-Schichten: Abschätzung des Faltenmodus für die Sandwichschichten NiCr+C und C+NiCr. Die jeweiligen kritischen Dehnungen für Bi-Layer und Oberflächenfalten wurden berechnet. Die Grenzfälle, dass Kohlenstoff als Graphit oder als Diamant vorliegen kann, sind berücksichtigt.

NiCr+C			C+NiCr		
	ϵ_{cr}^{OF} (%)	ϵ_{cr}^{BL} (%)		ϵ_{cr}^{OF} (%)	ϵ_{cr}^{BL} (%)
Graphit	9,73	0,13	Graphit	277,92	0,13
Diamant	128,93	0,06	Diamant	20,97	0,06

Abhängig von den mechanischen Eigenschaften der einzelnen Schichten können sich bei Sandwichdünnschichten verschiedene Faltenmoden ausbilden (siehe Kapitel 2.3, **Abbildung 2-5**). Die Vorhersage, welcher Modus vorliegt, erfolgt über die Berechnung der entsprechenden kritischen Dehnungen (**Formel 2-8** und **2-9**). Für NiCr werden die Materialkennwerte aus dem vorangehenden Abschnitt übernommen. Für Kohlenstoff werden zwei Grenzfälle betrachtet. Für eine graphitische Schicht beträgt der E-Modul 20 GPa und die Querkontraktion 0,2, eine Diamantschicht hat einen E-Modul von 1000 GPa und eine Querkontraktion von 0,07. Beide Schichtreihenfolgen, also NiCr+C und C+NiCr, werden berücksichtigt. Die Ergebnisse sind in **Tabelle 4-2** gelistet. In allen Fällen ist die kritische Dehnung für den Bi-Layer Mode kleiner als die kritische Dehnung für Oberflächenfalten. Somit sollte Bi-Layer Faltenbildung vorliegen. Die stark vergrößerte Ansicht einer C+NiCr-Faltenoberfläche offenbart allerdings eine hierarchische Struktur (**Abbildung 4-11 a**). Hierarchische Falten sollten in einer Sandwichdünnschicht aber erst bei sehr großen errechneten kritischen Dehnungen auftreten. Jedoch liegen alle Werte unter 1 %, was eine hierarchische Faltenstruktur sehr unwahrscheinlich macht. Bei näherer Betrachtung zeigt schon die reine Kohlenstoffschicht einen hierarchischen Faltenaufbau (**Abbildung 4-11 b**). Die in der Sandwichelektrode zusätzlich aufgebraute Metallschicht formt lediglich die Falten der Kohlenstoffschicht nach. Es liegt also auch in diesem Fall Bi-Layer Faltenbildung vor. Gesputterte Kohlenstoffdünnschichten existieren häufig in Form von DLC-Schichten. Strukturell wird von Nanometer großen sp^2 -hybridisierten Cluster in einer sp^3 -hybridisierten Matrix ausgegangen [216,217]. Der ständige Wechsel mechanischer Eigenschaften auf kleinstem Raum könnte Grund für die hierarchische Faltenstruktur der reinen Kohlenstoffschicht sein. Auf die vorliegende Modifikation des Kohlenstoffs wird später in Abschnitt 4.3 eingegangen. Bei Bi-Layer Faltenbildung kann eine Sandwich-Dünnschicht als eine Dünnschicht mit gemittelten Eigenschaften angesehen werden. Unter diesen Umständen sollte sich für die

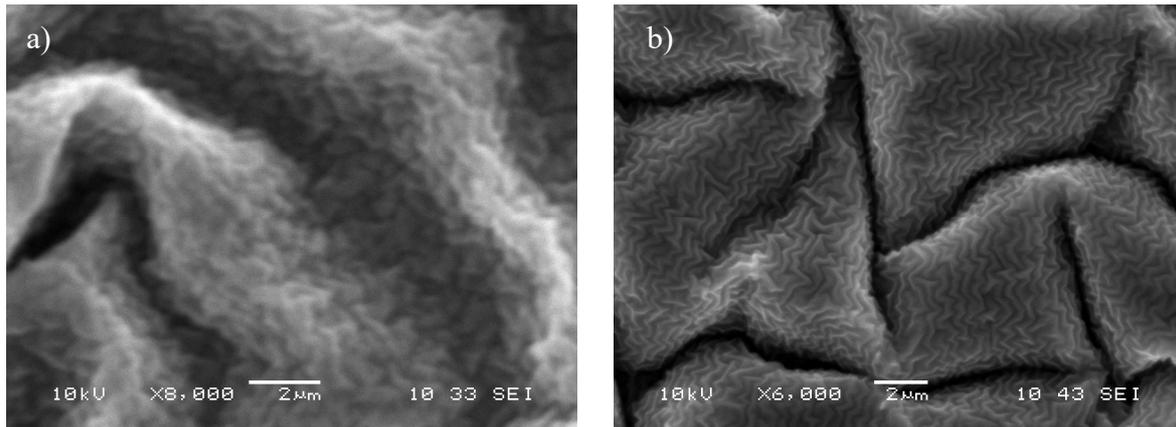


Abbildung 4-11: a) 8000-fache Vergrößerung einer biaxial vorgestreckten C+NiCr-Dünnschicht mit hierarchischer Faltenstruktur und b) 6000-fache Vergrößerung einer biaxial vorgestreckten reinen Kohlenstoffdünnschicht, ebenfalls mit Hierarchie.

NiCr+C-Schicht und die C+NiCr-Schicht die gleiche Wellenlänge errechnen und das gleiche Faltenbild zeigen. Die Wellenlänge von C+NiCr ist allerdings größer und dieses Sandwich zeigt einen hierarchischen Faltenaufbau in der Kohlenstoffschicht. Ein Elastomer kann unter Einfluss eines Plasmas neue Vernetzungen ausbilden [62]. Laut Hersteller (Wacker) ist es auch möglich, dass bei der Plasmabehandlung und dem Besputtern der Silikon-Folie aus den Silizium- und den Sauerstoffatomen des Silikons zunächst eine dünne Siliziumdioxid-Schicht entsteht. Eine aufgesputterte Dünnschicht schützt das Elastomer dann wiederum vor der Einwirkung des Plasmas. Der Aufbau der 10 nm dicken Nickelchromdünnschicht erfolgt in 5 Sekunden. Die 10 nm dicke Kohlenstoffschicht hingegen wird über 60 Sekunden aufgebaut. Die Einflusszeit eines Plasmas ist also bei der Kohlenstoffschicht deutlich länger, sodass das PDMS-Substrat stärker modifiziert werden könnte. Entstehen neue Vernetzungspunkte im vorgespannten Substrat oder sogar eine dünne Siliziumdioxidschicht, so ist die Rückstellkraft beim Entspannen der Vorspannung im Anschluss an den Prozess geringer. Dies hätte einen Einfluss auf die Faltenbildung und würde unter anderem eine längere Faltenwellenlänge erklären und könnte ein zusätzlicher Grund für die hierarchische Faltenstruktur bei der C+NiCr-Schicht sein. Es handelt sich hierbei um eine theoretische Betrachtung. Es wurde kein experimenteller Aufwand betrieben, um diese Thesen nachzuweisen oder zu entkräften.

4.2.1.4 Kapazitätsmessungen

Abbildung 4-12 a) zeigt dehnungsabhängige Kapazitätsmessungen der einzelnen Dünnschichtkonfigurationen. Für biaxial vorgedehnte Proben ist die Kapazität bis zur

Vordehnung und auch knapp darüber nahezu linear. Die Anfangskapazität erweist sich als schichtabhängig, während die Steigung der Kapazität sich bei den drei Schichttypen als vergleichbar herausstellt.

Bei PS vorgestreckten Proben steigen die Kurven ebenfalls annähernd linear und parallel an. Die Steigung der PS-Messkurven ist größer als die Steigung der biaxial vorgestreckten Proben, ebenso die Grundkapazität. Bei der Herstellung der Proben wird die gleiche Maskengeometrie für beide Vorstreckverhältnisse verwendet. Bei der 37,5 % biaxial vorgestreckten Probe schrumpft die ursprünglich 10 x 50 mm² Elektrodenfläche nach dem Entspannen auf ca. 266 mm² zusammen. Die 57,5 % PS vorgestreckte Probe schrumpft in nur eine Richtung auf insgesamt ca. 318 mm² zusammen. Die größere Grundfläche im entspannten Zustand erklärt die größere Anfangskapazität. Während des Zugversuches erfolgt dann nur eine Längenänderung. Die PS vorgestreckte Probe hat nach dem Entspannen die volle Breite von 50 mm, die biaxial vorgestreckte Probe lediglich eine Breite von ca. 36,5 mm. Eine größere Anfangsbreite resultiert somit in einer größeren Flächenänderung bei gleicher uniaxialer Dehnung, was die größere Steigung erklärt.

Bei PS vorgestreckten Proben tritt eine Schädigung der Elektroden z.T. schon unterhalb der Vordehnung auf. Während C+NiCr-Elektroden bis oberhalb der Vordehnung belastet werden können, bricht die Kapazität der NiCr+C- und der NiCr-Dünnschichten schon vor Erreichen der Vordehnung ein. Die Widerstandsmesskurven der NiCr+C- und der NiCr-Schichten (Abbildung 4-4) zeigen ebenfalls einen deutlich früheren Anstieg des Widerstandes im

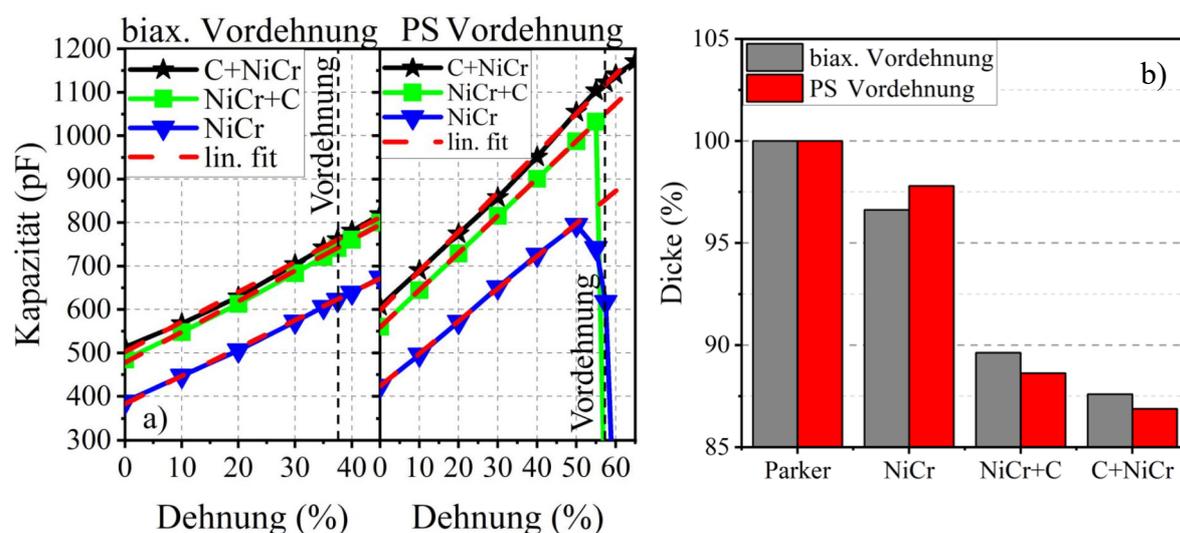


Abbildung 4-12: NiCr-Schichten: Dehnungsabhängige Kapazitätsmessungen der einzelnen Dünnschichtelektroden auf Parker-Folie und Dickenmessungen der beschichteten Folien nach dem Entspannen.

Vergleich zu den C+NiCr-Dünnschichten. Auf den REM-Bildern in **Abbildung 4-8** sind bei den NiCr+C- und NiCr-Schichten auf Parker-Folie schon deutliche Vorschädigungen zu erkennen. Die Ausbreitung solcher schon vorgeprägter Risse, auch unterhalb der Vordehnung, ist sehr wahrscheinlich und führt dann zu einem Einbruch der Kapazität schon unterhalb des Vordehnungslevels.

Die Anfangskapazität der PS vorgestreckten Proben erweist sich ebenfalls als dünnschichtabhängig. In **Abbildung 4-12 b)** sind Ergebnisse von Dickenmessungen an beschichteten und entspannten Folien dargestellt. Die unbeschichtete Parker-Folie wird als Referenz mit einer Dicke von 100 % angenommen. Eine im vorgestreckten Zustand beschichtete Folie nimmt nach Entspannung nicht mehr ihre ursprüngliche Dicke an. Die Dicke reduziert sich schichtabhängig um bis zu 15 %, da die Dünnschichtelektrode auf der PDMS-Folie gegen den Entspannungsprozess der Folie arbeitet. Beim Zusammenziehen der Folie entstehen in der Dünnschicht Druckspannungen. Es entsteht ein Kräftegleichgewicht zwischen den Zugspannungen der Folie und den schichtspezifischen Druckspannungen der gefalteten Dünnschicht. Die NiCr-Schicht lässt, verglichen mit der NiCr+C- und der C+NiCr-Dünnschicht, eine deutlich größere Entspannung der Substratfolie zu. Eine größere Entspannung geht einher mit einer größeren Dicke des Dielektrikums und mit einer kleineren Elektrodenfläche. Beides führt zu einer geringeren Grundkapazität. Je mehr die Folie sich entspannen kann, desto kleiner ist die Grundkapazität. C+NiCr widersteht der Entspannung der Parker-Folie am deutlichsten. Deshalb ist die Grundkapazität der C+NiCr-Schicht am größten. Es gibt einen deutlichen Sprung der Grundkapazitäten von der Einschicht-Dünnschicht zu den Sandwichschichten. Auch dies ist in den Dickenmessungen abgebildet.

Die Grundkapazität einer 57,5 % PS vorgestreckten Elektrode errechnet sich mit einem ϵ_r von 3,3, einer idealisierten Elektrodenfläche nach Entspannen der Folie von 3,17 cm² und einer Dicke von 40 μm zu ca. 237 pF (**Formel 3-5**). Für die reine NiCr-Schicht beträgt die gemessene Grundkapazität ca. 425 pF. Die dielektrische Konstante der verwendeten Silikonfolie ist nicht bekannt. Die Variation der dielektrischen Konstante, in dem aus der Literatur stammenden Wertebereich von 2,77 bis 3,69, schließt die Lücke zwischen theoretischer und gemessener Kapazität allerdings nicht. Umgekehrt kann, mit der Anfangskapazität von 425 pF und einer Foliendicke von 40 μm sowie der Festlegung der relativen Permittivität auf 3,3, eine theoretische Elektrodenfläche von 5,8 cm² abgeschätzt werden. Diese Überlegungen weisen auf das Problem des Maskenprozesses hin. Beim Abscheiden der Elektrodengeometrie dient eine Maske zur Abschattung der nicht zu beschichtenden Flächen. Damit die Maske nicht an der klebrigen Silikonfolie anhaftet, existiert zwischen Maske und Folie ein Abstand von 0,8 mm.

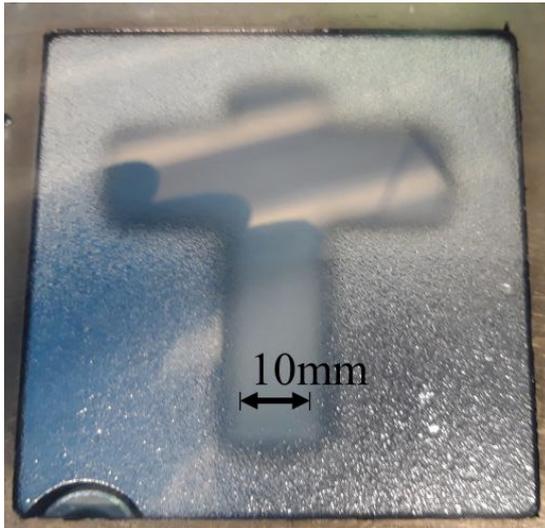


Abbildung 4-13: *NiCr-Schichten: Verdeutlichung der unscharfen Kanten der abgeschiedenen Elektrodengeometrie. Der abgeschiedene Kreuzbalken ist deutlich breiter als 10 mm.*

Dieser Abstand führt beim Sputtern zu einer unsauberen Abbildung der Ränder der Elektrodengeometrie und zu einer undefinierten Vergrößerung der effektiven Elektrodenfläche (**Abbildung 4-13**). Somit steigt auch die Anfangskapazität. Hinzukommt der gerade erläuterte Eingriff der Dünnschicht in die Relaxation des Dielektrikums. Auch dieses Verhalten führt zur Steigerung der Anfangskapazität gegenüber den idealen geometrischen Bedingungen.

Die Berechnung des Kapazitätsverlaufs ist ebenfalls nicht trivial. Mit einer Elektrodenfläche von $5,8 \text{ cm}^2$ und einer Pure Shear Verformung der Probe von 50 %, errechnet sich eine Kapazität von 977 pF. Wird von einer uniaxialen Verformung ausgegangen, so ergibt die Rechnung eine Endkapazität von 651 pF. Gemessen wird eine Kapazität von ca. 800 pF. Dies verdeutlicht, dass die Verformung der Probe während des Zugversuches nicht durch die beiden Idealfälle eines uniaxialen bzw. Pure Shear Zugversuches abgebildet werden kann und vermutlich eine Mischform vorliegt. Des Weiteren ist bekannt, dass sich die Dielektrizitätskonstante bei mechanischer Verformung ändern kann, was den Kapazitätsverlauf in Abhängigkeit von der Dehnung wiederum beeinflussen würde. Weder Qualität noch Quantität dieser Änderungen konnten im Rahmen dieser Arbeit bestimmt werden. Allerdings hätte eine starke Änderung der dielektrischen Konstante eine deutliche Nichtlinearität zur Folge. Da dies nicht zu beobachten ist, kann davon ausgegangen werden, dass dieser Effekt vernachlässigbar klein ist.

Die hier diskutierten Rechnungen lassen sich auf biaxial vorgestreckte Proben übertragen. Die gerechnete Anfangskapazität ist deutlich niedriger als die gemessene. Eine nicht vollständige Relaxation und die undefinierten, unscharfen Ränder der Elektrode erhöhen auch in diesem Fall die Grundkapazität. Die Steigung der Messkurven passt ebenfalls zu keinem idealen Zugversuchsmodell. Auch hier liegt wohl eine Mischform vor.

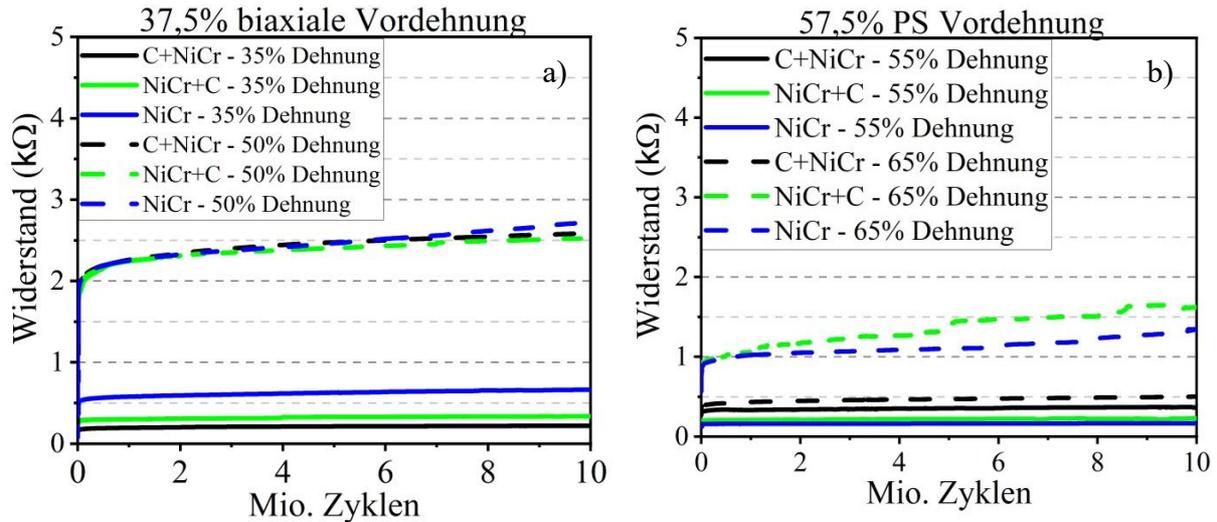


Abbildung 4-14: NiCr-Schichten: Ergebnisse der Fatigue-Tests von a) biaxial vorgestreckten Proben und b) PS vorgestreckten Proben.

4.2.1.5 Untersuchung der Ermüdungseigenschaften

Abbildung 4-14 zeigt die Messkurven der Fatigue-Messungen aller NiCr-Schichtvariationen auf biaxial ebenso wie auf PS vorgestreckten Parker-Folien. 37,5 % biaxial vorgestreckte Proben werden sowohl bei zyklischer Dehnung zwischen Null und 35 % als auch bis 50 % getestet. Die Tests über 10 Millionen Zyklen mechanischer Last erfolgen mit einer Frequenz von 20 Hz unter Messung des Widerstands. So lange die Testdehnung unterhalb der Vordehnung liegt, steigt der Widerstand nur marginal an, verläuft fast parallel zur x-Achse und bewegt sich in der Größenordnung unterhalb von 1 kΩ. Wird die Testdehnung bei biaxial vorgestreckten Proben auf 50 %, also 12,5 % über die Vordehnung erhöht, so ist am Anfang ein deutlicher Widerstandsanstieg zu erkennen. Dieser flacht wieder ab und steigt dann schließlich langsamer, aber stetig an. Am Ende von 10 Millionen Zyklen bleibt der Widerstand für alle Dünnschichten kleiner als 3 kΩ.

PS vorgestreckte Proben erfahren ebenfalls keine Schädigung, sofern die Testdehnung kleiner als die Vordehnung ist. Der Widerstand steigt an, wenn die Testdehnung die Vordehnung überschreitet. Im PS-Fall genügt eine Überhöhung der Vordehnung von 7,5 %. Eine Dehnungsüberhöhung von 12,5 %, wie sie für biaxial vorgestreckte Proben Anwendung findet, ist im PS-Fall nicht möglich, ohne dass der elektrische Widerstand aus dem Messbereich von 10 kΩ läuft. Dies zeigt, dass biaxial vorgestreckte Proben eine höhere Schadenstoleranz aufweisen.

Bei den Fatigue-Messungen ist es zu zahlreichen mechanischen Ausfällen durch vorzeitiges Reißen des Parker-PDMS gekommen. Ein DE mit Parker-PDMS ist bei zyklischen Belastungen aufgrund dieser Beobachtungen als sehr kritisch einzustufen. Gerissene Proben werden in der Auswertung nicht berücksichtigt, da der Fokus auf den elektromechanischen Eigenschaften der Dünnschichtelektrode lag und nicht auf den Eigenschaften der kommerziell verfügbaren Substratfolien.

4.2.1.6 Hochspannungsmessungen

Abbildung 4-15 zeigt die Kraft-Weg-Messungen der einzelnen Schichtvariationen mit und ohne Hochspannung. Es werden sowohl 37,5 % biaxial vorgestreckte Proben als auch 57,5 % PS vorgestreckte Proben untersucht. In grau ist immer die mechanische Referenz ohne Beschichtung zu sehen. Die rote Kurve markiert den gemessenen Kraftverlauf bei angelegter Hochspannung. Die schwarzen, grünen bzw. blauen Kurven repräsentieren jeweils die Messungen der korrespondierenden Schichten ohne angelegte Spannung.

Das Funktionsprinzip eines dielektrischen Elastomeraktors kann mit allen Proben demonstriert werden. Durch das Anlegen einer Spannung von 2 kV erfolgt eine Reduktion der benötigten Kraft, um ein bestimmtes Dehnungslevel zu erreichen. Ein Teil der Zugarbeit wird dabei durch elektrische Arbeit ersetzt. Elektrische Energie wird in eine mechanische Energie umgewandelt. Dies ist das Grundprinzip eines DE-Aktors.

Die Lücke zwischen den Kurven ohne bzw. mit Hochspannung liegt bei fast 0,2 N. Diese Lücke schließt sich wieder zu größer werdenden Dehnungen, wenn die Elektroden bei großer Dehnung geschädigt werden (vgl. Widerstandsmessungen **Abbildung 4-4**). Dann steigt der elektrische Widerstand der Elektroden an, da einzelne Bereiche wahrscheinlich elektrisch abgetrennt werden. Dadurch nimmt der Anteil der unterstützenden elektrischen Arbeit ab und die Hochspannungskurve nähert sich dem Kraftverlauf der Proben ohne Spannung an.

Bei großen Dehnungen benötigt die Auslenkung der mechanischen Referenz weniger Kraft als die Auslenkung der beschichteten Folien, unabhängig davon, ob eine Hochspannung angelegt wird oder nicht. Die Dünnschicht verursacht also eine zusätzliche mechanische Steifigkeit. Dieser Zusatzbeitrag ist vorspannungs- und schichtabhängig. Eine 20 nm dicke kohlenstoffhaltige Sandwichschicht übt natürlicherweise einen größeren Einfluss aus als die 10 nm dicke reine Metallschicht. Bei großen Dehnungen liegt die Dünnschicht entfaltet vor, sodass dann die glatte Elektrodenoberfläche einen direkten Beitrag zur Kraftantwort leistet. Bei

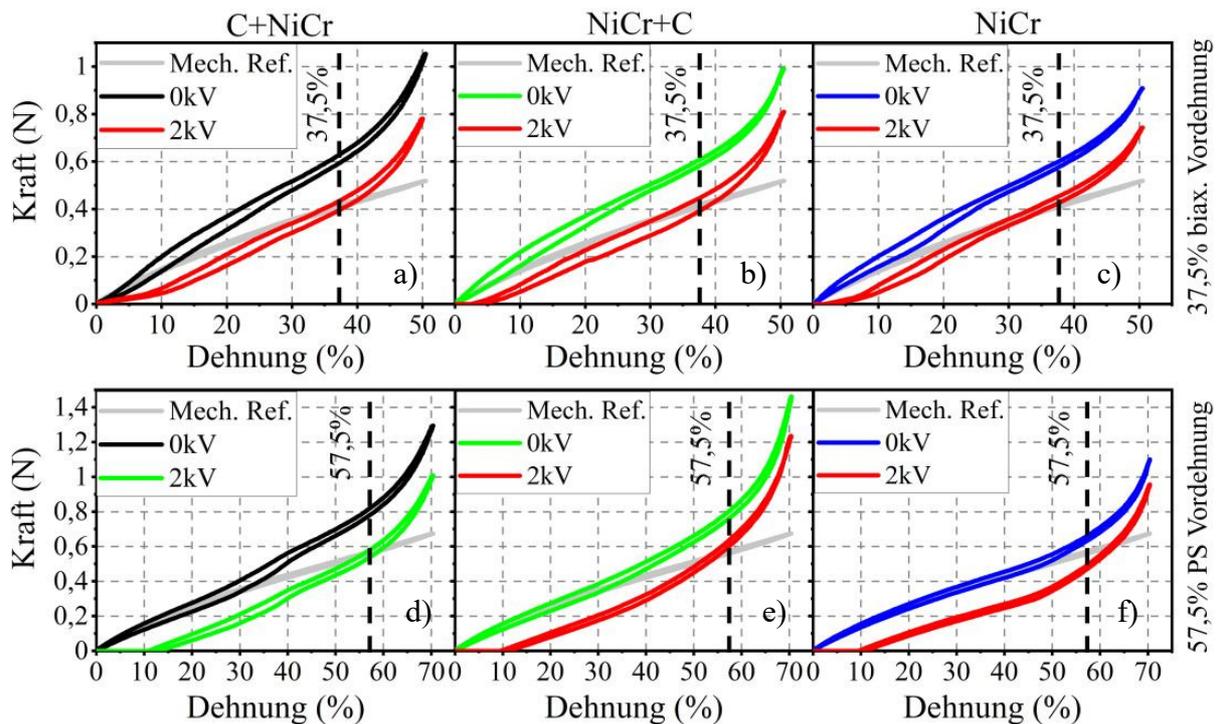


Abbildung 4-15: NiCr-Schichten: Kraft-Weg-Messungen aller NiCr-Schichtvariationen, abgeschieden auf Parker-Folie mit und ohne Hochspannung. a) - c) biaxial vorgestreckte Proben und d) - f) PS vorgestreckte Proben.

kleinen Dehnungen ist die Elektrode gefaltet. Generell steht eine gefaltete Dünnschicht unter Druckspannung. Eine von außen aufgebrachte Dehnung entspannt die Dünnschicht. Abhängig von der vorliegenden Faltenstruktur gibt es einen kleinen Dehnungsbereich am Anfang, in dem eine mechanische Aussteifung des Dielektrikums durch die Falten nicht stattfindet. Die Falten werden zuerst nur in einer möglichst einfachen Form entfaltet und bauen dabei selbst Druckspannungen ab. Ist dieser Puffer der einfachen Entfaltung erschöpft, finden Umorientierungsprozesse der Falten statt, es entstehen Defekte in der Faltenoberfläche und es bilden sich aufgrund der Querkontraktion neue Falten. Dadurch steigt die benötigte Kraft im Zugversuch an. Die Kraftverläufe der unbeschichteten und der beschichteten Folie heben sich dann voneinander ab. Bei biaxial vorgestreckten Proben ist eine einfache Entfaltung der ungeordneten Struktur nur sehr begrenzt möglich, da viele, nicht senkrecht zur Zugrichtung orientierte Falten umorientiert werden müssen. Die Kraftkurven der biaxial vorgestreckten Proben lösen sich daher schon bei vergleichsweise kleinen Dehnungen von der mechanischen Referenzkurve. Die Kraftverläufe von PS vorgestreckten Proben sind über einen größeren Dehnungsbereich mit der mechanischen Referenz deckungsgleich. Die Entfaltung der geordneten Struktur ist mechanisch nicht so aufwändig, da die Falten in diesem Versuch für die Zugrichtung die passende Ausrichtung besitzen.

Tabelle 4-3: NiCr-Schichten: Vergleich der Hystereseflächen für die verschiedenen Schicht- und Vorspannungsvariationen.

Hysterese (mJ)			Hysterese (mJ)		
biax	$\varepsilon=50\%$, 0kV	$\varepsilon=50\%$, 2kV	PS	$\varepsilon=70\%$, 0kV	$\varepsilon=70\%$, 2kV
mechan. Referenz	0,057	-	mechan. Referenz	0,102	-
C+NiCr	0,225	0,164	C+NiCr	0,284	0,220
NiCr+C	0,194	0,229	NiCr+C	0,268	0,196
NiCr	0,185	0,159	NiCr	0,175	0,129

Bei allen Kurven ist eine Hysterese zu erkennen. Bei der mechanischen Referenz ist die Hysterese so gering, dass sie in obiger Darstellung nicht aufgelöst wird (vgl. **Abbildung 4-15**). Die Hysterese der noch unbeschichteten Referenz geht zurück auf die innere Reibung von Polymerketten. Diese richten sich während des Zugversuches entsprechend der äußeren Kraft neu aus und ordnen sich um. Umlagerungs- und Abgleitvorgänge auf molekularer Ebene erfordern Energie beim Belasten und beim Entlasten der Polymerfolie. Eine aufgesputterte Dünnschicht erhöht neben der Kraft auch die Hysterese des Gesamtsystems. Die Fläche der Hysterese entspricht dem Energieverlust innerhalb eines Zyklus. Es muss beim Zugversuch also Energie zum Entfalten und Auffalten der Falten aufgebracht werden. Die kleinste Hysterese für beide Vorspannungsfälle zeigt die NiCr-Schicht. Die Hysterese steigt über die NiCr+C-Schicht hin zur C+NiCr-Schicht an. Dieses Verhalten ist sowohl bei angelegter Spannung als auch bei spannungsfreier Messung zu erkennen. Die Hysterese einer entsprechenden Schicht- und Vorspannungskombination verkleinert sich, wenn eine Hochspannung während der Messung an der Probe anliegt. Bei angelegter Hochspannung wird weniger mechanische Arbeit benötigt um den Zugversuch durchzuführen. Folglich sind die Verluste auch geringer. Einzig bei der biaxial vorgestreckten NiCr+C-Schicht erhöht sich die Hysterese bei angelegter Spannung deutlich. An dieser Stelle wird hier aber von einem Ausreißer ausgegangen und dieses spezielle Ergebnis wird nicht näher beachtet.

Wird der Zugversuch idealisiert als ein Pure Shear Zugversuch angesehen, so bedeutet eine uniaxiale Dehnung von 50 % bzw. 70 % eine jeweilige Enddicke von 26,6 μm bzw. 23,5 μm . In allen Fällen wurde eine Spannung von 2 kV angelegt. Dies entspricht bei 70 % Dehnung einer anliegenden Feldstärke von 85 V/ μm , was geringfügig höher ist als der im Datenblatt angegebene Wert von 80 V/ μm für die Spannungsfestigkeit.

4.2.2 Nickel-Schichtvariationen

In diesem Abschnitt erfolgt die Vorstellung der Ergebnisse der Ni-Reihe. Sowohl Ni-Dünnschichten mit einer Dicke von ca. 10 nm als auch Ni+C- und C+Ni- Sandwichschichten mit einer Gesamtdicke von 20 nm werden auf Wacker-Folie abgeschieden, wieder entweder 37,5 % biaxial oder 57,5 % PS vorgestreckt und nach der Beschichtung entspannt. In der Nickel-Reihe kommen zudem noch höhere Vorspannungen von 57,5 % biaxial bzw. 83 % PS zum Einsatz. Ausgehend vom entspannten Zustand erfolgen die elektromechanische Charakterisierung und die Untersuchung der Schichthaftung, der Widerstandsverläufe und der Kapazität als Funktion der Dehnung. Ebenfalls finden Fatigue-Tests und Zugversuche mit und ohne Hochspannung statt. Die bereits teilweise publizierten Ergebnisse (vgl. [218–220]) werden hier vollständig vorgestellt und diskutiert.

Die Nickelelektroden sind die zweite untersuchte Konfiguration im Rahmen dieser Arbeit. Die Abwesenheit von Chrom in der Metallelektrode könnte zur stärkeren Interaktion zwischen Nickel und Kohlenstoff führen und somit die Dehnbarkeit der Sandwichelektroden weiter steigern. Die Adhäsion der Dünnschichten in Abwesenheit des Chroms muss allerdings zuerst kritisch beurteilt werden.

4.2.2.1 Untersuchung der Schichthaftung

Die Untersuchung der Schichthaftung aller Ni-Dünnschichtsysteme erfolgt mittels Peel-off

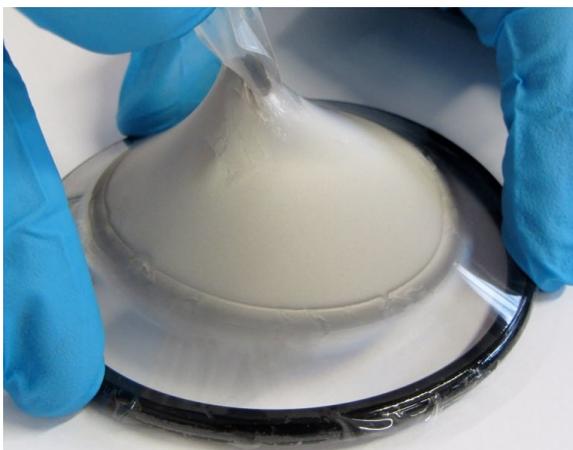


Abbildung 4-16: Ni-Schichten: Peel-off Test an einer Ni-Dünnschicht. Die Silikonfolie wird ausgelenkt ohne dass die Dünnschicht delaminiert.

Tests und ist qualitativ als ausreichend hoch zu bewerten. Beim Abziehen des Klebstreifens kann keine Delamination der Dünnschicht beobachtet werden. Ebenso ist ein Nachweis über abgelöste Dünnschichtrückstände auf dem abgezogenen Klebestreifen mit dem bloßen Auge nicht möglich. Die Schichthaftung reicht für den Anwendungsfall also völlig aus. Es können qualitativ keine Unterschiede zu NiCr-Dünnschichten festgestellt werden. Auf quantitative Untersuchungen wurde verzichtet.

4.2.2.2 Widerstandsmessungen bei vergleichbarer Vordehnung

Der Widerstandsverlauf einer beschichteten Wackerfolie als Funktion der Dehnung ist in **Abbildung 4-17** gezeigt sowohl für 37,5 % biaxial als auch für 57,5 % PS vorgestreckte Proben. Ein entsprechend farbiger Bereich umfasst alle Kurven einer bestimmten Elektrodenkonfiguration vom jeweiligen Minimum bis zum Maximum. Die Gesetzmäßigkeiten aus Abschnitt 4.2.1.2 können auf die Ni-Elektroden übertragen werden. Deshalb werden die Zusammenhänge im Folgenden nur kurz erläutert und für genauere Erklärungen auf den NiCr-Abschnitt verwiesen.

Die Anfangswiderstände liegen für beide Vorspannungen im Bereich von 40 Ω bis 250 Ω . Der rechnerische Widerstand von ca. 3,6 Ω wird nicht erreicht. Als Gründe sind ebenfalls wieder durch das Entspannen bedingte Vorschädigungen der Elektrode sowie Kontakt- und Übergangswiderstände im Messaufbau zu nennen. Bis zur Vordehnung steigt der Widerstand nicht an, die Falten werden lediglich entfaltet.

Beim Überschreiten der Vordehnung hängt der Widerstandsanstieg u.a. von der Art der Dünnschicht ab. Eine biaxial vorgestreckte, reine Nickelelektrode kann bis zu 100 % Dehnung zusätzlich zur Vordehnung aushalten, bevor die Grenze von 100 k Ω erreicht wird. Ein C+Ni-Sandwich übersteigt 100 k Ω allerdings schon bei 40 % zusätzlicher Dehnung, während das Ni+C-Sandwich diesen Wert bei knapp 60 % Dehnung erreicht. Für PS vorgedehnte Proben beträgt die maximal zusätzliche Dehnung bei der C+Ni-Schicht ca. 60 %. Für Ni+C bzw. für eine reine Ni-Schicht sind es jeweils 40 % bzw. 25 %, bevor im Schnitt 100 k Ω überschritten werden.

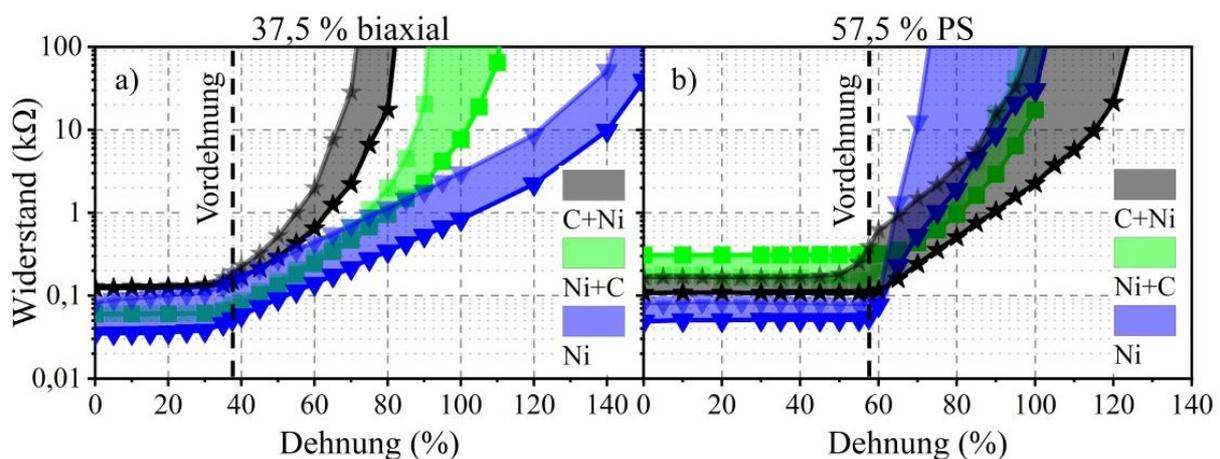


Abbildung 4-17: Ni-Schichten: Widerstandsverlauf als Funktion der Dehnung für alle Dünnschichtkonfigurationen sowohl für a) 37,5% biaxial vorgestreckte Proben als auch für b) 57,5% PS vorgestreckte Proben.

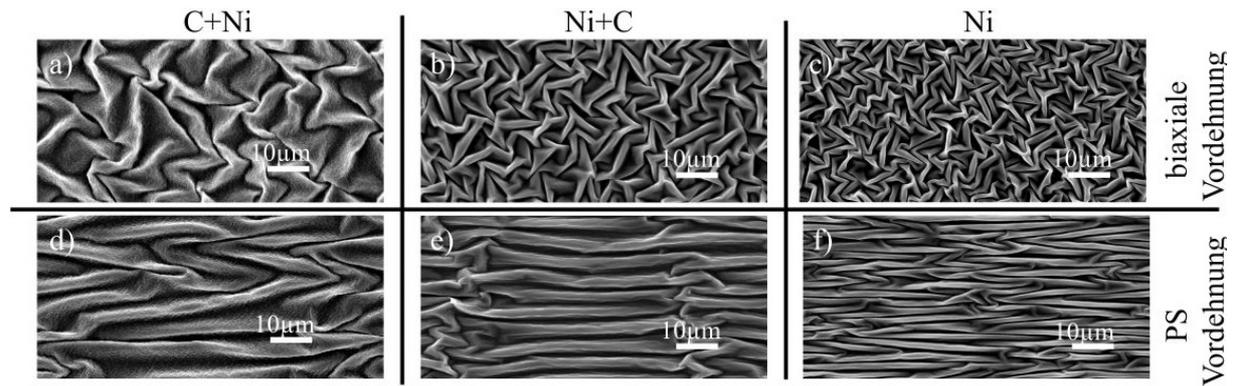


Abbildung 4-18: Ni-Schichten: Faltenstrukturen für die verschiedenen Dünnschichten, abgeschieden auf biaxial bzw. PS vorgestreckter Wacker-PDMS-Folie.

