

GEFÖRDERT VOM



Bundesministerium  
für Bildung  
und Forschung

## Schlussbericht zum BMBF-Förderprojekt

---

**FH-Impuls 2016: ‚Neuartige Diagnostikmethoden‘ im Rahmen  
der Partnerschaft ‚Plasma for Life‘ (NeDia)**

**(FKZ: 13FH6I02IA)**

---

Teil II: Eingehende Darstellung

Berichtszeitraum:

01. Januar 2021 bis 31. Dezember 2024

Projektleiter:

Prof. Dr. Christoph Gerhard

an der Fakultät Ingenieurwissenschaften und Gesundheit an der  
Hochschule für Angewandte Wissenschaft und Kunst (HAWK),  
Göttingen

**Inhaltsverzeichnis**

GEFÖRDERT VOM



**Bundesministerium  
für Bildung  
und Forschung**

.....	1
1. Erzielte Ergebnisse.....	3
1.1 Plasmaunterstütztes Bonden für Planoptiken .....	3
1.2 Stabilisierung von Gasgemischen in Hochleistungs-CO <sub>2</sub> -Lasern.....	5
1.2.1 Thermische Beeinflussung / Vakuumventil .....	6
1.2.2 Anpassung der Molekularsiebe zur Beeinflussung ihrer Adsorptionscharakteristiken.....	7
1.3 Feinkitten von optischen Linsen und Blendenelementen.....	10
1.3.1 Voruntersuchungen.....	10
1.3.2 Funktionsmuster .....	14
1.4 Auto-Degradierung optischer Linsen .....	16
1.4.1 Optisch abbildende Verfahren.....	17
1.4.2 Nichtabbildende Analyseverfahren.....	19
2. Voraussichtlicher Nutzen der Ergebnisse.....	23
3. Fortschritt bei anderen Stellen.....	24
4. Erfolgte und geplante Veröffentlichungen.....	24

## 1. Erzielte Ergebnisse

Das Projekt hatte zwei zentrale Schwerpunkte: die Entwicklung und Erprobung von Diagnosemethoden für die Grenzflächendiagnostik sowie die Entwicklung neuer Ansätze zur Handhabung der identifizierten fertigungstechnologischen Herausforderungen.

Ein wesentlicher Bestandteil des Projekts war die Entwicklung eines plasmagestützten Verfahrens zur Verbindung von Glasoberflächen. Darüber hinaus wurden Degradationserscheinungen sowohl in CO<sub>2</sub>-Lasern als auch in Optiksystemen untersucht, und mögliche Methoden zu deren Minderung wurden erarbeitet. Zusätzlich wurde ein plasmabasiertes Verfahren zur Entfernung von Kontaminationen auf Mikrolinsen in Produktionsprozessen entwickelt.

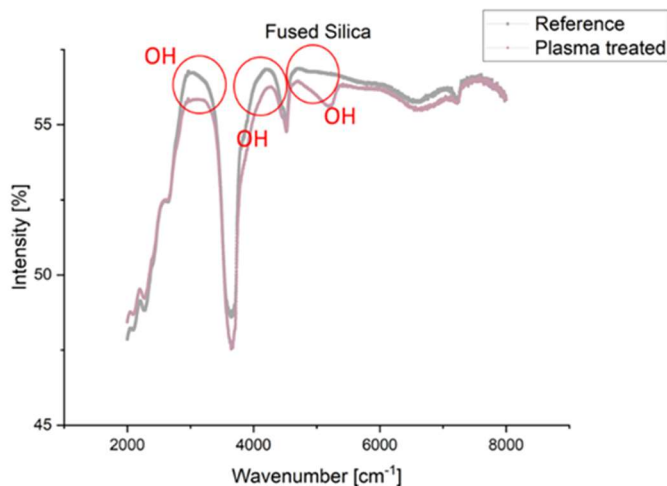
### 1.1 Plasmaunterstütztes Bonden für Planoptiken

Im Teilvorhaben des Plasma-unterstütztes Bondens für Planoptiken bestand das Ziel darin, ein Verfahren zur Verbindung von Glaskomponenten zu entwickeln, das sich nicht auf haftvermittelnde Hilfsstoffe verlässt. In Vorversuchen wurde erkannt, dass Plasmabehandlungen Glasoberflächen in soweit aktivieren, dass derartige Fügeprozesse gelingen können.

Es wurden gemeinsam mit dem Kooperationspartner Qioptiq zunächst Testreihen definiert und relevante Glasarten identifiziert. Neben Quarz sind dies weitere vier Glassorten (NBK7, SF5, SNBH61 und LAK34). Es wurden Testreihen zum plasmaunterstützten Bonden erfolgreich durchgeführt, mit dem Ergebnis, dass die hergestellten Bonds in praktisch allen Fällen eine gegenüber dem Stand der Technik deutlich gesteigerte Festigkeit aufweisen.

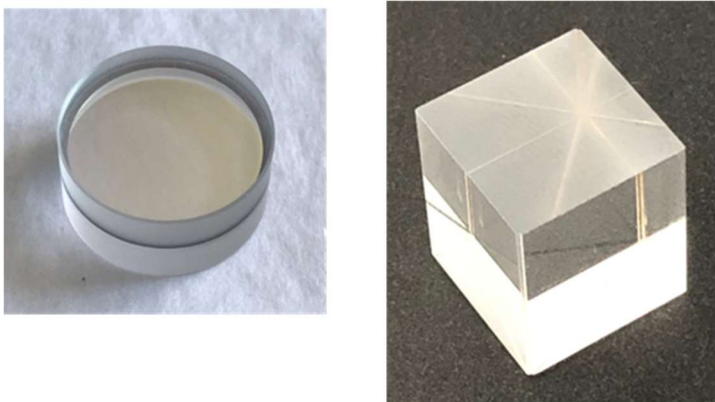
Mittels durchgeführter Röntgen-Photoelektronenspektroskopie (XPS) konnten keine signifikanten Veränderungen der Probenoberflächen festgestellt werden, wenn diese aus dem einfachsten Modellmaterial, Quarzglas, bestehen. Für die weiteren Glassorten dauert die Auswertung zum Berichtszeitpunkt noch an. Die als ergänzende Messmethoden vorgeschlagenen oberflächensensitiveren Verfahren (Metastable Impact Electron Spectroscopy (MIES), Ultraviolet Photoelectron Spectroscopy (UPS)) wurden erprobt, erwiesen sich jedoch aufgrund starker Aufladungseffekte als ungeeignet und lieferten keine verwendbaren Ergebnisse.

Auf der Suche nach Hinweisen für dem Bonding-Effekt zugrundeliegende Mechanismen und Voraussetzungen wurden die Fourier-Transformations-Infrarotspektrometrie (FTIR) unter streifendem Einfall und ausführlichere Kontaktwinkelmessungen durchgeführt. In beiden Fällen ergaben sich zwar messtechnische Auffälligkeiten, deren Auswertung dauert jedoch zum Berichtszeitpunkt noch an (vgl. Abbildung 1).



**Abbildung 1:** Beispielhaftes FTIR-Spektrum einer plasmabehandelten (violett) und einer Referenzprobe (grau). Auffällig ist der Signalverlust an für OH-Banden charakteristischen Stellen im Spektrum.

Die Behandlung und das Fügen geometrisch von Plangläsern abweichenden Bauteilen (Prismenriegel) wurde im Projektverlauf umgesetzt und zeigte im Vergleich zu den bisher verwendeten Planproben keine nennenswerten Auffälligkeiten. Nach dem Fügen können die Prismenriegel, z.B. durch mechanisches Trennen zu kleineren Komponenten (Strahlteilerwürfel), weiterverarbeitet werden (Abbildung 2).



**Abbildung 2:** Beispiele für gefügte Optikkomponenten. Planplatten links; Segment eines zertrennten Prismenriegels als Strahlteilerwürfel (rechts).

Weiterhin stellt die Reinigung von Lanthangläsern beim Projektpartner eine Herausforderung dar, so dass das Plasmaverfahren dort auch für diesen Zweck erprobt werden soll.

Die Weiterentwicklung des Labormusters zum Funktionsmuster gestaltete sich schwieriger als gedacht, da hier die mögliche Erreichung einer CE-konformen Betriebssicherheit zumindest perspektivisch erreichbar sein. Am herausforderndsten ist hierbei die Handhabung der auftretenden elektromagnetischen Belastung (EMV), die verfahrensbedingt durch die notwendigen kurzen Hochspannungsimpulse entsteht. Arbeiten hieran wurden deshalb bis zum Ende des Berichtszeitraumes mit Unterstützung durch Personal des Projektpartners fortgesetzt und dauern darüber hinaus an.

Im Rahmen eines an das Förderprojekt angeschlossenen Direktauftrages wird das Funktionsmuster fertiggestellt und in der Praxis erprobt.

## 1.2 Stabilisierung von Gasgemischen in Hochleistungs-CO<sub>2</sub>-Lasern

In diesem Teilprojekt wurde ursprünglich vermutet, dass Erosionsprozesse an Glasoberflächen zur Degradierung von Lasergasen in Hochleistungs-CO<sub>2</sub>-Lasern führen. Dies wurde jedoch verworfen, und stattdessen Molekularsiebe als stabilisierendes Element für die Gaslaser untersucht. Entscheidend hierfür ist die Temperaturabhängigkeit des Adsorptionsverhaltens der Gasbestandteile an den verschiedenen Molekularsieben. Hintergrund ist, dass die Laser nach Standzeiten oder Transporten wieder stabilisiert werden müssen. Im Resonator werden standardmäßig Molekularsiebe mit einer nominalen Porenweite von 3 Å verwendet, die durch die räumliche Anordnung verschiedener Ionen im Molekül resultiert (zur Verdeutlichung Abbildung 3). Nach dem Ausheizen nehmen sie neben Wasser auch Teile des Lasergases auf. Die Molekularsiebe werden beim Projektpartner Trumpf mehrere Monate in einer Vakuumeinrichtung mit Lasergas regeneriert, bevor sie zum Einsatz kommen.

Es wurde festgestellt, dass Temperaturänderungen während der Standzeiten das Gleichgewicht zwischen Adsorption und Desorption der Gasbestandteile im Molekularsieb verschieben. Beim Wiederbetrieb führt dies zu Druckschwankungen im Resonator, was Änderungen der Laserleistung und des Pointings (thermischer Linseneffekt) verursacht. Die Stabilisierung des Systems kann mehrere Tage bis Wochen dauern und stört den Produktionsprozess erheblich.

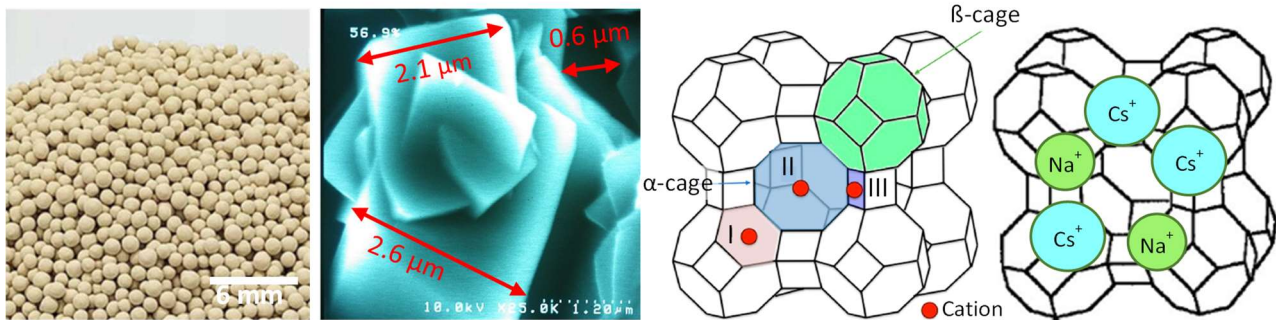


Abbildung 3: Modifizierte Molekularsiebe des Typs 3 Å – links: sphärisches Granulat; Mitte links: REM-Aufnahme der Makro-Poren; Mitte rechts: Kationen in einem Zeolith A-Netzwerk; rechts: Zeolith LTA-Netzwerk mit Natrium- und Cäsium-Ionen

Zur Lösungsfindung wurden zwei CO<sub>2</sub>-Laserverstärker in sukzessive ausgebauten Versuchsständen an der HAWK in Betrieb genommen. Ziel war es, das Absorptions- und Desorptionsverhalten verschiedener Molekularsiebe zu analysieren und daraus praxistaugliche technische oder verfahrenstechnische Lösungen abzuleiten. Je nach Lagerungsbedingungen geben die Siebe im Betrieb Gasbestandteile ab oder binden diese.