Der Anstieg des Widerstandes ist bei biaxial vorgestreckten Proben weniger direkt und flacher ausgeprägt, als bei PS vorgestreckten Proben. Der Grund der unterschiedlichen Verhaltensweisen liegt in der Faltenstruktur. Die Falten einer biaxial vorgestreckten Probe sind nach Entspannung ungeordnet, im Gegensatz zu einer geordneten Struktur mit Vorzugsrichtung bei PS vorgestreckten Proben (vgl. **Abbildung 4-18**). Rissinitiierungs- und Risswachstumsprozesse in den beiden Oberflächen unterscheiden sich grundlegend. In einer unregelmäßigen Oberfläche existieren bei uniaxialem Zug intrinsische Hindernisse gegen Risswachstum. Diese fehlen bei einer geordneten Struktur. Das Resultat ist eine höhere Schadenstoleranz für biaxial vorgestreckte Dünnschichtelektroden im uniaxialen Zugversuch. Für eine detaillierte Erklärung wird auf Kapitel 4.2.1 und **Abbildung 4-6** verwiesen. Eine Einteilung der Kurven in drei Bereich ist wieder auffällig. Dieses Phänomen wird in Kapitel 4.2.2.5, Abschnitt I-U-Kennlinie erläutert.

4.2.2.3 Widerstandsmessungen – erhöhte Vordehnungslevels

In **Abbildung 4-19** werden die Widerstandsverläufe von Dünnschichtelektroden abgebildet, welche auf unterschiedlich stark vorgespannten Folien abgeschieden wurden. Die farbigen Bereiche kennzeichnen den Wertebereich einer bestimmten Konfiguration, wieder eingefasst von den maximalen bzw. minimalen Werten von mindestens 4 einzelnen Messkurven. Die biaxiale Vorspannung wird für diese Versuche von 37,5 % auf 57,5 % und die PS-Vordehnung von 57,5 % auf 83 % erhöht. Dies entspricht einer Dehnungserhöhung von 20 % im biaxialen und von 25,5 % im PS-Fall. Die Daten der zu vergleichenden Vorspannverhältnisse sind dieselben wie in **Abbildung 4-17**. In **Abbildung 4-19** hingegen ist die y-Achse auf 50 k Ω

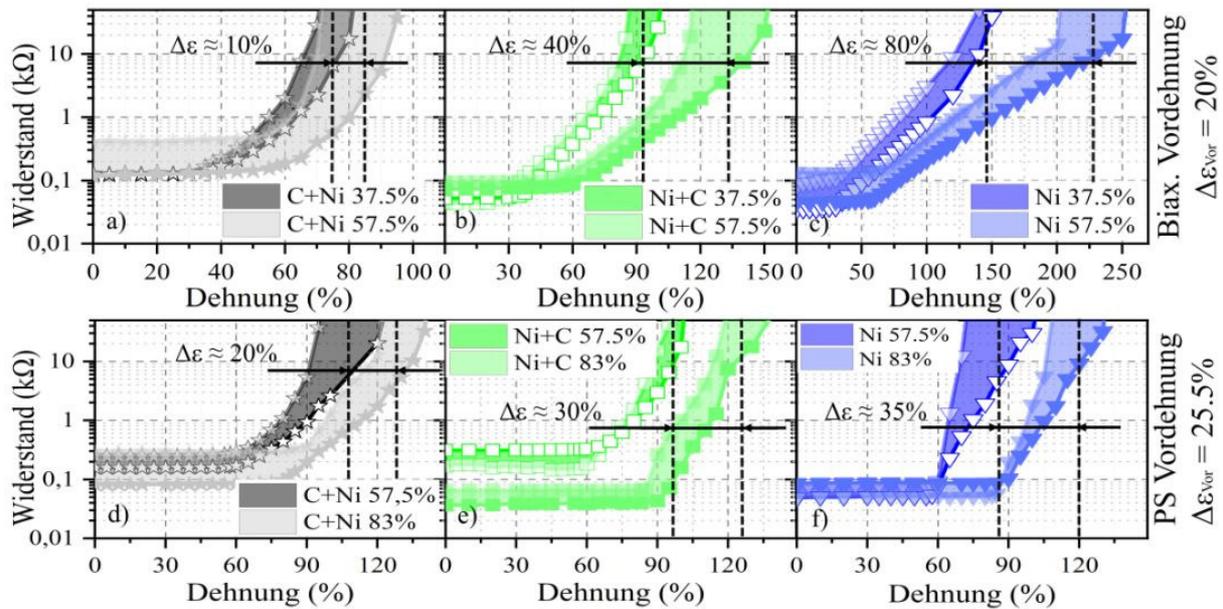


Abbildung 4-19: Ni-Schichten: Widerstandsverläufe auf biaxial und PS vorgestreckter Wacker-Folie mit erhöhter Vordehnung. Die Vordehnungen wurden von 37,5 % auf 57,5 % (biaxial) respektive von 57% PS auf 83% PS erhöht.

begrenzt, während die x-Achsen unterschiedlich skaliert sind. Die erste Reihe zeigt die biaxial, die zweite Reihe die PS vorgedehnten Proben.

Die Verschiebung der Widerstandsanstiege erweist sich als stark schichtabhängig. Eine Vergrößerung der biaxialen Vorspannung um 20 % resultiert in einer um 10 % gesteigerten Dehnbarkeit für C+Ni-Dünnschichtelektroden. Der Zugewinn ist also kleiner als die Erhöhung der Vordehnung selbst. Ni+C-Elektroden können ca. 40 % mehr gedehnt werden. Eine Erhöhung der Vorspannung um 20 % hat bei der reinen Nickeldünnschicht eine zusätzliche Dehnung von 80 % zur Folge. Insgesamt kann auf diese Weise eine Dehnung von max. 250 % erreicht werden. Ein ähnlicher Trend, allerdings mit anderen Absolutwerten, zeigt sich bei PS vorgestreckten Proben. Die C+Ni-Elektrode bleibt mit 20 % mehr Dehnung hinter dem Betrag der Erhöhung der Vordehnung zurück. Ni+C-Schichten können 30 % mehr gedehnt werden und reine Nickelschichten verbuchen einen Zusatz von 35 % zusätzlicher Dehnung (vgl. **Abbildung 4-19**).

Der Ursprung dieser Ergebnisse ist in den Schichteigenschaften zu finden. Die C+Ni-Schicht leistet einen deutlichen Widerstand gegen das im Anschluss an die Beschichtung stattfindende Relaxieren der Substratfolie. Der Widerstand gegen die Faltenbildung zeigt sich bei der Ni+C-Schicht weniger stark ausgeprägt.

Den kleinsten Einfluss hat die reine Ni-Schicht. Das kann über Dickenmessungen an beschichteten, entspannten Folien nachvollzogen werden. Die Dicke der reinen Wacker-Folie

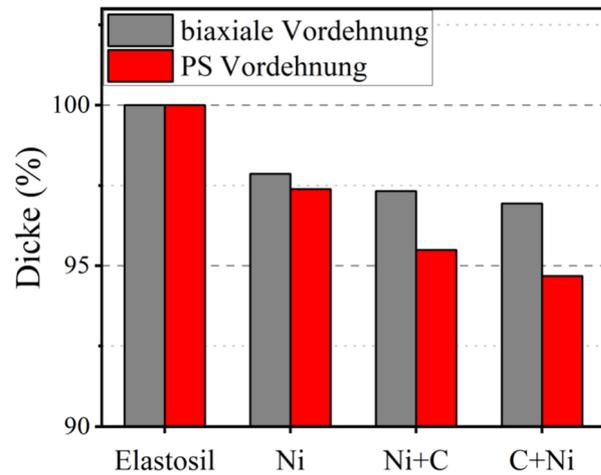


Abbildung 4-20: *Ni-Schichten:* Dickenmessungen der beschichteten Folien nach Entspannung. Die Messungen wurden an 37,5 % biaxial und 57,5 % PS vorgestreckten Proben durchgeführt.

entspricht 100 %. Eine beschichtete Folie ist nach ihrem Entspannen dünner als eine unbeschichtete (**Abbildung 4-20**). Die Dickenänderung erweist sich bei einem uniaxialen Dehnungszustand als proportional zu einer Längenänderung. Somit ist eine dünnere Folie nicht komplett entspannt. Durch die mechanische Gegenkraft der jeweiligen Dünnschicht kann die Folie nicht auf ihre Ursprungsgeometrie zurückschrumpfen. Daher ist der Probe vor Beginn eines Zugversuches noch eine undefinierte, intrinsische Dehnung aufgeprägt. Beim Zugversuch wird allerdings angenommen, dass die Probe komplett entspannt ist. Mit zunehmender Vordehnung werden die Druckeigenstressungen in einer Dünnschicht beim Entspannen und folglich auch der Widerstand gegen das Zusammenziehen der Folie größer. Folglich erhöht sich die intrinsische undefinierte Dehnung also weiter. Das heißt, eine Erhöhung der Vordehnung um einen gewissen Betrag führt nicht unmittelbar zu einer um den gleichen Betrag größeren Dehnbarkeit. Aufgrund der speziellen Faltenorientierung ist der Effekt bei PS vorgestreckten Proben stärker ausgeprägt.

4.2.2.4 Widerstandsmessungen – Einfluss von Schichteigenstressung

Bei der beidseitigen Beschichtung der PDMS-Folien tritt während den Beschichtungsreihen eine vermehrte Rissbildung in den Dünnschichtelektroden auf. Die Risse zeigen sich direkt nach der Beschichtung auf der noch im Rahmen gespannten und glatten Folie. Sind einmal Risse vorhanden, können weitere Risse beim Entspannen der Probe nicht verhindert werden, sodass ein erhöhter Ausschuss auftritt. Um die Rissbildung zu verstehen und einzudämmen, wird eine Eigenstressstudie der Dünnschichten auf Glas durchgeführt, deren Ergebnisse dann auf Dünnschichten übertragen werden, welche auf Folie abgeschieden werden.

Abbildung 4-21 zeigt die Eigenstressung als Funktion des Prozessdruckes von gesputterten Ni-Dünnschichten auf Glasobjektträgern. In schwarz sind die tatsächlichen Messpunkte und die entsprechenden Fehlerbalken zu sehen. In rot ist ein polynominaler Fit dargestellt. Positive

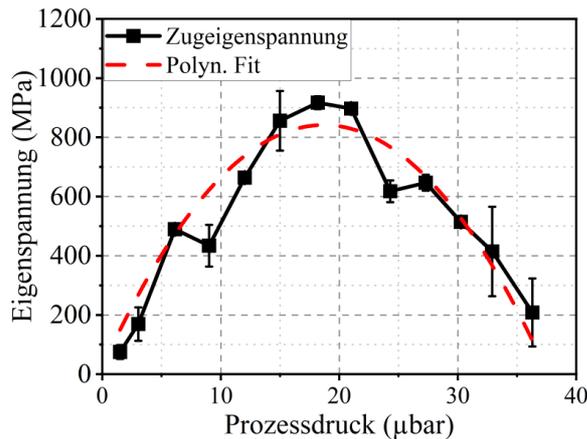


Abbildung 4-21: *Ni-Schichten: Schichteigenspannungen der Ni-Dünnschichten in Abhängigkeit vom Ar-Prozessdruck.*

Eigenspannungswerte sind gleichbedeutend mit Zugeigenspannungen. Neben den in Abschnitt 3.5.2 genannten Materialparameter, wird in **Formel 3-2** eine konstante Dicke von 115 nm für alle Proben eingesetzt, die aus der Sputterzeit von 45 Sekunden resultiert. Bei 1,5 µbar ist die Schichteigenspannung mit ca. 100 MPa am geringsten. Die Eigenspannung steigt dann bis auf ca. 900 MPa bei 18 µbar an, bevor sie dann wieder auf knapp 200 MPa bei 36 µbar abfällt. Die Messkurve gleicht einer umgedrehten Parabel und kann als solche gefittet werden. Der zu Beginn der Arbeit ausgewählte Prozessdruck für die Metaldünnschichten wurde auf 18 µbar festgelegt, da bei diesem Wert bei Vorversuchen auf Glasobjektträger sehr gut haftende Schichten erzeugt werden konnten. Nun stellt sich jedoch heraus, dass dies gerade der Prozessdruck ist, bei dem Dünnschichtelektroden die größte Zugeigenspannung aufweisen, was die häufige Rissbildung erklärt. Nach Auswertung der Messreihe erfolgt die Umstellung der Prozessdrücke für alle weiteren Metallbeschichtungen auf 1,5 µbar. Bei der Haftung auf Silikonfolie können keine Unterschiede zu den ursprünglich mit 18 µbar gesputterten Schichten festgestellt werden. Die spontane Rissbildung während der Beschichtung der vorgespannten Folie kann durch diese Maßnahme deutlich um schätzungsweise 95 % reduziert werden. Somit sind die Schichteigenspannungen als Ursache für die Rissbildung identifiziert. Noch tiefere Prozessdrücke erweisen sich als nicht realisierbar, da ein gewisser Mindestprozessdruck in der Kammer herrschen muss. Bei Drücken unterhalb von 1,5 µbar brennt das Ar-Plasma nicht mehr stabil und es kommt zu häufigen Plasmaunterbrechungen. Schichten mit einer ebenfalls niedrigen Eigenspannung, welche bei hohem Prozessdruck von 36 µbar erzeugt werden, neigen weiterhin zur Rissbildung. Die Depositionsrate bei diesem hohen Prozessdruck wurde nicht ermittelt. Es besteht die Möglichkeit, dass diese stark von den beiden anderen Werten abweicht und somit die errechneten Eigenspannungswerte fehlerhaft sein können. Dieser Sachverhalt wurde nicht abschließend geklärt, da mit 1,5 µbar ein Prozessdruck existiert, mit dem die Herstellung von rissfreien Dünnschichtelektroden auf Wacker-Folie möglich ist.

Abbildung 4-22 zeigt den Einfluss der Eigenspannung der Nickelschicht auf die

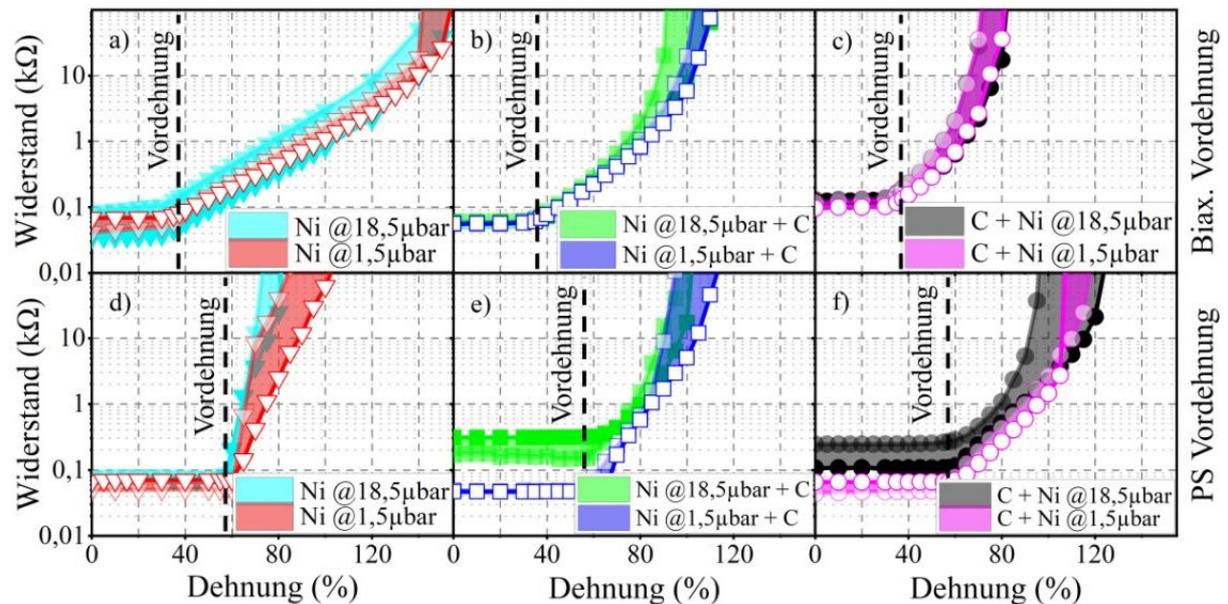


Abbildung 4-22: Ni-Schichten: Widerstandsverläufe der einzelnen Schichtvariationen in Abhängigkeit der Dehnung. Als Parameter ist die prozessdruckabhängige Eigenspannung der Nickelschicht dargestellt. Entsprechend **Abbildung 4-21** entspricht Ni@18,5µbar einer Dünnschicht mit einer hohen Eigenspannung und Ni@1,5µbar einer Dünnschicht mit niedriger Eigenspannung.

Widerstandsverläufe der einzelnen Schichtvariationen. Auf diese Weise werden Schichten mit hoher Eigenspannung mit Schichten niedriger Eigenspannung verglichen, wobei lediglich die Eigenspannung der Nickelschicht verändert ist. Der Prozessdruck der Kohlenstoffschicht und demzufolge deren Eigenspannungen bleibt hingegen unverändert.

Im Falle einer biaxialen Vordehnung ist zu erkennen, dass es keinen Unterschied macht, ob eine Nickelschicht mit hoher oder niedriger Eigenspannung gedehnt und gemessen wird (vgl. **Abbildung 4-22** a,b,c). Die Widerstandskurven und die maximal erreichbare Dehnung der Schichtkonfigurationen erweisen sich als fast deckungsgleich. Dies ist besonders bei der C+Ni-Konfiguration zu erkennen. Bei den anderen Schichten Ni und Ni+C verkleinert sich durch spannungsarmes Nickel lediglich die Streubreite der Messungen.

PS vorgestreckte Proben zeigen allerdings eine schichtkonfigurationsabhängige Verbesserung der Dehnbarkeit der Elektroden. Die Dehnbarkeit der C+Ni-Schicht ist unabhängig von dem Eigenspannungszustand der Nickelschicht. Eine spannungsarme Nickelschicht als Bestandteil des Ni+C-Sandwiches resultiert in einer um etwa 10 % gesteigerten Dehnbarkeit. Bei einer reinen Nickelschicht fällt die Steigerung um 20 % aus.

Der unterschiedliche Einfluss des Eigenspannungszustandes der Nickelschicht auf die verschiedenen Dünnschicht- und Vorspannkonfigurationen kann durch die Faltenstruktur erklärt werden. Das Prinzip der Rissinitiierung und der Rissausbreitung bei biaxial

vorgestreckten Proben (siehe 4.2.1 – Widerstand) ist dominant gegenüber der Rissgefährdung durch den Eigenspannungszustand. Bei einer biaxial vorgesteckten Probe liegen strukturelle Hindernisse gegen die Rissausbreitung vor. Diese werden bei einer uniaxialen Messdehnung nicht vollständig aufgelöst und sorgen unabhängig vom Eigenspannungszustand der Dünnschicht für ein erschwertes Risswachstum. Der Effekt dieser intrinsischen Schadensbegrenzung ist so dominant, dass der Einfluss einer spannungsarmen Dünnschicht auf der oben gezeigten Skala nicht sichtbar wird.

Eine PS vorgestreckte Dünnschichtelektrode mit einer geordneten und parallel ausgerichteten Faltenstruktur kann hingegen von einer spannungsarmen Dünnschicht profitieren. Bei einer uniaxialen Dehnung wird die Struktur nahezu perfekt geglättet. Bei Dehnung oberhalb der Vordehnung liegen keine strukturellen Hindernisse gegen Rissbildung und Risswachstum vor. Eine Dünnschicht mit niedriger Eigenspannung kann deshalb im geglätteten Zustand eine höhere äußere Last aufnehmen, bevor sie Risse ausbildet. Dies ist in der relativ deutlichen Verbesserung der Dehnbarkeit einer spannungsarmen reinen Ni-Schicht zu erkennen (**Abbildung 4-22 d**). Im Zweischichtsystem Ni+C wird dieser Effekt nicht mehr so deutlich, da die Kohlenstoffschicht ihrerseits nicht optimiert wurde. Bei der C+Ni-Elektrode verschwindet der Einfluss einer spannungsoptimierten Dünnschicht komplett. Die Faltenstrukturen einer Ni+C- und einer C+Ni-Schicht unterscheiden sich optisch klar voneinander (vgl. **Abbildung 4-18**). Die Ni+C-Dünnschicht ähnelt der Ni-Schicht, wohingegen die C+Ni-Schicht ein anderes Bild zeigt. Demnach ist anzunehmen, dass die Ni-Schicht im C+Ni-Sandwich deutlich an Einfluss verliert und daher auch der Einfluss einer spannungsarmen Nickel-Deckschicht nicht zu erkennen ist.

Der Eigenspannungszustand hat also nicht immer einen direkten Einfluss auf den Widerstandsverlauf. Eine Dünnschicht mit niedriger Eigenspannung reduziert allerdings die Rissbildung bei der Probenherstellung. Aus diesem Grund sollte immer eine spannungsarme Dünnschicht als Elektrode verwendet werden.

4.2.2.5 Widerstandsanstieg – I-U-Kennlinie und Rissbildung

Werden die Widerstandsverläufe auf einer logarithmischen y-Achse über der Dehnung geplottet, so sind oftmals drei Abschnitte zu erkennen (vgl. **Abbildung 4-4**, **Abbildung 4-17**, **Abbildung 4-19**, **Abbildung 4-22**). Eine schematische Vereinfachung zeigt **Abbildung 4-23**.

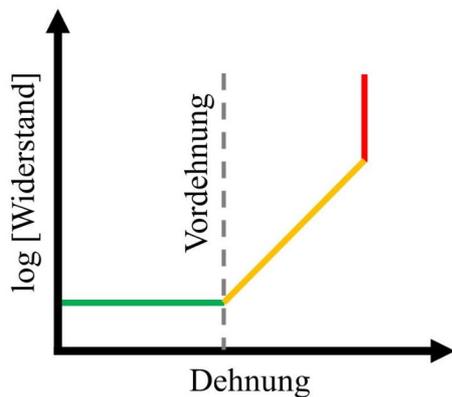


Abbildung 4-23: Schematische Darstellung des Widerstandsverlaufs über der Dehnung.

Im ersten Abschnitt der Kurve (grünes Teilstück) ändert sich der Widerstand nicht. Bis zum Level der Vordehnung werden die Falten nur entfaltet. Es findet keine Schädigung der Elektrode statt. Im letzten roten Abschnitt der Kurve steigt der Widerstand stark an. Bei dieser Dehnung perkolieren vorhandene Risse und wandern durch die komplette Probe. Im mittleren gelben Teil der Kurve ist ein konstanter Widerstandsanstieg zu erkennen. Mathematisch bedeutet ein linearer Anstieg auf einer logarithmischen Skala, dass ein exponentieller

Zusammenhang vorliegt. Die physikalischen Hintergründe dieses Anstieges werden im Folgenden diskutiert.

In Abschnitt 3.2.2 sind die Modelle der Schichtbildung während eines Sputterprozesses aufgeführt (**Abbildung 3-7**). Gerade bei dünnen Schichten kann es vorkommen, dass der Schichtaufbau nicht als geschlossene Schicht erfolgt, sondern einzelne Inseln nebeneinander in losem Kontakt vorliegen. Im gestauchten, gefalteten Zustand der Dünnschicht werden die Inseln zueinander geschoben und die Lücken geschlossen. Erfolgt eine Überschreitung der Vordehnung im Zugversuch, so würden sich die Inseln im mikroskopischen Maßstab separieren. Elektronen, welche durch die inselförmige Schicht wandern, müssen diese kleinen Abstände dann durch sogenanntes Elektronen-Hopping oder durch Tunneln überbrücken. Der Widerstand R bei Tunneleffekten ist dabei proportional zur Exponentialfunktion des Inselabstandes l und einer Tunnelkonstanten β (siehe **Formel 4-1**) sowie zum Anfangswiderstand R_0 [221].

$$R \propto R_0 * \exp(\beta l)$$

Formel 4-1

Liegt als Leitungsmechanismus der Tunneleffekt vor, ist das lineare ohm'sche Gesetz nicht mehr gültig, sodass über die Aufnahme der I-U-Kennlinie herausgefunden werden kann, welcher Leitungsmechanismus vorliegt.

Verschiedene exemplarische I-U-Messkurven sind in **Abbildung 4-24** dargestellt. Teil a) zeigt die Messkurve einer biaxial vorgestreckten C+Ni Dünnschicht bei einer Dehnung von 45 %. Aus Strom und Spannung ergibt sich eine maximale in der Probe umgesetzte Leistung von

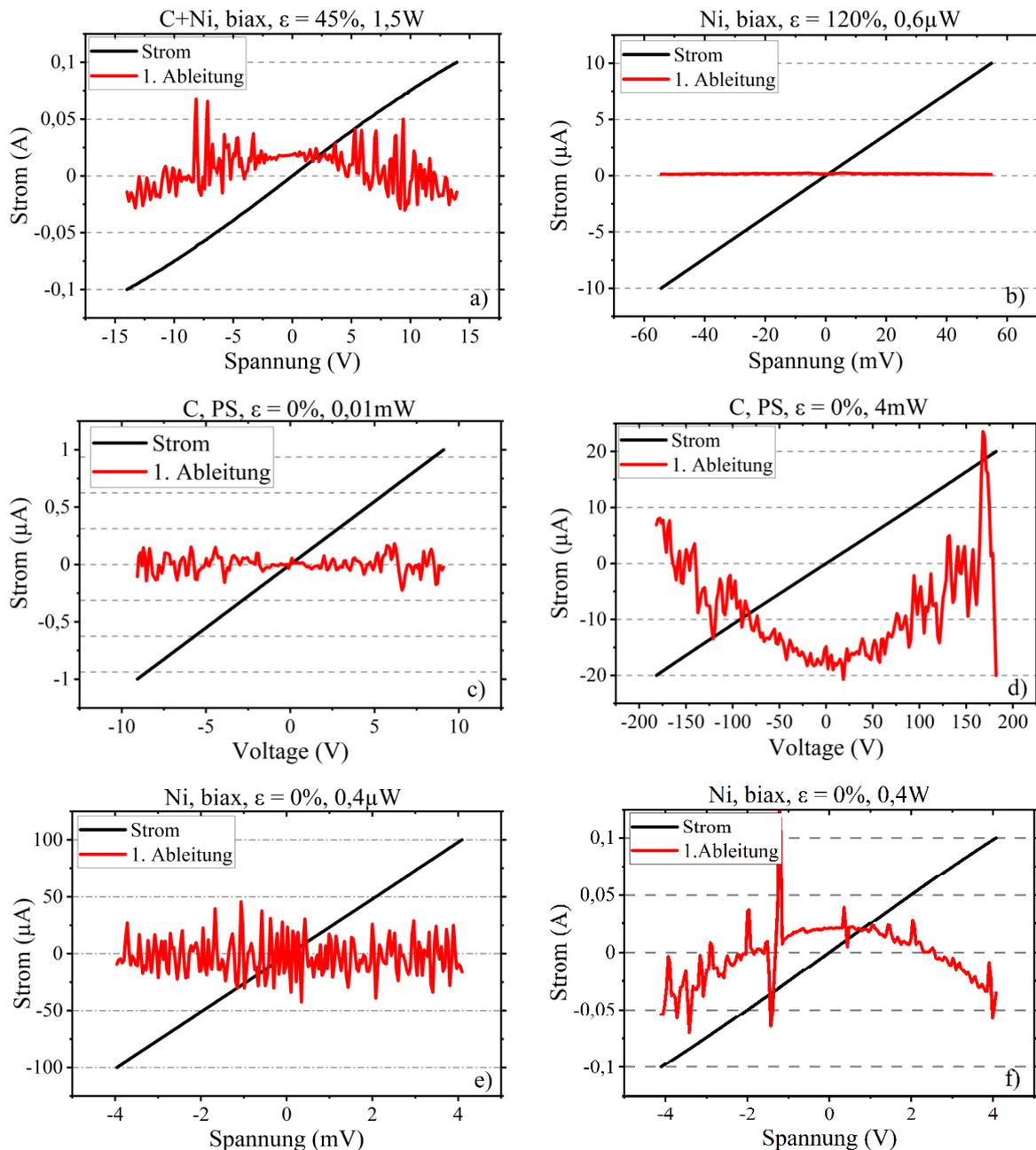


Abbildung 4-24: Ni-Schichten: exemplarische I-U-Kennlinien verschiedener Dünnschichten, gemessen bei verschiedenen Dehnungen und in verschiedenen Strom-Spannungsbereichen mit unterschiedlichen Leistungen.

1,5 W. Es ist eine klare Krümmung in der Stromkurve und in der ersten Ableitung zu erkennen. Die Krümmung passt allerdings nicht zu einer Tunnelleitung, dafür müsste die erste Ableitung linksgekrümmt sein. Durch die hohe Leistung erwärmt sich die Probe, wodurch sich offenbar der Widerstand erhöht. Dies resultiert in einer Abnahme der Steigung der I-U-Messkurve. Die Krümmung der Kurve zeigt also die typische Rechtskrümmung eines metallischen Widerstands mit positivem Temperaturkoeffizienten.

In Teil b) ist die I-U-Kennlinie einer biaxial vorgestreckten Nickeldünnschicht bei 120 % Dehnung und einer maximal umgesetzten Leistung von 0,6 μW aufgenommen. Bei dermaßen hohen Dehnungen oberhalb der Vordehnung könnte der Tunneleffekt als Leitungsmechanismus erwartet werden. Die Ergebnisse widersprechen dieser Idee. Es zeigt sich ein linearer Zusammenhang zwischen Strom und Spannung (**Abbildung b**). Der Wert der ersten Ableitung ist konstant. Also liegt auch hier kein Elektronen-Hopping oder Tunneln vor.

In **Abb. c-f**) sind je 2 Proben der gleichen Schicht mit unterschiedlichen Spannungen, also mit unterschiedlich umgesetzten elektrischen Leistungen, gemessen worden. Die reine Kohlenstoffschicht zeigt bei einer niedrigen Leistung von 0,01 mW einen linearen Verlauf (c). Die Erhöhung der Leistung auf 4 mW (d) geht einher mit einer Erwärmung der Elektrode. Die erste Ableitung zeigt folglich eine typische Linkskrümmung, wie sie für Materialien mit einem negativen Temperaturkoeffizienten, wie Kohlenstoff, charakteristisch ist (vgl. Kapitel 2.4.5). Wird eine reine Nickelelektrode durch eine höhere Messleistung erwärmt, so offenbart sich die erste Ableitung als rechtsgekrümmt (e & f). Dies ist typisch für das Verhalten von metallischen Widerständen mit positivem Temperaturkoeffizienten (vgl. Kapitel 2.4.2 & 2.4.3).

Sofern die eingespeiste Leistung bei der Messung geringgehalten wird, kann für alle Elektrodenkonfigurationen ein linearer Zusammenhang zwischen Strom und Spannung bestätigt werden. Eine eventuell auftretende Krümmung der Kurven hat ihren Ursprung alleine in der Erwärmung der Proben. Die Links- bzw. Rechtskrümmungen der ersten Ableitungen sind dann typisch für positive bzw. negative Temperaturkoeffizienten. Die Ergebnisse belegen, dass eine 10 nm dicke Nickeldünnschicht eine zusammenhängende Schicht ausbildet. Der Leitungsmechanismus des Elektronenhoppings oder -tunneln kann auch bei großen Dehnungen ausgeschlossen werden.

Dieses Ergebnis deckt sich mit der Literatur. Die „Quick and cold rule“ besagt, dass die Kombination eines kalten Substrats und einer hohen Sputterrate auch bei dünnen Schichtdicken zu einer zusammenhängenden Schicht führt [222]. Die Dünnschichtabscheidung in der eigenen Arbeit erfolgt auf einem nicht beheizten Substrat. Durch das Sputtern mit einem Magnetron-Target werden hohe Depositionsraten erzielt und eine 10 nm dicke Schicht entsteht in 5 Sekunden bei 300 W.

Der Widerstand einer zusammenhängenden Dünnschicht ist im Vergleich zu einer aus Inseln bestehenden Dünnschicht um mehrere Größenordnungen geringer. Dies wurde an Silberschichten bei Byon et al. gezeigt [223]. Die in der eigenen Arbeit gemessenen Anfangswiderstände in der Größenordnung von 100 Ω erweisen sich also als ein weiterer Indikator für eine zusammenhängende Dünnschicht.

Nickeldünnschichten, welche in einer Studie von Sewing et al. durch Pulsed Laser Deposition hergestellt werden, zeigen eine Inselkoaleszenz schon ab einer Dicke von knapp 2,1 nm [224]. In der eigenen Arbeit findet zwar das Sputterverfahren Anwendung zur Abscheidung der Dünnschichten, diese besitzen allerdings die vier- bis fünffache Dicke. Es kann also von einer zusammenhängenden Schicht ausgegangen werden. Laut Sewing et al. hat eine Kohlenstoffschicht in einem Kohlenstoff-Nickelverbund keinen wesentlichen Einfluss auf die Leitfähigkeit der Dünnschichten [224].

Der in **Abbildung 4-23** gezeigte exponentielle Widerstandsanstieg muss seinen Ursprung also im mechanischen Versagen der Dünnschicht haben. Wird für die Dünnschicht eine Volumenkonstanz angenommen und ein uniaxialer Zugversuch durchgeführt, so ist der Widerstand R proportional zum Quadrat des Quotienten aus aktueller Länge L und Ausgangslänge L_0 (Formel 4-2). R_0 ist der Anfangswiderstand [225].

$$R = R_0 \left(\frac{L}{L_0} \right)^2 \quad \text{Formel 4-2}$$

Die reine geometrische elastische Verformung kann einen exponentiellen Widerstandsanstieg nicht erklären. Laut Glushko et al. gibt es neben dem geometrischen Beitrag zur Widerstandserhöhung noch einen strukturellen Beitrag. Dieser umfasst die Phänomene der Rissbildung, Rissinitiierung, Erhöhung der Anzahl an Punktdefekten, Korngrenzendichteänderungen, lokale Ausdünnung und Versetzungstau an Korngrenzen [225]. Es gibt in der Literatur verschiedene entwickelte Modelle zur mathematischen Beschreibung einzelner Prozesse. Im Folgenden soll ein kleiner Überblick geliefert werden.

An ITO-Schichten, welche durch Elektronenverdampfung auf Polyimid erzeugt werden, kann nachgewiesen werden, dass ein ansteigender Widerstand bei Dehnung nicht direkt mit der Rissdichte korreliert [226]. Zu Beginn bilden sich viele kleine Risse bei niedriger Dehnung aus. Der Widerstandswert steigt jedoch noch nicht an. Erst wenn die Risse wachsen und sich die Risse öffnen, steigt der Widerstand sehr schnell sehr stark an. In diesem Zustand nimmt die Rissdichte allerdings dann nicht mehr nennenswert zu [226].

Hamasha et al. untersuchen den Rissabstand in Abhängigkeit der Schichtdicke und der Dehnung in Aluminiumdünnschichten, welche auf PET aufgesputtert werden. Dünnere Schichten bilden viele kleine Risse mit einem kleinen mittleren Rissabstand. Bei dicken Dünnschichten entstehen wenige große Risse mit vergleichsweise großem Rissabstand. Ein Netzwerk aus

vielen kleinen Rissen offenbart einen geringeren Widerstandsanstieg bei Dehnung als ein grobes Rissnetzwerk bei dicken Dünnschichten [213].

Die Widerstandsänderung als Funktion der Rissdichte und der Risslänge beschreiben Glushko et al. [227,228]. Hier erfolgt die Untersuchung von knapp 800 nm dicke Silberschichten, welche mit Ink-Jet auf PEN-Folie aufgebracht werden.

Keine der bisher vorgestellten Arbeiten liefert ein mathematisches Modell, welches einen exponentiellen Anstieg des Widerstandes über der Dehnung erklärt. Die beschriebenen Modelle arbeiten mit der Annahme, dass die Risse sich gegenseitig nicht beeinflussen und nicht koaleszieren. Diese Annahme bildet die Realität von DE-Elektroden nur sehr begrenzt ab und hätte lediglich für große Rissabstände und kleine Dehnungen Bestand. Bei den oben beschriebenen Arbeiten geht es weiterhin um andere Dünnschichtsysteme. Dies betrifft neben Material und Dicke auch das Substratmaterial. Somit sind die oben vorgestellten Modelle wohl auch nicht auf DE-Anwendungen übertragbar.

Mathematische Modelle zur Beschreibung der Vorgänge der Rissinitiierung, des Risswachstums und der Risskoaleszenz von Dünnschichten auf flexiblen Substraten sind bisher nicht bekannt. Andere Forscherteams publizieren ähnliche experimentelle Beobachtungen mit exponentiell ansteigenden Widerstandsverläufen, allerdings keine Modellberechnung der Verläufe.

Baetens et al. untersuchen auf PDMS abgeschiedene Chrom-Gold-Schichten [229]. Sie berichten von einem exponentiellen Widerstandsanstieg bei Dehnung. Deren Messungen der I-U-Kennlinien schließen allerdings ein Elektronenhopping aus [229]. Golddünnschichten auf PDMS zeigen ebenfalls einen exponentiellen Widerstandsanstieg, wenn sie gedehnt werden [230].

Ein Indiz, dass die Widerstandsverläufe der eigenen Messungen an mechanische Mechanismen gekoppelt sind, zeigt sich in den Messkurven. Da der Tunneleffekt reversibel ist, müsste der Widerstandsanstieg einer Probe, welche mehrere Zyklen durchläuft, immer exponentiell sein. Dies ist nicht der Fall (siehe **Abbildung 4-25 a**). Nur der Hinweg des ersten Zyklus zeigt den linearen Bereich auf der logarithmischen Skala. Schon der Rückweg in den Ausgangszustand sowie die folgenden 2 Zyklen zeigen das klassische Widerstandsverhalten von Rissöffnungs- und Rissschließvorgängen [211,231]. Wird danach die Dehnung des Zugversuches von 100 % auf 120 % erhöht, so kommt es im vierten Zyklus bis zum Erreichen der 100 % Dehnung zur Rissöffnung. Auf den zusätzlichen 20 % Dehnung werden wieder neue Risse gebildet. Dies lässt sich dann in einem kleinen exponentiellen Teilstück erkennen. Der Rückweg und der sich anschließende fünfte Zyklus folgen dann wieder den Gesetzen der Rissöffnung und der Rissschließung (vgl. **Abbildung 4-25 b**).

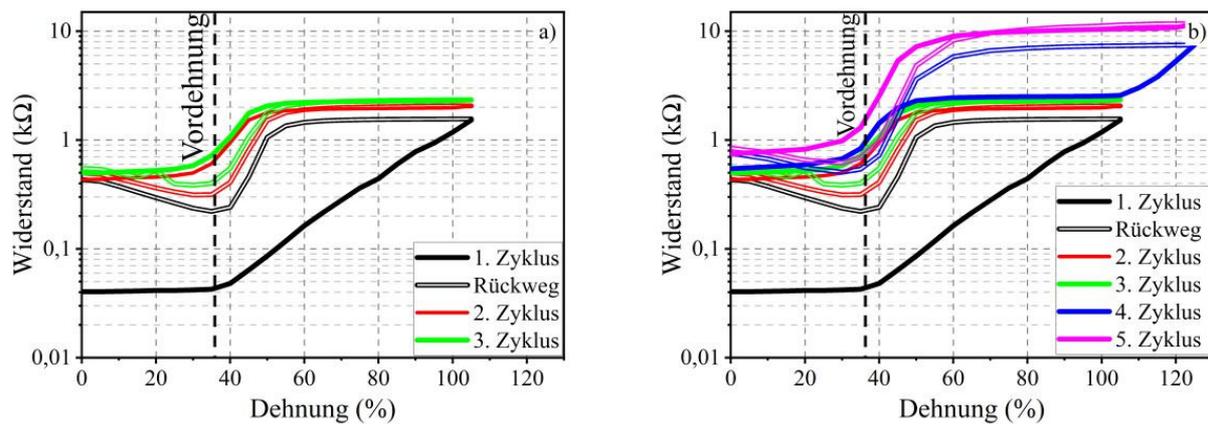


Abbildung 4-25: Ni-Schichten: Widerstandsverlauf einer 37,5% biaxial vorgestreckten Nickelprobe. a) 3 Zyklen bis 100 % Dehnung und b) 2 zusätzliche Zyklen bis 120 % Dehnung.