### 1.2.1 Thermische Beeinflussung / Vakuumventil

Zunächst wurden Langzeitversuche durchgeführt, bei denen die Temperatur des Systems verändert wurde und nach einem Gaswechsel in einem anschließenden Dauerlauf die Druckantwort des Systems gemessen wurde (Abbildung 4).

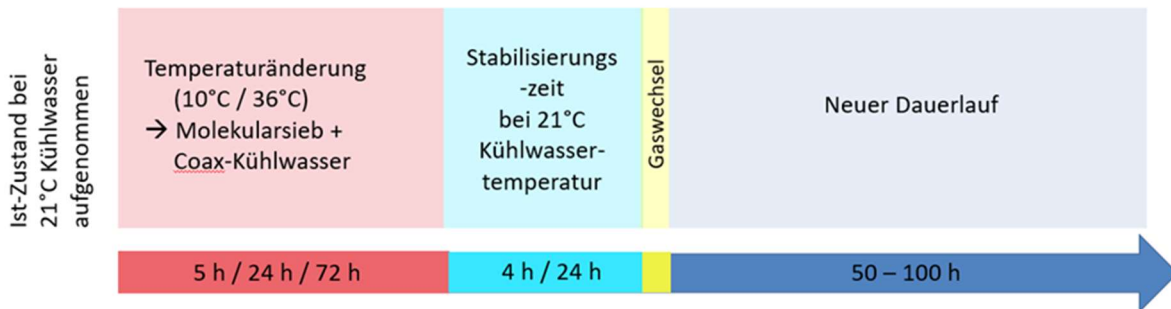


Abbildung 4: Prinzipskizze zur Ermittlung der Druckantwort des Systems bei Temperaturänderungen.

Es wurde festgestellt, dass bei kalter Umgebung der Systemdruck über die Zeit ansteigt und bei warmer Umgebung abfällt (Tabelle 1).

Tabelle 1: gemessene Druckänderung des Systems (pro 1000 Betriebsstunden) bei verschiedenen Umgebungstemperaturen. Bei kalter Umgebung steigt der Druck, bei warmen Umgebungen sinkt der Druck.

Dauer der Temperaturänderung	Temperatur Molekularsieb + Kühlwasser	Verschiebung der Druckänderung / 1000 h
5 h	10°C	+1.3 – 1.4 hPa
24 h	10°C	+2.81 hPa
5 h	36°C	-1.78 hPa
24 h	36°C	-2.51 hPa

Eine effektive Möglichkeit zur Beschleunigung der Systemstabilisierung wurde demnach durch gezieltes Kühlen oder Heizen der Komponenten des Resonators identifiziert. Dadurch konnte die Stabilisierung auf 1-2 Tage verkürzt werden.

Als konkrete Maßnahmen wurden beim Projektpartner und an der HAWK folgende Schritte durchgeführt:

- Anpassung der Kühlwassertemperatur
- Konstruktion eines Molekularsiebhalter-Aufsatzes mit Industrie-Peltierelementen zur gezielten Kühlung bzw. Heizung der Siebe

Zusätzlich wurde festgestellt, dass das Setzen eines Vakuumventils vor dem Molekularsiebbehälter und dessen Trennung vom Vakuumvolumen des TruCoax während der Standzeiten zu geringeren Druckveränderungen nach der Inbetriebnahme führt (siehe Abbildung 5).

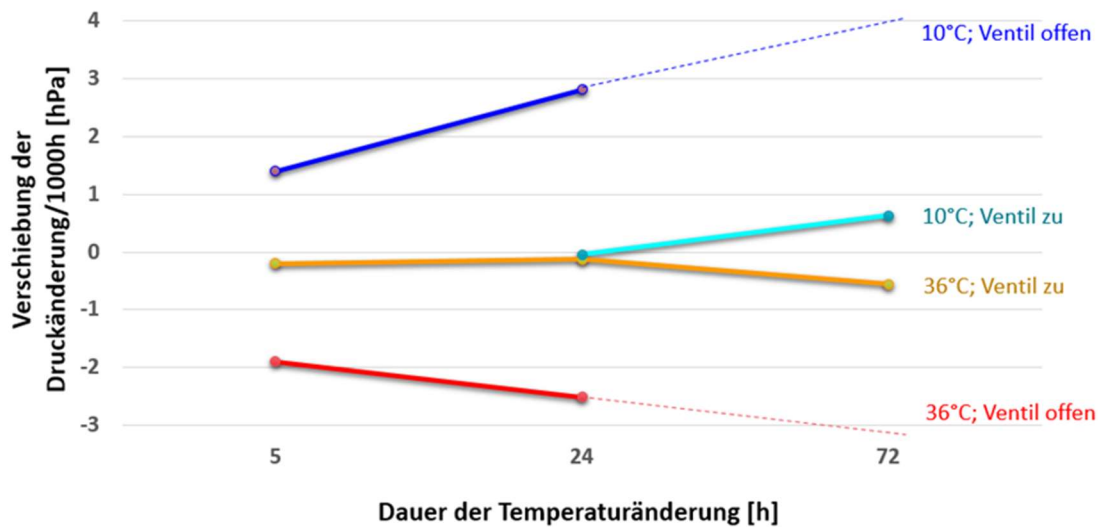


Abbildung 5: Druckänderung des Systems während der Standzeit bei Abkühlung (10°C) oder Aufheizung (36°C) des Systems gegenüber der Umgebung. Ein geschlossenes Ventil begrenzt die beobachteten Druckänderungen deutlich.

Eine effektive Möglichkeit zur Beschleunigung der Systemstabilisierung im Dauerbetrieb wurde demnach durch gezieltes Kühlen oder Heizen des Resonators, Temperaturregelung der Molekularsiebe sowie Isolation der Molekularsiebe in Ruhephasen (Ventil schließen) identifiziert. Dadurch konnte die notwendige Stabilisierungsphase der Lasersysteme auf 1-2 Tage verkürzt werden. Zum Berichtzeitpunkt sind diese Maßnahmen beim Projektpartner integriert und unterlaufen Feldtests in der Produktion.

### 1.2.2 Anpassung der Molekularsiebe zur Beeinflussung ihrer Adsorptionscharakteristiken

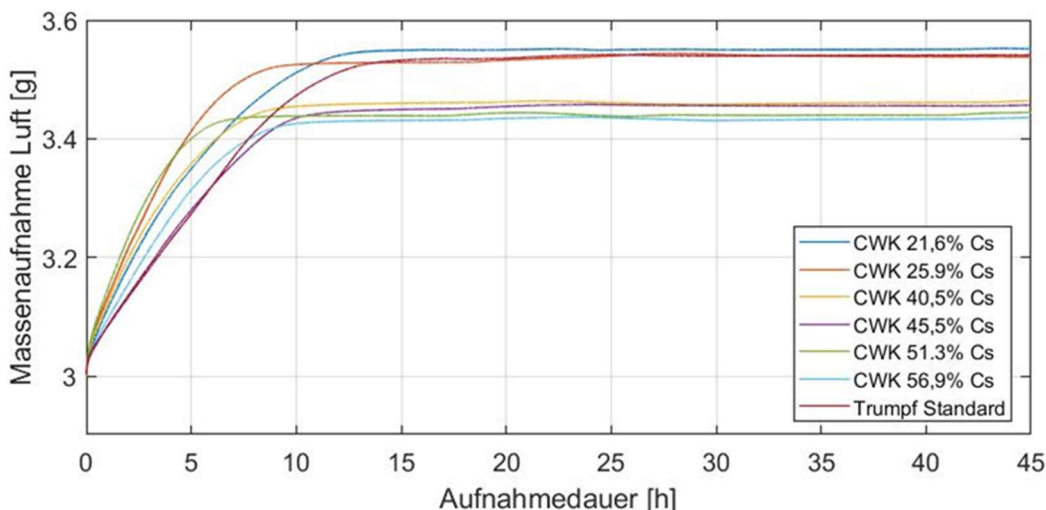
Als Arbeitsthese wird angenommen, dass die verwendeten Molekularsiebe nicht nur Wasserdampf binden, sondern auch das maßgeblich im Lasergas enthaltene CO<sub>2</sub>. Zur dauerhaften Lösung des Problems wurde vorgeschlagen, Molekularsiebe zu entwickeln, die zwar Wasser aufnehmen, aber keine kapitale Komponente des Lasergases. Zur ungefähren Einordnung siehe Tabelle 2.

Tabelle 2: Kritische Moleküldurchmesser im Gasgemisch für CO<sub>2</sub>-Laser.

Gaskomponente im CO <sub>2</sub> -Laser	Moleküldurchmesser
CO	3,2 Å
N <sub>2</sub>	3 Å
CO <sub>2</sub>	2.8 Å
H <sub>2</sub> O	2.6 Å
He	2.0 Å

Als geeignetes Produkt wurden die zeolithischen Siebe Köstrolith 4AK mit einer Porengröße von 4 Å (Typ LTA) der Firma CWK identifiziert, die im Gegensatz zu den sonst üblichen Herstellern nicht in China sondern in Deutschland gefertigt werden. Als nicht ungewöhnlicher Umstand ist die Firma CWK außerdem durchaus an neuen Entwicklungsimpulsen interessiert. Zeolithe haben die Eigenschaft, dass ihre frei beweglichen Kationen durch andere Ionen ausgetauscht werden können. In den verwendeten Molekularsieben wird ein definierter Teil der Natrium ( $\text{Na}^+$ )-Ionen durch Cäsium ( $\text{Cs}^+$ )-Ionen ersetzt (bestimmt mittels Röntgenfluoreszenzspektrometrie), so dass aufgrund des größeren Ionenradius die Porengröße gezielt auf 3 Å oder weniger reduziert werden kann. Durch den geringen Unterschied der Molekulardurchmesser zwischen  $\text{H}_2\text{O}$  und  $\text{CO}_2$  (siehe oben) ist dies aber eine große Herausforderung.

Es wurden Siebe mit verschiedenen Cäsiumgehalten von der Firma CWK hergestellt und die Masseaufnahme an Luft an der HAWK gemessen. Abbildung 6 zeigt die Aufnahmemenge der CWK-Siebe im Vergleich zum Standardsieb. Die Aufnahmemenge wird ab einem Cäsiumgehalt von 40,5% etwas geringer, ist mit über 15% aber immer noch auf einen guten Level.



**Abbildung 6: Masseaufnahme der von CWK hergestellten Siebe im Vergleich zum beim Projektpartner Trumpf verwendeten Standardsieb. Hohe Cs-Gehalte behindern den Massezuwachs erheblich.**

Es ist somit anzunehmen, dass der wirksame Porendurchmesser der Siebe ab einem Cs-Gehalt von über 40 % kleiner als 3 Å wird, da hier Stickstoff als Hauptbestandteil der Luft nicht mehr effizient adsorbiert werden kann (Tabelle 2).

Um zu prüfen, ob  $\text{CO}_2$  effektiv aus dem Sieb ausgesperrt und Wasser aufgenommen werden kann, wurden weitere Reihen an Dauerläufen über 130-200 Stunden durchgeführt, wobei die Siebe zuvor bei zwei verschiedenen Temperaturen ( $220^\circ\text{C}$  und  $400^\circ\text{C}$ ) ausgebacken wurden. Eine exemplarische Messung ist in Abbildung 7 zu sehen. Das Druckverhalten wird über die Zeit aufgezeichnet und der lineare Druckdrift für 1000 h aus den Messdaten des Zeitraums zwischen 60 und 120 Stunden berechnet.