Nachdem sich beim ersten Dehnen Risse gebildet haben, geht der Widerstand nicht wieder auf den Ausgangswert zurück. Die Risschließung kann die anfänglich defektfreie Oberfläche nicht vollständig zurückbilden. In den folgenden Dehnungszyklen beginnt die Rissöffnung immer leicht vor dem Level der Vordehnung. Durch das inhomogene Spannungsfeld auf der Elektrodenoberfläche, welches durch die Faltenstruktur hervorgerufen wird, werden vereinzelt schon Risse geöffnet, bevor die Elektrode das Level der Vordehnung erreicht. Ist die Vordehnung überschritten, genügen etwa 20 % Dehnung bis alle Risse geöffnet sind. Dann ist der maximale Widerstand eines Zyklus erreicht. Die weitere Dehnung wird durch Rissaufweitung ohne weiteren Widerstandszuwachs kompensiert. Auf dem Rückweg eines jeweiligen Zyklus zeichnet sich auf der Höhe der Vordehnung ein Widerstandsminimum ab. Auf dem Level der Vordehnung sind die Risse gerade geschlossen. Wird nun weiter entspannt, bildet sich wieder eine wellige Oberfläche aus. Werden nun Grenzflächen von Rissen zusammengeschoben, so kann es passieren, dass diese sich beim weiteren Zusammenziehen aus der Ebene heraus verdrehen und gegeneinander verschieben. In diesem Fall bricht die elektrische Leitung zwischen den Rissflanken wieder ab. Dadurch steigt der Widerstand bis zur kompletten Entspannung wieder leicht an.

Insgesamt unterstreichen die hier durchgeführten Untersuchungen und Literaturstudien, dass es sich bei dem exponentiellen Widerstandsanstieg um ein mechanisches Phänomen der Rissbildung und des Risswachstums handeln muss. Elektronen-Hopping bzw. Tunneleffekte können durch die Messungen ausgeschlossen werden.

4.2.2.6 Geometrische Analyse der Falten

In **Abbildung 4-26 a)** ist die Wellenlänge der Falten in Abhängigkeit der Vordehnung und der Dünnschichtkonfiguration dargestellt. Die Wellenlänge steigt von der 10 nm dicken Ni-Schicht über die 20 nm dicke Ni+C- bis hin zur ebenfalls 20 nm dicken C+Ni-Schicht an. Zwischen biaxial und PS vorgestreckten Proben gibt es keine eindeutige Tendenz.

Werden die Materialparameter der Folie und der Nickeldünnschicht in die **Formel 2-2** bis **Formel 2-7** eingesetzt, so ergibt sich eine kritische Wellenlänge λ_{cr} von 1,92 μm und eine kritische Dehnung ε_{cr} von 0,026 %. Eine kritische Dehnung von fast Null bedeutet, dass sich schon bei kleinsten Dehnungen Falten bilden werden. Die nach den Formeln zu erwartende Wellenlänge ist 1,25 μm und die Amplitude A ist gleich 0,36 μm . Gerechnet wird mit einem E-Modul von Nickel von 200 GPa, einem E-Modul von PDMS von 2 MPa, einer Schichtdicke von 10 nm, einer Querkontraktion von Nickel von 0,31 und einer Querkontraktion von PDMS von 0,47. Auch bei der Ni-Dünnschicht sind die errechneten Werte kleiner als die gemessenen Werte. Die Unsicherheit der eingesetzten Materialparameter, ebenso wie die Grenzen des Modells im Bereich großer Dehnungen, sind hier wohl Gründe für die Abweichungen.

Die Abschätzung der kritischen Dehnungen eines Sandwichsystems ist in **Tabelle 4-4** gelistet. Die kritische Dehnung für Bi-Layer Faltenbildung ist in allen Fällen kleiner als die kritische Dehnung für Oberflächenfalten. Der extrem niedrige Zahlenwert deutet auf eine sehr hohe Triebkraft zu Bildung von Bi-Layer-Falten hin. In die Formeln werden die obengenannten Materialeigenschaften für Nickel und PDMS eingesetzt und die in Abschnitt 4.2.1.3 diskutierten Eigenschaften für Diamant bzw. Graphit. Die hierarchische Struktur der C+Ni-

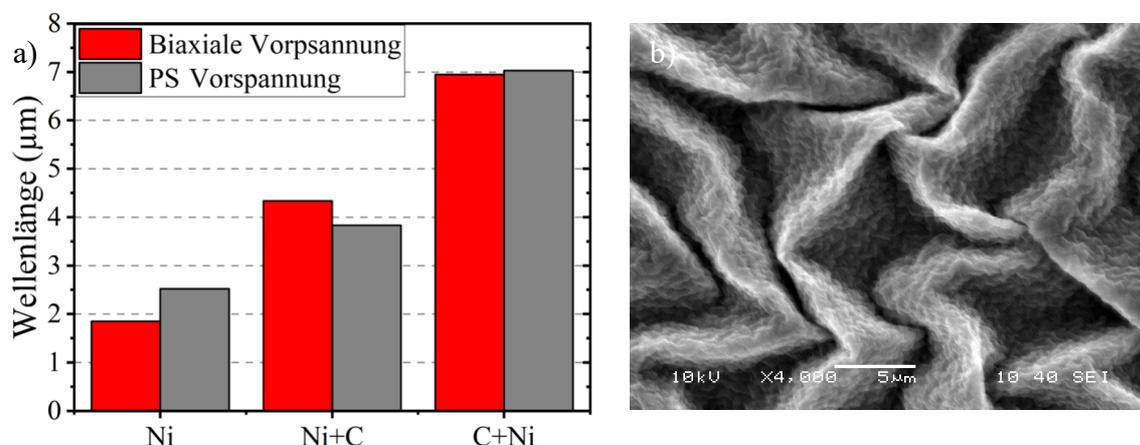


Abbildung 4-26: Ni-Schichten: a) geometrische Faltenanalyse. Schicht- und vordehnungsabhängige Wellenlänge der Falten, b) 4000-fache Vergrößerung der hierarchischen Faltenstruktur einer C+Ni-Sandwich-Dünnschicht.

Tabelle 4-4: Ni-Schichten: Kalkulation der kritischen Dehnungen für Ni+C- und C+Ni-Sandwichschichten. In allen Fällen ist die kritische Dehnung für Bi-Layer Falten kleiner.

	Ni+C			C+Ni	
	ϵ_{scr}^{OF} (%)	ϵ_{scr}^{BL} (%)		ϵ_{scr}^{OF} (%)	ϵ_{scr}^{BL} (%)
Graphit	10,76	0,15	Graphit	251,26	0,08
Diamant	142,62	0,05	Diamant	18,96	0,05

Dünnschicht (Abbildung 4-26 b) stammt auch hier von der Hierarchie der reinen Kohlenstoffschicht (vgl. Abbildung 4-11 b).

4.2.2.7 Kapazitätsmessungen

Abbildung 4-27 zeigt den Kapazitätsverlauf als Funktion der Dehnung für die jeweiligen Schicht- und Vorspannungskonfigurationen auf Wacker-Folien. Ein linearer Fit ist jeweils mit einer rot gestrichelten Linie dargestellt. Die Kapazität der Proben steigt linear bis über die Vordehnung hinaus an. Einzige Ausnahme ist eine auf einer PS vorgestreckten Probe abgeschiedene, reine Nickelschicht. Dieser Schichttyp zeigt auch den kritischsten Widerstandsverlauf mit der geringsten Schadenstoleranz auf PS vorgestreckten Proben. Es kommt schon früh zur Rissbildung. Erste kleine Risse haben auf den elektrischen Widerstand

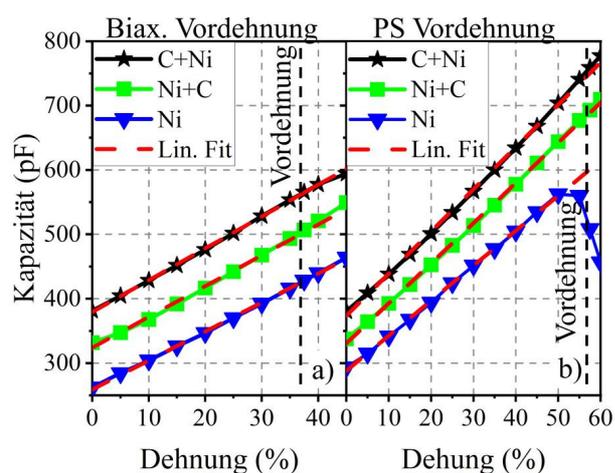


Abbildung 4-27: Ni-Schichten: Kapazitätsmessungen der einzelnen Schichtkonfigurationen sowohl auf a) biaxial vorgestreckten Folien als auch auf b) PS vorgestreckten Folien.

wenig Einfluss, da noch ein genügend großer Leitungsquerschnitt vorhanden ist. Führen diese Risse allerdings zur elektrischen Trennung einzelner Bereiche, so hat das einen direkten Einfluss auf die Kapazität.

Die Kapazitätskurven der drei Dünnschichten laufen für den jeweiligen Vorspannungszustand nahezu parallel, wobei die PS vorgestreckten Elektroden allgemein eine größere Steigung aufweisen. Dies hat geometrische Gründe und das Verhalten ist auf den Maskenprozess und die unterschiedlichen Vorspannungszustände zurückzuführen.

Die Anfangskapazität ist, wie bei NiCr, eine Funktion der Schichtzusammensetzung. Die Ursache ist der unterschiedlich starke mechanische Widerstand der Dünnschichten gegen das Entspannen der Folien. Die gemessenen Dickenunterschiede der einzelnen entspannten Folien in Abhängigkeit der Dünnschichten (**Abbildung 4-20**) bestätigen den in **Abbildung 4-27** gezeigten Trend.

Die theoretisch errechnete Anfangskapazität einer PS vorgestreckten Probe für eine Elektrodenfläche von $3,17 \text{ cm}^2$, einem ϵ_r von 3,3 und einer Foliendicke von $47,5 \text{ }\mu\text{m}$ ergibt 195 pF . Dieser Wert wird in den Messungen deutlich überschritten. Eine Vergrößerung der Elektrode durch das unscharfe Abbilden der Kanten während des Herstellungsprozesses führt zu diesem Ergebnis.

Die errechnete Steigung der Kapazitätskurven, unter der Annahme einer idealen Pure Shear Verformung bzw. einer uniaxialen Verformung bilden die Messdaten nicht ab. Dies zeigt, dass eine Mischform der beiden idealisierten Modelle vorliegen muss. Diese theoretischen Überlegungen sind in ihren Ergebnissen und grundsätzlichen Aussagen auf die biaxial vorgespannten Dünnschichtkombinationen übertragbar.

Für Ni-Dünnschichten zeigen sich also die gleichen Zusammenhänge wie für NiCr-Dünnschichten. Daher wird für detailliertere Herleitungen und Erklärungen auf den Abschnitt 4.2.1.4 verwiesen.

4.2.2.8 Fatigue-Test

Abbildung 4-28 zeigt die Ergebnisse der Fatigue-Messungen aller Ni-Dünnschichtkonfigurationen sowohl auf biaxial vorgestreckten Proben (Abb. a) als auch auf PS vorgestreckten Proben. Die Proben werden über 10 Millionen Zyklen bei einer Frequenz von 20 Hz mit einer mechanischen Dehnung beaufschlagt, während der Widerstand gemessen wird. Sofern die Testdehnung unterhalb der Vordehnung bleibt, erhöht sich der Widerstand über die 10 Millionen Zyklen fast nicht. Die Messkurven verlaufen in dieser Auflösung parallel zur x-Achse mit Widerständen kleiner als $300 \text{ }\Omega$. Die Kurven überlappen sich zum Teil, sodass nicht alle Kurven als einzelne Linien erkennbar sind.

Beim Überschreiten der Vordehnung steigt der Widerstand deutlicher an. Dennoch bleibt der Widerstand bei allen gemessenen Variationen kleiner als $5 \text{ k}\Omega$. Dabei werden PS vorgedehnte Proben $7,5 \text{ \%}$ oberhalb und biaxial vorgedehnte Proben sogar $12,5 \text{ \%}$ oberhalb der Vordehnung belastet. Das beste Ergebnis bei biaxial vorgestreckten Proben liefert die reine Nickeldünnschicht. Bei PS-Vordehnung ist eine reine Nickelschicht gegenüber der Ni+C- und

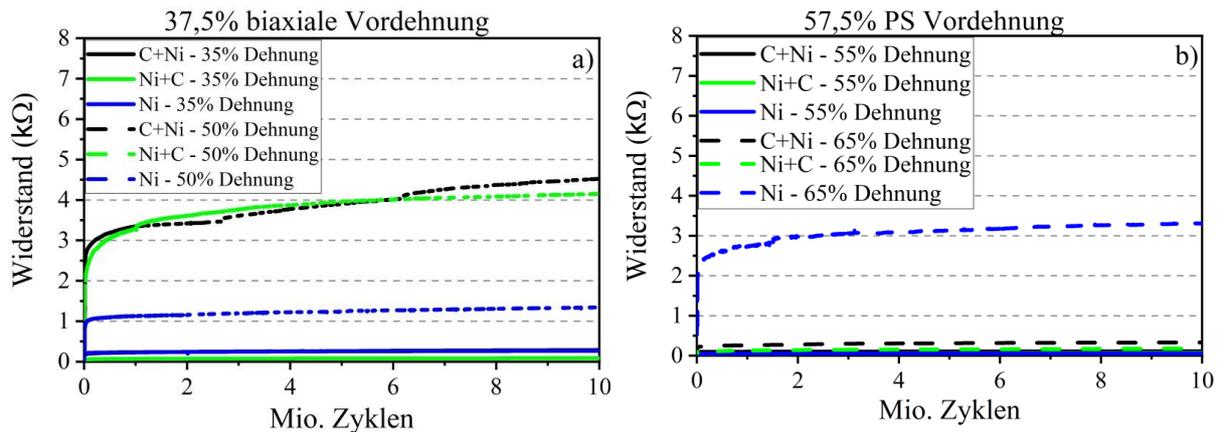


Abbildung 4-28: Ni-Schichten: Fatigue-Tests für alle Dünnschichtkonfigurationen auf a) 37,5% biaxial vorgestreckten Folien und b) 57,5% PS vorgestreckten Proben.

der C+Ni-Schicht unterlegen. Dies deckt sich mit den Widerstandsmessungen aus Abschnitt 4.2.2.2. Hier zeigt die reine Nickelschicht die höchste Schadenstoleranz auf biaxial vorgestreckten Proben und die C+Ni-Schicht die höchste Schadenstoleranz auf PS vorgestreckten Proben.

4.2.2.9 Hochspannungsmessungen

In **Abbildung 4-29** sind die Ergebnisse der Hochspannungsmessungen geplottet. Der Kraftverlauf einer entsprechenden Schichtkonfiguration bei Hochspannung (rote Kurve) wird mit dem Kraftverlauf der Schichtkonfiguration ohne Spannung (entsprechende Farbe) und mit der mechanischen Referenz verglichen (graue Kurve). Die Untersuchungen erfolgen sowohl an biaxial als auch an PS vorgestreckte Proben.

Für alle gemessenen Variationen kann das Grundprinzip der dielektrischen Elastomere gezeigt werden. Der Kraftaufwand zum Erreichen einer bestimmten Dehnung sinkt mit angelegter Hochspannung. Es entsteht eine deutliche Differenz zwischen den Kraftverläufen der nicht-aktivierten und der aktivierten DEs von 0,3 -0,5 N.

Bei biaxialer Vordehnung sind zu Beginn des Zugversuches die Kraftkurven der mechanischen Referenz und der nicht spannungsbeaufschlagten DEs deckungsgleich. Je nach Dünnschicht hebt sich im Laufe des Zugversuches die Kraftkurve des DEs früher oder später von der mechanischen Referenz ab. Der Kraftverlauf von PS vorgedehnten DEs liegt bis zur Vordehnung gleichauf oder sogar unterhalb der mechanischen Referenz. Bei beiden Vordehnungen steigert sich die Kraftantwort beim Überschreiten des jeweiligen Vordehnungslevels deutlich. Die Kraftverläufe können mit den schichtspezifischen

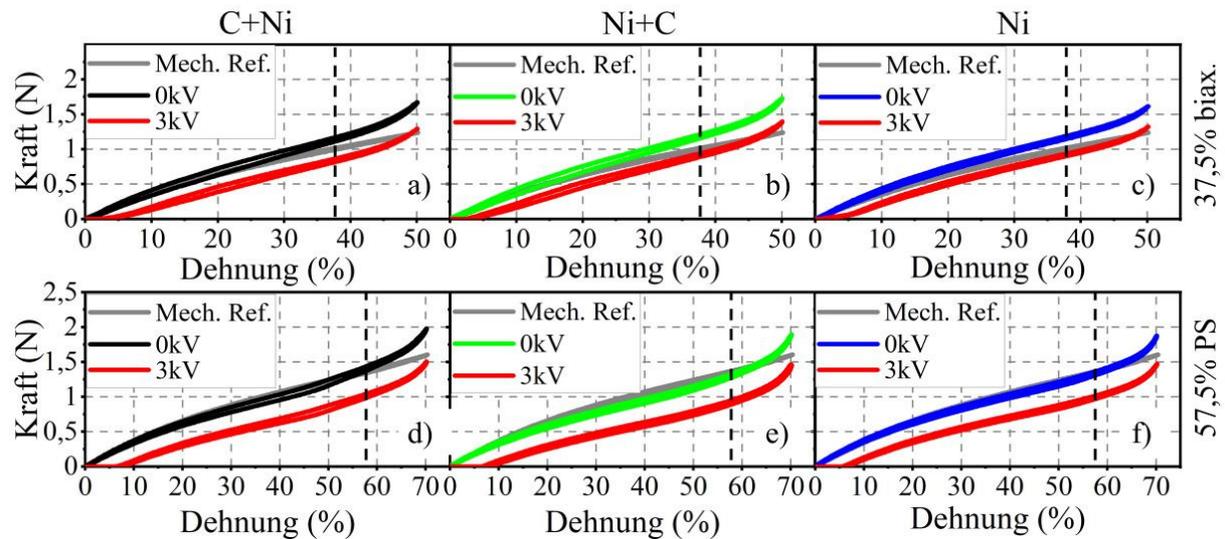


Abbildung 4-29: Ni-Schichten: Hochspannungsmessungen aller Dünnschichten sowohl auf 37,5% biaxial vorgestreckten (a,b,c) als auch auf 57,5% PS vorgestreckten Wacker-Elastosil-Folien (d,e,f). Die vertikal gestrichelte Linie repräsentiert das jeweilige Vorspannungslevel.

Eigenschaften der jeweiligen Faltenstrukturen erklärt werden (vgl. Dickenmessungen aus **Abbildung 4-20**). Da die Kraftverläufe der hier gezeigten Ni-Dünnschichtelektroden die gleichen Gesetzmäßigkeiten wie die Kraftverläufe der NiCr-Dünnschichten zeigen, wird für detaillierte Erklärungen auf den Abschnitt 4.2.1.6 verwiesen.

Bei allen Zugzyklen ist eine Hysterese messbar. Wegen der Auflösung der Kurven ist diese allerdings in **Abbildung 4-29** nur bei den C+Ni-Elektroden zu erkennen. Die Ergebnisse der analytischen Auswertung der Hystereseflächen ist in **Tabelle 4-5** zusammengefasst.

Die dissipierte Energie erhöht sich in allen Fällen, sobald eine Dünnschichtelektrode auf das PDMS aufgebracht wird. Dabei steigt der Flächeninhalt der Hysterese von der reinen Ni-Schicht über die Ni+C-Schicht bis zur C+Ni-Schicht an. Mit angelegter Hochspannung wird die Hysteresefläche kleiner.

Tabelle 4-5: Ni-Schichten: Hystereseflächen für die verschiedenen Dünnschichten unter den jeweiligen Vorspannzuständen. Die Hysterese wurde für Zugversuche mit und ohne Spannung ausgewertet.

Hysterese (mJ)			Hysterese (mJ)		
biax	$\epsilon=50\%$, 0kV	$\epsilon=50\%$, 3kV	PS	$\epsilon=70\%$, 0kV	$\epsilon=70\%$, 3kV
mechan. Referenz	0,122	-	mechan. Referenz	0,214	-
C+Ni	0,333	0,237	C+Ni	0,436	0,355
Ni+C	0,330	0,273	Ni+C	0,399	0,344
Ni	0,242	0,188	Ni	0,362	0,334

Wird von einem idealisierten Pure Shear Zugversuch und einer Ausgangsdicke der Folie von 47,5 μm ausgegangen, so ergibt eine Längenänderung von 50 % eine Dicke von 31,6 μm . Das ergibt eine Durchschlagsfestigkeit von 94,5 V/ μm . 70 % PS gedehnte Proben mit einer Dicke von 28 μm haben eine errechnete Durchschlagsfestigkeit von 107,5 V/ μm . Diese Werte treffen bzw. übersteigen die Spezifikation des Herstellers. Somit wird die Durchschlagsfestigkeit durch den Sputterprozess nicht negativ beeinflusst.

4.2.3 Chrom-Schichtvariationen

In diesem Kapitel erfolgt die Vorstellung der Ergebnisse der Chrom-Dünnschichtvariationen. Sowohl die Schichthaftung als auch der Widerstand als Funktion der Dehnung und die Ausbildung der Falten werden untersucht.

Die Chromreihe stellt den letzten Zyklus von Dünnschichtcharakterisierungen im Rahmen dieser Arbeit dar und komplettiert das Materialsystem Nickel-Chrom. Aufgrund der gewonnenen Ergebnisse und Erkenntnisse, werden die chrombasierten Elektroden nur in einem sehr eingeschränkten Umfang charakterisiert.

4.2.3.1 Schichthaftung

Die Untersuchung der Schichthaftung aller auf Wacker PDMS abgeschiedenen Cr-Dünnschichtkonfigurationen geschieht qualitativ wieder mittels Peel-Off Test. Die Schichthaftung stellt sich bei allen Systemen als für den Anwendungsfall ausreichend gut heraus, eine Delamination der Dünnschicht ist optisch nicht feststellbar. Es zeigt sich also die gleiche Phänomenologie wie bei den Ni₈₀Cr₂₀- und bei den Ni-Schichten.

4.2.3.2 Widerstandsmessungen

Die Widerstandsverläufe der Cr-Dünnschichtvariationen in Abhängigkeit der Dehnung sind in **Abbildung 4-30** sowohl für biaxial als auch für PS vorgestreckte Proben dargestellt. Eine farbige Fläche enthält die Messwerte mehrerer Proben einer entsprechenden Konfiguration. Die Fläche wird durch den maximalen und minimalen Messwert umschlossen.

Der Widerstandsverlauf ist abhängig von der Kombination aus Schichtzusammensetzung und Art der Vordehnung. Auf biaxial vorgestreckten Proben demonstriert die reine Cr-Schicht die

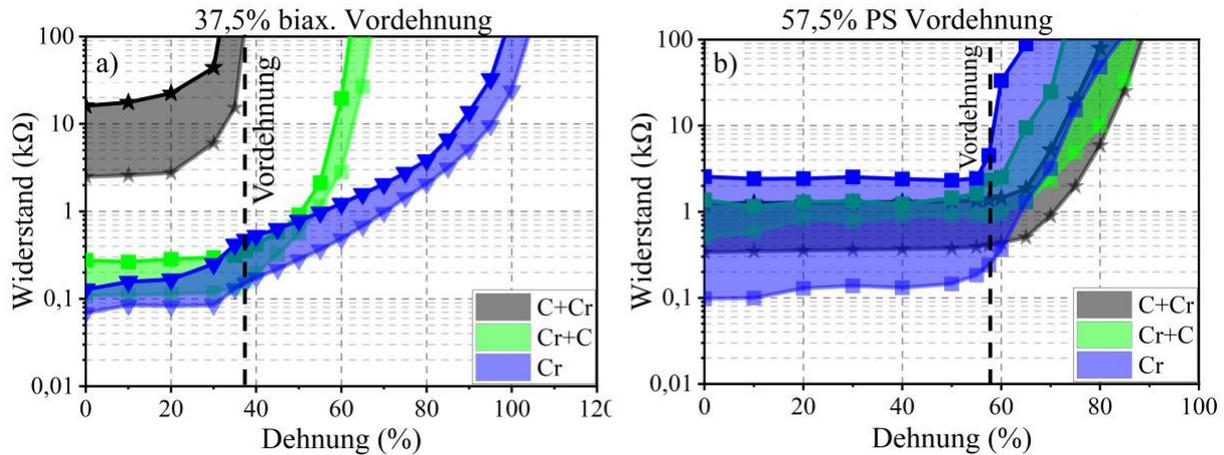


Abbildung 4-30: Cr-Schichten: Widerstandsverläufe in Abhängigkeit der Dehnung aller Cr-Dünnschichtkonfigurationen auf a) biaxial vorgestreckten und b) PS vorgestreckten Wacker-Folien.

größte Dehnbarkeit. Sie erreicht fast 100 %, bevor der Widerstand 100 kΩ überschreitet. Eine Cr+C-Schicht kann knapp über 60 % Dehnung aufnehmen. Der Anfangswiderstand dieser beiden Dünnschichten liegt bei wenigen 100 Ω. Im Bereich kleiner Dehnungen bleibt der Widerstand annähernd konstant. Der Anstieg des Widerstandes findet allerdings schon vor Erreichen der Vordehnung statt. Chrom besitzt eine sehr große Affinität zu Sauerstoff und bildet harte und spröde Oxide [124]. Zum einen kann es vor Erreichen der Vordehnung zu einem Widerstandsanstieg durch leichte Rissbildung kommen, zum anderen ist anzunehmen, dass die harten Oxide einen deutlichen Widerstand gegen die Entspannung der Folie leisten. Somit wäre sie zu Beginn des Zugversuches nicht komplett entspannt. Die C+Cr-Schicht versagt schon weit vor der Vordehnung. Sie besitzt zudem einen sehr großen Anfangswiderstand. Chrom neigt neben der hohen Affinität zu Sauerstoff auch zur Bildung von Karbiden [232,233]. Die Möglichkeit, dass sich bei einer C+Cr-Schicht auch noch spröde und nicht dehnbare Oxide bilden, wenn Cr-Atome beim Prozess auf die Kohlenstoffoberfläche treffen, ist nicht auszuschließen. Diese wären nichtleitend und nicht flexibel, was die Faltenbildung beim Entspannen nochmals erschweren würde. Bei der Faltenbildung könnten somit schon Vorschädigungen entstehen, die dann im darauffolgenden Zugversuch zu einem schnellen Ausfall der Elektrode führen.

Bei PS vorgestreckten Proben erreicht die C+Cr Elektrode eine maximale Dehnbarkeit von 85 %. Die reine Chromelektrode beginnt unmittelbar nach der Vordehnung zu degradieren. Die Anfangswiderstände streuen über einen weiten Bereich von 100 Ω bis 3 kΩ.

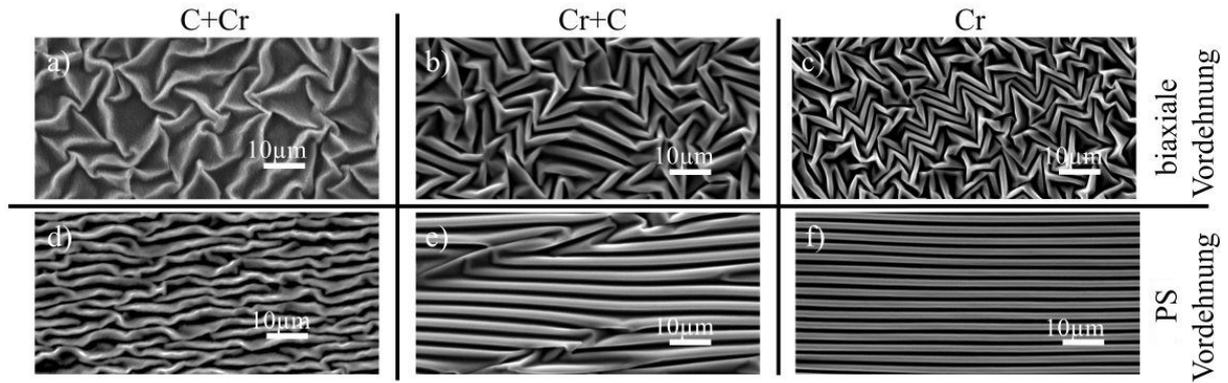


Abbildung 4-31: Cr-Schichten: REM-Aufnahmen der verschiedenen Cr-Dünnschichtkonfigurationen auf biaxial (a,b,c) und PS (d,e,f) vorgestreckten Wacker-PDMS-Folien.

Bei den Chrom-Schichtvarianten ist ein deutlicher Unterschied zwischen den Widerstandsverläufen von biaxial und PS vorgestreckten Proben zu erkennen. Dies lässt sich auf die unterschiedlich ausgeprägte Faltenstruktur zurückführen (siehe **Abbildung 4-31**).

Grundsätzlich können die Argumente und Erklärungen von Kapitel 4.2.1.2 und 4.2.2.2 auf die Chromdünnschichtelektroden übertragen werden. Aus diesem Grund wird auf eine weitere detaillierte Darstellung hier verzichtet.

4.2.3.3 Geometrische Analyse der Falten

In **Abbildung 4-32 a)** sind die Wellenlängen der Falten in Abhängigkeit der Schicht und der Vordehnung dargestellt. Die Faltenwellenlänge steigt von der reinen Cr-Dünnschicht über die Cr+C- hin zur C+Cr-Dünnschicht an. Bei der Vorspannung gibt es keinen eindeutigen Trend. Bei der Cr- und bei der Cr+C-Schicht zeigen die PS vorgestreckten Proben eine leicht größere Wellenlänge. Bei der C+Cr-Schicht ist die Wellenlänge der biaxial vorgespannten Probe größer.

Die kritische Wellenlänge liegt mit einem eingesetzten E-Modul von Chrom von 279 GPa und einer Querkontraktion von 0,21 bei 2,11 µm (**Formel 2-2**), die korrespondierende kritische Dehnung bei 0,022 % (**Formel 2-3**). Die errechnete Wellenlänge liegt bei 1,36 µm (**Formel 2-5**), die errechnete Amplitude bei 0,39 µm (**Formel 2-7**). Die gemessenen Werte sind größer. Die genauen Materialparameter für Dünnschichten sind nicht bekannt und es wird mit den Eigenschaften für Bulk-Materialien gerechnet. Des Weiteren sind die Modelle nur für kleinere Dehnungen konzipiert.

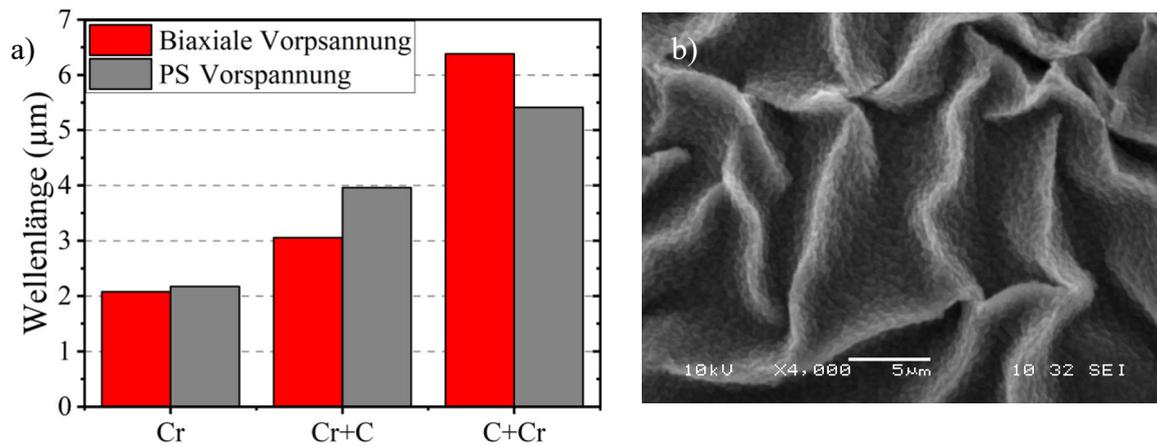


Abbildung 4-32: Cr-Schichten: a) Untersuchung der schicht- und vordehnungsabhängigen Wellenlänge der Falten, b) 4000-fache Vergrößerung einer C+Cr-Dünnschicht mit hierarchischer Faltenstruktur.

Nach Abschätzung der kritischen Dehnungen für Bi-Layer Faltenbildung oder Oberflächenfaltenbildung mittels **Formel 2-8** und **Formel 2-9**, ist in allen Fällen die Bildung von Bi-Layer Falten zu erwarten (**Tabelle 4-6**). Die C+Cr-Sandwichschicht zeigt auch hier eine hierarchische Struktur, welche auf die Hierarchie der reinen Kohlenstoffschicht zurückgeht. Für detailliertere Erläuterungen der theoretischen Zusammenhänge wird auf die Abschnitte 4.2.1.3 und 4.2.2.6 verwiesen.

4.2.4 Vergleich der Schichten

4.2.4.1 Vergleich der Dehnbarkeit der Schichtkonfigurationen anhand des Widerstandes

Abbildung 4-33 zeigt einen Vergleich der untersuchten Dünnschichten anhand ihrer durchschnittlichen Dehnung bei einem Widerstand von 100 k Ω , sortiert in biaxial a) und PS vorgestreckten Proben b). Die reinen Metallschichten (blaue Säulengruppe) sind auf biaxial vorgestreckten Proben jeweils am dehnbarsten. Die Kohlenstoff-Metall-Sandwichschichten

Tabelle 4-6: Cr-Schichten: Kalkulation der kritischen Dehnungen für Bi-Layer Falten und Oberflächenfalten. In allen Fällen dominieren die Bi-Layer Falten.

	Cr+C		C+Cr	
	ϵ_{cr}^{OF} (%)	ϵ_{cr}^{BL} (%)	ϵ_{cr}^{OF} (%)	ϵ_{cr}^{BL} (%)
Graphit	8,95	0,12	302,21	0,12
Diamant	118,57	0,06	22,81	0,06

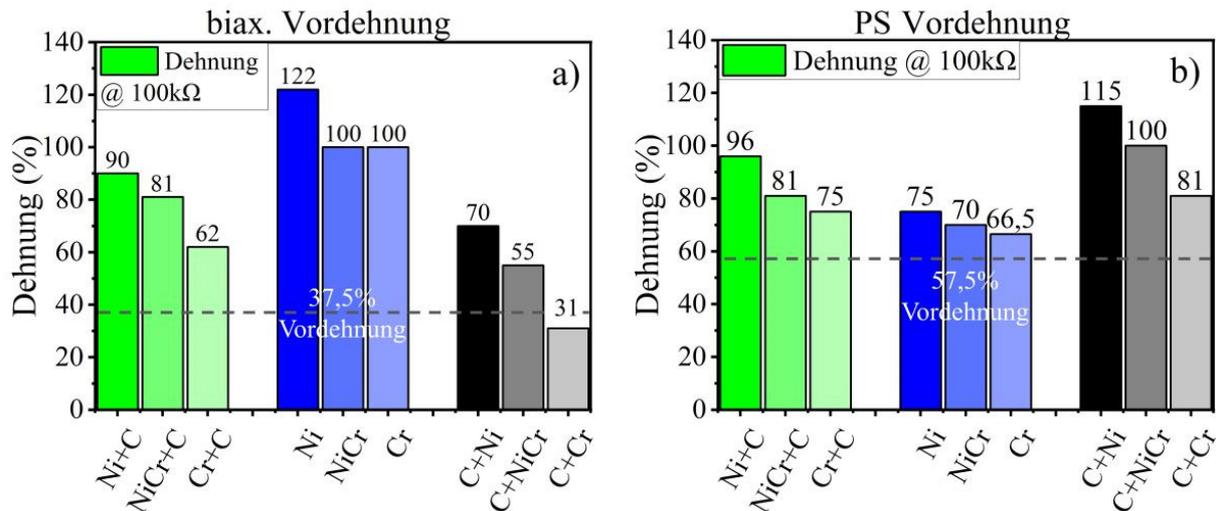


Abbildung 4-33: Vergleich der Schichten: Dehnung bei einem Widerstand von 100 kΩ von a) 37,5 % biaxial vorgestreckten Proben und b) 57,5 % PS vorgestreckte Proben.

weisen hingegen die geringste Dehnbarkeit auf. Auf PS vorgestreckten Proben kehrt sich diese Reihenfolge um. Mit nickelbasierten Elektroden können die größten Dehnungen erreicht werden, mit chrombasierten Elektroden die geringsten. Chrom ist von sich aus weniger duktil als Nickel. Hinzu kommt die Affinität zu Sauerstoff und Kohlenstoff und damit verbunden die mögliche Bildung von Oxiden und Karbiden, was dann die Chromelektroden noch weiter verspröden lässt und unflexibel macht [232,233]. Generell setzt eine hohe Dehnbarkeit eine gute Adhäsion zwischen Dünnschicht und Substrat voraus [67,212]. Die qualitativen Haftungstests offenbaren keine Unterschiede der Haftfähigkeit der verschiedenen Dünnschichten. Die hohe Dehnbarkeit der Nickelelektroden deutet darauf hin, dass es auch ohne Chrom keine Haftungsprobleme gibt. Auf Chromanteile in der Dünnschicht sollte also verzichtet werden, da nur Nachteile erkennbar sind. Unterschiede von fast 40 % Dehnung zwischen korrespondierenden nickel- und chrombasierten Elektroden sind eklatant. Weiterhin erweist sich die Anpassung der Schichtzusammensetzung an die Art der Vorstreckung als sinnvoll.

Die beste Kombination ist eine reine Nickelschicht auf einer 37,5 % biaxial vorgedehnten Folie. Diese erreicht eine Dehnung von 122 %, bevor der Widerstand von 100 kΩ überschritten wird. Eine höhere biaxiale Vordehnung von 57,5 % ermöglicht sogar eine Dehnung von über 200 % (vgl. **Abbildung 4-19**). Die C+Cr-Dünnschicht auf einer biaxial vorgestreckten Probe offenbart sich als schlechteste Kombination. Diese Dünnschichtelektrode degradiert sogar vor Erreichen des Levels der Vordehnung.

Ein direkter Vergleich mit anderen Forschungsarbeiten ist schwierig, da bisher keine Arbeit bekannt ist, welche vergleichbare Herstellungs- und Messprozesse beschreibt. Dennoch soll im Folgenden versucht werden, die oben erzielten Ergebnisse anderen Arbeiten aus dem Sektor dielektrischer Elastomere kritisch gegenüber zu stellen.

Electroless Deposited Silver Elektroden wurden von Sze-Hsien et al. hergestellt. Die Abscheidung der Elektroden auf 40 % radial vorgestreckten Proben führen nach Entspannung ebenfalls zu einer ungeordneten Faltenstruktur. Mit einem Anfangswiderstand von 90Ω steigt der Widerstand bei diesen Elektroden bei einer Dehnung von 110 % auf $1 \text{ M}\Omega$ an [71]. Der Anfangswiderstand, die Vordehnung und die Dehnbarkeit sind vergleichbar mit den in der eigenen Arbeit präsentierten Ergebnissen. Lacour et al. erzeugen eine biaxiale Faltenstruktur über thermische Spannungen. Diese entsprechen einer sehr kleinen mechanischen Vordehnung von knapp 1 %. Dennoch erreichen ihre Goldelektroden eine Dehnung von 22 %, also knapp 20 % mehr als die Vordehnung [57]. Die Faltenbildung erhöht also deutlich die Dehnbarkeit. Nguyen et al. stellen auf vorgestrecktem PDMS Platin- und Goldsandwichschichten mit einer Gesamtdicke von 10 nm her. Im Anschluss an die Elektrodenherstellung wird eine zusätzliche PDMS-Abdeckung zum Schutz aufgebracht. Mit dieser Methode stellen sie flexible Sensoren her, die bis zu einer Dehnung von 250 % ihre Arbeit verrichten. Über das genaue Level der Vordehnung ist nichts bekannt. Allerdings steigt der Widerstand auf den ersten 50 % fast nicht an. Dies lässt vermuten, dass die Vordehnung im Bereich von 50 % liegt [234]. Die aus der eigenen Arbeit stammenden, auf 57,5 % biaxial vorgedehnten Folien abgeschiedenen Ni-Elektroden (vgl. **Abbildung 4-19**), sind auch ohne Schutzschicht bis 250 % dehnbar. Die größte in der Literatur gefundene Vordehnung liegt bei 500 % (Galineua et al.). Das dielektrische NR-Elastomer kann nach der Herstellung und Entspannung wieder bis zur Vordehnung von 500 % ohne Widerstandsanstieg gedehnt werden [235]. Benslimane et al. kreieren eine gefaltete Elektrode nicht über Vordehnung und Entspannung, sondern über die Beschichtung einer wellig vorgeprägten Oberfläche. Mit dieser Wellenelektrode können sie 33 % Dehnung ohne Schädigung erreichen [61].

Ein Verzicht auf die Ausnutzung von Falten mindert die Dehnbarkeit von Metallelektroden deutlich. Delille et al. inkorporieren Platin in eine Elastomermatrix ohne Vorspannung. Die so hergestellten Elektroden für DEAs konnten dann nur mit 22 % Dehnung beaufschlagt werden [75]. Sasikala et al. untersuchen glatte, aufgesputterte Silberelektroden, die allerdings schon bei sehr kleinen Dehnungen im einstelligen Prozentbereich versagen [236]. Die eigenen Ergebnisse und die letztgenannten Beispiele verdeutlichen, dass die Elektrodenaufbringung unter Vorstreckung der Folie einen erheblichen Vorteil für DE-Anwendungen aufweist.

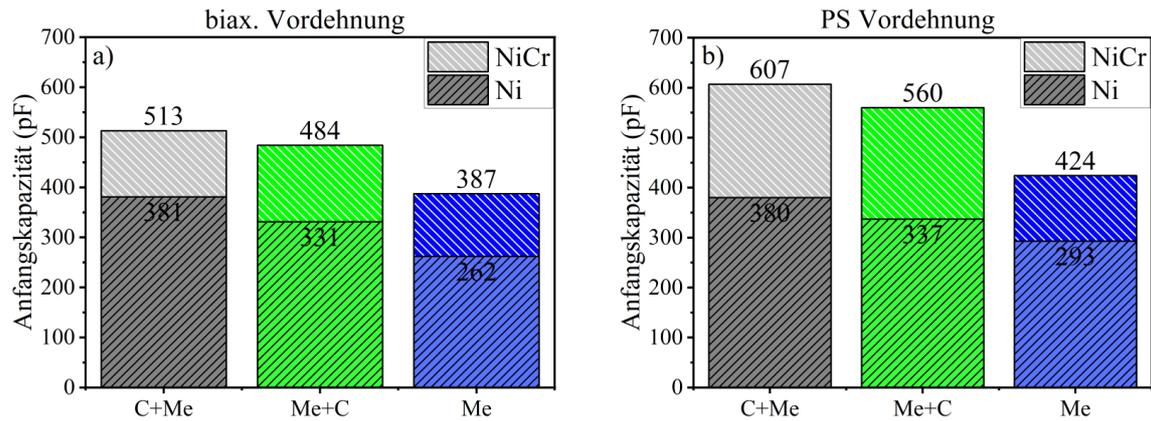


Abbildung 4-34: Vergleich der Schichten: Anfangskapazitäten der einzelnen Schichten. a) biaxial vorgestreckte Proben und b) PS vorgestreckte Proben. Schwarz schraffierte Balken repräsentieren die Ni-Dünnschichten und weiß schraffierten Balken die NiCr-Familie.

Diese Einordnung belegt, dass die in der eigenen Arbeit vorgestellten Dünnschichtelektroden sehr hoch dehnbar sind. Dehnungen von 250 % sind mit Nickelelektroden bei entsprechend vorgedehntem PDMS zu erreichen. Einzig der Austausch des Dielektrikums zu NR offeriert laut Literatur noch höhere Dehnungen.

4.2.4.2 Vergleich der Kapazitäten der einzelnen Schichtkonfigurationen

Die Anfangskapazität einer NiCr-Schichtvariation ist höher als die Anfangskapazität der korrespondierenden Ni-Schicht (siehe **Abbildung 4-34**). NiCr-Schichten werden auf 40 μm dicker Parker-Folie abgeschieden, Ni-Schichten auf 47,5 μm dicker Wacker-Folie. Die höhere Anfangskapazität ist durch den Dickenunterschied der Folien zu erklären. Sonst gelten die gleichen Gesetzmäßigkeiten für beide Dünnschichtfamilien. Bedingt durch den schichtabhängigen mechanischen Widerstand gegen das Entspannen nach der Herstellung und der daraus resultierenden Variation des Elektrodenabstandes und der Elektrodenfläche, zeigt die reine Metallschicht die niedrigste und die Kohlenstoff-Metall-Sandwichschicht die größte Anfangskapazität. Der Fit der Kapazitätsverläufe ergibt in allen Fällen eine Gerade (vgl. **Abbildung 4-12** und **Abbildung 4-27**). Direkte Unterschiede zwischen Nickel und Nickel-Chrom können aufgrund der unterschiedlichen Silikonfolien nicht evaluiert werden.

Benslimane et al. zeigen ebenfalls einen linearen Kapazitätsverlauf über der Dehnung für ihre gefalteten Oberflächen [10].

4.2.4.3 Fatigue-Test

Die gezeigten Messdaten in **Abbildung 4-14** und **Abbildung 4-28** zeigen keine signifikanten Unterschiede. Auf Parker-Folie abgeschiedene Nickel-Chrom-Dünnschichten überleben unter den gewählten Testbedingungen 10 Millionen Zyklen mechanischer Lastwechsel. Ebenso schaffen dies auch auf Wacker-PDMS abgeschiedenen Nickel-Dünnschichten. Die Widerstände bleiben in allen Fällen kleiner als $5 \text{ k}\Omega$. Auffällig ist allerdings, dass die Parker-Folie nur bedingt den mechanischen Belastungen standhalten kann. Viele Elektroden konnten nicht abschließend charakterisiert werden, weil die Parker-Folie während der 10 Millionen Zyklen gerissen ist. Bei Wacker-Folie ist dies nur sehr vereinzelt passiert. Da für die Nickel-Chrom- und die Nickeldünnschichten verschiedene Substratfolien benutzt wurden, kann auch hier kein direkter Vergleich der Dünnschichten erfolgen.

Galineau et al. testen 500 % vorgestreckte Proben zwischen 100 % und 300 %. Dabei steigt der Widerstand über 1750 Zyklen bei einer Testfrequenz von 0,5 Hz nicht an [235]. Dies ist gleichbedeutend mit den eigenen Ergebnissen der Fatigue-Messungen. Unterhalb der Vordehnung lässt sich kein Widerstandsanstieg registrieren. Nguyen et al. zeigen reproduzierbare Widerstandsverläufe auf sehr niedrigem Level bei einer Dehnung von 50 %. Sie belasten die Proben mit 500 Zyklen [234]. In einer anderen Studie werden lediglich 160 Zyklen als Fatigue-Test durchgeführt [211]. In keiner der gefundenen Veröffentlichungen wurden vergleichbare Testbedingungen (10 Mio. Zyklen, 20 Hz) wie in meiner eigenen Arbeit angewendet, somit ist ein direkter Vergleich nicht möglich. Dies verdeutlicht aber auch den Mehrwert und die Einzigartigkeit der in dieser Arbeit veröffentlichten Ergebnisse.

4.2.4.4 Substrat- und dünnschichtspezifische Kraftverläufe in Abhängigkeit einer angelegten Hochspannung

Sowohl NiCr-Schichten auf Parker-Folie als auch Ni-Schichten auf Wacker-Folie zeigen die für DEA typischen Kraftverläufe in Abhängigkeit einer angelegten Spannung. Die Kraftantwort sinkt jeweils bei angelegter Spannung. Die mechanische Arbeit wird um den Betrag der elektrischen Arbeit verringert. Allgemein liegt die Kraftantwort der beschichteten Wacker-Folie bei gleicher Auslenkung höher als die Kraftantwort einer beschichteten Parker-Folie. Knapp 2 N werden benötigt, um eine beschichtete Wacker-Folie um 70 % auszulenken, aber lediglich 1,3 N rufen die gleiche Auslenkung bei beschichteten Parker-Folien hervor.

Die unbeschichteten Folien können mit einer Kraft von 1,5 N (Wacker) und 0,6 N (Parker) auf 70 % Dehnung gezogen werden. Die gemessenen Kraftunterschiede lassen sich zum Teil auf den Dickenunterschied (Wacker ist knapp 20 % dicker als Parker) zurückführen. Die Wacker-Folie ist allgemein mechanisch steifer und stabiler. Die Hysterese der unbeschichteten und auch der beschichteten Wacker-Folien ist fast um den Faktor 2 größer als die entsprechende Hysterese der Parker-Folien. Vorspannmechanismen in einem DE-System müssen auf diese unterschiedlich auftretenden maximalen Kräfte und Hysteresen angepasst werden. Die gemessene Durchschlagsfestigkeit der Wacker-Folie liegt mit $94,5 \text{ V}/\mu\text{m}$ höher als die der Parker-Folie mit $85 \text{ V}/\mu\text{m}$. Ein elektrischer Durchschlag trat bei Parker-Folie häufiger auf, z.T. sogar schon unterhalb der vom Hersteller angegebenen Spezifikation von $80 \text{ V}/\mu\text{m}$.

4.2.4.5 Vergleich der Wellenlänge der Falten

Abbildung 4-35 zeigt die Faltenwellenlängen der jeweiligen Dünnschicht-Vorstreckart. Die NiCr-Reihe kann nicht direkt mit der Chrom- und Nickelreihe verglichen werden, da unterschiedliche PDMS Folien verwendet wurden. Die in Abschnitt 2.3 vorgestellten Rechenmodellen versagen bei den sehr stark vorgespannten Folien. Weder korrekte Werte noch Trends können vorausgesagt werden. In den Messungen zeigt sich dann aber ein klarer Trend für alle Kombinationen. Die reinen Metallschichten führen zu den kürzesten Wellenlängen, während die Kohlenstoff-Metallsandwiches die größten Wellenlängen aufweisen. Eine Korrelation der Wellenlänge der Falten mit den elektromechanischen Eigenschaften ist nicht

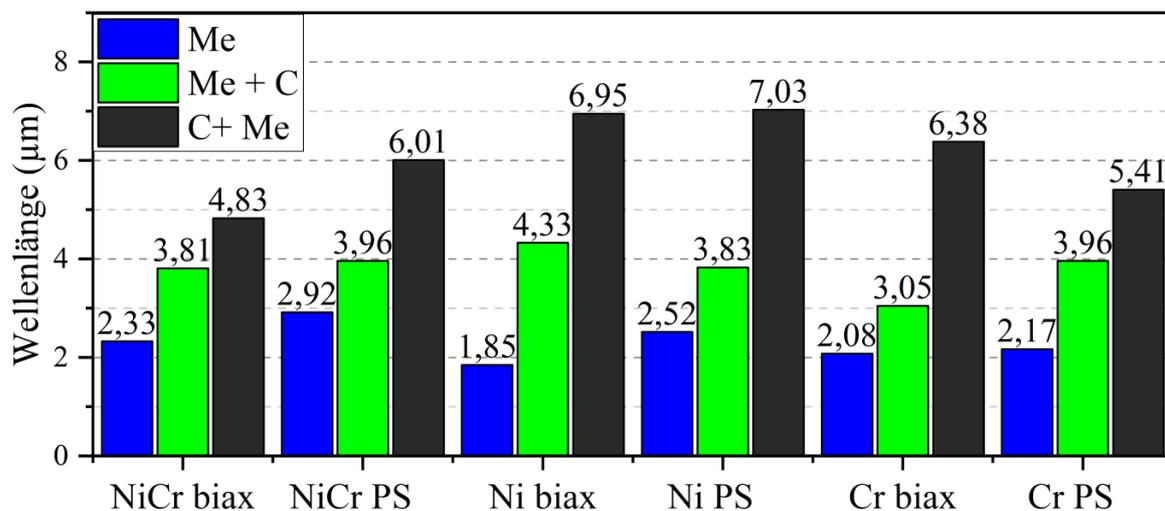


Abbildung 4-35: Vergleich der Schichten: Wellenlänge der Falten der jeweiligen Dünnschicht-Vorstreckart.

möglich. Biaxial vorgestreckte C+NiCr- bzw. C+Ni-Dünnschichten lassen sich, verglichen mit der C+Cr-Dünnschicht, deutlich stärker dehnen (siehe Widerstandsmessungen). Die Faltenwellenlänge der biaxial vorgestreckten C+Cr-Elektrode liegt zwischen den Wellenlängen der beiden anderen Schichten. Die Faltenwellenlänge korreliert somit nicht mit der Dehnbarkeit.

4.2.5 Fazit der elektromechanischen Charakterisierung

Die erforschten Dünnschichtelektroden können sowohl auf Parker-PDMS als auch auf Wacker-PDMS als Elektroden für DE-Anwendungen verwendet werden. Niedrige Widerstände aufgrund der metallhaltigen Elektrode, eine lineare Abhängigkeit der Kapazität von der Dehnung und eine Langzeitstabilität über 10 Millionen Zyklen heben die neu entwickelten Dünnschichtsysteme von den bisher verwendeten Carbon Black Elektroden ab. Auch der Vergleich mit anderen flexiblen metallischen Elektroden zeigt, dass die hier präsentierten Ergebnisse die bisher veröffentlichten Ergebnisse bestätigen oder übertreffen bzw. auch neue Erkenntnisse im Bereich von Dünnschichtelektroden gewonnen werden konnten.

Eine 10 nm dicke reine Nickeldünnschichtelektrode, welche auf Wacker-Folie abgeschieden wird, zeigt die besten elektromechanischen Eigenschaften. Die Dehnbarkeit ist mit bis zu 250 % bei 57,5 % biaxialer Vorspannung extrem hoch. Der mechanische Einfluss der einfachen Dünnschichtelektrode auf das Dielektrikum ist dabei kleiner als der Einfluss einer Sandwichdünnschicht mit der doppelten Dicke.

Die Wacker-Folie neigt, unter den in dieser Arbeit angewandten Testbedingungen, zudem weniger zu mechanischem Versagen als die Parker-Folie. Zudem ist die Durchschlagsfestigkeit der Wacker-Folie größer. Deshalb sollte für den Aktorbau auf die Wacker-Folie zurückgegriffen werden. Allerdings ist die Hysterese der Wacker-Folie größer. Dies muss, neben der größeren Steifigkeit der Wacker-Folie, bei der mechanischen Auslegung des DE-Systems berücksichtigt werden. Die Ausprägung unterschiedlicher Faltenwellenlängen hat keinen direkten Einfluss auf die Elektromechanik und kann somit bei der Schichtauswahl unberücksichtigt bleiben.

Einzig für die chrombasierten Elektroden kann keine Empfehlung ausgesprochen werden. Die geringe Dehnbarkeit schränkt den Einsatz als DE-Elektrode sehr stark ein.

Eine Zusammenfassung der wichtigsten Aspekte ist in **Tabelle 4-7** präsentiert.

Tabelle 4-7: Zusammenfassung der wichtigsten Erkenntnisse.

<p>Dehnbarkeit der Schichten</p> <p><i>allgemein:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> → Me auf biax. Vordehnung zu bevorzugen → C+Me auf PS Vordehnung zu bevorzugen <p><i>beste Kombination:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> → reine Nickelschicht auf biax. Vordehnung 	<p>Kapazitätsverläufe</p> <ul style="list-style-type: none"> → lineare Verläufe bis (fast) zur Vordehnung → dünn-schichtabhängig wegen Faltenstruktur <p><i>Vergleich der Anfangskapazitäten:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> → $C(C+Me) > C(Me+C) > C(Me)$ 	<p>Fatigue-Tests</p> <ul style="list-style-type: none"> → 10 Mio. Zyklen für Ni und NiCr-Schichten möglich → Widerstand ist nach Belastung $< 5k\Omega$ → Parker-Folie nur begrenzt mechan. belastbar
<p>Kraftverläufe mit und ohne Hochspannung</p> <ul style="list-style-type: none"> → Kraftabfall bei angelegter Spannung → Hysterese von unbeschichteter Folie $<$ Hysterese von beschichteter Folie → Hysterese (Parker) $<$ Hysterese (Wacker) <p><i>Durchschlagsfestigkeit:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> → Wacker: 94,5 V/μm → Parker: 85 V/μm 	<p>Wellenlänge λ der Falten</p> <ul style="list-style-type: none"> → $\lambda(Me) < \lambda(Me+C) < \lambda(C+Me)$ → kein eindeutiger Trend zwischen biax. und PS Vordehnung → kein Zusammenhang zw. Wellenlänge und Dehnbarkeit der Dünn-schichten 	<p>Vergleich der Basismetalle</p> <ul style="list-style-type: none"> → klare Empfehlung für Ni-Dünn-schichten → eindeutige Bedenken bei Cr-Dünn-schichten

4.3 Schichtanalyse

Dieser Abschnitt widmet sich der Kohlenstoffanalyse der Sandwichschichten. Die Idee, dass Nickel als Graphitkatalysator in den Sandwichdünnsschichten fungieren könnte, soll durch nachfolgende Analysen kritisch beurteilt werden.

4.3.1 Widerstand der Kohlenstoffschicht

Abbildung 4-36 zeigt den mit dem Tera-Ohm-Meter gemessenen spezifischen elektrischen Widerstand in Abhängigkeit des Prozessdruckes von auf Glasobjektträgern abgeschiedenen Kohlenstoffschichten. Die Widerstände werden sowohl mit 100 V als auch mit 500 V Messspannung gemessen. Für niedrige Prozessdrücke im Bereich von 1,5 μbar bis 20 μbar sind die spezifischen Widerstände nahezu konstant und mit 0,2 Ωm bis 10 Ωm vergleichsweise niedrig. Mit steigendem Prozessdruck steigt der spezifische Widerstand bei 35 μbar um 4 Größenordnungen auf knapp 5000 Ωm an. Der Widerstand einer Kohlenstoffschicht korreliert mit der Kohlenstoffmodifikation. Diamant ist mit 10^{16} Ωm ein Isolator. Graphit hingegen ist ein guter elektrischer Leiter mit einem spezifischen Widerstand von 5×10^{-6} Ωm parallel bzw. etwa 5×10^{-2} Ωm senkrecht zu den Basalebene. Der spezifische Widerstand von DLC ist in Abschnitt 2.4.5 mit 10^8 Ωm angegeben, wobei dieser Wert eine große Bandbreite besitzt. Die gemessenen spezifischen Widerstände verdeutlichen, dass keine reine Graphitschicht vorliegt, da der gemessene spezifische Widerstand um einige Größenordnungen zu hoch ist. Dennoch

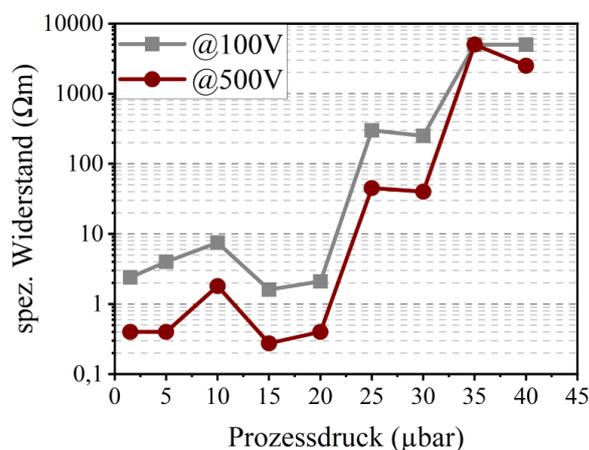


Abbildung 4-36: Schichtanalyse: spezifischer Widerstand des Kohlenstoffs als Funktion des Prozessdruckes.

liegt er deutlich unter dem Wert für Diamant und unter dem angegebenen Wert für DLC. Dies zeigt, dass vermutlich eine DLC-Schicht mit einem vergleichsweise großen graphitischen Anteil erzeugt wurde. Eine bei niedrigen Prozessdrücken abgeschiedene Kohlenstoffschicht zeichnet sich also gegenüber einer bei höheren Prozessdrücken abgeschiedene Kohlenstoffschicht durch einen erhöhten Anteil an sp^2 -Hybriden aus. Eine weitere

Reduktion des Prozessdruckes unter 1,5 μbar ist nicht mehr möglich, da es dann vermehrt zu Ausfällen des Kohlenstofftargets kommt.

4.3.2 Röntgendiffraktometrie (XRD)

In **Abbildung 4-37** sind verschiedene Diffraktogramme von eigenen Messungen abgebildet. In Teil a) ist das Diffraktogramm einer NiCr+C-Schicht, in b) das einer reinen NiCr-Schicht und in c) das Diffraktogramm einer reinen Kohlenstoffschicht gezeigt. In **Abbildung a)** erfolgt die Messung einer 20 nm dicken NiCr+C-Schicht unter einem Einfallswinkel von $0,8^\circ$. Die 100 nm dicke NiCr-Schicht in b) wird unter $0,9^\circ$ Einfallswinkel und die 100 nm dicke Kohlenstoffschicht in c) sowohl unter einem Einfallswinkel von $0,5^\circ$ (schwarze Kurve) als auch unter einem Winkel von $0,9^\circ$ (rote Kurve) analysiert. Die Schichtdickenerhöhung verbessert das Signal-Rausch Verhältnis.

Im Diffraktogramm der NiCr+C-Schicht (**Abbildung a)** ist ein Peak einer kubisch flächenzentrierten Nickelphase zu detektieren. Die 2-Theta-Lage von diesem Peak offenbart sich als nahezu identisch mit einer kubischen NiCr-Phase im Verhältnis von 72:28 wt.-%. Zu diesen beiden Phasen existieren neben einem Hauptmaximum jeweils 2 Nebenmaxima. Eine kleine Schulter am ersten Peak könnte auf eine hexagonale Nickelphase hindeuten. Es gibt allerdings keinerlei Hinweise auf eine Kohlenstoffphase. Das Spektrum der 100 nm dicken

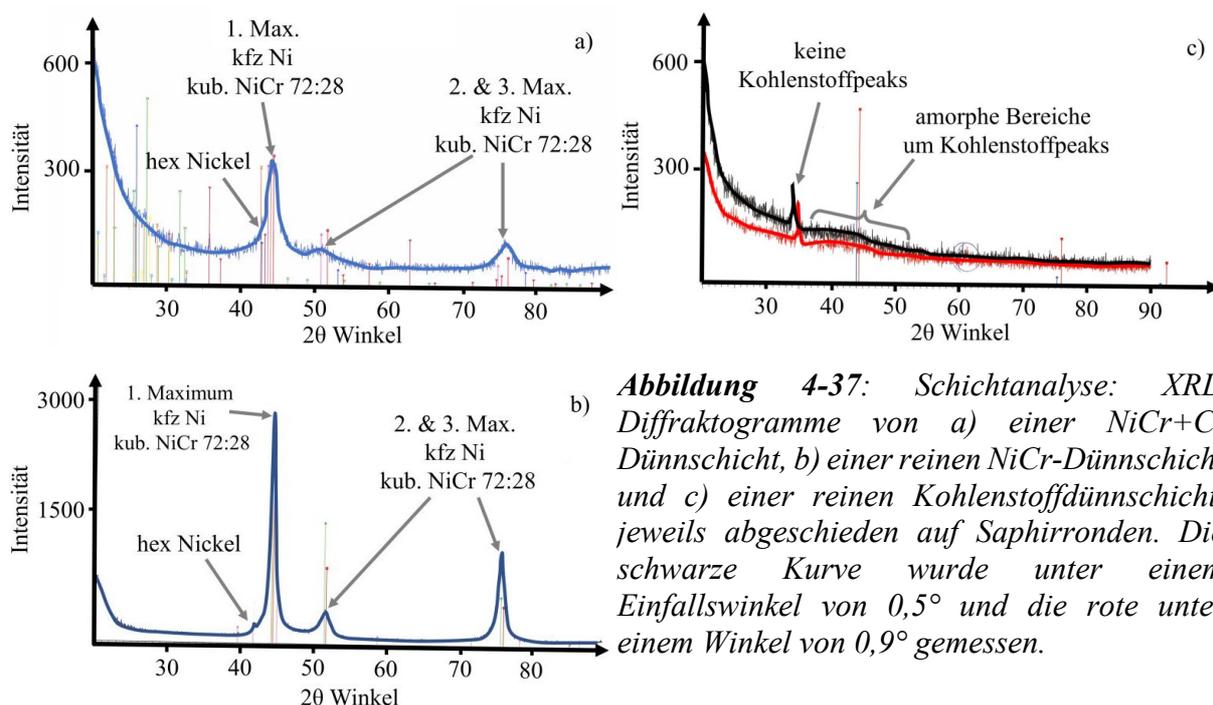


Abbildung 4-37: Schichtanalyse: XRD Diffraktogramme von a) einer NiCr+C-Dünnschicht, b) einer reinen NiCr-Dünnschicht und c) einer reinen Kohlenstoffdünnschicht, jeweils abgeschlossen auf Saphirronden. Die schwarze Kurve wurde unter einem Einfallswinkel von $0,5^\circ$ und die rote unter einem Winkel von $0,9^\circ$ gemessen.

NiCr-Schicht (**Abbildung b**) liefert identische Peakpositionen wie das NiCr+C-Spektrum, nur mit besserem Signal-Rausch-Verhältnis. Die hexagonale Nickelphase tritt deutlicher hervor. Im Diffraktogramm der reinen Kohlenstoffschicht (**Abbildung c**) offenbart sich bei ca. 34° ein Peak, dessen Herkunft bzw. Zuordnung zu einer Kohlenstoffmodifikation sich allerdings nicht bestimmen lässt. Um die Peaklage von kubischem Kohlenstoff bzw. von Diamant bei $44,5^\circ$ existiert ein breiter Buckel, allerdings kein scharfer Peak. Dies deutet auf eine amorphe Phase ohne periodische Ordnung hin. Weder aus dem Spektrum der NiCr+C-Schicht noch aus dem Spektrum der reinen Kohlenstoffschicht können Indizien für die Existenz von reinem Graphit gefunden werden.

Die Absenz von eindeutigen Kohlenstoffpeaks kann verschiedene Ursachen haben. So kann die Schicht beispielsweise als amorpher Kohlenstoff vorliegen. Weiterhin können die geringen relativen Intensitäten bei dünnen Schichten und die begrenzte Nachweisbarkeit bei Nanokristalliten eine Rolle spielen. Zuletzt kann eine leichte Verkippung von epitaktischen Ebenen zu einem röntgenamorphen Spektrum führen [187]. Welcher dieser Punkte auf die oben gemessenen Spektren zutrifft, kann aus den vorliegenden Daten nicht extrahiert werden. Allerdings kann ein epitaktisches Wachstum der abgeschiedenen Dünnschichten auf der Silikonfolie ausgeschlossen werden.

4.3.3 Ramanspektroskopie

Abbildung 4-38 stellt die Ramanspektren inklusive der Peakanalysen von 3 verschiedenen Dünnschichten, nämlich der NiCr+C-, der Ni+C- und der C+Ni-Schicht dar. Alle 3 Spektren zeigen im Bereich zwischen 800 cm^{-1} und 2200 cm^{-1} einen großen Peak mit einer linksseitigen Schulter. Dieser Peak kann durch 2 Peaks mit den Peakmaxima bei 1332 cm^{-1} und 1544 cm^{-1} gefittet werden. 1332 cm^{-1} entspricht der Peakposition von sp^3 -Hybriden, also von Diamant [237], 1544 cm^{-1} entspricht der Peakposition von sp^2 -Hybriden, also Graphit. Sie tragen auch die Namen D-Band (Diamant-Band) und G-Band (Graphit-Band) [238]. Je nach Ordnungszustand einer Schicht und je nach eingestrahelter Laserwellenlänge, können sich die Peakpositionen verschieben und die Peaks sich verbreitern [239]. Die in den jeweiligen Messkurven erhaltenen Peaks sind charakteristisch für DLC-Schichten, also für amorphen Kohlenstoff mit sp^2 - und sp^3 -Hybridisierung [238,240,241]. Bei NiCr+C besitzt der gefittete Peak des D-Bandes mit 56,4 % den größten Flächenanteil. Bei den Nickelschichten ist der Anteil des G-Bandes stärker ausgebildet. Die absoluten Änderungen fallen allerdings gering

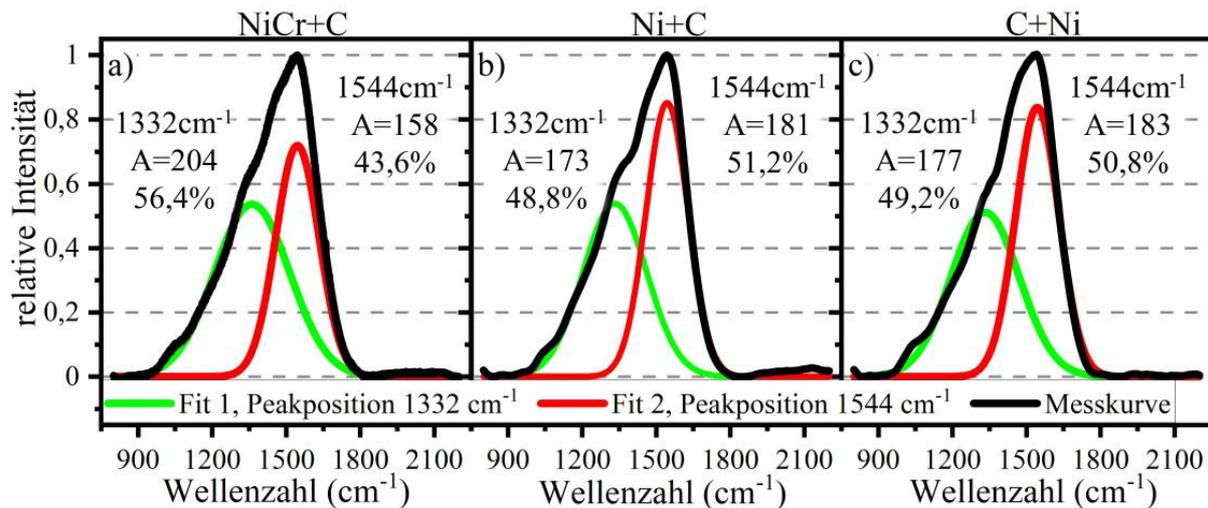


Abbildung 4-38: Schichtanalyse: Ramanspektren inklusive Peakfits und Peakanalysen von a) einer NiCr+C-Dünnschicht, b) von einer Ni+C-Schicht und c) von einer C+Ni-Schicht.

aus. Die Flächenanteile entsprechen nicht der anteiligen Verteilung der Bindungsverhältnisse, da die Sensitivität der einzelnen Banden unterschiedlich ist [240]. Es ist nicht möglich, aus den Messdaten genaue Mengenverhältnisse auszurechnen. Dazu fehlen Vergleichsmessungen mit genau definierten und bekannten Zusammensetzungen oder Kenntnisse über die genauen Werte der Sensitivität der einzelnen Bindungsverhältnisse.

Jedenfalls kann aus den Ramanmessungen ausgeschlossen werden, dass NiCr oder Ni den eingebrachten Kohlenstoff zu einer Graphitschicht umwandeln.

4.3.4 Fazit der Schichtanalyse

Die anfängliche Hypothese, eine Sandwichdünnschichtelektrode mit einer Graphitschicht durch eine nickelbasierte Katalyse herzustellen, erweist sich als nicht zutreffend. Die Messungen zeigen klar, dass keine reine Graphitschicht zu finden ist. Der Kohlenstoff liegt als amorpher Kohlenstoff vor. Die genauen Anteile an sp^2 - bzw. sp^3 -Bindungen können nicht ermittelt werden. Der Austausch von Nickel-Chrom zugunsten von reinem Nickel scheint die Verhältnisse in Richtung einer sp^2 -Hybridisierung zu verschieben. Ein niedriger Prozessdruck fördert ebenfalls die Bildung von sp^2 -Hybridorbitalen.

Die Ergebnisse sind nicht überraschend. Bisher in der Literatur publizierte Arbeiten berichten von der katalytischen Graphitbildung unter komplett anderen Voraussetzungen. Graphitschichten bilden sich bei deutlich höheren Prozesstemperaturen von mehreren hundert

Grad aus einem gesättigten Nickelkristallgitter bei der Abkühlung. Dabei wird Kohlenstoff aus dem dann übersättigten Nickelkristall ausgeschieden [85,242–244].

4.4 Laserstrukturierung

Die Laserstrukturierung dient zum Strukturieren und Freilegen von DE-Elektroden und deren Zuleitungen aus einer vollflächig, beidseitig beschichteten Folie. Der Laserprozess soll den Maskenprozess ablösen und für eine größere Designfreiheit und eine höhere Genauigkeit, gerade bei kleinen DE-Elementen, sorgen.

Der Ablauf der Herstellung einer DE-Membran, ausgehend von einer beidseitig vollflächig beschichteten Folie, ist in **Abbildung 4-39** dargestellt. Die Beschichtungen auf der Oberseite und der Unterseite sind zur Veranschaulichung unterschiedlich eingefärbt (1 und 2). In einem ersten Arbeitsgang findet zeitgleich die Entfernung der Dünnschicht auf der Ober- und der Unterseite mit hoher Laserintensität statt (3 und 4). Dabei erfolgt der Abtrag der Dünnschicht auf der Unterseite mit dem Laser durch die PDMS-Folie hindurch. Im 5. Schritt kommt es mit niedriger Laserleistung zur Beseitigung der vorderen Zuleitung auf der Oberseite, sodass nur die Zuleitung auf der Unterseite übrigbleibt. Danach wird die Probe umgedreht und die hintere Zuleitung der Unterseite entfernt. Hier bleibt die Zuleitung zur Oberseite des DE bestehen (6). Der Prozess der Entfernung der Dünnschicht auf nur einer Seite trägt den Namen selektiver

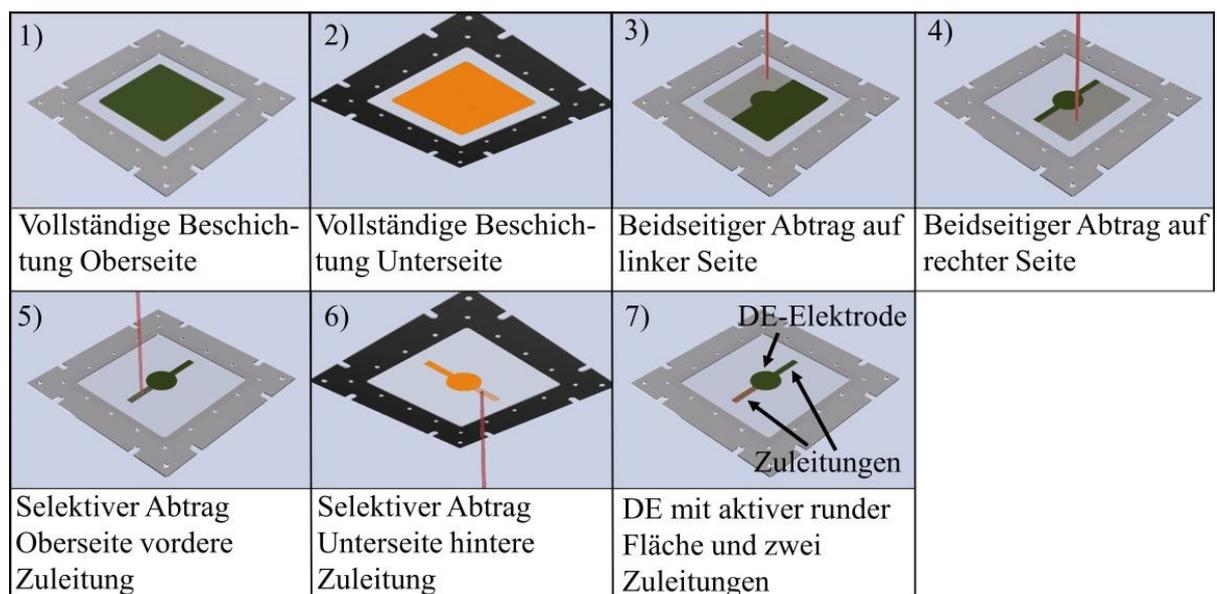


Abbildung 4-39: Laserstrukturierung: Ablauf des Laserprozesses. Strukturierung einer Ronde mit 2 elektrischen Anschlüssen.

Abtrag. Die Dünnschicht auf der anderen Seite bleibt beim selektiven Abtrag unversehrt. Das Ergebnis des in **Abbildung 4-39** gezeigten Prozesses ist eine runde aktive Fläche mit je einer Zuleitung auf der Oberseite und der Unterseite (7). Zum einen muss also ein relativ intensiver Laserstrahl die 10 nm dicken Elektroden gleichzeitig auf der Unter- und Oberseite entfernen, ohne dabei die 50 µm dicke PDMS-Folie in der Mitte zu verletzen. Zum anderen soll es möglich sein, mit einer niedrigen Laserintensität nur die Dünnschicht einer Seite zu entfernen, ohne die Elektrode auf der gegenüberliegenden Seite zu beschädigen.

Eine große Bandbreite an verschiedenen Laserparametern steht zur Verfügung, um Einstellungen zu finden, die den oben angesprochenen Anforderungen gerecht werden. Mit der Dämpfung erfolgt die definierte Abschwächung des Laserstrahls. Der Variablenraum geht von 0 bis 1710, ist einheitenlos und nicht linear. Bei der Repetitionsfrequenz finden in dieser Arbeit die Einstellungen 160 kHz und 80 kHz Anwendung. Die Lasergeschwindigkeit in mm/s umfasst Geschwindigkeiten zwischen 0 und 5000 mm/s. Vor Beginn des Laserprozesses muss der Fokus mechanisch auf die Probenoberfläche eingestellt werden.

Weitere Laserparameter wie JumpSpeed, JumpDelay, MarkSpeed, MarkDelay oder SkyWriting sind Einstellungen des Scankopfes. Beim Verstellen der Lasergeschwindigkeit müssen diese Parameter mit angepasst werden, damit die gewünschte Geometrie durch den Scankopf sauber abgefahren wird.

Die Suche nach geeigneten Laserparametern geschieht systematisch (**Abbildung 4-40**). Zuerst erfolgt die Einstellung der Fokusebene auf die Folienoberfläche. Die Ermittlung der geeigneten Kombinationen aus Dämpfung und Lasergeschwindigkeit lässt sich in einer Powersuche an einem Schachbrettmuster mit 8x8 Quadraten, mit der Seitenlänge von 0,8 mm und einem Abstand von 0,2 mm zum Nachfeld, realisieren (**Abbildung 4-40 a**). Es wird mit einer bestimmten Kombination aus Dämpfung und Lasergeschwindigkeit unten links begonnen. Die Erhöhung der Geschwindigkeit pro Zeile und der Dämpfung pro Spalte erfolgt um jeweils 25 Einheiten. Ein Lichtmikroskop kommt dann zum Einsatz, um das Schachbrettmuster optisch sowohl im Auflicht als auch im Durchlicht zu untersuchen. Parametersätze, welche nach optischen Kriterien die Anforderungen erfüllen, werden auf andere Versuche übertragen und überprüft. Die Kontrolle der Isolationsfähigkeit eines Konturschnittes findet durch Freilegen eines Quadrates und der anschließenden Messung des Widerstandes des Grabens statt (**Abbildung 4-40 b**). Als isolierend gilt ein Graben, wenn er bei 500 V Messspannung einen Widerstand größer als 1 GΩ aufweist. Weiterhin kommen selektiv strukturierte Leiterbahnen mit 2 Kontaktpunkten zum Einsatz, um den Widerstand zwischen den beiden Kontaktpunkten auf den jeweiligen Seiten zu messen. Die Qualität der selektiven Strukturierung kann so

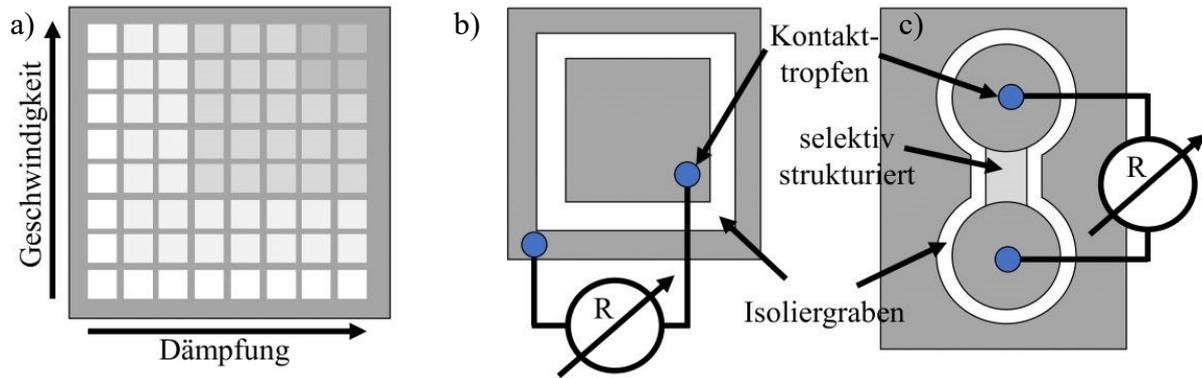


Abbildung 4-40: Laserstrukturierung: a) Schachbrettmuster für Powersuche, b) Isolationsmessung über einen Isolationsgraben, c) Widerstandsmessungen von selektiv strukturierten Leiterbahnen zwischen 2 Kontaktpads.

beurteilt werden (vgl. **Abbildung 4-40 c**). Zur Kontaktierung des Widerstandsmessgerätes auf der Dünnschichtelektrode dient ein Tropfen NaCl-Lösung an der Kontaktstelle. Die Messspitzen des Messgerätes tauchen dann bei der Messung in die Tropfen ein.