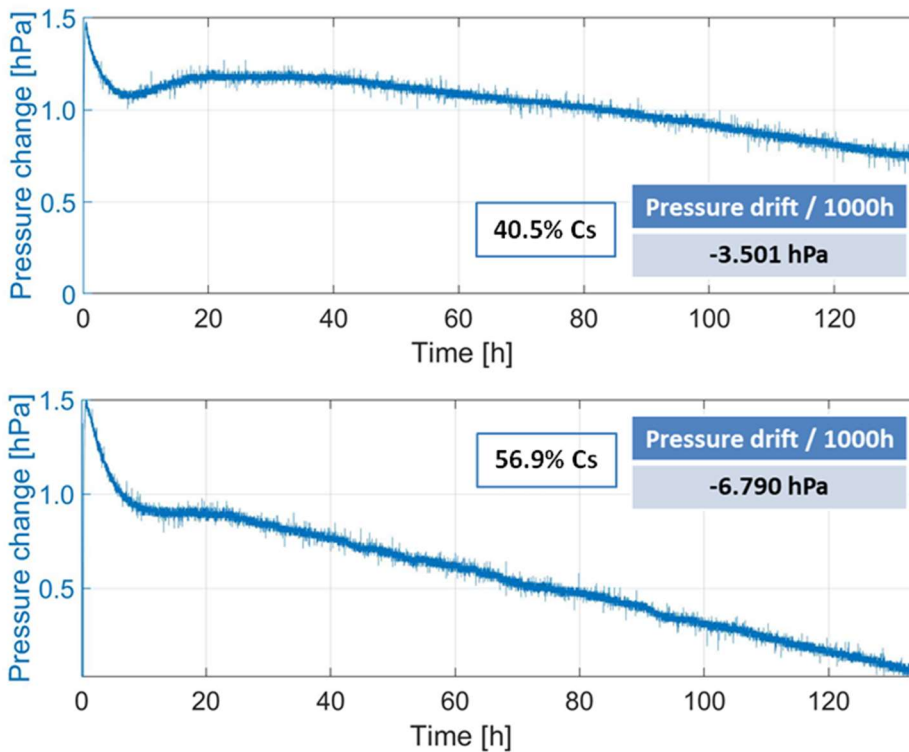


Abbildung 7: Dauerlauf über 130 h mit einem Molekularsieb mit 40,5% Cs (oben) und 56,9% Cs (unten) im Resonator, regeneriert bei 493,2 K. Das Druckverhalten wurde über die Zeit aufgezeichnet und der Druckdrift über 1000 h für den Zeitraum zwischen 60 und 120 Stunden berechnet.

Abbildung 8 zeigt, dass Möglichkeiten gefunden wurden, mit denen die von Trumpf gesetzte Grenze von -3 hPa pro 1000h Laufzeit erreicht oder unterschritten werden kann. Die geringsten Druckänderungen entstehen bei Molekularsieben mit einem Cs-Austauschanteil im Bereich von 40%. Zusätzlich konnten die Ergebnisse durch höhere Ausbacktemperaturen von 220°C auf 400°C noch verbessert werden.

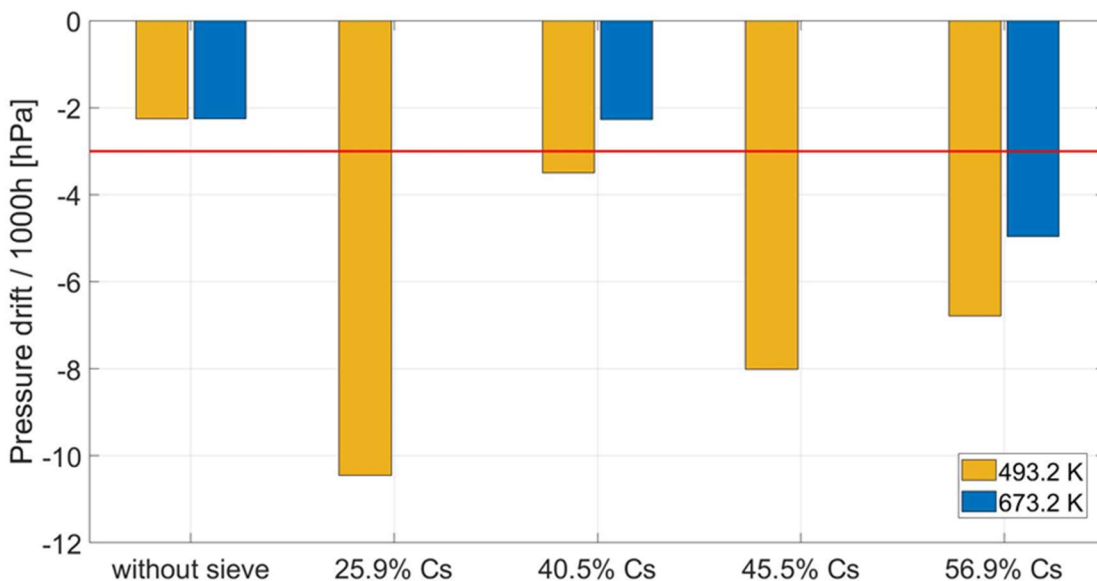


Abbildung 8: Vergleich aller Dauerläufe mit Molekularsieben von 25,9 bis 56,9% Cs-Gehalt. Die gelben Balken sind Untersuchungen für Siebe, die bei 493,2 K regeneriert wurden, die blauen Balken bei 673,2 K. Die gewünschte Grenze (rote Linie) liegt bei -3 hPa pro 1000 h Laufzeit.

Die Einführung der neuen Molekularsiebe beim Projektpartner Trumpf würde den Wegfall der eingangs erwähnten 6-monatigen Konditionierung ermöglichen. Darüber hinaus werden durch einen Wechsel des Zulieferers Umsätze im Inland generiert, die sonst im Ausland anfallen würden. Die Firma CWK kann zudem schnell bei Änderungswünschen reagieren und Sonderanfertigungen liefern.

**Weitere Feldtests sowie Perspektive für Serienreife und Markteinführung:**

- Zwei weitere Chargen zur Qualitätssicherung getestet (gute Ergebnisse)
- Tests im Entwicklungsbereich von Trumpf bestätigen die Ergebnisse
- Produktentwicklungsprozess (PDP) startete am 01.10.2024
- Integration in die Serienproduktion und Vorbereitung für die Auditierung in Zusammenarbeit mit Folgekunden

Durch gezielte Anpassung der Molekularsiebe konnte die Stabilisierung von CO<sub>2</sub>-Lasern erheblich verbessert werden. Die identifizierten Stellmechanismen sowie die Anpassung der Zeolithstruktur ermöglichen ein schnelleres Erreichen der Betriebsstabilität und reduzieren Produktionsausfälle voraussichtlich signifikant und der erfolgreiche Technologietransfer in die Trumpf-Serienproduktion ist zum Berichtzeitpunkt absehbar.

**Folgeprojekt:**

Zur Weiterführung der kurzfristigen Zusammenarbeit wurde für das Jahr 2025 ein Direktauftrag des Projektpartners bei der HAWK platziert. Zusätzlich befindet sich ein gemeinsames Förderprojekt in Redaktion, das sich mit der Pockels-Zellen-Entwicklung zur Pulsparametereinstellung von CO<sub>2</sub>-Hochleistungslasersystemen beschäftigt.

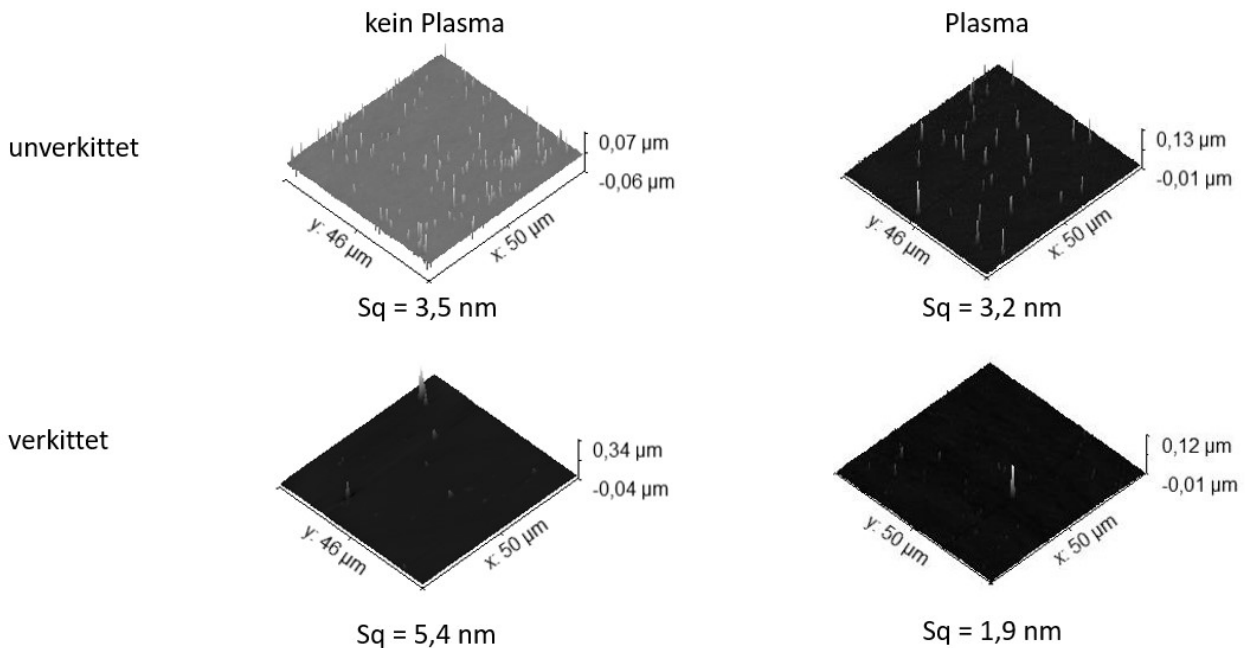
### **1.3 Feinkitten von optischen Linsen und Blendenelementen**

Im Forschungsinteresse des Partners Henke, Sass-Wolf sind Endoskoplinsen Untersuchungsgegenstand. Diese weisen das Verhalten auf, dass Kittverbindungen und PVD-Beschichtungen sporadisch nicht zweckbestimmungsgemäß halten, wenn deren Herstellung nicht durch einen Plasmaprozess unterstützt wird. Ziel ist es, den derzeitigen beim Projektpartner eingesetzten Niederdruckprozess in geeigneten Fällen durch eine geeignete Atmosphärendruck-Lösung zu ergänzen. Die bisherige Niederdruck-Plasmabehandlung wird derzeit im Batch-Prozess standardmäßig für einige Minuten mit einigen weiteren Minuten an Handling- bzw. Wartezeiten im laufenden Fertigungsprozess durchgeführt. Sollen Einzelteile oder kleine Losgrößen außerhalb der Batches in die Produktion einfließen, kann eine Atmosphärendruck-Plasmavorrichtung ein geeignetes Mittel darstellen.

#### **1.3.1 Voruntersuchungen**

Die Ausgangssituation zu Projektbeginn stellt sich so dar, dass sporadisch eine Art Lotuseffekt beim Verkitten der Mikrolinsen beobachtet wurde, der ein Benetzen der Fügeflächen be- oder verhindert. Betroffene Linsen wurden daher per Rasterkraftmikroskopie auf für Lotuseffekte charakteristische Oberflächenstrukturen untersucht. Hierfür wurden frische Linsen mit welchen verglichen, die bereits verkittet und wieder voneinander getrennt wurden. Alle Linsen wurden außerdem plasmabehandelt und

erneut untersucht. Es konnten keine Veränderungen der Oberflächenstruktur festgestellt werden (Überblick siehe Abbildung 9).



**Abbildung 9: Rasterkraftmikroskop-Aufnahmen (AFM) von Linsenoberflächen mit vermeintlichem Lotuseffekt. Die Flächenrauheiten  $Sq$  verringern sich zwar etwas nach einer Plasmabehandlung, jedoch sind in keinem Fall Mikrostrukturen erkennbar.**

Es ist davon auszugehen, dass kein klassischer Lotuseffekt vorliegt, sondern flächige Kontaminationen auf den Glasoberflächen vorhanden sind, die durch Lösungsmittel nicht zuverlässig zu entfernen sind. Sporadisch sind diese so stark, dass sie sich als „Lotuseffekt“ äußern.

Eine Plasmabehandlung soll die Kontaminationen gasförmig zersetzen. Vor diesem Hintergrund wurden Labormuster von Plasmaquellen erstellt, die sich zur Linsenbehandlung auf den dafür vorgesehenen Warenträgern eignen. Die besondere Schwierigkeit bestand darin, dass die hier angewendeten Atmosphärendruckplasmen nicht potenzialfrei sind und die Warenträger teilweise aus leitfähigem Material bestehen. Die sichere Vermeidung parasitärer Funkenentladungen war daher die Herausforderung. Abbildung 10 zeigt die gleichzeitige Behandlung mehrerer Mikrolinsen im Labormuster der Plasmaquelle. In Rücksprache mit dem Kooperationspartner wurde die Plasmaquelle auf die Behandlung einzelner Linsen abgeändert.

Zur Beurteilung des Reinigungseffektes wurden zunächst Wasserkontaktwinkel herangezogen. Die Linsen wurden mit verschiedenen Dauern behandelt, mit 10 Linsen pro Messung. Zwischen den Versuchen wurden alle Linsen mit dem sonst in der Fertigung auch verwendeten Poliermittel per Hand überpoliert und mit Isopropanol gereinigt. Abbildung 11 zeigt die gemessenen Wasserkontaktwinkel für verschiedene Behandlungsdauern. Für Behandlungszeiten  $> 1s$  wurden keine Veränderungen des Wasserkontaktwinkels mehr festgestellt.

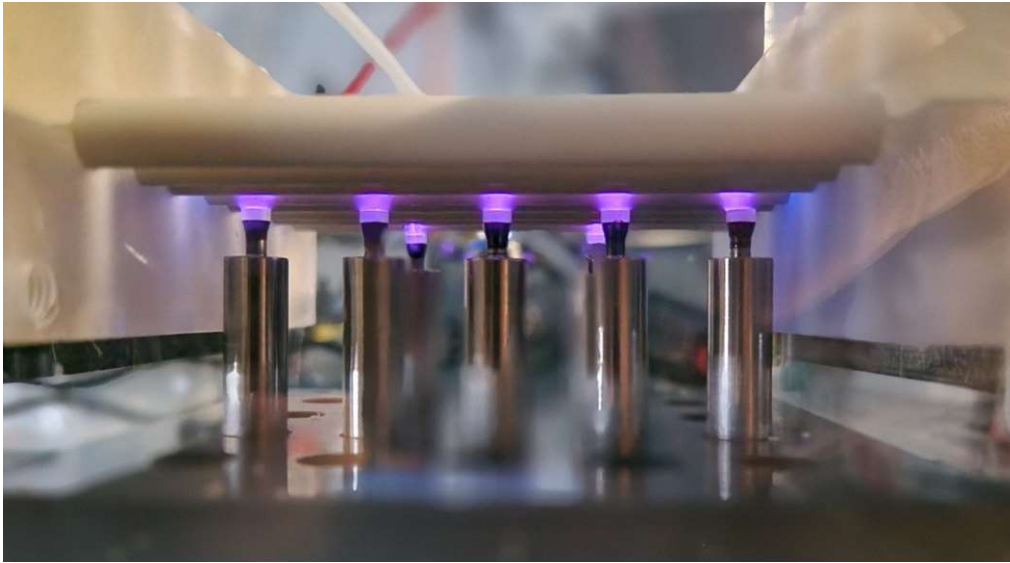


Abbildung 10: Gasentladung im Labormuster der Plasmaquelle für die simultane Behandlung mehrerer Mikrolinsen. Diese sind auf Metalldorne aufgekittet.

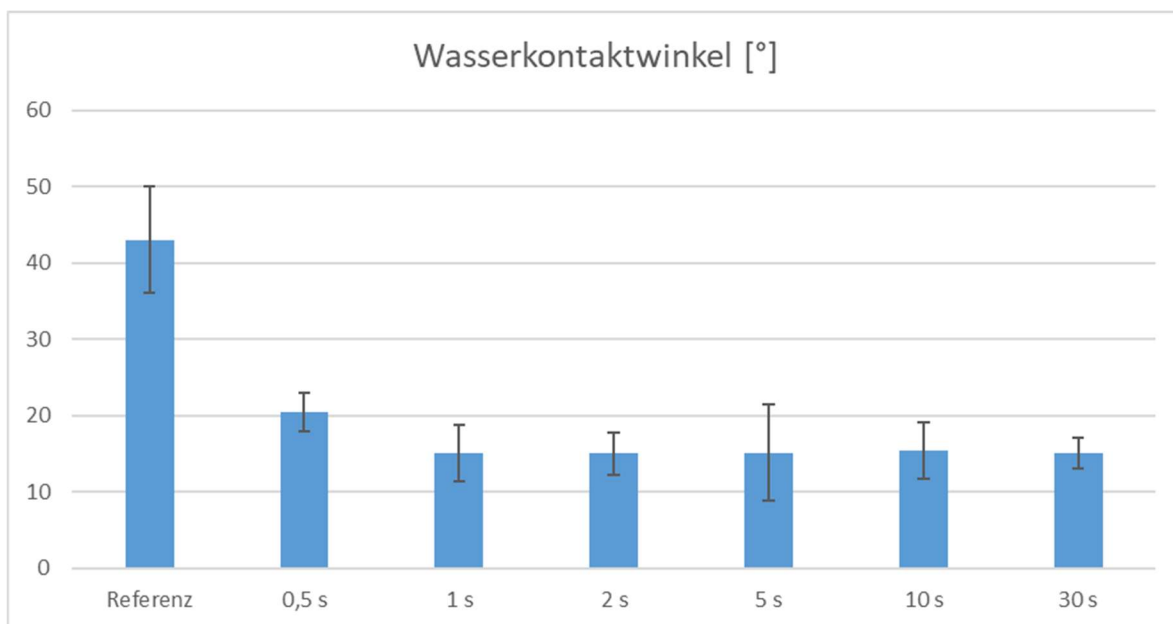


Abbildung 11: Wasserkontaktwinkel auf Mikrolinsen für verschiedene Plasmabehandlungsdauern. Die Referenz ist lediglich mechanisch mit Isopropanol gereinigt.

Per Definition wurde Behandlungsdauer auf 10s für zukünftige Untersuchungen festgelegt. Um den Einfluss der Lagerbedingungen eingrenzen zu können, wurden Proben mit konstanter Behandlungsdauer und verschiedenen Lagerdauern in Luft (lose verschlossener Behälter), Vakuum (sofortiges Abpumpen auf  $10e-1$  mbar), Stickstoff beaufschlagt. Wie sich in Abbildung 12 abzeichnet, kann von einem Erhalt des Behandlungseffektes von mehreren Stunden ausgegangen werden, sofern die Lagerung nicht im Vakuum geschieht. Die im Vakuum gelagerten Proben wurden nicht weiter untersucht, jedoch wird angenommen, dass die Kittverbindung, die die Mikrolinsen auf dem Haltedorn fixiert nicht vakuumfest ist und sich aus den Ausgasungen ein Niederschlag auf den gereinigten Glasoberflächen bildet. Die Kontaktwinkeluntersuchungen wurden mit den produktionsrelevanten Kitten wiederholt und die Ergebnisse zum Benetzungsverhalten im Vergleich zum Wasser validiert. In Testreihen zeigte sich, dass die verschiedenen Werkstücke durch das

Atmosphärendruckplasma so aktiviert werden können, dass diese analog zur Verwendung der Niederdruckplasmaquelle mit allen relevanten Kittsorten weiterverarbeitet werden können.

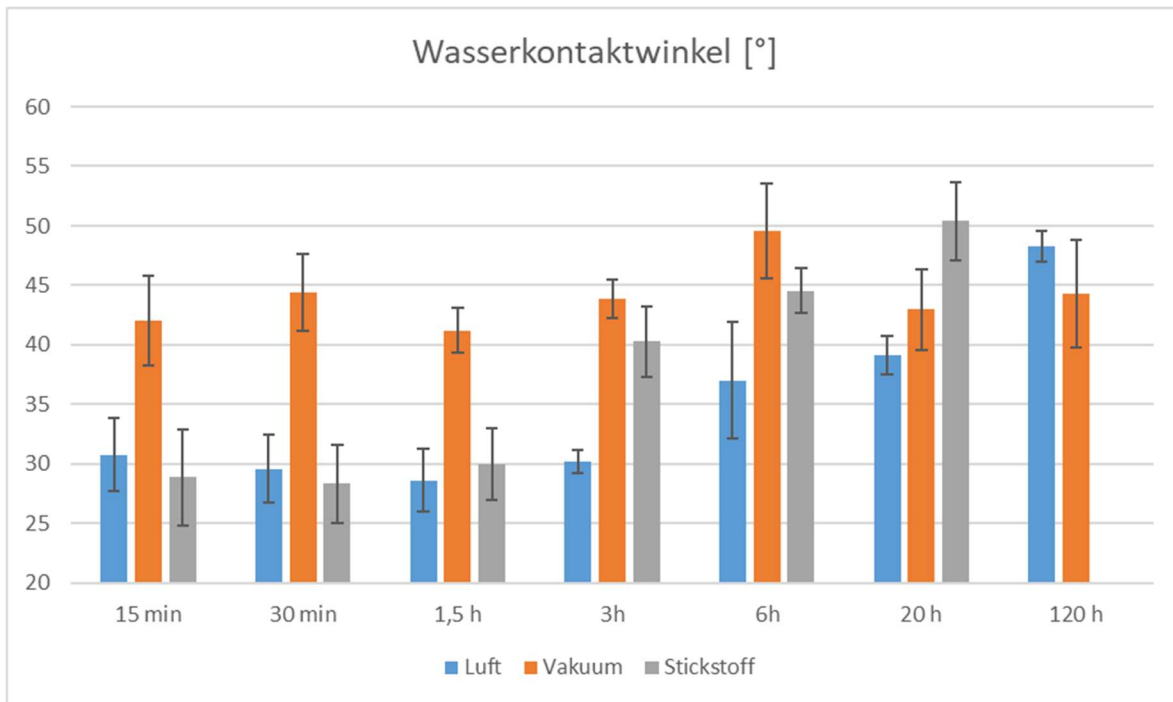
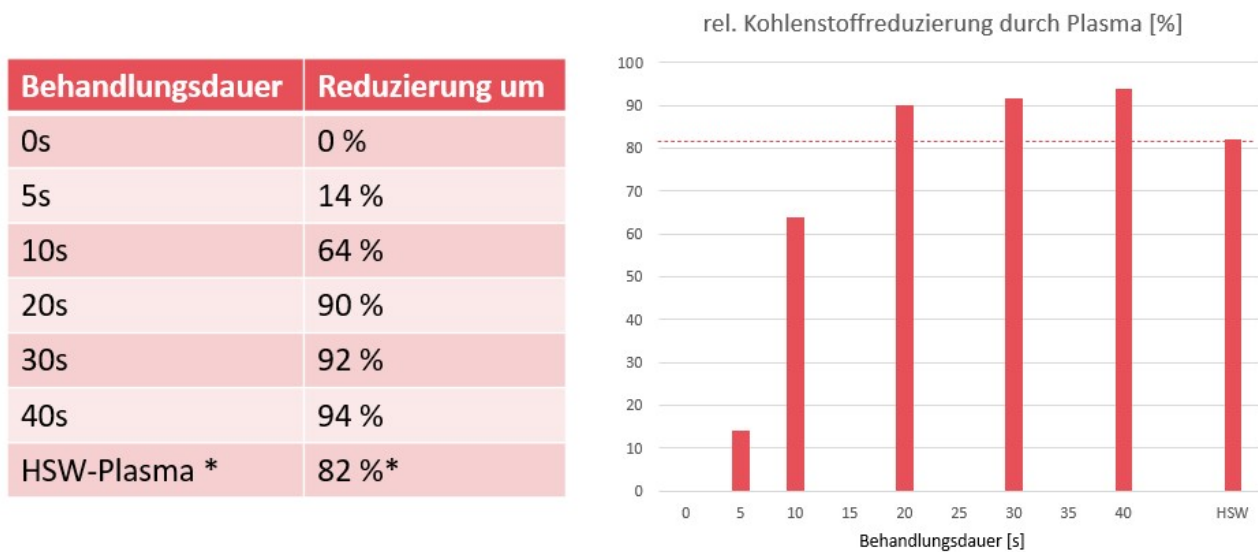


Abbildung 12: Wasserkontaktwinkel für Proben mit einer Behandlungsdauer von 10 s nach verschiedenen Lagerungsdauern in Umgebungsluft, Vakuum und Stickstoff.