4.4.1 Absorptionsspektren der Folie und der Schichten

Abbildung 4-41 zeigt ein Absorptionsspektrum einer unbeschichteten PDMS-Folie sowie das Spektrum von zwei beschichteten Folien. Die reine Folie ist für den abgebildeten Wellenlängenbereich nahezu transparent, da die Absorption über den kompletten Wellenlängenbereich unter 10 % liegt. Die Laserwellenlänge von 355 nm wird von der Folie

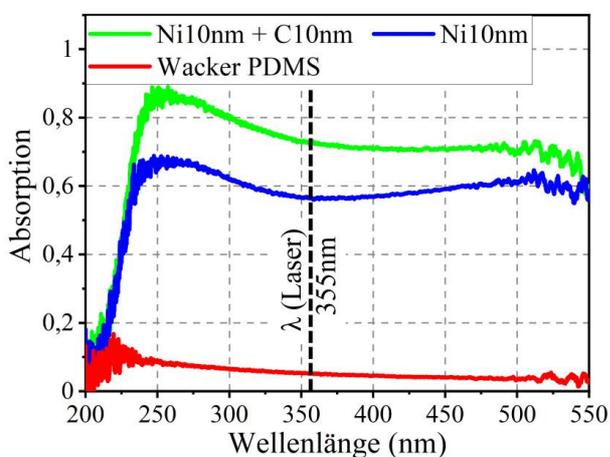


Abbildung 4-41: Laserstrukturierung: Absorptionsspektrum der reinen PDMS-Folie und verschiedener Dünnschichten auf Folie.

nur zu knapp 5 % absorbiert. Durch eine 10 nm dicke Nickelschicht auf der Folie steigt die Absorption auf etwa 60 % deutlich an. Bei 355 nm beträgt die Absorption knapp 57 %. Eine zusätzliche Kohlenstoffschicht erhöht die Absorption bei 355 nm weiter um ca. 15 % auf rund 72 %. Ein gleichzeitiger Dünnschichtabtrag auf beiden Seiten durch die Folie hindurch könnte somit möglich sein, da die Laserstrahlung beim Durchgang durch die PDMS-Folie nicht signifikant abgeschwächt wird. Dies erhöht gleichzeitig

die Anforderungen an einen selektiven Abtrag, da die Laserstrahlung nach dem Abtrag der ersten Seite nahezu ungeschwächt auf die Dünnschicht auf der Gegenseite trifft. Das Risiko einer Beschädigung ist also gegeben. Aus dem abgebildeten Spektrum kann abgeleitet werden, dass es für den selektiven Abtrag wohl nur ein sehr enges Prozessfenster geben kann.

4.4.2 Zugversuche an Proben mit Laserschnitten

In **Abbildung 4-42** sind die Ergebnisse von Zugversuchen verschieden präparierter Wacker-Folien dargestellt. Die rote Box repräsentiert mit dem Skalpell ausgeschnittene Folienproben. Das Heraustrennen der restlichen Proben erfolgt mit dem Laser bei niedriger Dämpfung (400) und niedriger Geschwindigkeit (100 m/min). Trotz der hohen Intensität erfordert die vollständige Durchtrennung der Folie eine mehrfache Ausführung des Schnittes. Bei den Zugproben, welche im blauen bzw. im grauen Box-Plot dargestellt sind, wird noch ein senkrecht zur Zugrichtung verlaufender kurzer oder durchgehender Laserschnitt (Cut) in der Mitte der Probe getätigt.

Die Ausführung dieser Schnitte erfolgt mit einer Dämpfung von 1050 und einer Geschwindigkeit von 200 mm/s, Parameter, die für einen sicheren Dünnschichtabtrag geeignet sind (siehe Kapitel 4.4.6). Mit dem Skalpell ausgeschnittene Zugproben zeigen die kleinste Reißdehnung. Unsaubere und ausgefranste Schnittkanten sind Schwachstellen und führen zum frühzeitigen Versagen der Proben. Im Mittel reißen diese Proben bei 187 % Dehnung. Mittels Laser ausgeschnittene Zugproben zeigen eine deutlich höhere Reißdehnung. Ein Laserschnitt

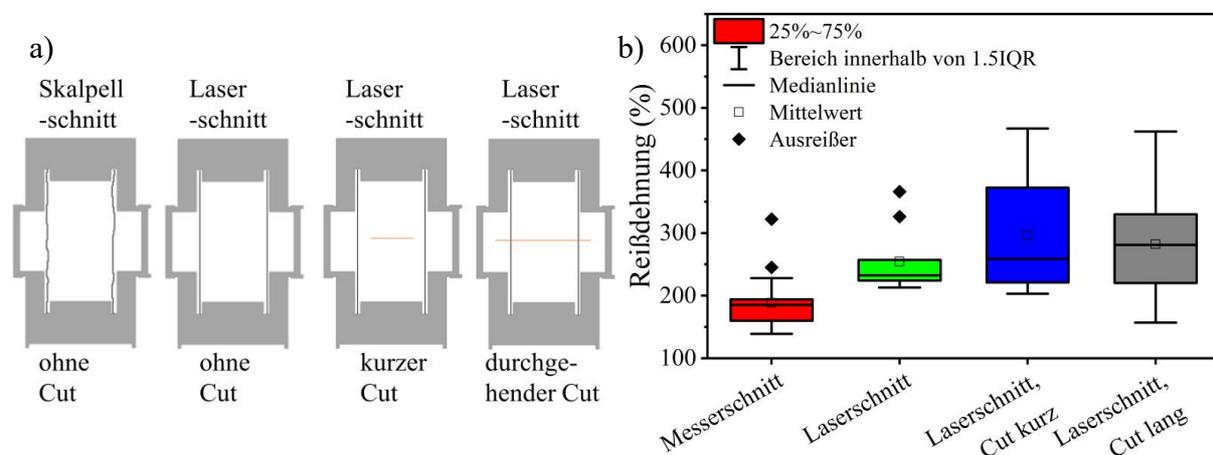


Abbildung 4-42: Laserstrukturierung: a) schematische Darstellung der hergestellten Zugproben, b) Ergebnisse der Zugversuche verschieden präparierter Wacker-Elastosil Folien.

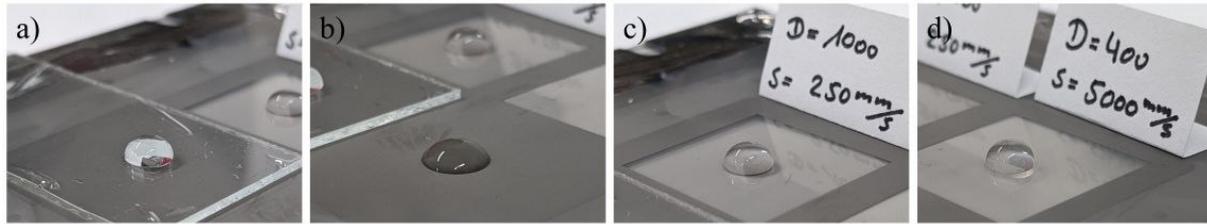


Abbildung 4-43: Laserstrukturierung: Benetzungsversuche: a) Wassertropfen auf unbeschichteter PDMS Folie, b) Wassertropfen auf gefalteter Nickelelektrode, c) und d) Wassertropfen auf zuvor beschichteter PDMS-Folie. Die Laserparameter beim Schichtabtrag wurden variiert.

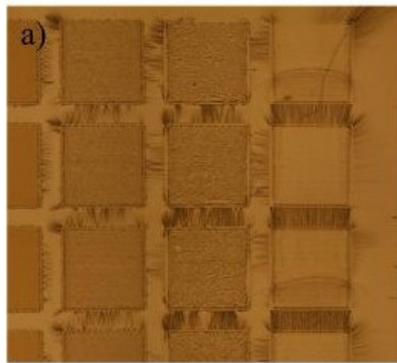
senkrecht zur Zugrichtung nimmt bei der gewählten Laserintensität keinen negativen Einfluss auf die Reißdehnung. Mittlere Reißdehnungen von 261 % (grüne Box), 297 % (blaue Box) und 282 % (graue Box) werden erreicht. Dies zeigt eindeutig, dass die Folie bei einer geeigneten Parameterauswahl für den Schichtabtrag keinen mechanischen Schaden nimmt. Die Qualität der Schnittkanten ist viel entscheidender (siehe frühes Versagen der Skalpellsschnitte).

4.4.3 Qualitative Analyse der Oberflächenspannung

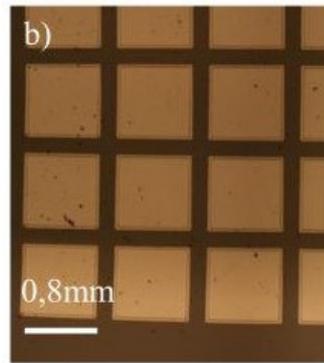
Abbildung 4-43 zeigt die Ergebnisse der Oberflächenspannungsuntersuchungen an verschiedenen Stellen einer PDMS-Folie. In Teil a) liegt ein Wassertropfen auf der reinen, unbeschichteten PDMS-Folie, in Teil b) befindet er sich auf der gefalteten Nickelelektrode. Die Elektrode wird mit 2 verschiedenen Laserparametern wieder abgetragen. In Abbildung c) erfolgt das Freilegen mit einer Dämpfung von 1000 und einer Geschwindigkeit von 250 mm/s. Eine Dämpfung von 400 gepaart mit einer Geschwindigkeit von 5000 mm/s findet in Abbildung d) Anwendung. Auf die freigelegten Quadrate wird ebenfalls wieder ein Wassertropfen aufgebracht. Auf den Bildern ist zu erkennen, dass die Tropfen aus den Abbildungen a), c) und d) nahezu den gleichen Benetzungswinkel aufweisen, d.h. eine Laserstrukturierung ändert die Oberflächenenergie der Folie nicht signifikant. Eine gefaltete Nickelelektrode lässt sich von Wasser hingegen gut benetzen. Es bildet sich ein recht kleiner Benetzungswinkel aus. Es wurden keine weiteren quantitativen Analysen durchgeführt.

4.4.4 Einfluss der Laser-Pulswiederholfrequenz

Zu Beginn der Arbeiten findet die Laserbearbeitung mit einer Pulsfrequenz von 160 kHz statt. Die so erzeugten Strukturen offenbaren oft Risse an den Rändern. Speziell nah



a)
160kHz, biax, Ni,
Durchlichtmikroskopie



b)
80kHz, biax, Ni,
Durchlichtmikroskopie

Abbildung 4-44: Laserstrukturierung: Unterschied zwischen einer Strukturierung bei 160 kHz und 80kHz. Deutliche Reduktion der Rissbildung bei 80kHz.

beieinanderliegende, feine Stege sind mit Rissen durchzogen. Die Reduktion der Frequenz auf 80 kHz bringt einen entscheidenden Fortschritt. Die freigeschnittene Struktur erweist sich nun als rissfrei und die Kanten werden sauber ausgebildet (siehe **Abbildung 4-44** b). Es handelt sich bei beiden

Proben um eine 37,5 % biaxial vorgestreckte, mit Nickel beschichtete Probe. Bei gleicher Dämpfung und gleicher Lasergeschwindigkeit ist der einzige Unterschied die Frequenz von 160 kHz in **Abbildung a)** bzw. 80 kHz in **Abbildung b)**. Darauf aufbauend erfolgen die nachfolgenden Laserversuche mit einer Repetitionsrate von 80 kHz.

4.4.5 Entwicklung der Parameter für den beidseitigen Schichtabtrag

Die ersten Laserversuche an Dünnschichten erfolgen an einseitig beschichteten Folien. Die Folie ist dabei noch auf dem Rahmen vorgespannt. Die Untersuchung findet an allen nickelbasierten Dünnschichtvariationen statt. Ein Überblick zeigt **Abbildung 4-45**. Die gezeigten Bilder sind aus Einzelbildern zusammengesetzt, was beim Zusammenfügen zu einer leichten Verzerrung führen kann. Gestartet wird jeweils in der unteren linken Ecke bei einer

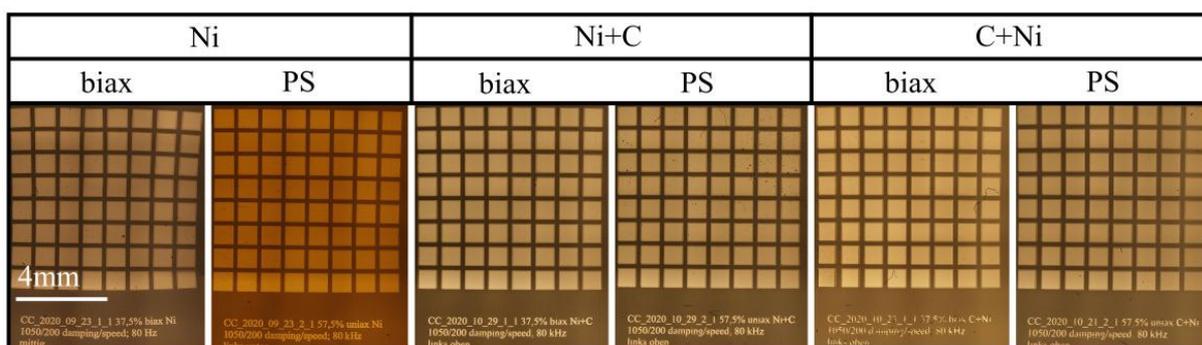


Abbildung 4-45: Laserstrukturierung: Übersicht der gelaserten Schachbrettmuster auf den verschiedenen Dünnschichten auf unterschiedlich vorgestreckten Folien.

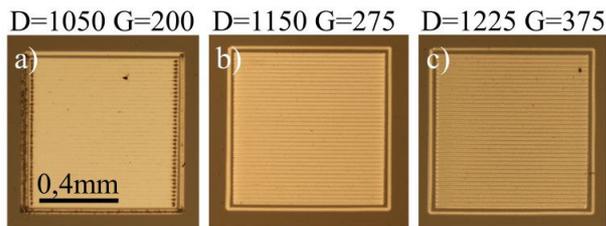


Abbildung 4-46: Laserstrukturierung: Detailansicht einzelner Kacheln einer PS vorgestreckten C+Ni-Schicht.

Dämpfung von 1050 und einer Geschwindigkeit von 200 mm/s. Die im Erscheinungsbild minimalen Unterschiede einzelner benachbarter Quadrate lassen sich in der Übersicht nicht erkennen. Deshalb präsentiert **Abbildung 4-46** einzelne Quadrate der PS vorgestreckten C+Ni-Schicht in der Detailansicht. Bei niedriger

Dämpfung und geringer Geschwindigkeit offenbaren sich Brandflecken an den Umkehrpunkten des Lasers (a). Die Laserintensität ist zu hoch. Hingegen führt eine mittlere Dämpfung gepaart mit einer mittleren Geschwindigkeit optisch zu einem vollständigen und sauberen Abtrag (b). Eine Erhöhung von Geschwindigkeit und Dämpfung scheint dann keinen vollständigen Abtrag mehr nach sich zu ziehen. Die Kachel erscheint im Durchlicht etwas dunkler (c).

Mit geeigneten Parametern erfolgt die Freilegung von Quadraten für die Widerstandsmessung, um die Isolierfähigkeit des entsprechenden Materialabtrages zu überprüfen. Bei einer Isoliergrabenbreite von 1 mm kann bei einer Dämpfung von 1050 und einer Geschwindigkeit von 200 mm/s ein Widerstand von mehr als 1 G Ω bei einer Messspannung von 500 V für alle Schichttypen sichergestellt werden.

Mit den gleichen Versuchen, also mit der Erzeugung eines Schachbrettmusters mit sich verändernden Lasereinstellungen, lassen sich auch bei beidseitig beschichteten, gespannten Folien geeignete Parametersätze ermitteln. Nach der optischen Auswertung der gelaserten Schachbrettmuster, werden Quadrate mit entsprechenden Parametersätzen freigelegt und die Isolationsfähigkeit der Gräben gemessen. Eine Dämpfung von 1000 in Kombination mit einer Geschwindigkeit von 250 mm/s führt bei einer Isoliergrabenbreite von 1 mm bei allen Schichttypen zu einer vollständigen Isolation.

Tabelle 4-8: Laserstrukturierung: Dämpfung und Geschwindigkeitsverhältnisse zum beidseitigen Abtrag einer entsprechenden Dünnschicht.

Schicht- konfiguration	einseitig beschichtet, gespannt	doppelseitig beschichtet gespannt	doppelseitig beschichtet entspannt
	Dämpfung/ Geschwindigkeit		
Ni	1050/200	1000/250	1000/250
Ni+C	1050/200	1000/250	1000/250
C+Ni	1050/200	1000/250	1000/250

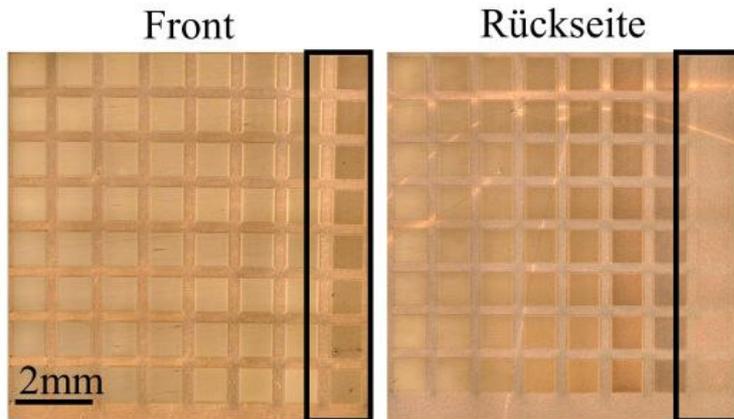


Abbildung 4-47: Laserstrukturierung: vermutlicher selektiver Abtrag in der letzten Spalte aufgrund deutlich unterschiedlicher optischer Erscheinungsbilder.

Bei beidseitig beschichteten Folien im entspannten Zustand ist eine Dämpfung von 1000 und eine Geschwindigkeit von 250 mm/s ebenfalls ausreichend, um auf beiden Seiten einen vollständig isolierenden Lasergraben zu erzeugen. **Tabelle 4-8** dient der Zusammenfassung der Ergebnisse.

4.4.6 Entwicklung der Parameter für den selektiven Schichtabtrag

Beim selektiven Schichtabtrag soll bei einer doppelseitig beschichteten Probe nur die Dünnschichtelektrode auf der dem Laserstrahl zugewandten Seite abgetragen werden, ohne die Elektrode auf der Gegenseite zu beschädigen.

Ein durch den Laser abgetragenes Schachbrettmuster auf der Oberseite der beidseitig beschichteten DE-Folie dient als Untersuchungsobjekt. Daran erfolgt die Begutachtung der Kacheln im Auflichtmikroskop sowohl von oben als auch von unten. Die Parametervariation im Schachbrett beginnt bei einer Dämpfung von 1125 und einer Geschwindigkeit von 200 mm/s

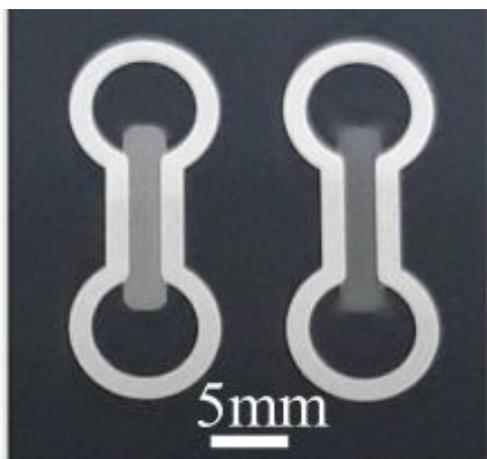


Abbildung 4-48: Laserstrukturierung: selektiv strukturierte Leiterbahnen zwischen 2 Kontaktpads.

und folgt dem zuvor beschriebenen Ablauf. In **Abbildung 4-47** ist das Schachbrettmuster einer beidseitig mit Ni+C beschichteten DE-Folie zu sehen. Dabei steht die letzte Spalte im Fokus der Beobachtungen, da hier die Rückseite unversehrt bleibt, während auf der Front ein Abtrag stattfindet. Es scheint, dass die Dämpfung, welche sich in jeder Spalte um 25 Punkte erhöht, wohl einen größeren Einfluss hat als die Geschwindigkeit, welche sich in jeder Zeile erhöht. Mit entsprechenden Parametersätzen lassen sich Leiterbahnen zwischen 2 Kontaktpads strukturieren und die jeweiligen

Tabelle 4-9: Laserstrukturierung: Parameterset für den selektiven Abtrag. Nur der selektive Abtrag der Nickel-Dünnschicht wurde bisher optimiert.

Schicht-konfiguration	doppelseitig beschichtet gespannt	doppelseitig beschichtet entspannt	doppelseitig beschichtet entspannt, Prozess optimiert
	Anzahl x Dämpfung/ Geschwindigkeit		
Ni	4x 1300/200	4x 1300/200	1x 1250/250
Ni+C	8x 1250/200 + 16x 1300/100	8x 1250/200 + 16x 1300/100	-
C+Ni	2x 1250/200 + 1x 1200/200	2x 1250/200 + 1x 1200/200	-

Widerstände auf der Vorder- und der Rückseite messen (**Abbildung 4-48**). Zum Teil muss mit einem Parametersatz die entsprechende Leiterbahn mehrfach bearbeitet werden, um einen kompletten Abtrag der Elektrode auf der Vorderseite und eine leitfähige Elektrode auf der Rückseite zu realisieren. Die Versuche erfolgen sowohl an gespannten als auch an entspannten Folien. Später findet eine Optimierung des Prozesses für reine Nickeldünnschichten statt. Eine Übersicht der Ergebnisse findet sich in **Tabelle 4-9**. Die Rezepturen sind kompliziert und umfassen sehr viele Einzelschritte. Zukunftspläne sehen auch hier eine Optimierung des Prozesses für die Ni+C- und die C+Ni-Dünnschicht vor.

4.4.7 Laserstrukturierung am Beispiel des Rondenaktors

In diesem Abschnitt erfolgt die Beschreibung der Herstellung eines Rondenaktors auf Basis

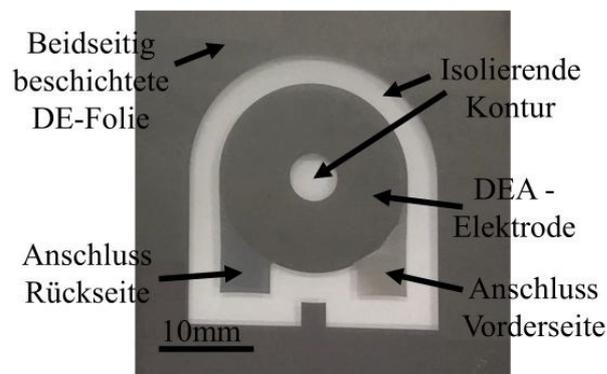


Abbildung 4-49: Laserstrukturierung: Ausgeschnittene Ronde für einen COP-Aktor (siehe Kapitel 4.5).

einer doppelseitig, mit Nickel beschichteten DE-Folie. Ein CAD-Programm dient zur Erstellung der gewünschten Geometrie als 2D Zeichnung im laserkompatiblen dxf-Format. Der Laser fährt dann im Prozess alle in der Zeichnung enthaltenen Linien ab. Um eine Ronde, wie in **Abbildung 4-49** zu realisieren, braucht es 2 verschiedene dxf-Dateien. Die erste Datei enthält die Information der isolierenden Kontur (**Abbildung 4-50 b**) und die zweite

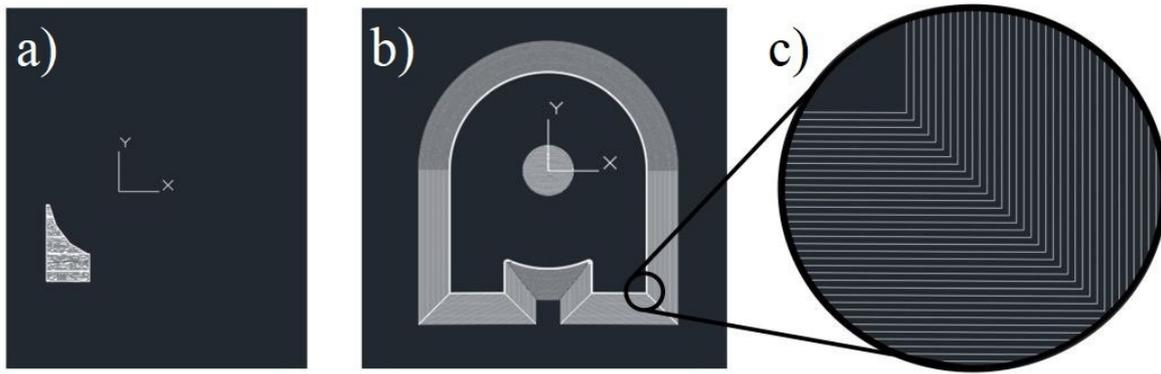


Abbildung 4-50: Laserstrukturierung: dxf-Zeichnungen für das Strukturieren eines DEs in Form einer Ronde mit untenliegenden Anschlüssen. a) Zeichnung für den selektiven Abtrag der Anschlüsse, b) Konturschnitte, c) Detailansicht der versetzten Linien.

beinhaltet die Struktur der Anschlüsse (**Abbildung 4-50 a**). Ein flächiger Abtrag geschieht durch das Abfahren einzelner, zueinander versetzter Linien. Der Linienversatz in den Zeichnungen beträgt 0,02 mm. Ein solch geringer Versatz gewährleistet die Überlappung benachbarter Laserschnitte (vgl. **Abbildung 4-50 c**).

Die doppelseitig beschichtete Folie wird in den Laser eingelegt und an einem Positionieranschlag ausgerichtet. Es erfolgt die Wahl der Tischposition und der Scannereinstellungen in geeigneter Art und Weise, sodass sich die Folienmitte im Programm im Zentrum der dxf-Zeichnungen und der Fokus sich auf der Folienoberfläche befinden. Nach dem Einstellen der Frequenz auf 80 kHz und dem Laden der dxf-Datei mit den Konturschnitten, erfolgt die beidseitige Freilegung der Ronde mitsamt den Anschlüssen mit einer Dämpfung von 1000 und einer Geschwindigkeit von 250 mm/s. Danach wird die dxf-Datei des Anschlusses geladen. Die Bearbeitung des Anschlusses findet mit einer Dämpfung von 1250 und einer Geschwindigkeit von 250 mm/s statt. Dies führt zu einem selektiven Abtrag lediglich auf der Oberseite. Bei der Erstellung der unterschiedlichen dxf-Dateien ist auf die exakte Lagebeziehung der Einzelkomponenten zu achten. Der Ursprung des Koordinatensystems sollte für alle Zeichnungen an der gleichen Stelle sein, damit die zu lasernden Konturen zueinander die richtige Ausrichtung besitzen. Nach dem selektiven Abtrag der Elektrode auf der Vorderseite wird der Rahmen mit der DE-Folie um 180° um die y-Achse gedreht und wieder am Anschlag ausgerichtet. Dann schließt sich der selektive Abtrag des Anschlusses auf der nun laserzugewandten Rückseite an. Bei nicht symmetrischen Aktorgeometrien muss die dxf-Zeichnung für den selektiven Abtrag der Rückseite entsprechend spiegelverkehrt ausgeführt sein, damit es nach der Drehung der Probe um 180 ° nicht zu Komplikationen kommt.

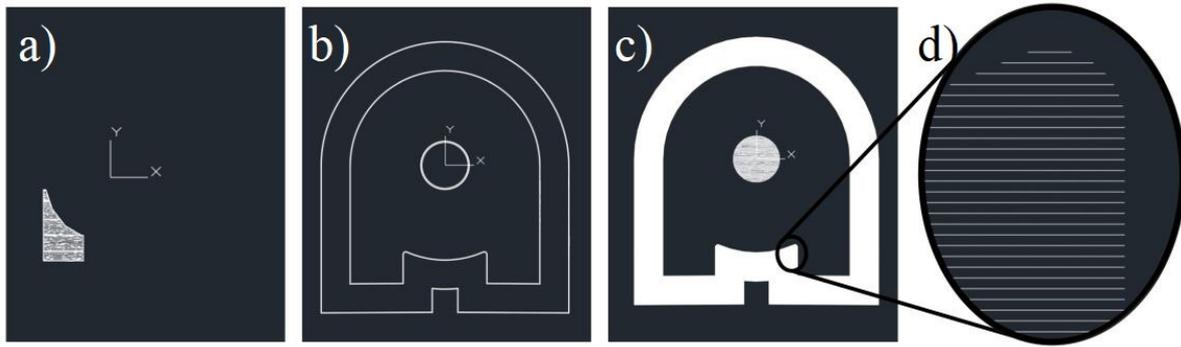


Abbildung 4-51: Laserstrukturierung: dxf-Zeichnungen für den weiterentwickelten Laserprozess. a) Zeichnung für selektiven Abtrag der Anschlüsse, b) Konturschnitte, c) Zeichnung mit Schraffur, d) Detailansicht Schraffur.

Die Freilegung der Kontur ist ein sehr zeitaufwändiger Prozess. Selbst mit einer Geschwindigkeit von 250 mm/s nimmt dieser Prozess bei der hier gezeigten Geometrie mit knapp acht Minuten ca. 90 % der Gesamtlaserzeit in Anspruch. Deshalb steht die Zeitoptimierung des Prozesses nachfolgend im Fokus. In der Konturzeichnung werden nur noch 13 äußere Konturschnitte mit einer Geschwindigkeit von 250 mm/s, einer Laserrepetitionsfrequenz von 80 kHz und einer Dämpfung von 1000 durchgeführt, um eine saubere äußere Kontur des DEs herauszuarbeiten. Danach erfolgt der Wechsel zu einer Frequenz von 160 kHz, einer Geschwindigkeit von 5000 mm/s und einer Dämpfung von 400, um den Rest weg zu schraffieren. Die Schraffur ist dabei lediglich horizontal oder vertikal ausgerichtet. Der Abstand benachbarter Schraffurschnitte beträgt 0,02 mm. Die End- bzw. Anfangspunkte einer Schraffurlinie liegen dabei auf dem mittleren, 7. Konturschnitt. Dies gewährleistet eine saubere Ausbildung der Schraffur auch an Rundungen. Für ein optimales Schraffurergebnis sollte die Funktion SkyWriting am Laser mit den Parametern 470,0 gewählt werden. Diese Umstellung des Laserprozesses resultiert in einer deutlichen Reduktion der Bearbeitungszeit von ca. 80 %. Eine solche Vorgehensweise benötigt 3 dxf-Zeichnungen, eine Zeichnung mit den Konturschnitten, eine Zeichnung mit der Schraffur und eine Zeichnung für den selektiven Abtrag der Anschlüsse (vgl. **Abbildung 4-51**).

Tabelle 4-10 listet die Parametersätze für die einzelnen Arbeitsschritte auf. Diese Parameter beziehen sich auf die Bearbeitung einer reinen, 10 nm dicken Nickel-Dünnschicht. Die grün hinterlegten Spalten zeigen die jeweiligen Unterschiede. Die zusätzliche noch aufgeführten Delay-Zeiten sowie *LineStyle* und *ArcConfig* sind weitere Scankopfparameter. Diese wurden aus vorherigen Programmen übernommen und im Rahmen der Arbeit nicht verändert. Der Vollständigkeit halber müssen sie aber genannt und ggf. in ein neues Laserprogramm integriert

Tabelle 4-10: Laserstrukturierung: Wichtige Parametersätze für die einzelnen Arbeitsschritte zur Strukturierung einer 10 nm dicken Nickel-Dünnschicht. Die grün hinterlegten Felder zeigen die jeweiligen Unterschiede zwischen den einzelnen Prozessschritten.

Laserparameter	Konturschnitte	Schraffur	selektiver Abtrag
Skywriting	0.0	470.0	0.0
MarkDelay	500	500	500
JumpDelay	500	500	500
LineStyle	stylesolid	stylesolid	stylesolid
ArcConfig	ArcAsArc	ArcAsArc	ArcAsArc
OnDelay	300	300	300
OffDelay	510	510	510
PolyDelay	250	250	250
Speed	250	5000	250
Damping	1000	400	1250
Jump_x	0	0	0
Jump_y	-5	-5	-5
Move_x	132	132	132
Repetitionsfrequenz	80kHz	160kHz	80kHz

und angepasst werden. *Move_x* bezeichnet die x-Position des Probenisches und *Jump_x* bzw. *Jump_y* bezieht sich auf die Ausgangskoordinaten des Laserscanners. Bei einer Tischposition von 132 mm und einer *Jump x,y*-Position von 0,-5 trifft der Laserstrahl genau auf die Mitte der eingelegten, auf dem Trägerrahmen positionierten Folie. Bei vielen Parametern handelt es sich um anlagenspezifische Parameter. Ein direkter Übertrag auf andere Lasersysteme ohne Adaption der Parameter lässt sich wahrscheinlich nicht realisieren. Eine erfolgreiche Strukturierung erfordert die Anpassung und Anwendung einer Vielzahl der beschriebenen Lasereinstellungen. Dies verdeutlicht, dass die Möglichkeit der Laserstrukturierung grundsätzlich gegeben ist, es sich hierbei aber um einen diffizilen und komplexen Prozess handelt.

4.4.8 Miniaturisierung von laserstrukturierten DE-Geometrien

Die Grenzen der Erzeugung kleiner Strukturen und damit die Grenzen der Möglichkeiten zur Miniaturisierung von DE-Anwendungen werden im Rahmen der Laserstrukturierung ausgelotet.

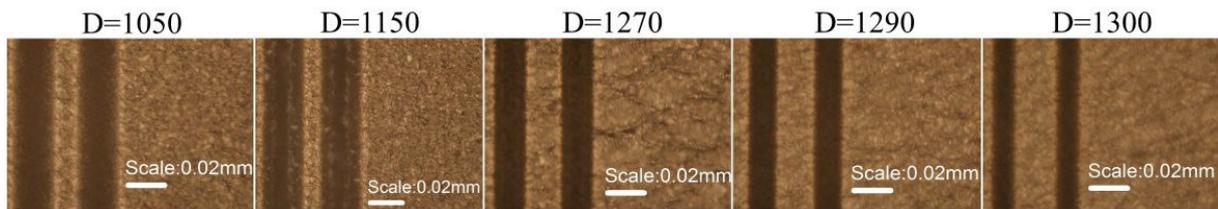


Abbildung 4-52: Laserstrukturierung: Lasergrabenbreite in Abhängigkeit der Dämpfung.

Es ist eine klare Abhängigkeit zwischen der Linienbreite eines Laserschnittes und der vorgegebenen Dämpfung zu erkennen. Mit steigender Dämpfung und folglich sinkender Laserintensität, verkleinert sich die Linienbreite des Laserschnittes. Mit einer Dämpfung von 1050 ist der Lasergraben ca. 25 μm breit. Dieser schrumpft auf eine Breite von 10 μm bei einer Dämpfung von 1300 (**Abbildung 4-52**). Diese Werte erweisen sich als kritisch, da eine erhöhte Dämpfung von 1300 keine effektive Bearbeitung mehr ermöglicht. Selbst für eine selektive Abtragung muss bei einer solch hohen Dämpfung der Laservorgang sehr oft wiederholt werden, um einen entsprechenden Abtrag zu erzielen. Eine Linienbreite von 25 μm , und damit einhergehend ein Eckenradius von 25 μm , markiert somit die praktisch relevante Grenze der Miniaturisierung.

Bei schmalen Linienbreiten ist es möglich, Beugungseffekte des Lichts hervorzurufen und optisch abzubilden. Die Bestrahlung eines strukturierten Dreifachkreuzes mit monochromatischem Laserlicht der Wellenlänge von 650 nm führt zur Ausbildung eines Beugungsmusters. Wird anstatt eines Dreifachkreuzes ein Beugungsgitter in die Elektrode des

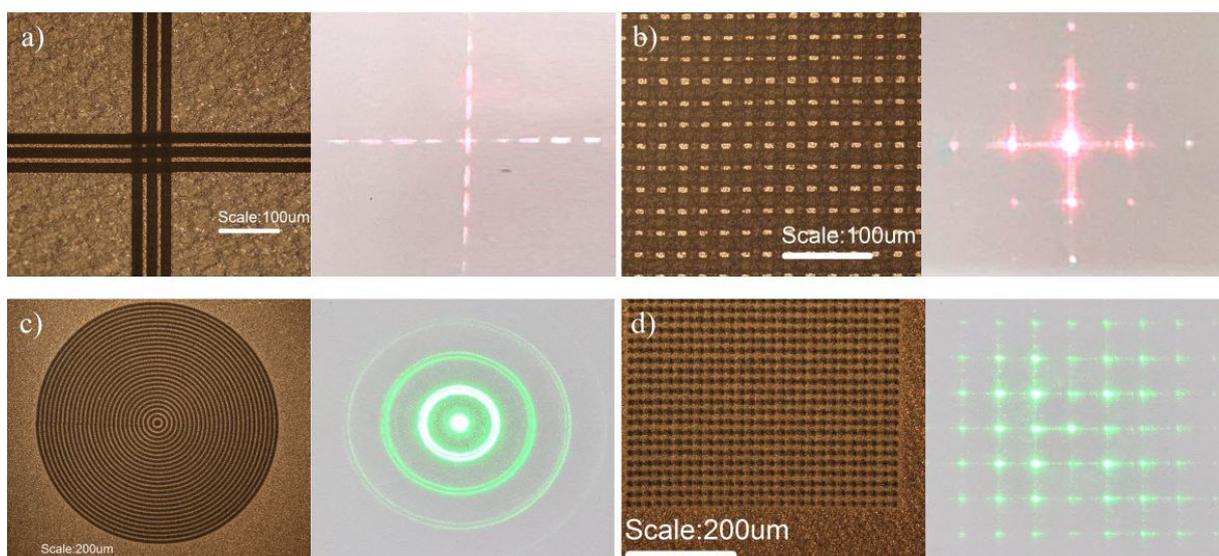


Abbildung 4-53: Laserstrukturierung: verschiedene Beugungsgitter und korrespondierende Beugungsmuster. a) Dreifachkreuz, b) Beugungsgitter, c) Ringe, d) Punkte-Array.

DE strukturiert, so bildet sich das komplexere Beugungsmuster eines Gitters aus. Beugungsmuster lassen sich ebenfalls mit gelaserten Punkte-Arrays oder mit gelaserten Ringen erzeugen. Um die benötigten feinen Linien zu lasern, erfolgt die Bearbeitung mit einer Dämpfung von 1280 und einer Geschwindigkeit von 250 mm/s. Um die Schicht komplett abzutragen, muss ein Schnitt allerdings 2500-mal wiederholt werden. Wird ein so strukturierter DE nun durch Anlegen einer Hochspannung aktiviert, ändert sich auch das projizierte Beugungsmuster. Die Änderungen sind allerdings sehr klein. Da für diese Versuche ein DE mit undefinierter Vorspannung verwendet wurde, ist die geometrische Änderung der Membran während der Aktuierung nicht vorhersehbar.

4.4.9 Probleme der Laserstrukturierung

Gerade bei der selektiven Laserstrukturierung stellt die Abstimmung der Dämpfung auf die Schichtdicke der Dünnschicht eine echte Herausforderung dar. Es existiert nur ein extrem kleines Prozessfenster. Die Herstellung der 10 nm dicken Nickel-Dünnschicht erfolgt in händisch kontrollierten Prozessen bei einer Sputterleistung von 300 W innerhalb von 5 Sekunden. Eine Abweichung der Prozessdauer um eine Sekunde hat eine Dickenvariation von 20 % zur Folge. Diese Variation der Schichtdicke beeinflusst das Ergebnis der selektiven Strukturierung nachteilig. Aus diesem Grund wird die Sputterzeit bei gleichzeitiger Drittelung der Sputterleistung verdreifacht. 15 Sekunden Sputterzeit ergeben bei 100 W ebenfalls 10 nm. Der Einfluss auftretender Fehler bei der manuellen Prozesssteuerung kann so um ein Drittel reduziert werden. Dies ermöglicht eine höhere Erfolgsquote beim selektiven Lasern.

Des Weiteren nimmt die Seeder-Leistung des Seederkristalls des Lasers über die Lebensdauer von knapp 2 Jahren kontinuierlich ab. Zahlenmäßig bewegt sie sich zwischen 3,2 W und 2,5 W. Eine Abnahme der Seeder-Leistung erfordert gegebenenfalls ein manuelles Nachregeln der Laserintensität über die Anpassung der Dämpfung.

Ein weiteres Problem stellt die mechanische Positionierung der Proben im Laser dar. Es gibt einen Anschlag, an den die Rahmen angedrückt werden können. Allerdings sind manche Rahmen leicht verzogen, was dazu führt, dass sich die Probenmitte nach dem Drehen der Probe leicht verschieben kann. Gerade bei filigranen Strukturen stellt das ein Problem dar. Wenn möglich, wird die entsprechende Laserkontur für die Rückseite mit einem leichten Übermaß versehen, um den Einfluss von Positionierungsfehlern zu minimieren.

4.4.10 Fazit der Laserstrukturierung

Die oben präsentierten Ergebnisse zeigen die Möglichkeiten und die daraus resultierenden Vorteile einer Laserstrukturierung. Gegenüber einem Maskenprozess kann deutlich genauer und flexibler gearbeitet werden. Kleinste Strukturen in der Größenordnung von 25 μm können herausgearbeitet werden.

Beachtlich ist der Umstand, dass ein gleichzeitiger Abtrag der Elektrode auf der Ober- und der Unterseite in nur einem Bearbeitungsschritt möglich ist. Mit hoher Laserintensität erfolgt der Abtrag beider Elektroden, auf der Rückseite sogar durch die PDMS-Folie hindurch. Dabei bleibt die Folie mechanisch unbeschadet, da sie für die Wellenlänge des Lasers nahezu transparent ist. Ebenso ermöglicht eine geringere Laserintensität einen selektiven Abtrag der laserzugewandten Elektrode. Die Elektrode der Rückseite bleibt dabei intakt und leitfähig. Diese Möglichkeiten werden erst durch die Ultrakurzpulstechnik des Lasers eröffnet. Durch den hohen Energieeintrag in extrem kurzer Zeit kommt es nicht zu einer Erwärmung der Probe und es findet ein kalter Materialabtrag statt. Die sonst bei kontinuierlichen oder länger gepulsten Lasern auftretende Beeinträchtigung des Substrates in der Wärmeeinflusszone bleibt aus.