Für die Beantwortung der Fragestellung, ob die Oberfläche entweder gereinigt oder plasmaaktivierte Kontaminationen auf der Oberfläche verbleiben, wurden XPS-Messungen (Röntgen-Photoelektronenspektroskopie) an nicht-plasmabehandelten Referenzproben, plasmabehandelten Proben verschiedener Behandlungsdauern und Proben, die im Niederdruckverfahren beim Projektpartner gereinigt wurden.

Das XPS-Signal bildet dabei die oberflächennahen Häufigkeiten der vorkommenden Elemente ab, wobei die Signalförmigkeit auch Rückschlüsse auf die vorkommenden chemisch-strukturellen Verbindungen erlaubt. Da die Informationstiefe mit einigen Nanometern größer ist als die Dicke der Kontaminationen, wird das Verhältnis aus Kohlenstoff und Silizium (C/Si) als Sauberkeitsindikator verwendet. Diese Elemente sind charakteristische Bestandteile von Schicht bzw. Substrat.



**Abbildung 13:** Darstellung des Verlaufs der Kohlenstoffreduzierung auf plasmabehandelten Proben relativ zum Startzustand. HSW-Plasma bildet den Wert ab, der nach Verwendung des Niederdruckplasmas beim Projektpartner HSW ermittelt werden konnte. \*Die Proben wurden ca. 1 Stunde lang hermetisch abgeschlossen zur Analyse transportiert; die anderen Proben befanden sich vor der Messung 15-30 min an der Luft.

Die zuvor festgelegte Behandlungsdauer führt trotz des zuvor als hinreichend beurteilten Benetzungsverhaltens demnach im Übrigen nicht zum geforderten Reinigungseffekt. Es wurde festgestellt, dass der oberflächliche Kohlenstoff zwar verringert, aber nicht weitestmöglich entfernt ist. Demnach ist eine Behandlungsdauer von 20 s in der Praxis anzuwenden. Dies liegt in etwa noch 1-1,5 Größenordnungen unter dem bisherigen Zeitaufwand.

### 1.3.2 Funktionsmuster

Das Funktionsmuster dient im Wesentlichen für Feldtests, was besondere Anforderungen an die generelle Bedien- und Betriebssicherheit einer solchen Anlage stellt. Um eine spätere Praxistauglichkeit zu demonstrieren, müssen bereits einfache Bedienfehler weitestgehend ausgeschlossen werden, die zu einer Beschädigung der Werkstücke oder theoretisch zu Elektroschock des Personals führen können. Desweiteren zeigte sich, dass unbeabsichtigt lange Plasmabehandlungen (Minuten statt Sekunden) zu Beschädigungen an der Plasmaquelle und am Werkstückträger führen können.

Der sonst offene Laboraufbau wurde demnach durch ein Gehäuse, eine Absicherung durch Lichtschranken und Bedienung durch einen programmierbaren Fußschalter ergänzt. Desweiteren zeigte sich in den umfangreichen Testreihen, dass die Plasmabehandlung nur dann zuverlässig erfolgt, wenn sowohl Entladungsabstand als auch Ausgangsspannung und im Idealfall auch Resonanzfrequenz des zur Plasmaerzeugung notwendigen Hochspannungsnetzteils (Redline G2000) für jede Werkstückkategorie separat eingestellt werden. Diesen Umständen ist das Hinzufügen einer Mikrocontrollersteuerung geschuldet, die die notwendigen Einstellungen am Hochspannungsnetzteil, die Steuerung einer motorisierten Achse zur Einstellung des Entladungsabstands und die Begrenzung der Behandlungsdauer übernimmt. Das Funktionsmuster ist damit berührungssicher und verfügt nur noch über einen einzigen Knopf, über den die Art der zu behandelnden Mikrolinse ausgewählt wird.

Bei der Behandlung sehr kleiner Linsen wurden häufige Überschläge auf metallischen Bauteilträger (Dorn) beobachtet. Um dafür verantwortliche E-Feldkomponenten

abzuschwächen wurde die mögliche Wirkung einer Zusatzelektrode mit Hilfe der Software Comsol Multiphysics simuliert. Zum einen sollte die Zusatzelektrode aus einem einfachen Ring bestehen, der um den Bauteilträger gelegt wird. Zum anderen sollte dieser Ring noch um eine dielektrische Kappe (z.B. Teflon verfügen). In der grafischen Darstellung (Abbildung 14) entsprechen rot kodierte Feldstärken in etwa Größenordnungen, wie sie für eine Plasmaentstehung notwendig sind. Links ist der Ausgangszustand dargestellt, bei dem auch Feldstärkeerhöhungen an der Kante zwischen Bauteilträger und Linse zu vermuten sind. Rechts, in den beiden Varianten der Zusatzelektrode, ist dies nicht mehr der Fall. Die Wirkung der Zusatzelektrode wurde im Experiment bestätigt.

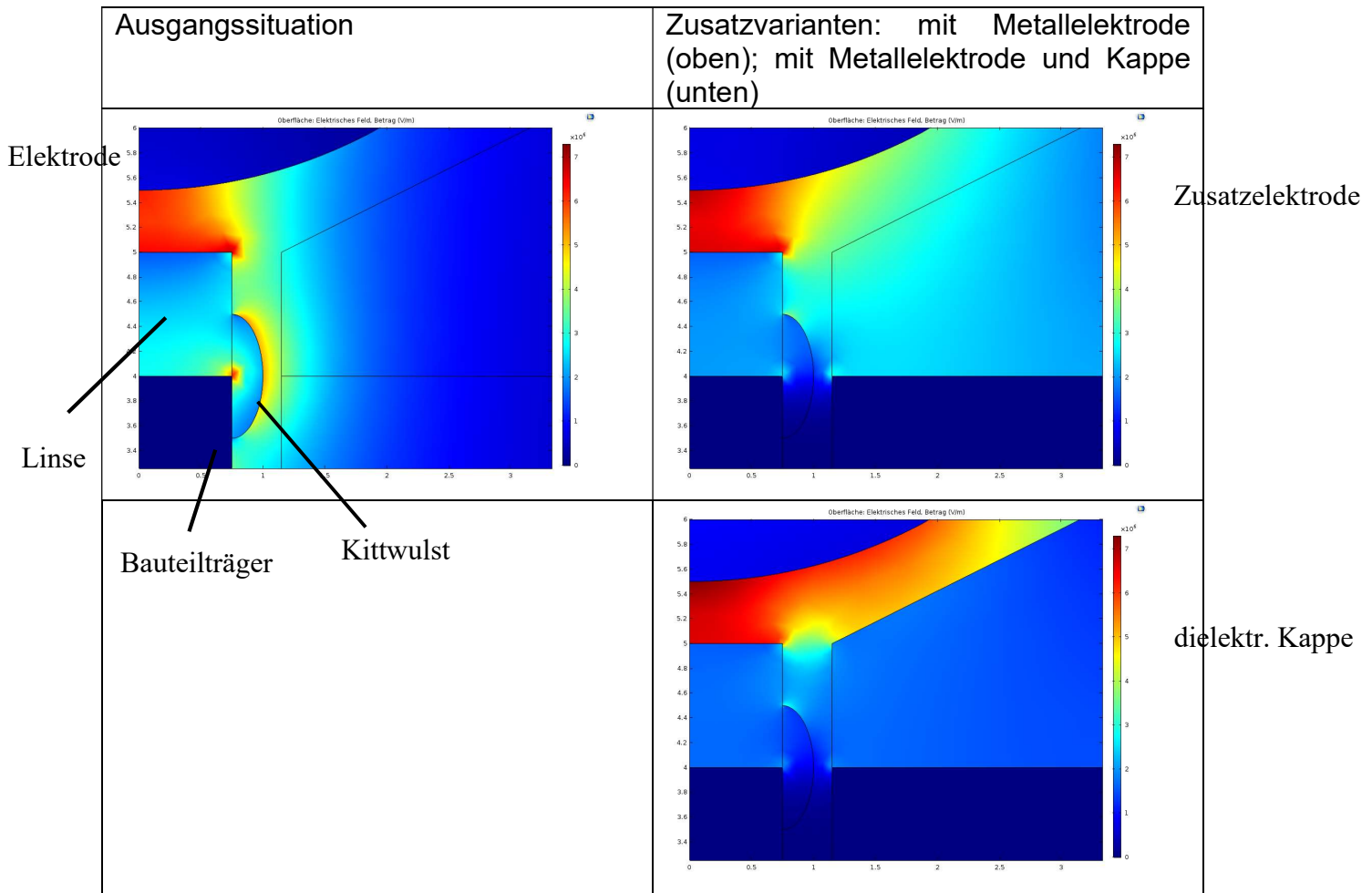
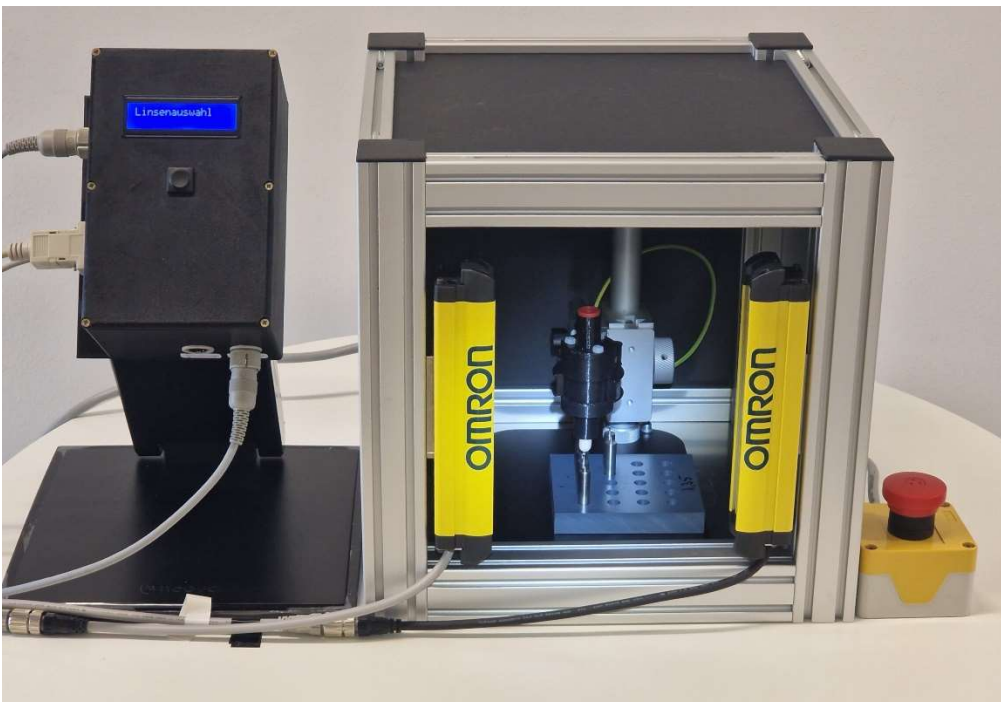


Abbildung 14: Simulierte Feldstärkeverteilungen zwischen Elektrode, Linse und Bauteilträger zur Abschätzung des Zündverhaltens des Plasmas.

In der Praxis wird diese Zusatzelektrode aufgrund der geringen verbleibenden Spaltmaße zwischen Zusatzelektrode und Werkstück wahrscheinlich allerdings nicht verwendet werden. Da die Linsen sehr klein sind, besteht hier das Risiko der mechanischen Beschädigung bei Einlegen oder Entnahme des Werkstücks oder zumindest einer erneuten Kontamination der bereits gereinigten Flächen.