Der Laserprozess bietet noch viel Potenzial. Die Entwicklung und die anschließende Evaluation von Parametersätzen für das selektive Strukturieren der verschiedenen Dünnschichttypen stehen noch aus. Aktuell liegt ein solcher Parametersatz nur für die 10 nm dicke Ni-Dünnschicht vor. Wünschenswert wären auch Parametersätze, welche eine größere Bandbreite an Dickenvariationen abdecken. Der selektive Laserprozess wäre dann toleranter gegenüber möglichen Dickenschwankungen.

Weiterhin ist die exakte Positionierung der Probe im Lasersystem eine Herausforderung. Der mechanische Anschlag in Kombination mit leicht verzogenen Metallrahmen liefert aktuell nicht die benötigte Genauigkeit im μm -Bereich. Die Erweiterung des Lasersystems um ein optisches Positioniersystem könnte Abhilfe schaffen.

Viele der in diesem Kapitel vorgestellten Ergebnisse wurden im Rahmen einer Bachelorarbeit von Hannah Priester, welche im Rahmen dieser Dissertation betreut wurde, erarbeitet. Die Ergebnisse der Arbeit können in [245] nachgelesen werden.

4.5 Dünnschichtelektroden im Einsatz

Die entwickelten Elektroden werden im Rahmen der Arbeit in verschiedenen Aktoren eingesetzt, um neben den elektromechanischen Charakterisierungen auch mögliche

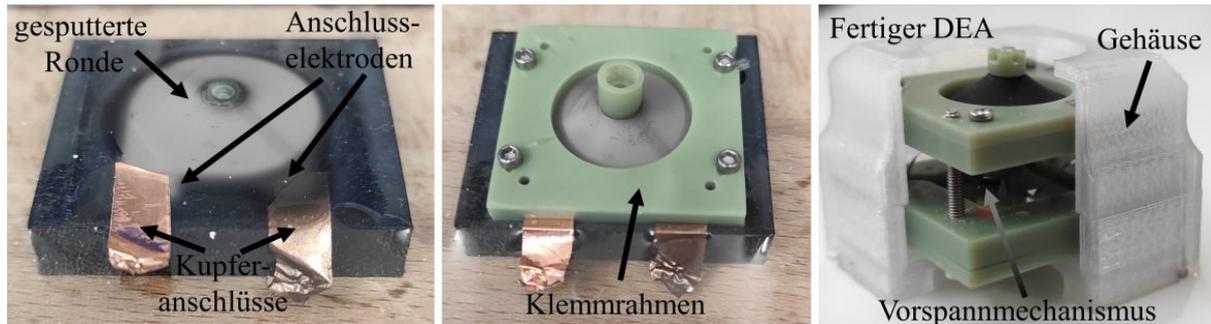


Abbildung 4-54: DE-Aktoren: Zusammenbau eines COP-Aktors.

Anwendungen zu testen. Die nachfolgend gezeigten Aktoren sind Technologiedemonstratoren, die in dieser Form bisher keine Anwendung in der Industrie finden.

4.5.1 Mini-EAP

Das Projekt Mini-EAP (EAP = elektroaktive Polymere) wurde in Kooperation mit dem Lehrstuhl für intelligente Materialien (IMSL) durchgeführt. Ziel des Projektes ist es, einen möglichst kleinen dielektrischen Elastomeraktor (DEA) bzw. dielektrischen Elastomersensor (DES) auf Basis einer metallischen Dünnschichtelektrode aufzubauen.

Zum Einsatz kommen sowohl 37,5 % als auch 57,5 % biaxial vorgestreckte Ni-Dünnschichtelektroden. Als Elektrode dient eine kreisförmige Ronde mit einem Durchmesser von 20 mm mit auslaufenden Anschlüssen. Die Herstellung der Geometrie erfolgt mittels Maskenprozesses bzw. später mittels Laserprozesses. Auf die Anschlusselektroden aufgeklebtes Kupferklebeband ermöglicht die elektrische Kontaktierung. Die Folie mit den Kupferanschlüssen wird in einen Klemmrahmen fixiert und die Membran mit einem

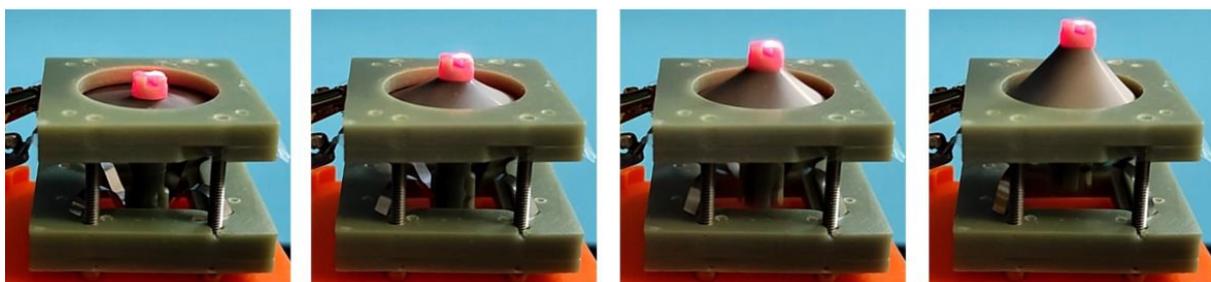


Abbildung 4-55: DE-Aktoren: Aktuierung eines COP-Aktors. Das Zentrum der Membran wird bei Anlegen einer Hochspannung durch den nichtlinearen Vorspannmechanismus nach oben ausgelenkt.

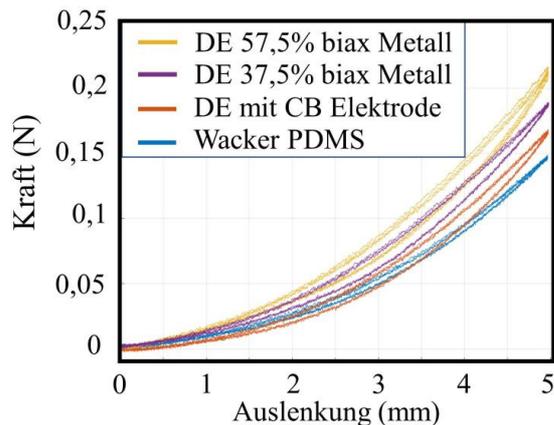


Abbildung 4-56: DE-Aktoren: Kraft-Weg-Messungen verschiedener Ronden. Messungen wurden vom Projektpartner (IMSL) durchgeführt.

nichtlinearen Vorspannmechanismus kombiniert. Ein Gehäuse dient letztlich dem Schutz des Aktors sowie dem Schutz des Anwenders (vgl. **Abbildung 4-54**). **Abbildung 4-55** zeigt die Bewegung eines realisierten Aktors. Bei angelegter Hochspannung wird die DE-Membran dünner und länger. Die nichtlineare Feder kann sich entspannen, indem sie den mittleren Stempel deutlich aus der Ebene nach oben drückt. Diese Bewegung ist charakteristisch für einen „circular out of plane“ Aktor, kurz COP. Ein so aufgebauter DEA fängt bei Wechselspannung an zu vibrieren und liefert ein haptisches Feedback. Als Sensor geschaltet kann dieser Aufbau als Knopf oder Taster dienen. Mit Hilfe einer geeigneten Segmentierung der DE Elektrode lässt sich ein kleiner Joystick realisieren (nicht in der Abbildung gezeigt).

Abbildung 4-56 präsentiert Vergleichsmessungen, in denen 37,5 % und 57,5 % biaxial vorgestreckte, mit Nickel beschichtete Folien der unbeschichteten Folie und einer Folie mit einer CB-Elektrode gegenübergestellt werden. Die unbeschichtete PDMS-Folie zeigt die niedrigste Kraftantwort und die kleinste Hysterese. Die Kraftantwort der 57,5 % biaxial vorgestreckten, metallisch beschichteten Folie ist am größten. Dahinter folgt die 37,5 % biaxial vorgestreckte Probe. Die Folie mit der CB-Elektrode offenbart eine niedrigere Kraftantwort. Bei den Hysteresen der verschieden beschichteten Proben zeigen sich keine nennenswerten Unterschiede. Eine Folie mit einer metallischen Dünnschichtelektrode stellt also ähnliche mechanische Kennwerte wie eine Folie mit einer CB-Elektrode bereit. Die Hysterese ist gleich und die höhere Kraftantwort bei der Auslenkung kann mit der Anpassung des Vorspannmechanismus ausgeglichen werden. Die Messungen wurden vom Projektpartner (IMSL) durchgeführt, die Ergebnisse mit Erlaubnis reproduziert.

4.5.2 DECMAS

Im DECMAS-Projekt kommen ebenfalls 57,5 % oder 37,5 % biaxial vorgestreckte, mit Nickeldünnschichtelektroden beschichtete Wacker-Folien zum Einsatz. Die Herstellung der



Abbildung 4-57: DE-Aktoren: COP-Aktor mit flexiblem und weichem Silikon-Dome als Vorspannmechanismus. Bewegung des Aktors bei angelegter Spannung.

Elektrodengeometrie, eine Ronde mit entsprechenden Anschlusselektroden, geschieht anfangs durch einen Maskenprozess und später durch den Laserprozess. Eine Silikonkuppel (engl. Dome) kommt als Vorspannmechanismus zum Einsatz, um so einen COP-Aktor herzustellen. Im DECMAS-Projekt sind alle verwendeten Materialien weich und flexibel, wodurch der aufgebaute Aktor in gewissen Grenzen gebogen werden kann und dennoch seine Funktion behält [246].

Der zusammengebaute Aktor und dessen Hub bei 3 kV angelegter Spannung ist in **Abbildung 4-57** zu erkennen. Die Auslegung des Vorspannmechanismus geht sowohl auf experimentelle Versuche als auch auf Modellentwicklungen und Simulationen der Projektpartner zurück [36,37,246–250].

Sowohl bei Mini-EAP als auch bei DECMAS Aktoren kann die Fähigkeit zur Selbstheilung beobachtet werden. Elektrische Durchschläge, welche bei einer gewissen Spannung U_1 auftreten, können mit einer gezielten Behandlung mit einer Überspannung U_2 ausheilen. Wird anschließend wieder die niedrigere Spannung U_1 an den Aktor angelegt, so kommt es zu keinen weiteren Durchschlägen. Diese Fähigkeit der Selbstheilung dünner metallischer Schichten findet im Bereich der Folienkondensatoren bereits seit langem Anwendung. An elektrischen Durchschlägen kommt es bei angelegter Spannung zu einer sehr großen Stromdichte und somit lokal zu einer extrem großen Hitzeentwicklung. Die Elektrode verdampft lokal und es entsteht ein Isoliergraben um die Durchschlagsstelle [251–253]. Beim Anlegen einer gezielten Überspannung U_2 erfolgt eine Vergrößerung des Isoliergrabens. Die kleiner gewählte Betriebsspannung U_1 kann diesen nicht mehr überwinden und Ober- und Unterseite sind wieder elektrisch voneinander getrennt. Diese Fähigkeit ist bei CB-Elektroden bisher nicht bekannt und könnte als Vorteil einer metallbasierten Dünnschichtelektrode ausentwickelt werden.

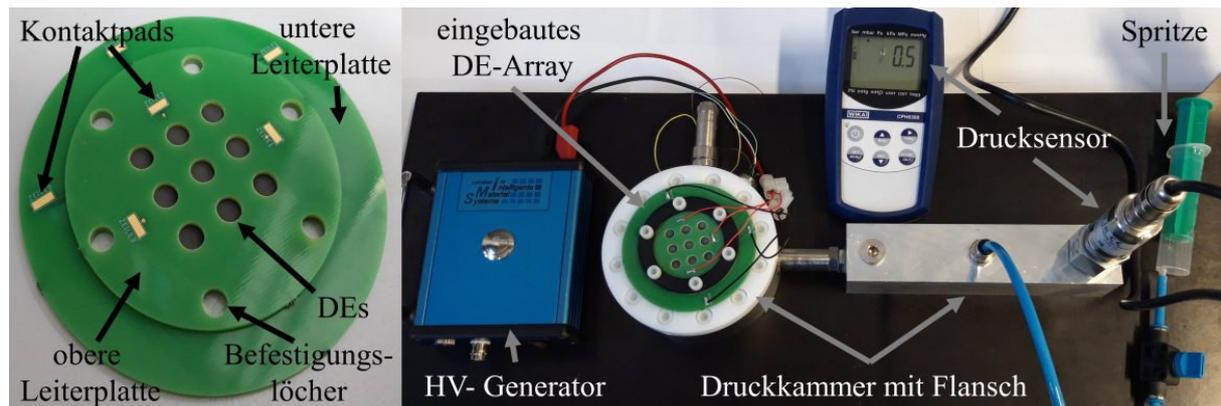


Abbildung 4-58: DE-Aktoren: linke Seite: eingelegte DE-Folie zwischen oberer und unterer Leiterplatte, rechte Seite: Messaufbau am Druckprüfstand.

4.5.3 3x3 Array aus dielektrischen Elastomeren

Für das Array wird eine C+Ni-Dünnschichtelektrode sowohl auf 37,5 % als auch auf 57,5 % biaxial vorgestreckten Wacker-Folien aufgesputtert. Hier kommen anfangs der Maskenprozess und später der Laserprozess zur Herstellung der Elektrodengeometrie zum Einsatz. Eine Array-Kreisfläche hat einen Durchmesser von 6 mm, der horizontale und der vertikale Abstand zur nächsten Kreisfläche beträgt 9 mm. An jeder Ronde wird um 180 ° versetzt, auf der Ober- und Unterseite jeweils eine Kontaktelektrode mit aufgesputtert.

Die fertig hergestellte DE-Folie wird zwischen zwei Leiterplatten mit aufgedruckten Kontaktpads und Leiterbahnen geklemmt. Die untere Leiterplatte hat einen Durchmesser von 10 cm und die obere von 8 cm (**Abbildung 4-58** linke Seite). Die jeweils zum DE zeigenden Kontaktpads der Leiterplatten sind im Aufbau deckungsgleich mit den Kontaktelektroden der DEs. An die anderen, von außen zugänglichen Kontaktpads, lassen sich Drähte zur Kontaktierung der Elektronik anlöten. Der Kontakt von der Leiterplatte zu den DEs erfolgt rein durch eine mechanische Klemmung. Auf der Unterseite geschieht die Zusammenschaltung von je 3 DEs zu einer Reihe und auf der Oberseite zu einer Zeile. Diese Matrixverschaltung ermöglicht sowohl die Ansteuerung einzelner, aber auch mehrerer DEs gleichzeitig.

Das so aufgebaute DE-System wird dann mittels Schrauben auf einen Flansch an einer Druckkammer befestigt. Ein an die Druckkammer angeschlossener Drucksensor dient der Überwachung des Druckes in der Kammer. Die Einstellung des Druckes erfolgt manuell mit einer Spritze (**Abbildung 4-58** rechts). Einerseits übernimmt der beaufschlagte Druck die Aufgabe eines Vorspannmechanismus bei der Aktuierung mit 2,8 kV, andererseits liefert die

druckabhängige Auslenkung der Membran aufgrund der korrespondierenden Kapazitätsänderung am DE-Array Informationen über die Druckänderung.

In **Abbildung 4-59** sind Auszüge der Ergebnisse der Charakterisierungen dargestellt. **Abbildung a)** zeigt die Hubmessungen dreier Arraypunkte. Dabei wird der mittlere Punkt aktiviert. Die beiden Nachbarn, links von der Mitte bzw. schräg unten, bleiben inaktiv. Der Hub bezeichnet allgemein die Bewegung des DEs aufgrund einer angelegten Spannung. Die Auslenkung beschreibt lediglich die Verformung des DEs durch einen angelegten Druck. Der gesamte Arbeitsweg setzt sich also aus Hub und Auslenkung zusammen. Bei niedrigen Drücken ist der Hub sehr groß. Liegt kein oder nur ein geringer Druck hinter der DE-Folie an, so wird diese noch nicht aus der Ebene ausgelenkt und es gibt keine Vorzugsrichtung für die Verformung der Folie bei der Aktuierung. Es bilden sich undefinierte Wellen auf dem DEs aus. Diese Wellen werden vom Messaufbau als großen Hub registriert. Mit steigendem Innendruck wölbt sich die DE-Folie zunehmend nach außen. Bei angelegter Hochspannung kann sich diese dann nur noch in eine Richtung ausdehnen. Die gemessenen Hübe sind dann mit ca. 0,15 mm kleiner, aber definiert und reproduzierbar. Die benachbarten, nicht mit Spannung versorgten DEs zeigen so gut wie keine Änderung im Hub. Dies verdeutlicht, dass eine mechanische Entkopplung benachbarter DEs über die Klemmung der beiden Leiterplatten zu erreichen ist. Die beim linken Nachbar auftretenden kleinen Hübe sollten durch die Verwendung zusätzlicher Schrauben oder durch ein höheres Anzugsmoment vermieden werden können.

Abbildung 4-59 b) zeigt druckabhängige Kapazitätsmessungen. Nach einer hohen Anfangskapazität des gesamten Arrays von 145 pF, fällt die Kapazität nach einer Druckänderung von 0,2 mbar drastisch auf ca. 18 pF ab (vgl. Inlet). Dieser Abfall steht mit

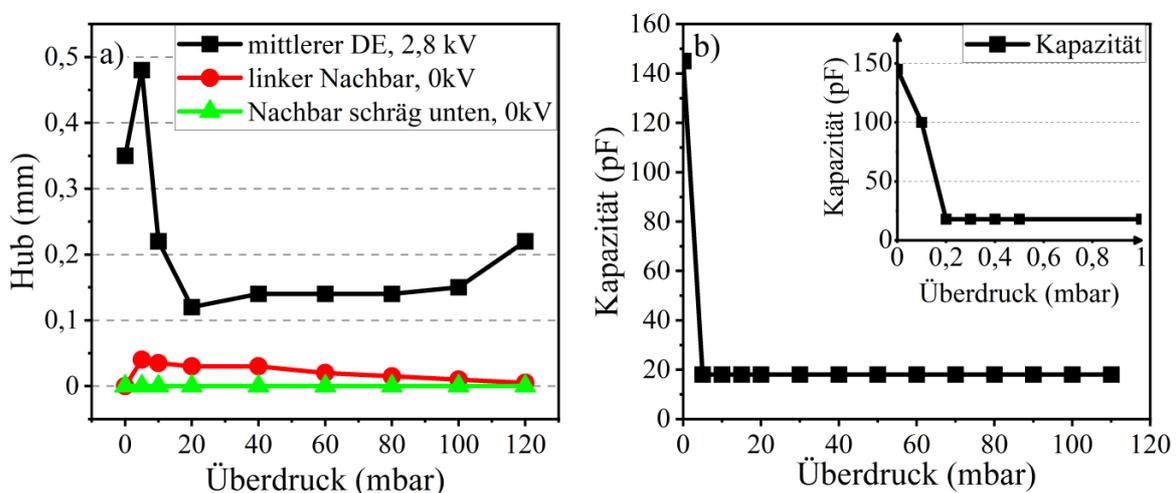


Abbildung 4-59: DE-Aktoren: a) druckabhängige Hubmessungen, b) druckabhängige Kapazitätsmessungen.

Kontaktproblemen in Verbindung. Die Verwendung von leitfähigem Kleber eliminiert das Problem. Bei der Aktuierung fallen diese Kontaktprobleme nicht auf, da mit einer Spannung von 2,8 kV gearbeitet wird. Bei der Kapazitätsmessung erfolgt die Messung lediglich mit einer Spannung von 1 V.

Die Ergebnisse stellen eine Kurzzusammenfassung der Bachelorarbeit von Simon Kraß dar, die im Rahmen dieser Dissertation betreut wurde [254].

4.5.4 Dünnschichtelektroden im Einsatz - ein Fazit

Die oben gezeigten Beispiele demonstrieren eindeutig, dass einem Nutzen der metallbasierten Dünnschichtelektrode in DE-Anwendungen nichts im Wege steht. DE-Folien im Arrangement mit sowohl metallischen als auch silikonbasierten Vorspannmechanismen können als Buttons oder als Joysticks dienen. Ebenso wird ein 3x3 DE-Array in einer Matrixverschaltung realisiert. Soweit im Rahmen dieser Arbeit untersucht, stehen die DEs mit metallischen Elektroden den DEs mit konventionellen CB-Elektroden in nichts nach. Es sind allerdings umfangreichere Tests von Nöten, um das komplette elektromechanische Verhalten der metallischen Elektroden in der Anwendung bewerten und in Bezug auf Carbon Black interpretieren zu können. Die Fähigkeit der Metallelektroden, elektrische Durchschläge durch Überspannung auszuheilen, kann allerdings an dieser Stelle hervorgehoben werden.

4.6 Bau einer automatisierten Folienstretch-Anlage

In Zusammenarbeit mit der Firma Scienceneering erfolgt die Entwicklung einer automatisierten Folienstretch-Anlage. Mit dieser Entwicklung sollen diverse Arbeitsschritte automatisiert und standardisiert werden, um die Ungenauigkeiten des manuell durchgeführten Vorspannens und Entspannens zu eliminieren. Ebenfalls ermöglicht der Transfer zu größeren Rahmen einen möglichen Umzug in eine größere Beschichtungsanlage.

Der durch die Folienstretch-Anlage abzubildende Arbeitsablauf sieht wie folgt aus: Die PDMS-Folie muss von ihrer Trägerfolie entfernt und dann vom Folienstretcher in geeigneter Art und Weise aufgenommen werden. Danach dehnt die Anlage die Folie biaxial oder uniaxial auf vorgegebene Werte. Ein auf die Folie aufgelegter und anschließend fixierter Rahmen dient nun als Aufnahme für die Folie. Überschüssige Folie wird entweder entfernt oder um den Rahmen herumgelegt. Darauf folgt die Entnahme des Rahmens mitsamt der Folie aus der Folienstretch-

Anlage sowie die Beschichtung der Folie in der Sputteranlage. Im Anschluss daran soll die kontrollierte biaxiale oder uniaxiale Entspannung der Folie stattfinden. Nach dem Entspannvorgang ist für das weitere Handling wiederum ein Trägerrahmen von Nöten, auf dem sich die Folie platzieren lässt. Möglichst viele dieser Schritte sollen automatisiert und softwaregesteuert funktionieren.

In einem ersten Entwicklungsschritt wird zunächst die Dehnung und Entspannung der Folie umgesetzt, wobei das Ablösen der Silikonfolie von der Trägerfolie weiterhin von Hand geschieht. Das Konzept des Aufbaus lässt jederzeit eine entsprechende Erweiterung zu.

Die Konstruktion zeigt einen Aufbau mit unabhängig verfahrbaren, senkrecht zueinanderstehenden Achsen. An jeder Achse sind 2 parallel zueinander angeordnete Scherenmechanismen mit jeweils 10 Stützpunkten zur Aufnahme der Folie angebracht. An den Ecken sind die beiden Achsen über den Scherenmechanismus miteinander gekoppelt. Der Scherenmechanismus und die Kopplung sorgen für einen gleichbleibenden Abstand zwischen den Stützpunkten beim Verfahren und somit für eine homogene Spannungsverteilung in der Folie. Ein massiver Metallrahmen bildet das Fundament, um die auftretenden Kräfte aufzunehmen. **Abbildung 4-60** zeigt das entsprechende CAD-Modell sowie den realisierten Aufbau. Der Scherenmechanismus ist im Modell nicht komplett dargestellt, um den Blick auf andere Details nicht zu versperren. Eine S7-Steuerung von Siemens kommt zum Einsatz und ermöglicht neben einem Handbetrieb auch einen Automatikbetrieb. Nach Vorauswahl der Rahmengröße und des gewünschten Vorspannverhältnisses, fährt die Maschine auf die entsprechende Ausgangsposition und gibt die benötigte Anfangsfoliengröße zurück. Nach Einlegen der Folie und nach Auswahl der Verfahrensgeschwindigkeit erfolgt der Stretchvorgang. In jeder Betriebsart müssen zwei Taster betätigt werden, damit sich die Achsen bewegen. Die Softwareeingaben geschehen über ein Touchpad. Die aufgebaute Anlage deckt einen Fahrweg von einer minimalen Position von 63 mm bis zur maximalen Position von 390 mm ab.

Nach der Realisierung des Grundaufbaus durch die Firma Scienceneering fehlen noch einige Anpassungen, so zum Beispiel das Konzept zur Aufnahme und Fixierung der Folie an den Stützpunkten. Verschiedene Ideen, wie das Befestigen mittels Magneten, die Verwendung von Krokodilklemmen oder die Fixierung der Folie lediglich über die Adhäsionskraft an einer glatten Fläche, stehen hier zur Diskussion und Auswahl. Das Fixiersystem muss sich sowohl für das Spannen als auch das Entspannen eignen. Die Fixierung der Folie am Rahmen nach dem Spannen muss getestet werden. Bei glatten Rahmen sollte die Adhäsionskraft ausreichen, falls

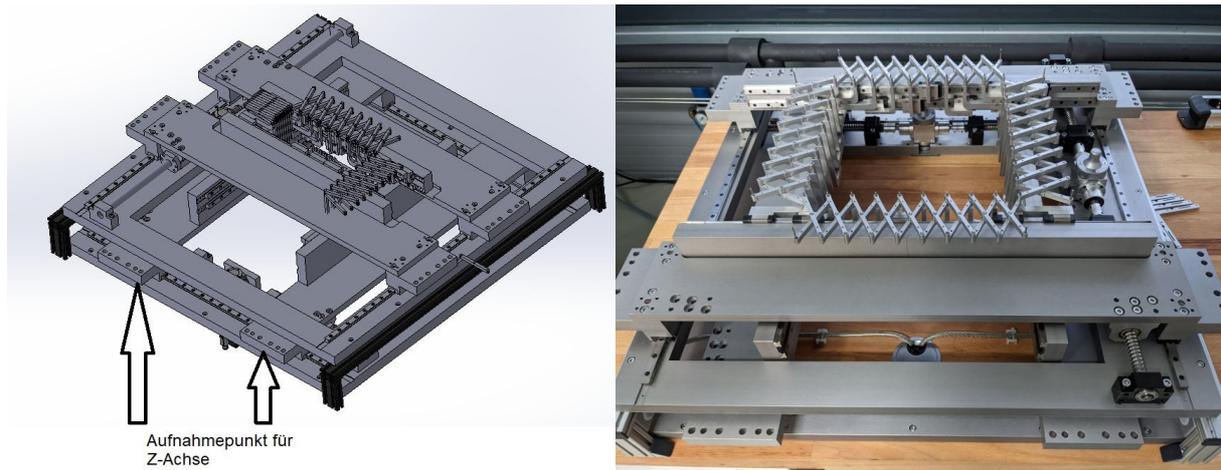


Abbildung 4-60: Foliensstretch-Anlage: a) Perspektivische Draufsicht Der Scherenmechanismus ist in dieser Darstellung nicht komplett dargestellt, b) aufgebaute Anlage.

nicht, können Klebeband oder Magnete die Haftkraft erhöhen. Ebenfalls befinden sich 3D-gedruckte Stützstrukturen in der Entwicklung, um das Handling an der Anlage zu verbessern. Das Grundkonzept des Foliensstretchers mit extra großem Verfahrweg, einer robusten Bauweise und einer zuverlässigen Steuerung ist fertig gestellt. Vor der endgültigen Inbetriebnahme müssen noch verschiedene Anpassungen und Erweiterungen getestet und installiert werden. Nach Inbetriebnahme und eventuell erforderlicher Erweiterungen, soll die automatisch arbeitende Foliensstretch-Anlage eine reproduzierbare Handhabung der Folie ermöglichen und viele Handarbeitsschritte ersetzen.

5 Schlussfolgerung und Ausblick

5.1 Schlussfolgerung

Die hier vorgestellten Ergebnisse zeigen eindeutig, dass metallbasierte, gewellte Dünnschichtelektroden für den Einsatz in DE-Anwendungen geeignet sind. Sie stellen eine komplementäre Ergänzung zu CB-Elektroden dar. Eine hohe Dehnbarkeit und Flexibilität, eine demonstrierte Langzeitstabilität, gepaart mit guten sensorischen Eigenschaften, sprechen für den Einsatz von metallischen Elektroden. Dabei stellt die gewellte Dünnschicht einen mechanischen Puffer dar, der bei niedriger Dehnung erst entfaltet wird. Oberhalb der Vordehnung kommt es aufgrund der Faltenstruktur zum Teil zur Hemmung des Risswachstums in den Elektroden, was für einen vergleichsweise niedrigen Widerstand bei großen Dehnungen sorgt. Herauszuheben ist dabei die geringe Dicke der Dünnschichten im Bereich zwischen 10 und 40 nm und der vergleichsweise niedrige Anfangswiderstand in der Größenordnung von $100 \Omega/\square$. Somit sind Hocheffizienz- und Hochfrequenzanwendungen denkbar (Ergebnisse siehe Kapitel 4.2).

Die Materialauswahl des Nickel-Chrom-Systems in Verbindung mit Kohlenstoff hatte zum Ziel, gut haftende und hoch dehbare Dünnschichtelektroden herzustellen. Die Haftung der Dünnschichten auf PDMS ist, unabhängig von der Elektrodenzusammensetzung und der Schichtreihenfolge, sehr gut. Reine Graphitschichten konnten nicht nachgewiesen werden. Die Analysen deuten allesamt auf eine Mischform aus sp^2 - und sp^3 -hybridisierten Kohlenstoffatomen hin. Dies bedeutet, dass der Kohlenstoff in der Sandwich-Schicht als amorpher Kohlenstoff bzw. als DLC vorliegt (vgl. 4.3).

Im Rahmen der vorliegenden Untersuchungen bietet die 10 nm dicke reine Nickeldünnschicht die besten Eigenschaften. Bei einer biaxialen Vordehnung von 57,5 % kann einmalig eine maximale Dehnung von knapp 250 % erreicht werden, bevor ein Widerstand von 100 k Ω überschritten wird. Sandwichelektroden, welche neben der Metallschicht auch Kohlenstoff enthalten, erreichen keine vergleichbaren Dehnungen. Daraus ist auch klar ersichtlich, dass auf eine Kohlenstoffschicht verzichtet werden kann.

Der Laserprozess zur Strukturierung eröffnet neue Potenziale hinsichtlich der Miniaturisierung und der Designfreiheit. Sowohl ein beidseitiger Materialabtrag als auch die selektive Strukturierung sind mit dem verwendeten Ultrakurzpulslaser, mit einer Wellenlänge von 355 nm, möglich. Eine mechanische Schädigung der PDMS-Folie bleibt dabei aus. Somit

können Maskenprozesse während der Beschichtung durch nachträgliche Strukturierungsprozesse ersetzt werden (siehe 4.4).

Die Dünnschichtelektroden sind bereits in verschiedenen DE-Aktor- und Sensorsystemen erfolgreich zum Einsatz gekommen. In kleinen Demonstratoren zeigt die Nickeldünnschicht vergleichbare oder sogar überlegene Eigenschaften gegenüber Elektroden aus Carbon Black. Hervorzuheben ist die Fähigkeit des Ausheilens elektrischer Defekte, wodurch die Ausfallwahrscheinlichkeit eines DE-Aktors deutlich reduziert werden könnte (Kapitel 4.5).

Im Vergleich zu bereits veröffentlichten Ergebnissen zur Herstellung und Charakterisierung von metallischen konformen Dünnschichtelektroden, liegen die in der vorliegenden Arbeit erreichten elektromechanischen Eigenschaften gleichauf mit publizierten Resultaten oder übertreffen diese sogar (vgl. Diskussionen in Abschnitt 4.2). Zusätzlich liefert der Laserprozess einen ganz neuen Ansatz zur Strukturierung und Miniaturisierung von dielektrischen Elastomeren.

Eine automatisierte Folienstretch-Anlage wurde konstruiert und aufgebaut. Sie soll in Zukunft die schwierig zu handhabende Elastomerfolie maschinell vordehnen und auf einen Prozessrahmen spannen und wieder entspannen (Abschnitt 4.6).

5.2 Ausblick

Aufgrund der herausragenden elektromechanischen Eigenschaften sind der Einsatz und die Charakterisierung einer Nickeldünnschicht in weiteren Aktorkonzeptstudien vorgesehen. Miniaturisierte Sensor- und Aktorarrays sind in der Planung.

Trotz der guten Eigenschaften ist eine Weiterentwicklung der Elektroden möglich. Zahlreiche Sputterparameter, wie z.B. der Target-zu-Substrat-Abstand, bieten noch Raum für mögliche Optimierungen. Die Untersuchung von Dünnschichtelektroden auf Basis anderer Metalle ist ebenfalls angestrebt. Auch der Laserprozess bietet noch einiges an Verbesserungspotential. Die Anpassung des Prozesses auf die verschiedenen Dünnschichtsysteme, die Toleranz der Prozessparameter gegenüber Dickenschwankungen und die exakte Positionierung der Folien im Lasersystem sind als zukünftige Themen zu nennen.

Weiterhin sind ein Wechsel zu einer größeren, halbautomatisierten Sputteranlage und die Benutzung größerer Trägerrahmen vorgesehen. In diesem Zusammenhang wird auch die Folienstretch-Anlage in Betrieb genommen. Die geschilderten Maßnahmen haben zum Ziel, die Prozessschritte reproduzierbarer und automatisierter zu gestalten, um eine

Industrialisierung von dielektrischen Aktor- und Sensorsystemen mit Dünnschichtelektroden zu ermöglichen.

6 Anhang

A. References

- [1] ScienceDirect, ScienceDirect Search Results - Keywords (dielectric elastomers), 2021. <https://www.sciencedirect.com/search?q=dielectric%20elastomers> (accessed 10 December 2021).
- [2] S. Rosset, H.R. Shea, Flexible and Stretchable Electrodes for Dielectric Elastomer Actuators, *Appl. Phys. A* 110 (2013) 281–307. <https://doi.org/10.1007/s00339-012-7402-8>.
- [3] E. Hajiesmaili, D.R. Clarke, Dielectric elastomer actuators, *Journal of Applied Physics* 129 (2021) 151102. <https://doi.org/10.1063/5.0043959>.
- [4] J.M. Sinapius, *Adaptronik*, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2018.
- [5] M. Shahinpoor, Ionic polymer-metal composites (IPMCs) as biomimetic sensors, actuators and artificial muscles - a review, *Smart Mater. Struct.* 7 (1998) R15 - R30.
- [6] G. Pappert, T. Bonertz, H. Janocha, *Unkonventionelle Aktoren: Eine Einführung, second.*, Oldenburg Verlag, München, 2013.
- [7] W. C. Röntgen, Ueber die durch Electricität bewirkten Form- und Volumenänderungen von dielectrischen Körpern, *Annalen der Physik* 274 (1880) 771–786.
- [8] R. Pelrine, S. Chiba, Review of artificial muscle approaches, in: *Proceedings of third international symposium*.
- [9] R.E. Pelrine, R.D. Kornbluh, J.P. Joseph, Electrostriction of polymer dielectrics with compliant electrodes as a means of actuation, *Sens. Actuators, A* 64 (1998) 77–85. [https://doi.org/10.1016/S0924-4247\(97\)01657-9](https://doi.org/10.1016/S0924-4247(97)01657-9).
- [10] M. Benslimane, H.-E. Kiil, M.J. Tryson, Electromechanical Properties of Novel Large Strain PolyPower Film and Laminate Components for DEAP Actuator and Sensor Applications, in: *Electroactive Polymer Actuators and Devices (EAPAD) 2010*, San Diego, California, USA, SPIE, 2010, p. 764231.
- [11] M. Tryson, H.-E. Kiil, M. Benslimane, Powerful tubular core free dielectric electro activate polymer (DEAP) push actuator, in: *Electroactive Polymer Actuators and Devices (EAPAD) 2009*, San Diego, California, USA, SPIE, 2009, 72871F.
- [12] A. Pimpin, Y. Suzuki, N. Kasagi, Microelectrostrictive Actuator with Large Out-of-Plane Deformation for Flow-Control Application, *J. Microelectromech. Syst.* 16 (2007) 753–764. <https://doi.org/10.1109/JMEMS.2007.895222>.
- [13] S. Solano-Arana, F. Klug, H. Mößinger, F. Förster-Zügel, H.F. Schlaak, A Novel Application of Dielectric Stack Actuators: A Pumping Micromixer, *Smart Mater. Struct.* 27 (2018) 74008. <https://doi.org/10.1088/1361-665X/aac302>.
- [14] Y. Bar-Cohen, Electroactive polymers for refreshable Braille displays, *SPIE Newsroom* (2009). <https://doi.org/10.1117/2.1200909.1738>.
- [15] I.A. Anderson, T.A. Gisby, T.G. McKay, B.M. O'Brien, E.P. Calius, Multi-Functional Dielectric Elastomer Artificial Muscles for Soft and Smart Machines, *J. Appl. Phys.* 112 (2012) 41101. <https://doi.org/10.1063/1.4740023>.
- [16] M. Hill, G. Rizzello, S. Seelecke, Development and experimental characterization of a pneumatic valve actuated by a dielectric elastomer membrane, *Smart Mater. Struct.* 26 (2017) 85023. <https://doi.org/10.1088/1361-665X/aa746d>.
- [17] P. Linnebach, F. Simone, G. Rizzello, S. Seelecke, Development, Manufacturing, and Validation of a Dielectric Elastomer Membrane Actuator-Driven Contactor, *J. Intell. Mater. Syst. Struct.* 30 (2019) 636–648. <https://doi.org/10.1177/1045389X18818778>.

- [18] K. Asaka, H. Okuzaki, *Soft Actuators*, Springer Singapore, Singapore, 2019.
- [19] K. Jung, K.J. Kim, H.R. Choi, A self-sensing dielectric elastomer actuator, *Sens. Actuators, A* 143 (2008) 343–351. <https://doi.org/10.1016/j.sna.2007.10.076>.
- [20] Y. Bar-Cohen (Ed.), *Electroactive Polymer Actuators and Devices (EAPAD) 2007*, SPIE, 2007.
- [21] B. O'Brien, J. Thode, I. Anderson, E. Calius, E. Haemmerle, S. Xie, Integrated extension sensor based on resistance and voltage measurement for a dielectric elastomer, in: *Electroactive Polymer Actuators and Devices (EAPAD) 2007*, San Diego, California, SPIE, 2007, p. 652415.
- [22] N. Ni, L. Zhang, *Dielectric Elastomer Sensors*, in: N. Cankaya (Ed.), *Elastomers*, InTech, 2017.
- [23] H. Vandeparre, D. Watson, S.P. Lacour, Extremely robust and conformable capacitive pressure sensors based on flexible polyurethane foams and stretchable metallization, *Appl. Phys. Lett.* 103 (2013) 204103. <https://doi.org/10.1063/1.4832416>.
- [24] P. Loew, G. Rizzello, S. Seelecke, Pressure Monitoring Inside a Polymer Tube Based on a Dielectric Elastomer Membrane Sensor, in: *Electroactive Polymer Actuators and Devices (EAPAD) XX*, Denver, United States, SPIE, 04.03.2018 - 08.03.2018, p. 53.
- [25] H. Böse, D. Ocak, J. Ehrlich, Applications of Pressure-Sensitive Dielectric Elastomer Sensors, in: *Electroactive Polymer Actuators and Devices (EAPAD) 2016*, Las Vegas, Nevada, United States, SPIE, 2016, 97982C.
- [26] B. Huang, M. Li, T. Mei, D. McCoul, S. Qin, Z. Zhao, J. Zhao, Wearable Stretch Sensors for Motion Measurement of the Wrist Joint Based on Dielectric Elastomers, *Sensors (Basel)* 17 (2017). <https://doi.org/10.3390/s17122708>.
- [27] G. Thomson, D. Yurchenko, D.V. Val, *Dielectric Elastomers for Energy Harvesting*, in: R. Manyala (Ed.), *Energy Harvesting*, InTech, 2018.
- [28] R. Pelrine, R.D. Kornbluh, J. Eckerle, P. Jeuck, S. Oh, Q. Pei, S. Stanford, Dielectric elastomers: generator mode fundamentals and applications, in: *Smart Structures and Materials 2001: Electroactive Polymer Actuators and Devices*, Newport Beach, CA, USA, SPIE, 2001, p. 148.
- [29] R. Vertechy, M. Fontana, G.P. Rosati Papini, D. Forehand, In-Tank Tests of a Dielectric Elastomer Generator for Wave Energy Harvesting, in: *Electroactive Polymer Actuators and Devices (EAPAD) 2014*, San Diego, California, USA, SPIE, 2014, 90561G.
- [30] C. Jean-Mistral, G. Jacquet-Richardet, A. Sylvestre, Parameters Influencing Fatigue Life Prediction of Dielectric Elastomer Generators, *Polym. Test.* 81 (2020) 106198. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2019.106198>.
- [31] G. Moretti, M. Righi, R. Vertechy, M. Fontana, Fabrication and Test of an Inflated Circular Diaphragm Dielectric Elastomer Generator Based on PDMS Rubber Composite, *Polymers (Basel, Switz.)* 9 (2017). <https://doi.org/10.3390/polym9070283>.
- [32] N. Huu Chuc, D.V. Thuy, J. Park, D. Kim, J. Koo, Y. Lee, J.-D. Nam, H.R. Choi, A dielectric elastomer actuator with self-sensing capability, in: *Electroactive Polymer Actuators and Devices (EAPAD) 2008*, San Diego, California, SPIE, 2008, 69270V.
- [33] G. Rizzello, F. Fugaro, D. Naso, S. Seelecke, Simultaneous Self-Sensing of Displacement and Force for Soft Dielectric Elastomer Actuators, *IEEE Robot. Autom. Lett.* 3 (2018) 1230–1236. <https://doi.org/10.1109/LRA.2018.2795016>.
- [34] P. Lotz, M. Matysek, H.F. Schlaak, Fabrication and Application of Miniaturized Dielectric Elastomer Stack Actuators, *IEEE/ASME Trans. Mechatron.* 16 (2011) 58–66. <https://doi.org/10.1109/TMECH.2010.2090164>.
- [35] S. Hau, G. Rizzello, S. Seelecke, A novel dielectric elastomer membrane actuator concept for high-force applications, *Extreme Mechanics Letters* 23 (2018) 24–28. <https://doi.org/10.1016/j.eml.2018.07.002>.