Im Rahmen des Projektes stellten diese besonders kleinen Linsen allerdings einen Spezialfall dar. Für den weitem überwiegenden Teil der untersuchten Linsen war im Vorhinein keine Zusatzelektrode notwendig.



**Abbildung 15: Funktionsmuster nahe dem an das Partnerunternehmen Henke-Sass, Wolf übergebenen Zustand. links: Steuerkonsole, rechts: Behandlungskammer mit eingelegtem Warenträger**

Abbildung 15 zeigt das Funktionsmuster für die Feldtests und Evaluierung. Es ist davon auszugehen, dass auf dieser Grundlage eine Entscheidung des Projektpartners für oder gegen eine Weiterentwicklung zum Prototypen getroffen werden kann und ggf. weitere Entwicklungsschritte abgeleitet werden können.

## 1.4 Auto-Degradierung optischer Linsen

In der feinoptischen Fertigung wird die Qualität polierter Bauteile derzeit vorwiegend visuell beurteilt. Ein wiederkehrendes Problem ist die Ausbildung eines Graubeschlags auf korrosionsanfälligen Sondergläsern, der erst Tage oder Wochen nach der Bearbeitung sichtbar wird. Dieses Phänomen stellt eine Herausforderung für die Fertigungsqualität dar, da es die optischen Eigenschaften der Bauteile beeinflussen kann. Ziel dieses Projekts war es, eine objektive und reproduzierbare Diagnosemethode zu entwickeln, um das Auftreten des Graubeschlags bereits frühzeitig zu erkennen und idealerweise Gegenmaßnahmen abzuleiten.

Während der Projektlaufzeit wurden verschiedene Messmethoden angewendet. Optische bzw. mikroskopische Methoden dienen dabei hauptsächlich der Detektion und Dokumentation des Graubeschlags. Anspruchsvollere Methoden, wie die Röntgen-Photoelektronenspektroskopie (XPS) und die Ellipsometrie, werden in aller Regel nicht bildgebend eingesetzt und werden verwendet, die beobachteten und vermuteten Effekte messbar und quantifizierbar zu machen.

## Erprobte Messmethoden

Ein Überblick über die im Projekt verwendeten Diagnose- und Lösungsansätze ist in Abbildung 16 gegeben.

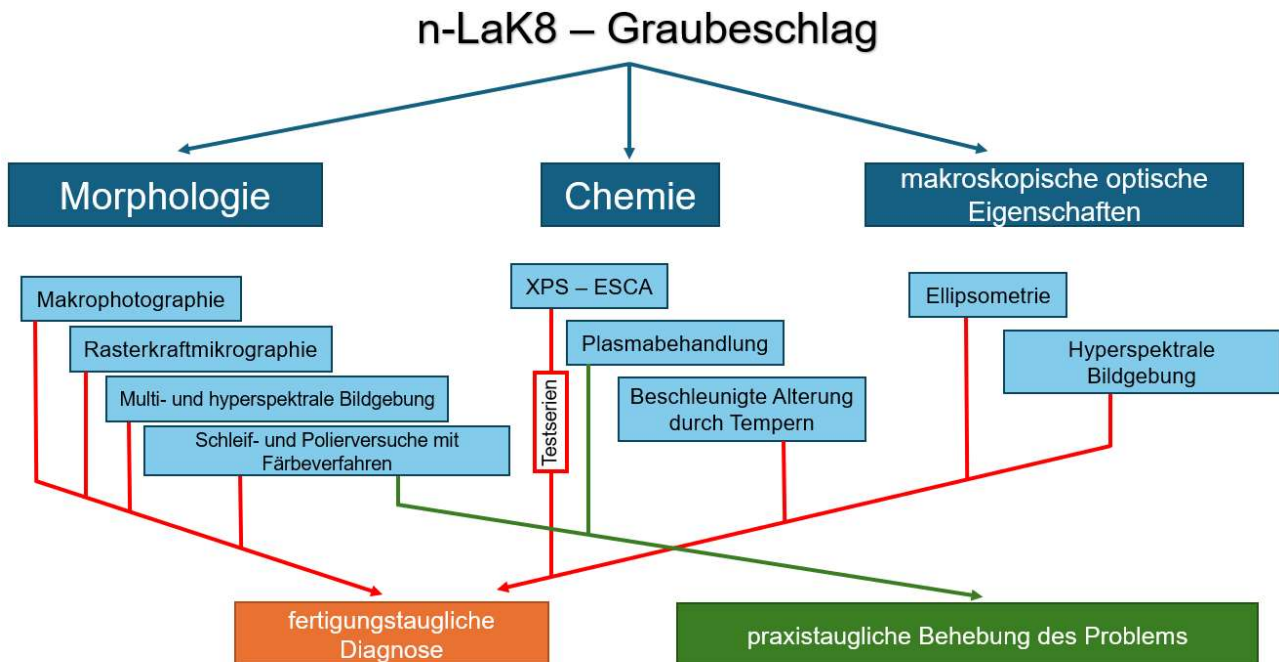


Abbildung 16: Übersicht der für die Lösung des Problems umsetzbaren Mess- und Behandlungsmethoden mit dem Ziel einer fertigungstauglichen Diagnostik (rote Pfeile) und praxistauglicher Maßnahmen zur Behebung des Problems (grüne Pfeile).

### 1.4.1 Optisch abbildende Verfahren

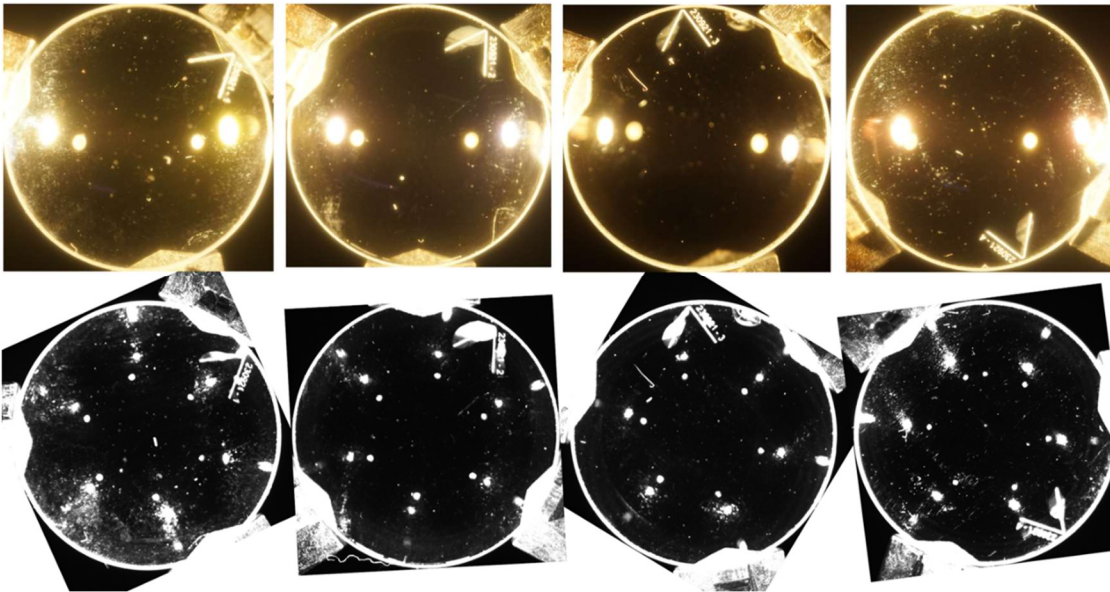
Im herkömmlichen Fertigungsumfeld wird der Graubeschlag visuell mit dem bloßen Auge erfasst. Dieser wird lediglich schwach wahrgenommen und auch dann nicht unter allen Beleuchtungsbedingungen.

#### Makrophotographie / Mikroskopie

Die Kombination aus Makrophotographie und mikroskopischen Methoden dient der genaueren Erfassung der örtlichen Verteilung der einzelnen Defektstellen, sowie deren lokale Dichte und Größe. Es wurde eine Vorrichtung konstruiert, die Probenaufnahme, Beleuchtung und Abbildung reproduzierbar gewährleistet und damit eine standardisierte projektbegleitende optische Dokumentation ermöglicht (Bsp. Abbildung 17).

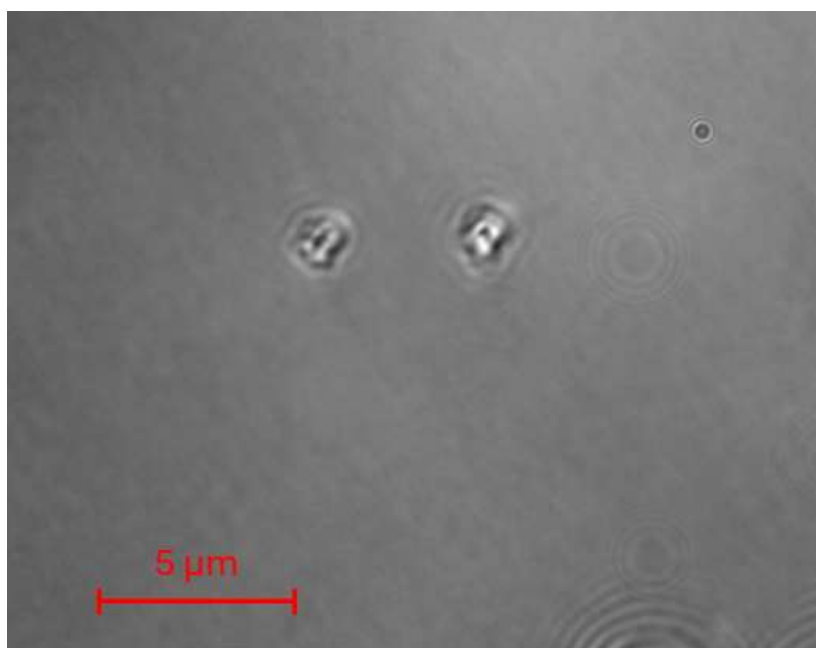
Mikroskopische Methoden wie Dunkelfeld- und Polarisationsmikroskopie wurden getestet, um Oberflächenveränderungen sichtbar zu machen. Diese lieferten zwar interessante Einblicke in die Struktur des Graubeschlags, eignen sich aber nicht gut für quantitative Analysen und Ursachenforschung.

Vergleich: Weißlicht vs. engbandig bei (486±5) nm



**Abbildung 17:** Vergleich der Aufnahmen von vier Linsen unter Weißlicht (oben) und engbandiger Beleuchtung um 486 nm (unten). Der Graubeschlag tritt unter kurzwelliger Beleuchtung deutlicher hervor, besonders massiv auf der linken Probe.

Mikroskopisch äußert sich der Graubeschlag als ein Ensemble von Fehlstellen mit Ausdehnungen im Bereich von 1-2  $\mu\text{m}$  (Abbildung 18). Diese sind optisch nicht weiter auflösen. Komplementäre Messungen mittels Rasterkraftmikroskopie zeigten, dass sich diese Fehlstellen nicht in der Topographie der Proben als Spitzen oder Löcher äußern, der Defekt also unterhalb (bzw. innerhalb) der Oberfläche vorliegen muss. Mikroskopisch-Weißlichtinterferometrische Messungen durch den Projektpartner Zeiss bestätigten, dass es sich bei den Defekten um Phasenobjekte unterhalb der Tastbaren Oberfläche handelt.



**Abbildung 18:** Lichtmikroskopische Aufnahme einiger Defektstellen, die sich in ihrer Gesamtheit als Graubeschlag äußern. Die Einzeldefekte haben Ausdehnungen von 1-2  $\mu\text{m}$  und sind abbildend-optisch damit nicht weiter auflösbar.

### Multi- und Hyperspektrale Bildgebung

Eine Hypothese für die Ursache des Graubeschlags geht auf chemische Veränderungen (Einlagerung von Fremdatomen, elektronische Fehlstellen in der Glasmatrix) zurück, eine andere auf das Vorhandensein von mikro- und nanoskaligen mechanischen Defekten. Beide Defektklassen beeinflussen das Absorptions- und auch Fluoreszenzverhalten des Glases, weshalb sich multispektrale Bildgebungsverfahren vermutlich zur frühzeitigen Detektion von Glasdefekten eignen. Hier wurden Versuchsaufbauten angefertigt und mit Anfangserfolgen getestet. Als Beispiel zeigt Abbildung 19 einen modellierten und im Labormaßstab umgesetzten Aufbau zur Laserinduzierten Fluoreszenz des Beschlags mit dem Ziel der Identifikation des Beschlags im Vor- oder Frühstadium.

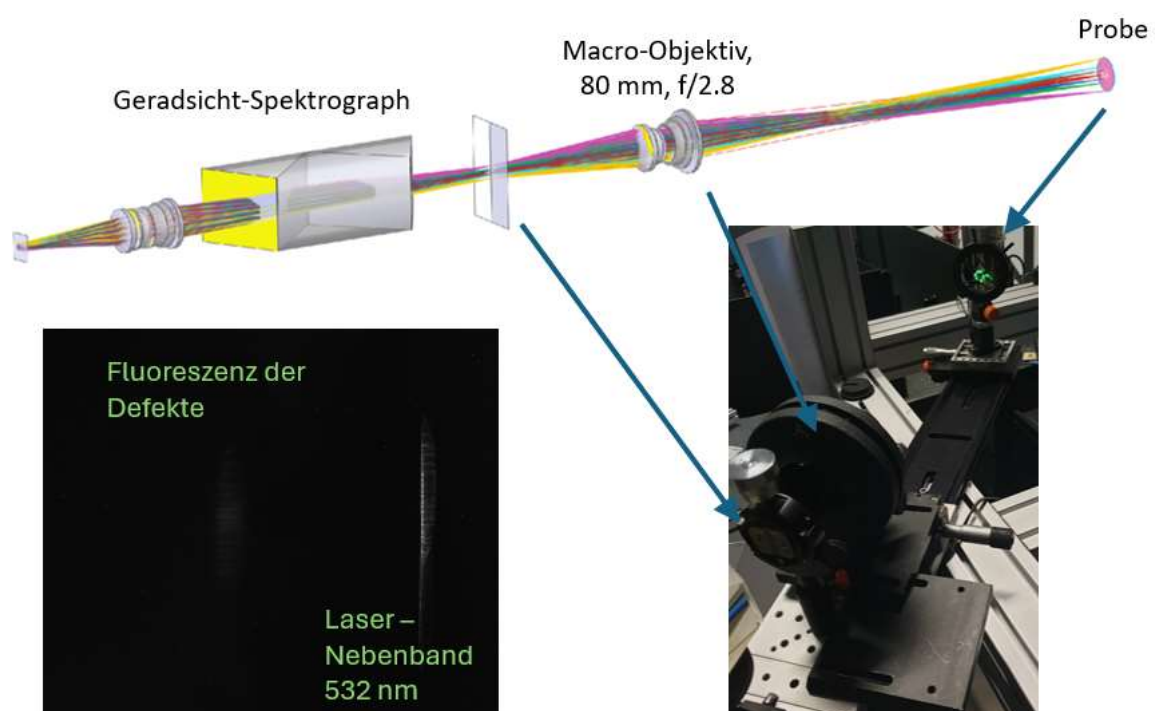


Abbildung 19: Testaufbau zur laserinduzierten Fluoreszenz des Beschlags mit dem Ziel dessen Identifikation im Vor- oder Frühstadium.

Eine weitere Ausarbeitung der Verfahren im laufenden Projekt hätte jedoch Ressourcen gebunden, die für die anderen Messkampagnen fehlen würde, weshalb dieser Ansatz im Rahmen des Projektes in Rücksprache mit dem Projektpartner Zeiss nicht weiterverfolgt wurde. Diese Thematik wurde in ein Folgeprojekt ausgegliedert.

### 1.4.2 Nichtabbildende Analyseverfahren

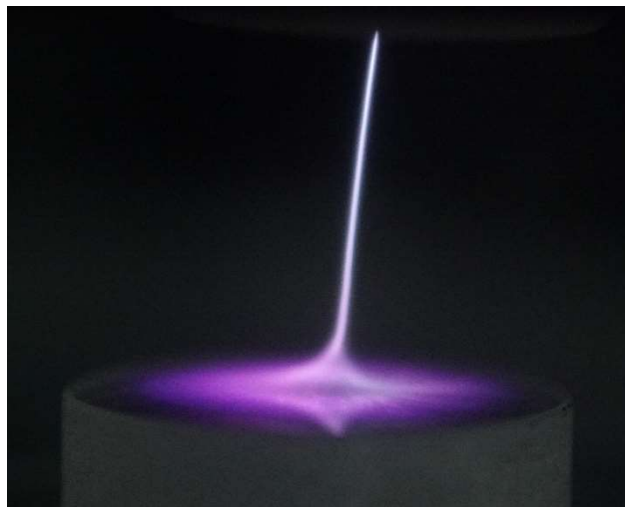
Der beobachtete Graubeschlag setzt sich aus einzelnen Strukturmerkmalen zusammen, die mit lateralen Ausdehnungen um 1 Mikrometer mit optischen Methoden nicht weiter aufgelöst werden können. Zur weiteren Aufklärung des Phänomens wurden daher weitere

Messmethoden angewendet, die Mischinformationen der Materialeigenschaften an einem Messort mit einer typischen Ausdehnung von 0,1 -1 Millimetern liefern.

### **XPS-Analysen (Röntgen-Photoelektronenspektroskopie)**

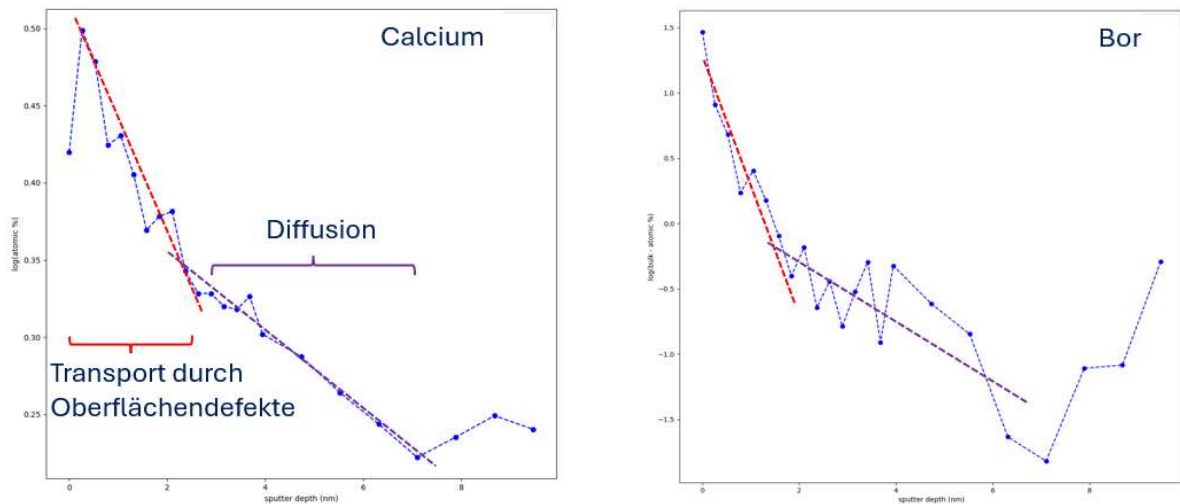
Die XPS-Messungen erlaubten eine chemische Tiefenprofilanalyse der betroffenen Oberflächen. In umfangreichen Messkampagnen wurden Unterschiede in der chemischen Zusammensetzung zwischen beschlagenen und unbeschlagenen Bereichen identifiziert. Besonders der Silizium-, Calcium- und Bor-Gehalt zeigte signifikante Variationen, die auf chemische Veränderungen durch Lagerung und Bearbeitung zurückzuführen sind.

Durch gezielte Plasmabehandlungen konnten erste Hinweise auf mögliche Gegenmaßnahmen gewonnen werden. Hierbei wurden Plasmen mit Argon als Trägergas verwendet, sowie in weiteren Versuchen jeweils Sauerstoff, Wasserstoff und Wasser hinzugefügt (zur Veranschaulichung Abbildung 20). Ziel dabei war die Überprüfung der Hypothese, dass sich die Glasoberfläche durch reaktiven Sauerstoff oder Wasserstoff chemisch absättigen und in einen inerten Zustand bringen lässt. In den Versuchen zeigte sich, dass unter der Beteiligung von Wasser oder Wasserstoff die Gläser reaktiver werden und bei nachfolgender Lagerung vermehrt Graubeschlag aufweisen. Der umgekehrte Fall einer chemischen Inaktivierung der Glasoberflächen konnte nicht beobachtet werden.



**Abbildung 20:** Veranschaulichung der Plasmabehandlung einer Probe. Das Plasma wird bei Atmosphärendruck zwischen der Plasmaquelle (oben) und der Probe (unten) gezündet. Eine helikale Gasströmung begrenzt die Plasmazone radial und sorgt für Luftausschluss.

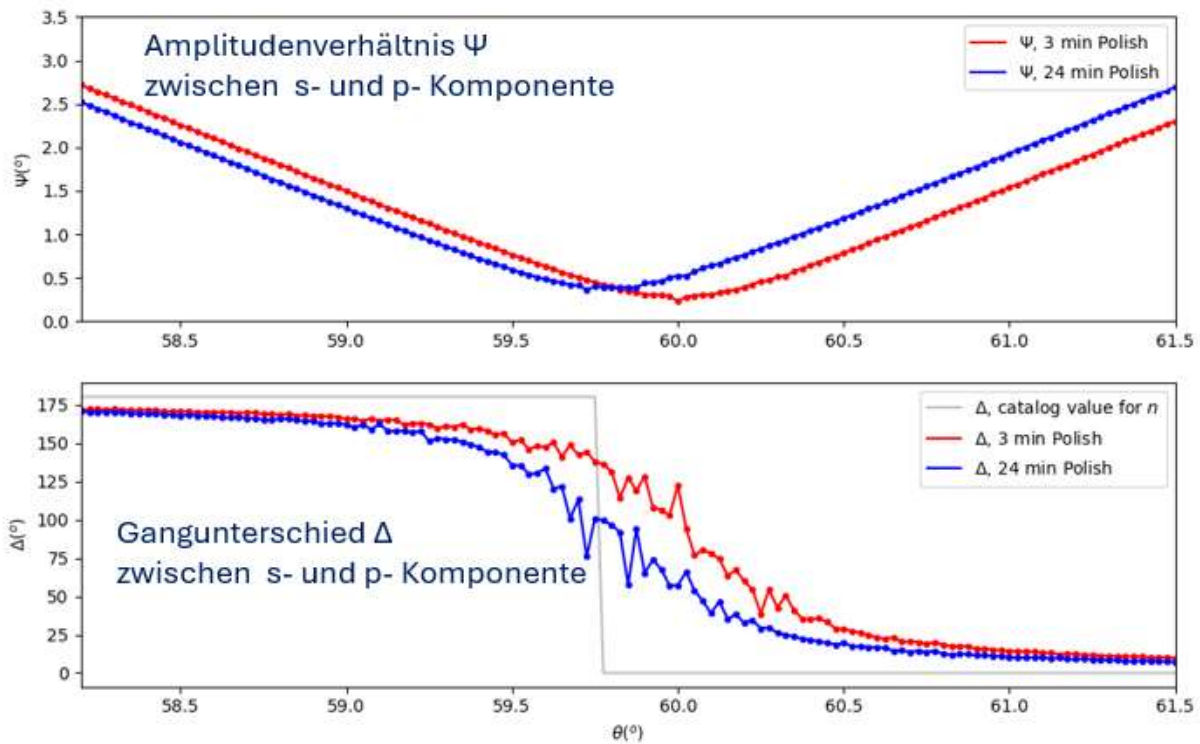
Tiefenprofilmessungen ergaben zudem Hinweise auf parallel ablaufende Diffusionsprozesse und Migrationsprozesse entlang mechanischer Oberflächendefekte. Hierbei werden Glasbestandteile teils im Polierprozess ausgewaschen und andererseits Elemente des Poliermittels (Cerium) in die Glasoberfläche eingearbeitet. Aus den gemessenen Tiefenprofilen gehen zudem Hinweise auf verschiedene Schädigungsarten der Glasoberflächen hervor. Die Gradienten für oberflächennah ausgewaschene Elemente nehmen dabei auf den obersten 2 nm deutlich größere Werte an als in den folgenden Nanometern darunter (Abbildung 21). Hieraus verstärkt sich die Annahme, dass mikro- und nanoskalige Polierdefekte die Glasschädigung begünstigen.