- [36] J. Neu, S. Croce, J. Hubertus, G. Rizzello, G. Schultes, S. Seelecke, Design and Characterization of Polymeric Domes as Biasing Elements for Dielectric Elastomer Membrane Actuators, *Proceedings Actuator 2021* (2021) 442–445.
- [37] S. Croce, J. Neu, J. Hubertus, G. Rizzello, S. Seelecke, G. Schultes, Modeling and simulation of compliant biasing systems for dielectric elastomer membranes based on polymeric domes, *Proceedings Actuator 2021* (2021) 446–449.
- [38] R.D. Kornbluh, R. Pelrine, H. Prahlad, A. Wong-Foy, B. McCoy, S. Kim, J. Eckerle, T. Low, Dielectric elastomers: Stretching the capabilities of energy harvesting, *MRS Bull.* 37 (2012) 246–253. <https://doi.org/10.1557/mrs.2012.41>.
- [39] S.J.A. Koh, C. Keplinger, T. Li, S. Bauer, Z. Suo, Dielectric Elastomer Generators: How Much Energy Can Be Converted?, *IEEE/ASME Trans. Mechatron.* 16 (2011) 33–41. <https://doi.org/10.1109/TMECH.2010.2089635>.
- [40] C. Graf, J. Hitzbleck, T. Feller, K. Clauberg, J. Wagner, J. Krause, J. Maas, Optimized energy harvesting materials and generator design, in: *Electroactive Polymer Actuators and Devices (EAPAD) 2013*, San Diego, California, USA, SPIE, 2013, 86870N.
- [41] L.J. Romasanta, M.A. Lopez-Manchado, R. Verdejo, Increasing the performance of dielectric elastomer actuators: A review from the materials perspective, *Progress in Polymer Science* 51 (2015) 188–211. <https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2015.08.002>.
- [42] K. Jia, T. Lu, T.J. Wang, Response time and dynamic range for a dielectric elastomer actuator, *Sens. Actuators, A* 239 (2016) 8–17. <https://doi.org/10.1016/j.sna.2016.01.013>.
- [43] S. Michel, X.Q. Zhang, M. Wissler, C. Löwe, G. Kovacs, A comparison between silicone and acrylic elastomers as dielectric materials in electroactive polymer actuators, *Polym. Int.* 59 (2010) 391–399. <https://doi.org/10.1002/pi.2751>.
- [44] J.-H. Youn, S.M. Jeong, G. Hwang, H. Kim, K. Hyeon, J. Park, K.-U. Kyung, Dielectric Elastomer Actuator for Soft Robotics Applications and Challenges, *Applied Sciences* 10 (2020) 640. <https://doi.org/10.3390/app10020640>.
- [45] A. Georgopoulou, F. Clemens, Piezoresistive Elastomer-Based Composite Strain Sensors and Their Applications, *ACS Appl. Electron. Mater.* 2 (2020) 1826–1842. <https://doi.org/10.1021/acsaelm.0c00278>.
- [46] P. Chen, S.-C. Wong, Polymer nanocomposites reinforced with carbonaceous nanofillers and their piezoresistive behavior, in: *Physical Properties and Applications of Polymer Nanocomposites*, Elsevier, 2010, pp. 404–430.
- [47] R. Pelrine, R. Kornbluh, J. Joseph, R. Heydt, Q. Pei, S. Chiba, High-Field Deformation of Elastomeric Dielectrics for Actuators, *Mater. Sci. Eng. C* 11 (2000) 89–100. [https://doi.org/10.1016/S0928-4931\(00\)00128-4](https://doi.org/10.1016/S0928-4931(00)00128-4).
- [48] R.E. Pelrine, R.D. Kornbluh, J.P. Joseph, Electrostriction of polymer dielectrics with compliant electrodes as a means of actuation, *Sens. Actuators, A* (1998) 77–85.
- [49] M. Matysek, P. Lotz, K. Flittner, H.F. Schlaak, High-precision characterization of dielectric elastomer stack actuators and their material parameters, in: *Electroactive Polymer Actuators and Devices (EAPAD) 2008*, San Diego, California, SPIE, 2008, p. 692722.
- [50] W. Yuan, L.B. Hu, Z.B. Yu, T. Lam, J. Biggs, S.M. Ha, D.J. Xi, B. Chen, M.K. Senesky, G. Grüner, Q. Pei, Fault-Tolerant Dielectric Elastomer Actuators using Single-Walled Carbon Nanotube Electrodes, *Adv. Mater.* 20 (2008) 621–625. <https://doi.org/10.1002/adma.200701018>.
- [51] S. Schlatter, S. Rosset, H. Shea, Inkjet Printing of Carbon Black Electrodes for Dielectric Elastomer Actuators, in: *Electroactive Polymer Actuators and Devices (EAPAD) 2017*, Portland, Oregon, United States, SPIE, 2017, p. 1016311.
- [52] F. Klug, S. Solano-Arana, N.J. Hoffmann, H.F. Schlaak, Multilayer Dielectric Elastomer Tubular Transducers for Soft Robotic Applications, *Smart Mater. Struct.* 28 (2019) 104004. <https://doi.org/10.1088/1361-665X/ab1ed3>.

- [53] O.A. Araromi, S. Rosset, H.R. Shea, High-Resolution, Large-Area Fabrication of Compliant Electrodes via Laser Ablation for Robust, Stretchable Dielectric Elastomer Actuators and Sensors, *ACS Appl. Mater. Interfaces* 7 (2015) 18046–18053. <https://doi.org/10.1021/acsami.5b04975>.
- [54] O.A. Araromi, A.T. Conn, C.S. Ling, J.M. Rossiter, R. Vaidyanathan, S.C. Burgess, Spray deposited multilayered dielectric elastomer actuators, *Sens. Actuators, A* 167 (2011) 459–467. <https://doi.org/10.1016/j.sna.2011.03.004>.
- [55] B. Fasolt, M. Hodgins, G. Rizzello, S. Seelecke, Effect of Screen Printing Parameters on Sensor and Actuator Performance of Dielectric Elastomer (DE) Membranes, *Sens. Actuators, A* 265 (2017) 10–19. <https://doi.org/10.1016/j.sna.2017.08.028>.
- [56] M. Hodgins, S. Seelecke, Systematic Experimental Study of Pure Shear Type Dielectric Elastomer Membranes with Different Electrode and Film Thicknesses, *Smart Mater. Struct.* 25 (2016) 95001. <https://doi.org/10.1088/0964-1726/25/9/095001>.
- [57] S.P. Lacour, S. Wagner, Z. Huang, Z. Suo, Stretchable Gold Conductors on Elastomeric Substrates, *Appl. Phys. Lett.* 82 (2003) 2404–2406. <https://doi.org/10.1063/1.1565683>.
- [58] T. Cheng, Y. Zhang, W.-Y. Lai, W. Huang, Stretchable Thin-Film Electrodes for Flexible Electronics with High Deformability and Stretchability, *Adv. Mater.* 27 (2015) 3349–3376. <https://doi.org/10.1002/adma.201405864>.
- [59] R. Verplancke, F. Bossuyt, D. Cuypers, J. Vanfleteren, Thin-Film Stretchable Electronics Technology Based on Meandering Interconnections: Fabrication and Mechanical Performance, *J. Micromech. Microeng.* 22 (2012) 15002. <https://doi.org/10.1088/0960-1317/22/1/015002>.
- [60] S.P. Lacour, J. Jones, Z. Suo, S. Wagner, Design and Performance of Thin Metal Film Interconnects for Skin-Like Electronic Circuits, *IEEE Electron Device Lett.* 25 (2004) 179–181. <https://doi.org/10.1109/LED.2004.825190>.
- [61] M. Benslimane, Gravesen Peter, Mechanical Properties of Dielectric Elastomer Actuators with Smart Metallic Compliant Electrodes, *Smart Structures and Materials 2002: Electroactive Polymer Actuators and Devices* 4695 (2002).
- [62] N. Bowden, S. Brittain, A.G. Evans, J.W. Hutchinson, G.M. Whitesides, Spontaneous formation of ordered structures in thin films of metals supported on an elastomeric polymer, *Nature* (1998) 146–149.
- [63] S. Akbari, H.R. Shea, An Array of $100\mu\text{m}\times 100\mu\text{m}$ Dielectric Elastomer Actuators with 80% Strain for Tissue Engineering Applications, *Sens. Actuators, A* 186 (2012) 236–241. <https://doi.org/10.1016/j.sna.2012.01.030>.
- [64] R. Sarban, B. Lassen, M. Willatzen, Dynamic Electromechanical Modeling of Dielectric Elastomer Actuators with Metallic Electrodes, *IEEE/ASME Trans. Mechatron.* 17 (2012) 960–967. <https://doi.org/10.1109/TMECH.2011.2150239>.
- [65] P. Brochu, Dielectric Elastomers for Actuation and Energy Harvesting. Dissertation, Los Angeles, 2012.
- [66] W.S. Wong, A. Salleo, Flexible electronics: Materials and applications, Springer, New York, 2009.
- [67] Y. Xiang, T. Li, Z. Suo, J.J. Vlassak, High Ductility of a Metal Film Adherent on a Polymer Substrate, *Appl. Phys. Lett.* 87 (2005) 161910. <https://doi.org/10.1063/1.2108110>.
- [68] M. Gonzalez, F. Axisa, M.V. Bulcke, D. Brosteaux, B. Vandeveld, J. Vanfleteren, Design of metal interconnects for stretchable electronic circuits, *Microelectronics Reliability* 48 (2008) 825–832. <https://doi.org/10.1016/j.microrel.2008.03.025>.
- [69] W.-Y. Wu, X. Zhong, W. Wang, Q. Miao, J.-J. Zhu, Flexible PDMS-based three-electrode sensor, *Electrochemistry Communications* 12 (2010) 1600–1604. <https://doi.org/10.1016/j.elecom.2010.09.005>.
- [70] J.Y. Baek, G.H. Kwon, J.Y. Kim, J.H. Cho, S.H. Lee, K. Sun, S.H. Lee, Stable Deposition and Patterning of Metal Layers on the PDMS Substrate and Characterization for the

- Development of the Flexible and Implantable Micro Electrode, *SSP* 124-126 (2007) 165–168. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/SSP.124-126.165>.
- [71] S.-H. Low, G.-K. Lau, Bi-Axially Crumpled Silver Thin-Film Electrodes for Dielectric Elastomer Actuators, *Smart Mater. Struct.* 23 (2014) 125021. <https://doi.org/10.1088/0964-1726/23/12/125021>.
- [72] P. Eyerer, T. Hirth, P. Elsner, *Polymer Engineering*, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2008.
- [73] S. Hsien Low, L. Lynn Shiau, G.-K. Lau, Large Actuation and High Dielectric Strength in Metallized Dielectric Elastomer Actuators, *Appl. Phys. Lett.* 100 (2012) 182901. <https://doi.org/10.1063/1.4709480>.
- [74] H.-J. Bai, M.-L. Shao, H.-L. Gou, J.-J. Xu, H.-Y. Chen, Patterned Au/Poly(dimethylsiloxane) substrate fabricated by chemical plating coupled with electrochemical etching for cell patterning, *Langmuir* 25 (2009) 10402–10407. <https://doi.org/10.1021/la900944c>.
- [75] R. Delille, M. Urdaneta, K. Hsieh, E. Smela, Novel compliant electrodes based on platinum salt reduction, in: *Smart Structures and Materials 2006: Electroactive Polymer Actuators and Devices (EAPAD)*, San Diego, CA, SPIE, 2006, 61681Q.
- [76] W. Li, S. Yang, A. Shamim, Screen printing of silver nanowires: balancing conductivity with transparency while maintaining flexibility and stretchability, *npj Flex Electron* 3 (2019) 7371. <https://doi.org/10.1038/s41528-019-0057-1>.
- [77] C.F. Guo, T. Sun, Q. Liu, Z. Suo, Z. Ren, Highly stretchable and transparent nanomesh electrodes made by grain boundary lithography, *Nat. Commun.* 5 (2014) 3121. <https://doi.org/10.1038/ncomms4121>.
- [78] W. Hu, X. Niu, R. Zhao, Q. Pei, Elastomeric transparent capacitive sensors based on an interpenetrating composite of silver nanowires and polyurethane, *Appl. Phys. Lett.* 102 (2013) 83303. <https://doi.org/10.1063/1.4794143>.
- [79] C. Yan, W. Kang, J. Wang, M. Cui, X. Wang, C.Y. Foo, K.J. Chee, P.S. Lee, Stretchable and wearable electrochromic devices, *ACS Nano* 8 (2014) 316–322. <https://doi.org/10.1021/nm404061g>.
- [80] F. Xu, Y. Zhu, Highly conductive and stretchable silver nanowire conductors, *Adv. Mater.* 24 (2012) 5117–5122. <https://doi.org/10.1002/adma.201201886>.
- [81] T. Cheng, Y.-Z. Zhang, W.-Y. Lai, Y. Chen, W.-J. Zeng, W. Huang, High-performance stretchable transparent electrodes based on silver nanowires synthesized via an eco-friendly halogen-free method, *J. Mater. Chem. C* 2 (2014) 10369–10376. <https://doi.org/10.1039/C4TC01959H>.
- [82] W. Hu, X. Niu, L. Li, S. Yun, Z. Yu, Q. Pei, Intrinsically stretchable transparent electrodes based on silver-nanowire-crosslinked-polyacrylate composites, *Nanotechnology* 23 (2012) 344002. <https://doi.org/10.1088/0957-4484/23/34/344002>.
- [83] A. Mamidanna, Z. Song, C. Lv, C.S. Lefky, H. Jiang, O.J. Hildreth, Printing Stretchable Spiral Interconnects Using Reactive Ink Chemistries, *ACS Appl. Mater. Interfaces* 8 (2016) 12594–12598. <https://doi.org/10.1021/acsami.6b03922>.
- [84] C. Yan, J. Wang, X. Wang, W. Kang, M. Cui, C.Y. Foo, P.S. Lee, An intrinsically stretchable nanowire photodetector with a fully embedded structure, *Adv. Mater.* 26 (2014) 943–950. <https://doi.org/10.1002/adma.201304226>.
- [85] Y. Chen, J. Wang, P. Schützendübe, Z. Wang, E.J. Mittemeijer, Very low-temperature growth of few-layer graphene by Ni-induced crystallization of amorphous carbon in vacuum, *Carbon* 159 (2020) 37–44. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2019.12.017>.
- [86] R. Lamber, N. Jaeger, G. Schulz-Ekloff, Electron microscopy study of the interaction of Ni, Pd and Pt with carbon, *Surface Science* 197 (1988) 402–414. [https://doi.org/10.1016/0039-6028\(88\)90636-X](https://doi.org/10.1016/0039-6028(88)90636-X).

- [87] N. Lu, Z. Suo, J.J. Vlassak, The effect of film thickness on the failure strain of polymer-supported metal films, *Acta Mater.* 58 (2010) 1679–1687. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2009.11.010>.
- [88] G. Schultes, H. Schmid-Engel, S. Schwebke, U. Werner, Granular Metal–Carbon Nanocomposites as Piezoresistive Sensor Films – Part 1: Experimental Results and Morphology, *J. Sens. Sens. Syst.* 7 (2018) 1–11. <https://doi.org/10.5194/jsss-7-1-2018>.
- [89] R. Koppert, S. Uhlig, H. Schmid-Engel, D. Göttel, A.-C. Probst, G. Schultes, U. Werner, Structural and Physical Properties of Highly Piezoresistive Nickel Containing Hydrogenated Carbon Thin Films, *Diamond Relat. Mater.* 25 (2012) 50–58. <https://doi.org/10.1016/j.diamond.2012.01.031>.
- [90] S. Schwebke, Nanocermets und antiferromagnetisches Chrom als piezoresistive und temperaturbeständige Dünnschichten für Drucksensoren.
- [91] Y. Tan, B. Hu, J. Song, Z. Chu, W. Wu, Bioinspired Multiscale Wrinkling Patterns on Curved Substrates: An Overview, *Nano-Micro Lett.* 12 (2020). <https://doi.org/10.1007/s40820-020-00436-y>.
- [92] H. Prinz, R. Strauß, *Ingenieurgeologie*, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2018.
- [93] Y. Cui, Wrinkles in Electronics, *IEEE Trans. Electron Devices* 63 (2016) 3372–3384. <https://doi.org/10.1109/TED.2016.2587625>.
- [94] S. Huang, Y. Liu, Y. Zhao, Z. Ren, C.F. Guo, Flexible Electronics: Stretchable Electrodes and Their Future, *Adv. Funct. Mater.* 29 (2019) 1805924. <https://doi.org/10.1002/adfm.201805924>.
- [95] S. Nikraves, D. Ryu, Y.-L. Shen, Instabilities of Thin Films on a Compliant Substrate: Direct Numerical Simulations from Surface Wrinkling to Global Buckling, *Sci. Rep.* 10 (2020) 5728. <https://doi.org/10.1038/s41598-020-62600-z>.
- [96] P.-C. Lin, S. Yang, Spontaneous formation of one-dimensional ripples in transit to highly ordered two-dimensional herringbone structures through sequential and unequal biaxial mechanical stretching, *Appl. Phys. Lett.* 90 (2007) 241903. <https://doi.org/10.1063/1.2743939>.
- [97] S. Yang, K. Khare, P.-C. Lin, Harnessing Surface Wrinkle Patterns in Soft Matter, *Adv. Funct. Mater.* 20 (2010) 2550–2564. <https://doi.org/10.1002/adfm.201000034>.
- [98] H. Jiang, D.-Y. Khang, J. Song, Y. Sun, Y. Huang, J.A. Rogers, Finite deformation mechanics in buckled thin films on compliant supports, *Proc. Natl. Acad. Sci. U. S. A.* 104 (2007) 15607–15612. <https://doi.org/10.1073/pnas.0702927104>.
- [99] J. Genzer, J. Groenewold, Soft matter with hard skin: From skin wrinkles to templating and material characterization, *Soft Matter* 2 (2006) 310–323. <https://doi.org/10.1039/b516741h>.
- [100] W.T.S. Huck, N. Bowden, P. Onck, T. Pardo, J.W. Hutchinson, G.M. Whitesides, Ordering of Spontaneously Formed Buckles on Planar Surfaces, *Langmuir* 16 (2000) 3497–3501. <https://doi.org/10.1021/la991302l>.
- [101] E. Lejeune, A. Javili, C. Linder, An algorithmic approach to multi-layer wrinkling, *Extreme Mechanics Letters* 7 (2016) 10–17. <https://doi.org/10.1016/j.eml.2016.02.008>.
- [102] F. Jia, X.-P. Zheng, Y.-P. Cao, X.-Q. Feng, Theoretical Study on the Bilayer Buckling Technique for Thin film Metrology, *Computer, Materials & Continua* 18 (2010) 105–120.
- [103] C.M. Stafford, B.D. Vogt, C. Harrison, D. Julthongpiput, R. Huang, Elastic Moduli of Ultrathin Amorphous Polymer Films, *Macromolecules* 39 (2006) 5095–5099. <https://doi.org/10.1021/ma060790i>.
- [104] F. Jia, Y.-P. Cao, T.-S. Liu, Y. Jiang, X.-Q. Feng, S.-W. Yu, Wrinkling of a bilayer resting on a soft substrate under in-plane compression, *Philosophical Magazine* 92 (2012) 1554–1568. <https://doi.org/10.1080/14786435.2011.652691>.

- [105] E. Lejeune, A. Javili, C. Linder, Understanding geometric instabilities in thin films via a multi-layer model, *Soft Matter* 12 (2016) 806–816.
<https://doi.org/10.1039/c5sm02082d>.
- [106] A.L. Volynskii, S. Bazhenov, O.V. Lebedeva, N.F. Bakeev, Mechanical buckling instability of thin coatings deposited on soft polymer substrates, *JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE* 35 (2000) 547–554.
- [107] H. Domininghaus, P. Elsner, P. Eyerer, T. Hirth, *DOMININGHAUS - Kunststoffe: Eigenschaften und Anwendungen*, seventh., neu bearb. u. erw. Aufl., Springer, Berlin, 2007.
- [108] G. Habenicht, *Kleben: Grundlagen, Technologien, Anwendungen*, fifth., erw. und aktualisierte Aufl., Springer, Berlin, Heidelberg, New York, 2006.
- [109] J. Ruge, H. Wohlfahrt, *Technologie der Werkstoffe: Herstellung Verarbeitung Einsatz*, eighth., überarbeitete und erweiterte Auflage, Friedr. Vieweg & Sohn Verlag GWV Fachverlage GmbH, Wiesbaden, Wiesbaden, 2007.
- [110] Wacker Chemie AG, *Herstellung von Siliconen*, 2022.
<https://www.chem2do.de/c2d/de/silicone/herstellung/herstellung.jsp> (accessed 20 June 2022).
- [111] A. Küchler, *Hochspannungstechnik*, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2017.
- [112] Wacker Chemie AG, *Data Sheet ELASTOSIL Film 2030*, 2020.
- [113] Parker Hannifin, *Parker Dielektrikum Film - Verkaufsseite Amazon*, 2020.
<https://www.amazon.com/Parker-EAP-Dielectric-Film-19/dp/B01D3FVWZU> (accessed 27 April 2020).
- [114] A. Zahid, B. Dai, R. Hong, D. Zhang, Optical properties study of silicone polymer PDMS substrate surfaces modified by plasma treatment, *Mater. Res. Express* 4 (2017) 105301. <https://doi.org/10.1088/2053-1591/aa8645>.
- [115] M. Kim, B.-U. Moon, C.H. Hidrovo, Enhancement of the thermo-mechanical properties of PDMS molds for the hot embossing of PMMA microfluidic devices, *J. Micro-mech. Microeng.* 23 (2013) 95024. <https://doi.org/10.1088/0960-1317/23/9/095024>.
- [116] S. Dogru, B. Aksoy, H. Bayraktar, B.E. Alaca, Poisson's ratio of PDMS thin films, *Polymer Testing* 69 (2018) 375–384.
<https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2018.05.044>.
- [117] J.E. Mark, *Polymer Data Handbook*, Oxford University Press.
- [118] E. Roos, K. Maile, *Werkstoffkunde für Ingenieure: Grundlagen, Anwendung, Prüfung*, second., neu bearb. Aufl., Springer, Berlin, 2005.
- [119] H.-J. Bargel, *Werkstoffkunde*, eleventh., bearb. Aufl., Springer Berlin Heidelberg; Imprint; Springer, Berlin, Heidelberg, 2012.
- [120] H. Sicius, *Nickelgruppe: Elemente der zehnten Nebengruppe*, Springer Fachmedien Wiesbaden, Wiesbaden, 2017.
- [121] B. Heinrich, P. Linke, M. Glöckler, *Grundlagen Automatisierung*, Springer Fachmedien Wiesbaden, Wiesbaden, 2017.
- [122] P.A. Tipler, G. Mosca, P. Kersten, J. Wagner, *Physik*, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2019.
- [123] E. Hering, *Sensoren in Wissenschaft und Technik: Funktionsweise und Einsatzgebiete*, Springer Vieweg. in Springer Fachmedien Wiesbaden GmbH, Wiesbaden, 2012.
- [124] H. Sicius, *Chromgruppe: Elemente der sechsten Nebengruppe*, Springer Fachmedien Wiesbaden, Wiesbaden, 2016.
- [125] G. Rau, R. Ströbel, *Die Metalle in der Zahntechnik: Werkstoffkunde mit ihren chemischen und physikalischen Grundlagen*, seventeenth., völlig überarb. Aufl., Verl. Neuer Merkur, München, 1995.

- [126] R. Nunes, ASM handbook: Properties and Selection: nonferrous Alloy and Special-Purpose Materials, ASM International, Materials Park, Ohio, 1984-1997.
- [127] R.B. Ross, Metallic Materials Specification Handbook, Fourth Edition, Springer US, Boston, MA, 1992.
- [128] AZO Materials, An Introduction to Chromium, 2020. <https://www.azom.com/properties.aspx?ArticleID=594> (accessed 27 April 2020).
- [129] K.P. Gupta, The Cr-Ni-Zr (Chromium-Nickel-Zirconium) System, *J. Phase Equilib. Diffus.* 31 (2010) 191–193. <https://doi.org/10.1007/s11669-010-9666-z>.
- [130] A.L. Udovsky, The Analytical and Computational Thermodynamics of Closed Binary Systems, *SSP* 138 (2008) 241–282. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/SSP.138.241>.
- [131] C. Miller, R. Field, M. Kaufman, Phase stability of γ' -Ni₂Cr and α -Cr in the Ni-Cr binary, *Acta Materialia* 157 (2018) 1–10. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2018.07.015>.
- [132] P. Turchi, L. Kaufman, Z.-K. Liu, Modeling of Ni–Cr–Mo based alloys: Part I—phase stability, *Calphad* 30 (2006) 70–87. <https://doi.org/10.1016/j.calphad.2005.10.003>.
- [133] A. Krueger, Neue Kohlenstoffmaterialien: Eine Einführung, B.G. Teubner Verlag / GWV Fachverlage GmbH Wiesbaden, Wiesbaden, 2007.
- [134] H. Sicius, Kohlenstoffgruppe: Elemente der vierten Hauptgruppe, Springer Fachmedien Wiesbaden, Wiesbaden, 2016.
- [135] Klein, Claude, A., G.F. Cardinale, Young's modulus and Poisson's ratio of CVD diamond, *Diamond Relat. Mater.* 2 (1993) 918–923.
- [136] O.A. Williams, A. Kriele, J. Hees, M. Wolfer, W. Müller-Sebert, C.E. Nebel, High Young's modulus in ultra-thin nanocrystalline diamond, *Chemical Physics Letters* 495 (2010) 84–89. <https://doi.org/10.1016/j.cplett.2010.06.054>.
- [137] AZoM.com, Properties: Carbon - Graphite Materials, 2022. <https://www.azom.com/properties.aspx?ArticleID=516> (accessed 13 January 2022).
- [138] VDI - Verband deutscher Ingenieure, Kohlenstoffsichten, Grundlagen, Schichttypen und Eigenschaften: Carbon films, Basic knowledge, film types and properties, Beuth Verlag, 10772 Berlin 25.220.99, 2005.
- [139] S.-J. Cho, K.-R. Lee, K.Y. Eun, J.H. Hahn, D.-H. Ko, Determination of elastic modulus and Poisson's ratio of diamond-like carbon films, *Thin Solid Films* 341 (1999) 207–201.
- [140] N. Ohtake, M. Hiratsuka, K. Kanda, H. Akasaka, M. Tsujioka, K. Hirakuri, A. Hirata, T. Ohana, H. Inaba, M. Kano, H. Saitoh, Properties and Classification of Diamond-Like Carbon Films, *Materials (Basel)* 14 (2021). <https://doi.org/10.3390/ma14020315>.
- [141] M. Okada, N. Ohta, O. Yoshimoto, M. Tatsumi, M. Inagaki, Review on the high-temperature resistance of graphite in inert atmospheres, *Carbon* 116 (2017) 737–743. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2017.02.039>.
- [142] E. Hering, J. Endres, J. Gutekunst, *Elektronik für Ingenieure und Naturwissenschaftler*, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2021.
- [143] F. Carpi, I. Anderson, S. Bauer, G. Frediani, G. Gallone, M. Gei, C. Graaf, C. Jean-Mistral, W. Kaal, G. Kofod, M. Kollosche, R. Kornbluh, B. Lassen, M. Matysek, S. Michel, S. Nowak, B. O'Brien, Q. Pei, R. Pelrine, B. Rechenbach, S. Rosset, H. Shea, Standards for Dielectric Elastomer Transducers, *Smart Mater. Struct.* 24 (2015) 105025. <https://doi.org/10.1088/0964-1726/24/10/105025>.
- [144] K. Wasa, S. Hayakawa, *Handbook of sputter deposition technology: Fundamentals and Applications for Functional Thin Films, Nano-Materials and MEMS, second.*, William Andrew Publishing, Park Ridge, NJ, 2012.
- [145] K. Seshan, *Handbook of thin-film deposition processes and techniques: Principles, methods, equipment, and applications, second.*, Noyes Publications, Norwich N.Y., 2002.

- [146] R.V. Stuart, *Vacuum technology, thin films, and sputtering: An introduction*, second., Academic Press, Ney York, 1987.
- [147] S. Swann, *Magnetron sputtering*, *Physics in Technology* 19 (1988) 67–75.
- [148] J.A. Thornton, Influence of apparatus geometry and deposition conditions on the structure and topography of thick sputtered coatings, *Journal of Vacuum Science and Technology* 11 (1974) 666–670. <https://doi.org/10.1116/1.1312732>.
- [149] B.A. Movchan, A.V. Demchishin, Structure and properties of thick condensates of nickel, titanium, tungsten, aluminum oxides and zirconium dioxide in vacuum, *Fiz. Metal. Metalloved.* 28 (1969) 653.
- [150] P. Huang, C. Huang, M. Lin, C. Chou, C. Hsu, C. Kuo, The Effect of Sputtering Parameters on the Film Properties of Molybdenum Back Contact for CIGS Solar Cells, *International Journal of Photoenergy* 2013 (2013) 1–8. <https://doi.org/10.1155/2013/390824>.
- [151] G.F. Iriarte, J.G. Rodriguez, F. Calle, Effect of substrate–target distance and sputtering pressure in the synthesis of AlN thin films, *Microsyst Technol* 17 (2011) 381–386. <https://doi.org/10.1007/s00542-010-1198-2>.
- [152] P.J. Kelly, R. Arnell, *Magnetron Sputtering: a review of recent developments and applications*, *Vacuum* 56 (2000) 159–172.
- [153] M.C. RAO, M.S. SHEKHAWAT, A BRIEF SURVEY ON BASIC PROPERTIES OF THIN FILMS FOR DEVICE APPLICATION, *Int. J. Mod. Phys. Conf. Ser.* 22 (2013) 576–582. <https://doi.org/10.1142/S2010194513010696>.
- [154] O. Kluth, G. Schöpe, J. Hüpkes, C. Agashe, J. Müller, B. Rech, Modified Thornton model for magnetron sputtered zinc oxide: film structure and etching behavior, *Thin Solid Films* 442 (2003) 80–85. [https://doi.org/10.1016/S0040-6090\(03\)00949-0](https://doi.org/10.1016/S0040-6090(03)00949-0).
- [155] K. Oura, M. Katayama, A.V. Zotov, V.G. Lifshits, A.A. Saranin, Growth of Thin Films, in: K. Oura, M. Katayama, A.V. Zotov, V.G. Lifshits, A.A. Saranin (Eds.), *Surface Science*, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2003, pp. 357–387.
- [156] R.C. Chang, F.Y. Chen, C.T. Chuang, Y.C. Tung, Residual stresses of sputtering titanium thin films at various substrate temperatures, *J. Nanosci. Nanotechnol.* 10 (2010) 4562–4567. <https://doi.org/10.1166/jnn.2010.1696>.
- [157] A. Moridi, H. Ruan, L.C. Zhang, M. Liu, Residual stresses in thin film systems: Effects of lattice mismatch, thermal mismatch and interface dislocations, *International Journal of Solids and Structures* 50 (2013) 3562–3569. <https://doi.org/10.1016/j.ijsol-str.2013.06.022>.
- [158] A. Al-masha’al, A. Bunting, R. Cheung, Evaluation of residual stress in sputtered tantalum thin-film, *Applied Surface Science* 371 (2016) 571–575. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2016.02.236>.
- [159] R.W. Hoffman, Stresses in thin films: The relevance of grain boundaries and impurities, *Thin Solid Films* 34 (1976) 185–190. [https://doi.org/10.1016/0040-6090\(76\)90453-3](https://doi.org/10.1016/0040-6090(76)90453-3).
- [160] C.V. Thompson, R. Carel, Stress and grain growth in thin films, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 44 (1996) 657–673. [https://doi.org/10.1016/0022-5096\(96\)00022-1](https://doi.org/10.1016/0022-5096(96)00022-1).
- [161] J.A. Thornton, D.W. Hoffman, Stress-related effects in thin films, *Thin Solid Films* 171 (1989) 5–31. [https://doi.org/10.1016/0040-6090\(89\)90030-8](https://doi.org/10.1016/0040-6090(89)90030-8).
- [162] M.F. Doerner, W.D. Nix, Stresses and deformation processes in thin films on substrates, *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences* 14 (1988) 225–268. <https://doi.org/10.1080/10408438808243734>.
- [163] R. Abermann, Measurements of the intrinsic stress in thin metal films, *Vacuum* 41 (1990) 1279–1282. [https://doi.org/10.1016/0042-207X\(90\)93933-A](https://doi.org/10.1016/0042-207X(90)93933-A).

- [164] A. Misra, M. Nastasi, Evolution of tensile residual stress in thin metal films during energetic particle deposition, *Journal of Materials Research* 14 (1999) 4466–4469.
- [165] Veeco, Manual Dektak 150 Profilometer, 2007.
- [166] W. Schwarz, *Ingenieurgeodäsie*, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2017.
- [167] FRT GmbH, FRT MicroSpy Profile Optisches Profilometer: Datenblatt.
- [168] FRT GmbH, Chromatischer Weißlicht Sensor FRT CWL: Datenblatt.
- [169] H.A. Stuart, G. Klages, *Kurzes Lehrbuch der Physik*, eighteenth. Auflage, Springer, Berlin, Heidelberg, 2006.
- [170] B. Ilchner, R.F. Singer, *Werkstoffwissenschaften und Fertigungstechnik: Eigenschaften, Vorgänge, Technologien*, fourth., neu bearb. und erw. Aufl., Springer, Berlin, Heidelberg, 2005.
- [171] E. Macherauch, H.-W. Zoch, *Praktikum in Werkstoffkunde*, Springer Fachmedien Wiesbaden, Wiesbaden, 2019.
- [172] M. Mulisch, U. Welsch, *Romeis - Mikroskopische Technik*, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2015.
- [173] Sergei N. Magonov, Darrell H. Reneker, CHARACTERIZATION OF POLYMER SURFACES WITH ATOMIC FORCE MICROSCOPY, *Annu. Rev. Mater. Sci.* (1997) 175–222.
- [174] B. Voigtländer, *Atomic Force Microscopy*, secondnd ed., Springer, Cham, 2019.
- [175] N.C. Santos, F.A. Carvalho, *Atomic Force Microscopy*, Springer New York, New York, NY, 2019.
- [176] P.C. Braga, D. Ricci, *Atomic force microscopy: Biomedical methods and applications*, Humana Press, Totowa N.J., 2004.
- [177] J. Bauch, R. Rosenkranz, *Physikalische Werkstoffdiagnostik*, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2017.
- [178] S. Leary, *Instrumentelle Analytik: Grundlagen, Geräte und Anwendungen. Band I*, Springer, Berlin, Heidelberg, 1996.
- [179] E. Macherauch, H.-W. Zoch, *Praktikum in Werkstoffkunde: 91 ausführliche Versuche aus wichtigen Gebieten der Werkstofftechnik*, eleventh., vollst. überarb. und erw. Aufl., Vieweg + Teubner, Wiesbaden, 2011.
- [180] P.W. Hawkes, J.C.H. Spence (Eds.), *Springer handbook of microscopy*, Springer, Cham, 2019.
- [181] G. Abadias, E. Chason, J. Keckes, M. Sebastiani, G.B. Thompson, E. Barthel, G.L. Doll, C.E. Murray, C.H. Stoessel, L. Martinu, Review Article: Stress in thin films and coatings: Current status, challenges, and prospects, *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films* 36 (2018) 20801.
<https://doi.org/10.1116/1.5011790>.
- [182] M.R. Ardigo, M. Ahmed, A. Besnard, Stoney Formula: Investigation of Curvature Measurements by Optical Profilometer, *AMR* 996 (2014) 361–366.
<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.996.361>.
- [183] Schott AG, Homepage Schott AG: Mechanical Properties Borosilicate.
<https://www.schott.com/borofloat/german/attribute/mechanical/index.html> (accessed 11 September 2020).
- [184] H. Keitz, *Light Calculations and Measurements: An Introduction to the system of Quantities and units in light technology and to photometry*, Macmillian, 1971.
- [185] F. Hinderer, *UV/Vis-Absorptions- und Fluoreszenz-Spektroskopie*, Springer Fachmedien Wiesbaden, Wiesbaden, 2020.
- [186] B.D. Cullity, *Elements of X-Ray Diffraction*, second edition, Addison-Wesley Publishing Company Inc., Reading, Massachusetts, 1978.

- [187] Spieß, Lothar: Teichert, Gerd, R. Schwarzer, H. Behnken, C. Grenzel, *Moderne Röntgenbeugung: Röntgendiffraktometrie für Materialwissenschaftler, Physiker und Chemiker*, second., überarbeitete und erweiterte Auflage, Vieweg+Teubner Verlag / GWV Fachverlage GmbH Wiesbaden, Wiesbaden, 2009.
- [188] W. Massa, *Kristallstrukturbestimmung*, seventh., aktualisierte Aufl., Vieweg + Teubner, Wiesbaden, 2011.
- [189] W. Demtröder, *Laserspektroskopie: Grundlagen und Techniken*, fifth., erw. und neu bearb. Aufl., Springer, Berlin, Heidelberg, 2007.
- [190] E. Smith, G. Dent, *Modern Raman spectroscopy: A practical approach*, Second edition, Wiley, Hoboken NJ, 2019.
- [191] M. Hodgins, A. York, S. Seelecke, Systematic Experimental Characterization of Dielectric Elastomer Membranes using a Custom-Built Tensile Test Rig, *J. Intell. Mater. Syst. Struct.* 28 (2017) 2117–2128. <https://doi.org/10.1177/1045389X16685447>.
- [192] E. Böhmer, D. Ehrhardt, W. Oberschelp, *Elemente der angewandten Elektronik: Kompendium für Ausbildung und Beruf*, sixteenth., aktualisierte Auflage, Vieweg + Teubner, Wiesbaden, 2010.
- [193] J.G. Simmons, Low-Voltage Current-Voltage Relationship of Tunnel Junctions, *Journal of Applied Physics* 34 (1963) 238–239. <https://doi.org/10.1063/1.1729081>.
- [194] G. Gottstein, *Physikalische Grundlagen der Materialkunde: Mit 28 Tabellen*, third. Aufl., Springer, Berlin, Heidelberg, New York, 2007.
- [195] E. Hering, R. Martin, M. Stohrer, *Physik für Ingenieure*, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2021.
- [196] C. Gerthsen, *Physik*, twenty-third., überarb. Aufl., Springer, Berlin, Heidelberg, 2006.
- [197] H. Dubbel, K.-H. Grote, J. Feldhusen, *Taschenbuch für den Maschinenbau*, twenty-second., neubearbeite und erw. Aufl., Springer, Berlin, New York, 2007.
- [198] H. Hügel, T. Graf, *Laser in der Fertigung: Strahlquellen, Systeme, Fertigungsverfahren*, second., neu bearb. Aufl., Vieweg + Teubner, Wiesbaden, 2009.
- [199] M. Stafe, A. Marcu, N.N. Puscas, *Pulsed Laser Ablation of Solids: Basic, Theory and Applications*, Springer, Berlin, Heidelberg, 2014.
- [200] Alma del Carmen Fernandez Gonzalez, *Chirped Pulse Oscillators: generation of microjoule femtosecond pulses at megahertz repetition rate*. Dissertation, München, 27. Feb. / 2007.
- [201] B. Kim, H.K. Nam, S. Watanabe, S. Park, Y. Kim, Y.-J. Kim, K. Fushinobu, S.-W. Kim, Selective Laser Ablation of Metal Thin Films Using Ultrashort Pulses, *Int. J. of Precis. Eng. and Manuf.-Green Tech.* 8 (2021) 771–782. <https://doi.org/10.1007/s40684-020-00272-w>.
- [202] M.W. Sigrist, *Laser: Theorie, Typen und Anwendungen*, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2018.
- [203] J. Eichler, H.-J. Eichler, *Laser*, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2010.
- [204] F. Dausinger, S. Nolte, F. Schrepel (Eds.), *Ultrashort Pulse Laser Technology: Laser Sources and Applications*, 1st ed., Springer International Publishing; Imprint: Springer, Cham, 2016.
- [205] K.F. Renk, *Basics of Laser Physics: For Students of Science and Engineering*, second ed., Springer International Publishing; Imprint: Springer, Cham, 2017.
- [206] M. Farooq, Z.H. Lee, Optimization of the Sputtering Process for Depositing Composite Thin Films, *Journal of the Korean Physical Society* 40 (2002) 511–515.
- [207] C. Priestland, S. Hersee, The effects of pressure on the deposition rate in rf sputtering process, *Vacuum* 22 (1972) 103–106.
- [208] C. Kittel, *Einführung in die Festkörperphysik*, twelfth., vollst. überarb. und aktualisierte Aufl., Oldenbourg, München, Wien, 1999.

- [209] P.W. Atkins, J. de Paula, J.J. Keeler, *Physikalische Chemie*, sixth. Auflage, Wiley-VCH, Weinheim, 2021.
- [210] J. Hubertus, B. Fasolt, P. Linnebach, S. Seelecke, G. Schultes, *Electromechanical Evaluation of Sub-Micron NiCr-Carbon Thin Films as Highly Conductive and Compliant Electrodes for Dielectric Elastomers*, *Sens. Actuators, A* 315 (2020) 112243. <https://doi.org/10.1016/j.sna.2020.112243>.
- [211] N. Lambrecht, T. Pardoën, S. Yunus, *Giant Stretchability of Thin Gold Films on Rough Elastomeric Substrates*, *Acta Mater.* 61 (2013) 540–547. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.10.001>.
- [212] S.P. Lacour, D. Chan, S. Wagner, T. Li, Z. Suo, *Mechanisms of Reversible Stretchability of Thin Metal Films on Elastomeric Substrates*, *Appl. Phys. Lett.* 88 (2006) 204103. <https://doi.org/10.1063/1.2201874>.
- [213] M.M. Hamasha, K. Alzoubi, J.C. Switzer, S. Lu, S.B. Desu, M. Poliks, *A study on crack propagation and electrical resistance change of sputtered aluminum thin film on poly ethylene terephthalate substrate under stretching*, *Thin Solid Films* 519 (2011) 7918–7924. <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2011.06.062>.
- [214] S.W. Kim, S. Lee, D. Kim, S.G. Lee, K. Cho, *Omnidirectionally Stretchable Metal Films with Preformed Radial Nanocracks for Soft Electronics*, *ACS Appl. Nano Mater.* 3 (2020) 7192–7200. <https://doi.org/10.1021/acsnm.0c01536>.
- [215] S.-H. Low, G.-K. Lau, *The Effect of Folds in Thin Metal Film Electrodes Used in Dielectric Elastomer Actuators*, in: *Electroactive Polymer Actuators and Devices (EAPAD) 2013*, San Diego, California, USA, SPIE, 2013, 86872P.
- [216] A. Tibrewala, E. Peiner, R. Bandorf, S. Biehl, H. Lüthje, *Longitudinal and transversal piezoresistive effect in hydrogenated amorphous carbon films*, *Thin Solid Films* 515 (2007) 8028–8033. <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2007.03.046>.
- [217] J.D. Carey, S.R.P. Silva, *Disorder, clustering, and localization effects in amorphous carbon*, *Phys. Rev. B* 70 (2004). <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.70.235417>.
- [218] J. Hubertus, J. Neu, S. Croce, G. Rizzello, S. Seelecke, G. Schultes, *Nanoscale Nickel-Based Thin Films as Highly Conductive Electrodes for Dielectric Elastomer Applications with Extremely High Stretchability up to 200%*, *ACS Appl. Mater. Interfaces* (2021). <https://doi.org/10.1021/acsmi.1c10686>.
- [219] J. Hubertus, S. Croce, J. Neu, G. Rizzello, S. Seelecke, G. Schultes, *Electromechanical Characterization and Laser Structuring of Ni-Based Sputtered Metallic Compliant Electrodes for DE Applications*, *Proceedings Actuator 2021* (2021) 321–324.
- [220] J. Hubertus, S. Croce, J. Neu, G. Rizzello, S. Seelecke, G. Schultes, *Influence of Residual Stresses of Sputtered Thin Film Electrodes for Dielectric Elastomer Applications*, *Proceedings (MDPI)* 64 (2020) 2. <https://doi.org/10.3390/IeCAT2020-08492>.
- [221] E. Aslanidis, E. Skotadis, E. Moutoulas, D. Tsoukalas, *Thin Film Protected Flexible Nanoparticle Strain Sensors: Experiments and Modeling*, *Sensors (Basel)* 20 (2020). <https://doi.org/10.3390/s20092584>.
- [222] N. Kaiser, *Review of the fundamentals of thin-film growth*, *Appl. Opt.* 41 (2002) 3053–3060. <https://doi.org/10.1364/AO.41.003053>.
- [223] E. Byon, T.W.H. Oates, A. Anders, *Coalescence of nanometer silver islands on oxides grown by filtered cathodic arc deposition*, *Appl. Phys. Lett.* 82 (2003) 1634–1636. <https://doi.org/10.1063/1.1558955>.
- [224] A. Sewing, *Präparation von Ni-C-Multischichten und Mischsystemen mit dem PLD-Zweistrahlverfahren und Untersuchung der Thermischen Stabilität der Schichtsysteme*. Dissertation, Dresden, 2002.
- [225] O. Glushko, V.M. Marx, C. Kirchlechner, I. Zizak, M.J. Cordill, *Recovery of electrical resistance in copper films on polyethylene terephthalate subjected to a tensile strain*, *Thin Solid Films* 552 (2014) 141–145. <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2013.12.055>.

- [226] C. Peng, Z. Jia, D. Bianculli, T. Li, J. Lou, In situ electro-mechanical experiments and mechanics modeling of tensile cracking in indium tin oxide thin films on polyimide substrates, *J. Appl. Phys.* 109 (2011) 103530. <https://doi.org/10.1063/1.3592341>.
- [227] O. Glushko, B. Putz, M.J. Cordill, Determining effective crack lengths from electrical measurements in polymer-supported thin films, *Thin Solid Films* 699 (2020) 137906. <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2020.137906>.
- [228] O. Glushko, P. Kraker, M.J. Cordill, Explicit relationship between electrical and topological degradation of polymer-supported metal films subjected to mechanical loading, *Appl. Phys. Lett.* 110 (2017) 191904. <https://doi.org/10.1063/1.4982802>.
- [229] T. Baëtens, E. Pallecchi, V. Thomy, S. Arscott, Cracking effects in squashable and stretchable thin metal films on PDMS for flexible microsystems and electronics, *Sci. Rep.* 8 (2018) 9492. <https://doi.org/10.1038/s41598-018-27798-z>.
- [230] T. Yang, X. Li, X. Jiang, S. Lin, J. Lao, J. Shi, Z. Zhen, Z. Li, H. Zhu, Structural engineering of gold thin films with channel cracks for ultrasensitive strain sensing, *Mater. Horiz.* 3 (2016) 248–255. <https://doi.org/10.1039/C6MH00027D>.
- [231] E. Puyoo, S. Brottet, R. Rafael, C. Malhaire, Ultrahigh Sensitivity to Strain of Cracked Thin Films Based on Metallic Nanoparticles in a Dielectric Matrix, *IEEE Sens. Lett.* 2 (2018) 1–4. <https://doi.org/10.1109/LSENS.2018.2865883>.
- [232] Q. R. HOU, H. Y. ZHANG, and Y. B. CHEN, Deposition of Chromium-Carbon Films by Magnetron Sputtering of Chromium and Carbon Targets, *Modern Physics Letters B* 19 (2005) 1039–1050.
- [233] U. Jansson, E. Lewin, Sputter deposition of transition-metal carbide films — A critical review from a chemical perspective, *Thin Solid Films* 536 (2013) 1–24. <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2013.02.019>.
- [234] T. Nguyen, M. Chu, R. Tu, M. Khine, The Effect of Encapsulation on Crack-Based Wrinkled Thin Film Soft Strain Sensors, *Materials (Basel)* 14 (2021). <https://doi.org/10.3390/ma14020364>.
- [235] J. Galineau, J.-F. Capsal, P.-J. Cottinet, M. Lallart, Scale-like compliant gold electrode: Towards high strain capacitive devices for energy harvesting, *Sensors and Actuators A: Physical* 211 (2014) 1–7. <https://doi.org/10.1016/j.sna.2014.02.034>.
- [236] S. Sasikala, K.T. Madhavan, G. Ramesh, P. Chowdhury, The electro-mechanical performance of electro-active polymer based actuators fabricated using ultra thin metal electrode, *Sens. Actuators, A* 207 (2014) 43–48. <https://doi.org/10.1016/j.sna.2013.12.018>.
- [237] HORIBA Jobin Yvon GmbH, Impact of Raman Spectroscopy on Technologically Important Forms of Elemental Carbon, Application Note.
- [238] J. Solis, H. Zhao, C. Wang, J.A. Verduzco, A.S. Bueno, A. Neville, Tribological performance of an H-DLC coating prepared by PECVD, *Applied Surface Science* 383 (2016) 222–232. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2016.04.184>.
- [239] HORIBA Jobin Yvon, Derivation of Physical Parameters from Raman Spectra of Hard Carbon Films, Application Note.
- [240] C. Mößner, G. P., T. H., C. G., L. D.J., L. H.J., M. B., S. I., Characterization of diamond-like carbon by Raman spectroscopy, XPS and optical constants, *Thin Solid Films* 1998 (1998) 397–401.
- [241] R. Sauer, Diamant als Elektronikmaterial, *Physikalische Blätter* 51 (1995) 399–404.
- [242] A. Dahal, M. Batzill, Graphene-nickel interfaces: a review, *Nanoscale* 6 (2014) 2548–2562. <https://doi.org/10.1039/c3nr05279f>.
- [243] A.A. Dost, V.R. Dhanak, D.W. Bassett, Field emission microscope studies of carbon on nickel surfaces, *Vacuum* 33 (1983) 687–690. [https://doi.org/10.1016/0042-207X\(83\)90592-4](https://doi.org/10.1016/0042-207X(83)90592-4).

- [244] J.C. Shelton, H.R. Patil, J.M. Blakely, Equilibrium segregation of carbon to a nickel (111) surface: A surface phase transition, *Surface Science* 43 (1974) 493–520. [https://doi.org/10.1016/0039-6028\(74\)90272-6](https://doi.org/10.1016/0039-6028(74)90272-6).
- [245] H. Priester, Development of Laser ablation processes of thin conducting films on elastomer foils. Bachelor Thesis, Saarbrücken, 2021.
- [246] J. Neu, J. Hubertus, S. Croce, G. Schultes, S. Seelecke, G. Rizzello, Fully Polymeric Domes as High-Stroke Biasing System for Soft Dielectric Elastomer Actuators, *Front. Robot. AI* 8 (2021) 695918. <https://doi.org/10.3389/frobt.2021.695918>.
- [247] J. Neu, S. Croce, J. Hubertus, G. Schultes, G. Rizzello, S. Seelecke, Assembly and Characterization of a DE Actuator Based on Polymeric Domes as Biasing Element, *Proceedings (MDPI)* 64 (2020) 24. <https://doi.org/10.3390/IeCAT2020-08490>.
- [248] S. Croce, J. Neu, J. Hubertus, S. Seelecke, G. Schultes, G. Rizzello, Modeling and Simulation of an Array of Dielectric Elastomeric Actuator Membranes, *Proceedings (MDPI)* 64 (2020) 28. <https://doi.org/10.3390/IeCAT2020-08489>.
- [249] S. Croce, J. Neu, J. Hubertus, S. Seelecke, G. Schultes, G. Rizzello, Model-Based Design Optimization of Soft Polymeric Domes Used as Nonlinear Biasing Systems for Dielectric Elastomer Actuators, *Actuators* 10 (2021) 209. <https://doi.org/10.3390/act10090209>.
- [250] S. Croce, J. Neu, G. Moretti, J. Hubertus, G. Schultes, G. Rizzello, Finite element modeling and validation of a soft array of spatially coupled dielectric elastomer transducers, *Smart Mater. Struct.* 31 (2022) 84001. <https://doi.org/10.1088/1361-665X/ac78ad>.
- [251] J.H. Tortai, A. Denat, N. Bonifaci, Self-healing of capacitors with metallized film technology: experimental observations and theoretical model, *Journal of Electrostatics* 53 (2001) 159–169.
- [252] H. Li, H. Li, Z. Li, F. Lin, de Liu, W. Wang, B. Wang, Z. Xu, T pattern fuse construction in segment metallized film capacitors based on self-healing characteristics, *Microelectronics Reliability* 55 (2015) 945–951. <https://doi.org/10.1016/j.microrel.2015.03.006>.
- [253] D. Xin, L. Fuchang, L. Jin, Y. Zonggan, W. Nanyan, Influence factors for the self-healing of metallized polypropylene capacitors, in: 2000 Annual Report Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena (Cat. No.00CH37132), Victoria, BC, Canada, IEEE, 2000, pp. 461–465.
- [254] Simon Kraß, Development of a sensor actor array based on dielectric elastomer with thin film electrodes. Bachelor Thesis, Saarbrücken, 2021.

B. Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1-1: Übersicht der steigenden Anzahl an Publikationen zum Thema "dielectric elastomers".	1
Abbildung 2-1: Funktionsprinzip von dielektrischen Elastomeren: Bei einem flexiblen Plattenkondensator ziehen sich die Elektroden unter Anlegung einer Hochspannung an. Gleichzeitig wird das Dielektrikum dann in der Ebene gestreckt.	5
Abbildung 2-2: 3D-Strukturen als flexible Elektroden: a) zufällig orientierte Falten aufgrund von thermischen Spannungen [62], b) Querschnitt einer vorgeprägten welligen Oberfläche [10,61], c) Profil von Falten bei uniaxialer [60] und d) bei biaxialer mechanischer Vorspannung [71].	10
Abbildung 2-3: Strukturierte flexible Elektroden für Elektronikanwendungen: a) Mäanderstruktur von Verplancke et al. [59], b) Mäanderstruktur von Gonzalez et al. [68], c) Zick-Zack-Muster von Pelrine et al. [47], d) radialsymmetrische Struktur von Pimpin [12].	12
Abbildung 2-4: Flexible Elektroden auf der Basis von perkolierenden Netzwerken und Nanomeshes: a) Draufsicht auf ein Gold-Nanomesh und b) der dazugehörige Querschnitt [77], c) perkolierendes Netzwerk bestehend aus Silbernandradrähnen [78].	13
Abbildung 2-5: Verschiedene Moden der Faltenbildung bei Dreischichtsystemen.	18
Abbildung 2-6: Ausbildung der Falten in Abhängigkeit verschiedener Spannungszuständen [96].	19
Abbildung 2-7: Rückgradkette von PDMS [107].	20
Abbildung 2-8: Das Nickel-Chrom-Phasendiagramm. Bei einer Zusammensetzung von 80:20 liegt ein homogener Nickel-Mischkristall vor [129].	23
Abbildung 2-9: a) Struktureller Aufbau eines kubischen Diamantgitters und b) struktureller Aufbau des Graphitgitters; entnommen aus Krueger - neue Kohlenstoffmaterialien [133].	24
Abbildung 3-1: Prozessschritte der Probenherstellung: Die vorgespannte Folie wird beschichtet, wobei eine Schattenmaske zum Einsatz kommt. Danach erfolgt die Strukturierung von scharfen Kanten und geometrischen Details durch einen Laserprozess. Am Ende wird die Folie entspannt, wodurch sich Falten ausbilden.	26
Abbildung 3-2: Geometrie der Maske zur Abscheidung der Messgeometrie.	30
Abbildung 3-3: Technische Zeichnungen von verwendeten Maskengeometrien und die entsprechenden DEA-Geometrien. a) Kreuzgeometrie, b) Streifensensormaske für 37,5 % biaxiale Vorspannung, c) Rondengeometrie für 57,5 % biaxiale Vorspannung, d) Arraymaske für 37,5 % biaxiale Vorspannung. Sofern sich die Vorspannverhältnisse der Folie ändern, müssen die Maße der Masken angepasst werden. Die Kreuzgeometrie wurde als einzige nicht an die Vorspannung angepasst.	31
Abbildung 3-4: Überblick über die verschiedenen Proben für die verschiedenen Untersuchungen und Charakterisierungen.	33
Abbildung 3-5: Schematischer Aufbau einer Sputtervakuumkammer mit Anode (A), Plasma (P), Target (T), Magnet (M), Substrat (S), Ausrichtung des elektrischen Feldes (E) und Ausrichtung des Magnetfeldes (B) [144].	35

Abbildung 3-6 Strukturmodelle von Vakuumdünnschichtprozessen: links: M&D Modell in Abhängigkeit der Temperatur [149], rechts: Thornton-Modell in Abhängigkeit der Temperatur und des Prozessdruckes (angepasste Graphik aus [154]).	36
Abbildung 3-7: Schichtwachstum bei der Dünnschichtabscheidung: a) Schicht-für-Schicht Wachstum, b) Schicht- und Inselwachstum, c) Inselwachstum [155].	38
Abbildung 3-8: teilweise beschichteter Glasobjektträger. Die erzeugte Stufe wurde an den 4 Messpunkten in der gezeigten Messrichtung gemessen.	41
Abbildung 3-9: Chromatisch konfokales Messprinzip eines Weißlichtprofilometers [166].	42
Abbildung 3-10: Schematischer Aufbau eines AFM. Der Positionssensor erfasst über den reflektieren Laser die Auslenkungen der Spitze am Cantilever [173].	45
Abbildung 3-11: Aufbau und Funktionsprinzip eines Raster-Elektronen-Mikroskops [177].	46
Abbildung 3-12: Visualisierung der Braggbedingung mit Ebenenabstand d und Beugungswinkel θ [188].	51
Abbildung 3-13: a) I-U-Kennlinien für einen negativen Temperaturkoeffizienten bzw. für Heißeiter (HL) oder für Elektronentunneleffekte, b) für rein ohmsches Verhalten und c) für Kaltleiter (KL) bzw. einen positiven TK.	61
Abbildung 3-14: schematischer Aufbau eines Lasers [195].	62
Abbildung 3-15: Laser im CW-Modus, wenn keine Phasenkopplung vorliegt und Laserpulserzeugung durch Modenkopplung. (Abbildung entnommen aus [200] und angepasst).	64
Abbildung 4-1: a) zeigt die Daten der Dickenmessungen in einem Boxplot. Abbildung b) zeigt die Mittelwertkurven von einfachen Zugversuchen der jeweiligen Folien.	68
Abbildung 4-2: Depositionsratenmessreihen der verschiedenen Dünnschichten bei den entsprechenden Prozessparameter, a) Messdaten der Metallkonfigurationen und b) Kurven der Kohlenstoffschichten. Abbildungen c) und d) zeigen die jeweils aus den Kurven extrahierten Depositionsraten.	70
Abbildung 4-3: NiCr-Schichten: Peel-off-Test einer NiCr+C-Schicht, aufgesputtert auf eine Parker-PDMS-Folie.	73
Abbildung 4-4: NiCr-Schichten: Widerstand als Funktion der Dehnung für die NiCr-Dünnschichten auf Parker-Folie (a & b) und auf Wacker-PDMS (c & d). 37,5% biaxial vorgestreckte Proben sind in der linken Spalte (a & c) und 57,5% PS vorgedehnte Proben sind in Spalte 2 (b & d) dargestellt. Der Widerstand ist auf einer logarithmischen Skala aufgetragen.	74
Abbildung 4-5: NiCr-Schichten: Faltenstruktur der NiCr-Dünnschichten auf biaxial und PS vorgestrecktem Wacker-Elastosil nach Entspannung.	75
Abbildung 4-6: Schematische Darstellung der Rissinitiierung und des Risswachstums bei biaxialer und uniaxialer Faltenstruktur im uniaxialen Zugversuch.	76
Abbildung 4-7: NiCr-Schichten: Mikroskopaufnahmen während eines uniaxialen Zugversuchs. Viele kleine Risse bei biaxialer Vorstreckung und wenige große Risse bei PS.	76

Abbildung 4-8: Vergleich verschiedener Dünnschichtkonfigurationen, abgeschieden sowohl auf Parker-PDMS (erste Reihe) als auch auf Wacker-PDMS (zweite Reihe).	77
Abbildung 4-9: NiCr-Schichten: Gemessene Wellenlängen der Falten in Abhängigkeit der Dünnschichtkonfigurationen und der Vorspannung. Diese Dünnschichten sind auf Parker-Folie abgeschieden.	79
Abbildung 4-10: NiCr-Schichten: AFM-Messungen einer biaxial vorgestreckten NiCr+C-Dünnschicht mit a) 2D Profilschnitt und b) 3D Oberfläche.....	80
Abbildung 4-11: a) 8000-fache Vergrößerung einer biaxial vorgestreckten C+NiCr-Dünnschicht mit hierarchischer Faltenstruktur und b) 6000-fache Vergrößerung einer biaxial vorgestreckten reinen Kohlenstoffdünnschicht, ebenfalls mit Hierarchie.	82
Abbildung 4-12: NiCr-Schichten: Dehnungsabhängige Kapazitätsmessungen der einzelnen Dünnschichtelektroden auf Parker-Folie und Dickenmessungen der beschichteten Folien nach dem Entspannen.	83
Abbildung 4-13: NiCr-Schichten: Verdeutlichung der unscharfen Kanten der abgeschiedenen Elektrodengeometrie. Der abgeschiedene Kreuzbalken ist deutlich breiter als 10 mm.....	85
Abbildung 4-14: NiCr-Schichten: Ergebnisse der Fatigue-Tests von a) biaxial vorgestreckten Proben und b) PS vorgestreckten Proben.	86
Abbildung 4-15: NiCr-Schichten: Kraft-Weg-Messungen aller NiCr-Schichtvariationen, abgeschieden auf Parker-Folie mit und ohne Hochspannung. a) - c) biaxial vorgestreckte Proben und d) – f) PS vorgestreckte Proben.	88
Abbildung 4-16: Ni-Schichten: Peel-off Test an einer Ni-Dünnschicht. Die Silikonfolie wird ausgelenkt ohne dass die Dünnschicht delaminiert.....	90
Abbildung 4-17: Ni-Schichten: Widerstandsverlauf als Funktion der Dehnung für alle Dünnschichtkonfigurationen sowohl für a) 37,5% biaxial vorgestreckte Proben als auch für b) 57,5% PS vorgestreckte Proben.	91
Abbildung 4-18: Ni-Schichten: Faltenstrukturen für die verschiedenen Dünnschichten, abgeschieden auf biaxial bzw. PS vorgestreckter Wacker-PDMS-Folie.	92
Abbildung 4-19: Ni-Schichten: Widerstandsverläufe auf biaxial und PS vorgestreckter Wacker-Folie mit erhöhter Vordehnung. Die Vordehnungen wurden von 37,5 % auf 57,5 % (biaxial) respektive von 57% PS auf 83% PS erhöht.	93
Abbildung 4-20: Ni-Schichten: Dickenmessungen der beschichteten Folien nach Entspannung. Die Messungen wurden an 37,5 % biaxial und 57,5 % PS vorgestreckten Proben durchgeführt.	94
Abbildung 4-21: Ni-Schichten: Schichteigenspannungen der Ni-Dünnschichten in Abhängigkeit vom Ar-Prozessdruck.	95
Abbildung 4-22: Ni-Schichten: Widerstandsverläufe der einzelnen Schichtvariationen in Abhängigkeit der Dehnung. Als Parameter ist die prozessdruckabhängige Eigenspannung der Nickelschicht dargestellt. Entsprechend Abbildung 4-21 entspricht Ni@18,5µbar einer Dünnschicht mit einer hohen Eigenspannung und Ni@1,5µbar einer Dünnschicht mit niedriger Eigenspannung.	96
Abbildung 4-23: Schematische Darstellung des Widerstandsverlaufs über der Dehnung.	98

Abbildung 4-24: Ni-Schichten: exemplarische I-U-Kennlinien verschiedener Dünnschichten, gemessen bei verschiedenen Dehnungen und in verschiedenen Strom-Spannungsbereichen mit unterschiedlichen Leistungen.....	99
Abbildung 4-25: Ni-Schichten: Widerstandsverlauf einer 37,5% biaxial vorgestreckten Nickelprobe. a) 3 Zyklen bis 100 % Dehnung und b) 2 zusätzliche Zyklen bis 120 % Dehnung.	103
Abbildung 4-26: Ni-Schichten: a) geometrische Faltenanalyse. Schicht- und vordehnungsabhängige Wellenlänge der Falten, b) 4000-fache Vergrößerung der hierarchischen Faltenstruktur einer C+Ni-Sandwich-Dünnschicht.....	104
Abbildung 4-27: Ni-Schichten: Kapazitätsmessungen der einzelnen Schichtkonfigurationen sowohl auf a) biaxial vorgestreckten Folien als auch auf b) PS vorgestreckten Folien.....	105
Abbildung 4-28: Ni-Schichten: Fatigue-Tests für alle Dünnschichtkonfigurationen auf a) 37,5% biaxial vorgestreckten Folien und b) 57,5% PS vorgestreckten Proben.....	107
Abbildung 4-29: Ni-Schichten: Hochspannungsmessungen aller Dünnschichten sowohl auf 37,5% biaxial vorgestreckten (a,b,c) als auch auf 57,5% PS vorgestreckten Wacker-Elastosil-Folien (d,e,f). Die vertikal gestrichelte Linie repräsentiert das jeweilige Vorspannungsniveau.	108
Abbildung 4-30: Cr-Schichten: Widerstandsverläufe in Abhängigkeit der Dehnung aller Cr-Dünnschichtkonfigurationen auf a) biaxial vorgestreckten und b) PS vorgestreckten Wacker-Folien.....	110
Abbildung 4-31: Cr-Schichten: REM-Aufnahmen der verschiedenen Cr-Dünnschichtkonfigurationen auf biaxial (a,b,c) und PS (d,e,f) vorgestreckten Wacker-PDMS-Folien.....	111
Abbildung 4-32: Cr-Schichten: a) Untersuchung der schicht- und vordehnungsabhängigen Wellenlänge der Falten, b) 4000-fache Vergrößerung einer C+Cr-Dünnschicht mit hierarchischer Faltenstruktur.....	112
Abbildung 4-33: Vergleich der Schichten: Dehnung bei einem Widerstand von 100 k Ω von a) 37,5 % biaxial vorgestreckten Proben und b) 57,5 % PS vorgestreckte Proben.....	113
Abbildung 4-34: Vergleich der Schichten: Anfangskapazitäten der einzelnen Schichten. a) biaxial vorgestreckte Proben und b) PS vorgestreckte Proben. Schwarz schraffierte Balken repräsentieren die Ni-Dünnschichten und weiß schraffierte Balken die NiCr-Familie.	115
Abbildung 4-35: Vergleich der Schichten: Wellenlänge der Falten der jeweiligen Dünnschicht-Vorstreckart.	117
Abbildung 4-36: Schichtanalyse: spezifischer Widerstand des Kohlenstoffs als Funktion des Prozessdruckes.	120
Abbildung 4-37: Schichtanalyse: XRD Diffraktogramme von a) einer NiCr+C-Dünnschicht, b) einer reinen NiCr-Dünnschicht und c) einer reinen Kohlenstoffdünnschicht, jeweils abgeschieden auf Saphirronen. Die schwarze Kurve wurde unter einem Einfallswinkel von 0,5° und die rote unter einem Winkel von 0,9° gemessen.	121

- Abbildung 4-38:** Schichtanalyse: Ramanspektren inklusive Peakfits und Peakanalysen von a) einer NiCr+C-Dünnschicht, b) von einer Ni+C-Schicht und c) von einer C+Ni-Schicht. 123
- Abbildung 4-39:** Laserstrukturierung: Ablauf des Laserprozesses. Strukturierung einer Ronde mit 2 elektrischen Anschlüssen. 124
- Abbildung 4-40:** Laserstrukturierung: a) Schachbrettmuster für Powersuche, b) Isolationsmessung über einen Isolationsgraben, c) Widerstandsmessungen von selektiv strukturierten Leiterbahnen zwischen 2 Kontaktpads. 126
- Abbildung 4-41:** Laserstrukturierung: Absorptionsspektrum der reinen PDMS-Folie und verschiedener Dünnschichten auf Folie. 126
- Abbildung 4-42:** Laserstrukturierung: a) schematische Darstellung der hergestellten Zugproben, b) Ergebnisse der Zugversuche verschieden präparierter Wacker-Elastosil Folien. 127
- Abbildung 4-43:** Laserstrukturierung: Benetzungsversuche: a) Wassertropfen auf unbeschichteter PDMS Folie, b) Wassertropfen auf gefalteter Nickelelektrode, c) und d) Wassertropfen auf zuvor beschichteter PDMS-Folie. Die Laserparameter beim Schichtabtrag wurden variiert. 128
- Abbildung 4-44:** Laserstrukturierung: Unterschied zwischen einer Strukturierung bei 160 kHz und 80kHz. Deutliche Reduktion der Rissbildung bei 80kHz..... 129
- Abbildung 4-45:** Laserstrukturierung: Übersicht der gelaserten Schachbrettmuster auf den verschiedenen Dünnschichten auf unterschiedlich vorgestreckten Folien..... 129
- Abbildung 4-46:** Laserstrukturierung: Detailansicht einzelner Kacheln einer PS vorgestreckten C+Ni-Schicht. 130
- Abbildung 4-47:** Laserstrukturierung: vermutlicher selektiver Abtrag in der letzten Spalte aufgrund deutlich unterschiedlicher optischer Erscheinungsbilder. 131
- Abbildung 4-48:** Laserstrukturierung: selektiv strukturierte Leiterbahnen zwischen 2 Kontaktpads..... 131
- Abbildung 4-49:** Laserstrukturierung: Ausgeschnittene Ronde für einen COP-Aktor (siehe Kapitel 4.5)..... 132
- Abbildung 4-50:** Laserstrukturierung: dxf-Zeichnungen für das Strukturieren eines DEs in Form einer Ronde mit untenliegenden Anschlüssen. a) Zeichnung für den selektiven Abtrag der Anschlüsse, b) Konturschnitte, c) Detailansicht der versetzten Linien. 133
- Abbildung 4-51:** Laserstrukturierung: dxf-Zeichnungen für den weiterentwickelten Laserprozess. a) Zeichnung für selektiven Abtrag der Anschlüsse, b) Konturschnitte, c) Zeichnung mit Schraffur, d) Detailansicht Schraffur..... 134
- Abbildung 4-52:** Laserstrukturierung: Lasergrabenbreite in Abhängigkeit der Dämpfung.. 136
- Abbildung 4-53:** Laserstrukturierung: verschiedene Beugungsgitter und korrespondierende Beugungsmuster. a) Dreifachkreuz, b) Beugungsgitter, c) Ringe, d) Punkte-Array. 136
- Abbildung 4-54:** DE-Aktoren: Zusammenbau eines COP-Aktors..... 139

Abbildung 4-55: DE-Aktoren: Aktuierung eines COP-Aktors. Das Zentrum der Membran wird bei Anlegen einer Hochspannung durch den nichtlinearen Vorspannmechanismus nach oben ausgelenkt.	139
Abbildung 4-56: DE-Aktoren: Kraft-Weg-Messungen verschiedener Ronden. Messungen wurden vom Projektpartner (IMSL) durchgeführt.	140
Abbildung 4-57: DE-Aktoren: COP-Aktor mit flexiblem und weichem Silikon-Dome als Vorspannmechanismus. Bewegung des Aktors bei angelegter Spannung.....	141
Abbildung 4-58: DE-Aktoren: linke Seite: eingelegte DE-Folie zwischen oberer und unterer Leiterplatte, rechte Seite: Messaufbau am Druckprüfstand.	142
Abbildung 4-59: DE-Aktoren: a) druckabhängige Hubmessungen, b) druckabhängige Kapazitätsmessungen.	143
Abbildung 4-60: Folienstretch-Anlage: a) Perspektivische Draufsicht Der Scherenmechanismus ist in dieser Darstellung nicht komplett dargestellt, b) aufgebaute Anlage.	146

C. Tabellenverzeichnis

Tabelle 2-1: Materialeigenschaften von Wacker Elastosil [112] und Parker Film 18602 [113].	21
Tabelle 3-1 – Teil 1: Überblick über die verschiedenen Schichtvariationen. Es werden sandwichartige Ni ₈₀ Cr ₂₀ -, Ni- und Cr-haltige Dünnschichtvariationen, z.T. in Kombination mit Kohlenstoff hergestellt. Im Rahmen der Auswertung werden bestimmte Schichttypen als Konfiguration zusammengefasst. Die entsprechende Farbgebung findet sich in der Arbeit wieder. Blau wird für reine Metallschichten verwendet (Me-Konfig.), grün für Metall-Kohlenstoffsandwiches (Me+C-Konfig.) und schwarz für Kohlenstoff-Metallsandwiches (C+Me-Konfig).	28
Tabelle 3-2: Gasfluss und Ventileinstellungen und deren korrespondierende Prozessdrücke.	39
Tabelle 3-3: Verwendete Proben- und Schichtauswahl zur Bestimmung der Depositionsraten.	41
Tabelle 3-4: Verwendete Proben- und Schichtauswahl für Untersuchungen im Weißlichtinterferometer.	43
Tabelle 3-5: Verwendete Proben- und Schichtauswahl für Lichtmikroskopie.....	44
Tabelle 3-6: Verwendete Proben- und Schichtauswahl für AFM-Untersuchungen.....	46
Tabelle 3-7: Verwendete Proben- und Schichtauswahl fürs REM.....	47
Tabelle 3-8: Verwendete Proben- und Schichtauswahl für Haftungsuntersuchungen.....	48
Tabelle 3-9: Verwendete Proben- und Schichtauswahl für Eigenspannungsuntersuchungen.	49
Tabelle 3-10: Verwendete Proben- und Schichtauswahl für die UV-VIS Spektroskopie.....	50
Tabelle 3-11: Proben- und Schichtauswahl für XRD-Messungen.	52
Tabelle 3-12: Proben- und Schichtauswahl für Ramanalyse.	53
Tabelle 3-13: Proben- und Schichtauswahl für Analyse der Benetzungswinkel.....	53
Tabelle 3-14: Proben und Schichtauswahl für die Dickenmessung.	54
Tabelle 3-15: Proben- und Schichtauswahl für die LCR-Messungen.	56
Tabelle 3-16: Proben- und Schichtauswahl zur Messung der Durchschlagsfestigkeiten.....	57
Tabelle 3-17: Proben- und Schichtauswahl für Fatigue-Messungen.	58
Tabelle 3-18: Proben- und Schichtauswahl für den uniaxialen Zugversuch.	59
Tabelle 3-19: Proben- und Schichtauswahl für Widerstandsmessungen.....	60
Tabelle 3-20: Proben- und Schichtauswahl zur I-U-Kennlinienmessungen.	62
Tabelle 3-21: Proben- und Schichtauswahl zur Laserbearbeitung.	66
Tabelle 4-1: Materialeigenschaften der beiden Silikonfolien im Vergleich. Die Daten wurden aus den Herstellerangaben übernommen (weißer Hintergrund) oder selbst ermittelt (hellbraune Füllung).	69

Tabelle 4-2: NiCr-Schichten: Abschätzung des Faltenmodus für die Sandwichschichten NiCr+C und C+NiCr. Die jeweiligen kritischen Dehnungen für Bi-Layer und Oberflächenfalten wurden berechnet. Die Grenzfälle, dass Kohlenstoff als Graphit oder als Diamant vorliegen kann, sind berücksichtigt.	81
Tabelle 4-3: NiCr-Schichten: Vergleich der Hystereseflächen für die verschiedenen Schicht- und Vorspannungsvariationen.	89
Tabelle 4-4: Ni-Schichten: Kalkulation der kritischen Dehnungen für Ni+C- und C+Ni-Sandwichschichten. In allen Fällen ist die kritische Dehnung für Bi-Layer Falten kleiner...	105
Tabelle 4-5: Ni-Schichten: Hystereseflächen für die verschiedenen Dünnschichten unter den jeweiligen Vorspannzuständen. Die Hysterese wurde für Zugversuche mit und ohne Spannung ausgewertet.	108
Tabelle 4-6: Cr-Schichten: Kalkulation der kritischen Dehnungen für Bi-Layer Falten und Oberflächenfalten. In allen Fällen dominieren die Bi-Layer Falten.	112
Tabelle 4-7: Zusammenfassung der wichtigsten Erkenntnisse.	119
Tabelle 4-8: Laserstrukturierung: Dämpfung und Geschwindigkeitsverhältnisse zum beidseitigen Abtrag einer entsprechenden Dünnschicht.	130
Tabelle 4-9: Laserstrukturierung: Parameterset für den selektiven Abtrag. Nur der selektive Abtrag der Nickel-Dünnschicht wurde bisher optimiert.	132
Tabelle 4-10: Laserstrukturierung: Wichtige Parametersätze für die einzelnen Arbeitsschritte zur Strukturierung einer 10 nm dicken Nickel-Dünnschicht. Die grün hinterlegten Felder zeigen die jeweiligen Unterschiede zwischen den einzelnen Prozessschritten.	135

D. Abkürzungen

3D	dreidimensional
%	Prozent, Einheit
Å	Angström, physikalische Einheit für die Länge, 10^{-10} Meter
A	Ampère, physikalische Einheit für die Stromstärke
AFM	Rasterkraftmikroskopie, engl. Atomic force microscopy
B-Feld	Magnetfeld
bar	physikalische Einheit für den Druck
°C	Grad Celsius, Einheit für die Temperatur
C	Kohlenstoff, chemisches Elementsymbol
CAD	Engl. Abkürzung: Computer-aided design
cm	Zentimeter; physikalische Einheit für die Länge, 10^{-2} Meter
cm ³	Kubikzentimeter; physikalische Einheit für ein Volumen
COP	Circular out of plane
Cr	Chrom, chemisches Elementsymbol
Cu	Kupfer, chemisches Elementsymbol
CVD	Chemical Vapor Deposition
d	Abstand (Formel 3-4) bzw. Auflösungsgrenze (Formel 3-1)
DC	Direct current
DE	dielektrisches Elastomer
DEA	dielektrischer Elastomer Aktor
DES	dielektrischer Elastomer Sensor

DLC	Diamond-like Carbon
DR	Depositionsrate
dxf	Dateiformat, drawing interchange file, Austauschformat für CAD-Programme
E	Formelzeichen E-Modul
E-Feld	Elektrisches Feld
E-Modul	Elastizitätsmodul
ϵ_0	Permittivität des Vakuums, $8,854187 \cdot 10^{-12} \frac{As}{Vm}$
ϵ_r	Relative Permittivität
EAP	Engl. Abkürzung: electro active polymer
F	Farad, physikalische Einheit der Kapazität, S-Einheiten $\frac{A^2s^4}{kgm^2}$
Fa.	Firma
FIB	Focused Ion Beam
g	physikalische Gewichtseinheit, Gramm, 10^{-3} kg
G Ω	Gigaohm, physikalische Einheit für den elektrischen Widerstand, $10^9 \Omega$.
h	Dicke, Formelzeichen
HF	High frequency
HL	Heißeiter
I	Intensität
ITO	Indium Zinn Oxid (engl. Indium tin oxide), transparente Keramik
J	Joule, physikalische Einheit für die Energie
k	Abkürzung, griechische Vorsilbe kilo, mathematisch 10^3
K $_{\alpha}$	Charakteristischer Energieübergang in Atomorbitalen

kg	Kilogramm, physikalische Einheit für die Masse, 10^3 g
KL	Kaltleiter
λ	Lambda, griechischer Buchstabe, Formelzeichen für die Wellenlänge
LCR	L = Induktivität, C = Kapazität, R = Widerstand (physikalische Symbole)
m	Meter, physikalische Längeneinheit
mbar	Millibar, physikalische Einheit für den Druck, 10^{-3} bar
MHz	Megahertz, physikalische Einheit der Frequenz, 10^6 Hertz
mm	Millimeter, physikalische Längeneinheit, 10^{-3} Meter
N	Newton, physikalische Einheit für die Kraft
NA	Numerische Apertur
NaCl	Natriumchlorid, Chemische Verbindung, Kochsalz
Ni	Nickel, chemisches Elementsymbol
NiCr 80:20	Legierung von 80 wt.-% Nickel und 20 wt.-% Chrom
nm	Nanometer, physikalische Längeneinheit, 10^{-9} Meter
NR	natural rubber, engl. für Naturkautschuk
ns	Nanosekunden, physikalische Zeiteinheit, 10^{-9} Sekunden
PEN	Polyethylen Naphthalat, Polymer
PET	Polyethylen Terephthalat, Polymer
PDMS	Polydimethylsiloxan, Silikon
ps	Pikosekunde, physikalische Einheit für die Zeit, 10^{-12} Sekunden
PS	Pure Shear
PSC	Pure Shear Conditions
PU	Polyurethan

PVD	Physical Vapor Deposition
r	Radius, Formelzeichen
REM	Rasterelektronenmikroskopie: engl. Scanning electron microscopy (SEM)
sccm	standard cubic centimeter; physikalische Einheit für den Gasfluss
s	Sekunde; physikalische Einheit für die Zeit
σ	Mechanische Spannung, Formelzeichen
SR	Sputterrate
T	Temperatur, Formelzeichen
T_m	Schmelztemperatur, Formelzeichen
Tera	10^{12} , griechische Vorsilbe
θ	Theta, griechischer Buchstabe, Bezeichnung für Winkelmaß
TK	Temperaturkoeffizient
μbar	Mikrobar; physikalische Druckeinheit, 10^{-6} bar
UKP	Ultrakurzpuls
μm	Mikrometer, Physikalische Längeneinheit, 10^{-6} Meter
UV-VIS	Ultraviolett-visible,
ν	Querkontraktionszahl, Formelzeichen
V	Volt, physikalische Einheit für die elektrische Spannung
W	Watt, physikalische Einheit für die Leistung
WEZ	Wärmeeinflusszone
XRD	Röntgendiffraktometrie, engl. X-ray diffraction