**Abbildung 21: Logarithmische Darstellung der oberflächlichen Calcium- (links) bzw. Bor-Gehalte (rechts). Das Vorhandensein zweier unterschiedlicher Diffusionsverhalten lässt sich in allen gemessenen Bestandteilen zeigen.**

### Ellipsometrie

Die Ellipsometrie ist eine optische Messtechnik, mit deren Hilfe anhand der Änderung des Polarisationszustands von reflektiertem Licht die oberflächennahen optischen Eigenschaften eines Materials oder Materialgemischs bestimmt werden können. In ausgedehnten Versuchsreihen konnten im Rahmen des Projektes Schichtdickenänderungen und optische Eigenschaften der unterschiedlich bearbeiteten Oberflächen quantifiziert werden. Unterschiedliche Polierverfahren zeigten klare Differenzen in den ellipsometrischen Parametern, was auf Veränderungen in der Materialzusammensetzung hindeutet. Besonders die quasi-Brewsterwinkel-Technik erwies sich als hilfreich zur Identifikation von Materialunterschieden. In Abbildung 22 sind exemplarisch die ellipsometrischen Parameter  $\Delta$  und  $\Psi$  für kurz (rot) und lang (blau) polierte Proben dargestellt. Die graue Stufe unten markiert den Brewsterwinkel für Katalogwert der Brechzahl des Grundmaterials. Für längere Polierdauern liegt der gemessene Wert demnach näher am Erwartungswert, obwohl die Proben visuell nicht zu unterscheiden sind.



**Abbildung 22: Darstellung der ellipsometrischen Parameter  $\Delta$  (unten) und  $\Psi$  (oben) für eine kurz (3 min) und eine lang (24 min) polierte Probe. Es ist eine signifikante Verschiebung des Brewsterwinkels zu erkennen. Die graue Stufe markiert den Brewsterwinkel für Katalogwert der Brechzahl des Grundmaterials.**

Auswertemethoden sind hier vielfältig möglich und bis zum Berichtzeitpunkt dauern mathematische Experimente damit an. Ein simpler und praktisch voraussichtlich verwertbarer Ansatz abseits komplizierterer Modellierungen ist bereits durch die Bestimmung der lokalen Ableitungen  $d\Delta/d\theta$  gegeben (Abbildung 23). Auf diese Weise kann die Steilheit des Phasensprungs dargestellt und Hinweise auf den tatsächlichen Polierfortschritt gefunden werden, ohne dass dies mit dem bloßen Auge erkennbar wäre. Im hier gezeigten Beispiel wird also bei fortschreitender Polierdauer noch ein Abtrag von Material nachgewiesen, das vom Grundmaterial abweicht. Zum Berichtzeitpunkt wird von allen beteiligten davon ausgegangen, dass diese Randschicht sowohl physikalische als auch chemische Störungen enthält, die den späteren sichtbaren Alterungsprozess auslösen oder zumindest begünstigen.

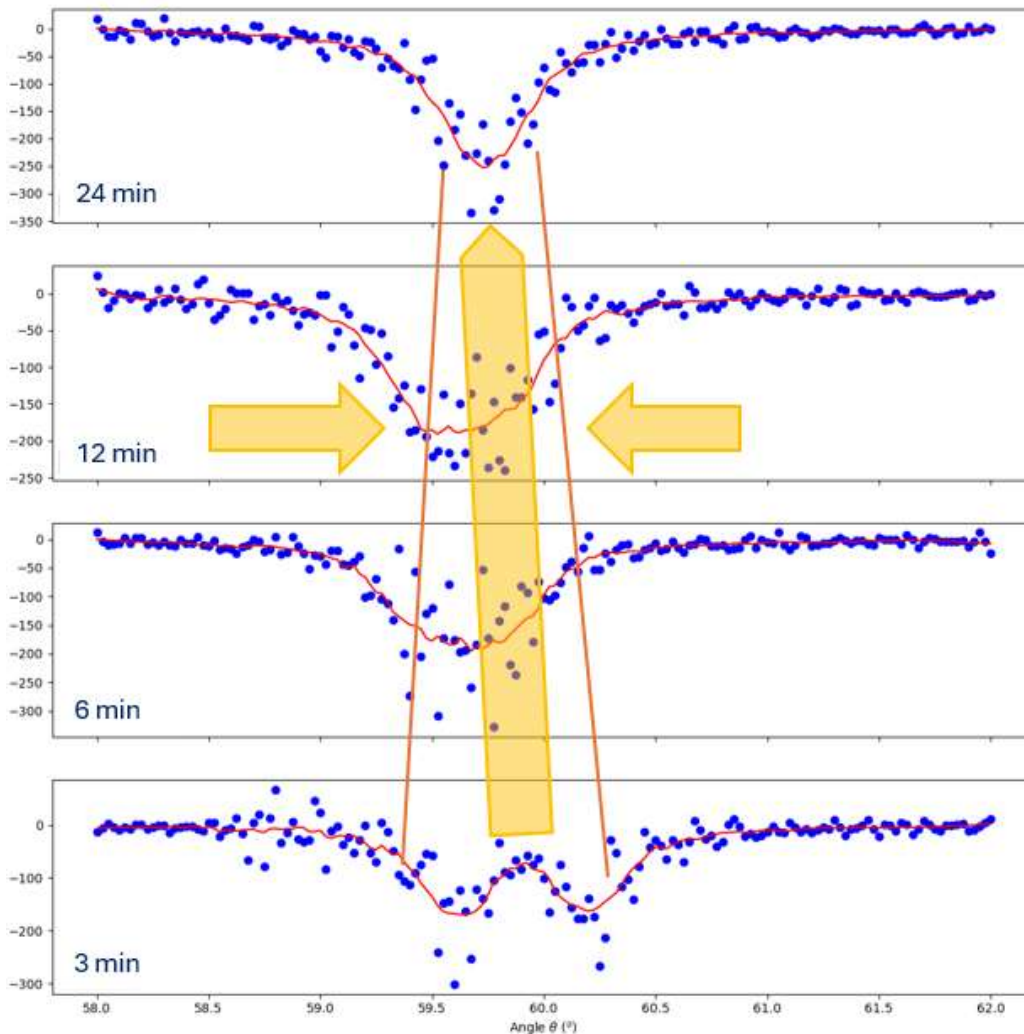


Abbildung 23: Lokale Anstiege des ellipsometrischen Parameters  $\Delta$  (Ableitung  $d\Delta/d\theta$ ) für verschiedene Polierdauern. Mit steigender Polierdauer (von unten nach oben) engt sich der von  $\theta$  abweichende Bereich immer weiter in Richtung des erwarteten Brewsterwinkels ein.

### Ausblick auf das Folgeprojekt

Basierend auf diesen Erkenntnissen wurde gemeinsam mit dem Projektpartner Zeiss ein Folgeprojekt geplant, in dem die multispektrale Ellipsometrie zur Glasdefektanalyse weiterentwickelt werden soll. Ziel ist die Entwicklung eines produktionstauglichen Systems zur zerstörungsfreien Erkennung von Oberflächendefekten. Hierbei sollen bildgebende Verfahren mit Deep-Learning-Methoden kombiniert werden, um die Sensitivität und Reproduzierbarkeit der Messungen zu verbessern. Insbesondere die Detektion und Analyse von Mikrorissen und chemischen Verunreinigungen werden dabei im Fokus stehen.

## 2. Voraussichtlicher Nutzen der Ergebnisse

Die Ergebnisse haben zu einem differenzierteren Verständnis der Wechselwirkung von Festkörperoberflächen mit Flüssigkeiten, Gasen und Plasmen beigetragen und liefern damit wichtige Anhaltspunkte für weiterführende Forschungsarbeiten.

Das Verfahren des **Plasmaunterstützten Bondens** von Planoptiken ist in der Entwicklung weit vorangeschritten. Das Labormuster konnte innerhalb der Projektlaufzeit jedoch nicht

abschließend zum Funktionsmuster weitergeführt werden. Diese Arbeiten werden in Verantwortung des Projektpartners Qioptiq auch über den Projektzeitraum hinaus weiter, da das Verfahren die auf diesem Gebiet vorhandenen Hürden löst und nach Kenntnis des Projektpartners und der HAWK keine technischen Alternativen existieren.

Die Übertragung der Erkenntnisse zur **Konditionierung und Stabilisierung von CO<sub>2</sub>-Hochleistungslasern** durch Molekularsiebe ist zum Berichtzeitpunkt bereits weit vorangeschritten und wird beim Projektpartner Trumpf auf Serientauglichkeit geprüft.

**Feinstreinigung von Mikrolinsen** durch Plasma sind im Funktionsmuster-Stadium weit vorangeschritten. Das Verfahren und Funktionsmuster wird von HSW auf praxistaugliche Anwendbarkeit im Produktionsumfeld geprüft. Hieraus soll ein Anforderungskatalog für die Weiterentwicklung zum Prototyp entstehen.

Das Thema des **Graubeschlags auf optischen Linsen** (Auto-Degradierung) stellte sich als besonders schwieriges und komplexes Thema heraus. Die im Projekt angesetzten Messmethoden sind präparationsintensiv und langwierig. Der Erkenntnisgewinn zeichnet aber ab, dass ellipsometrische Messmethoden vielversprechend und darauf basierende Diagnosesysteme umsetzbar sein könnten, die produktionsbegleitend funktionieren würden. Wegen der Komplexität des Themas ist ein weiteres Folgeprojekt mit der Firma Zeiss definiert und beantragt worden.

### 3. Fortschritt bei anderen Stellen

Parallel zum laufenden Projekt wurden beim Projektpartner Zeiss als komplementäre Messmethoden Weißlichtinterferometrie und ortskorreliertes XPS für die identischen Fragestellungen angewendet. Insgesamt ist Erkenntnislage zur Entstehung des Graubeschlags zum Berichtzeitpunkt noch nicht völlig klar, sie erhärtet sich aber in die Richtung, dass Polierdefekte eine Hauptursache für den **Graubeschlag** darstellen und dass auch eben dort Abmilderung für die Thematik zu finden ist.

Bei den Themen des **plasmaunterstützten Bondens** mit Qioptiq sowie der **Gaskonditionierung** mit Trumpf als Partnerunternehmen handelt es sich jeweils um eine thematische Nische ohne parallele Entwicklungen in den Unternehmen oder an anderer Stelle.

Beim Projektpartner Henke-Sass, Wolf wird zum Berichtzeitpunkt ein sauerstoffhaltiges Niederdruckplasma als gängiges Mittel zur **Feinstreinigung von Mikrolinsen** in Produktion eingesetzt und ist dort etabliert. Hierbei handelt es sich um einen Batch-Prozess mit Wartezeiten. Ein Atmosphärendruckplasma ist daher als ergänzendes Werkzeug für die Nachbearbeitung von Einzellinsen noch relevant.

### 4. Erfolgte und geplante Veröffentlichungen

Die Ergebnisse dieses Projektes wurden in Auszügen als Vorträge auf den ohnehin stattfindenden Projektausschusssitzungen präsentiert. Ferner wurde 1 wissenschaftlicher und 1 technischer Artikel publiziert, 2 weitere wissenschaftliche Artikel zur Begutachtung eingereicht sowie 2 Vorträge auf Fachkonferenzen zu Teilausschnitten der Projektthemen gehalten. Weiterhin sind für das Jahr 2025 zwei Vorträge auf wissenschaftlichen Konferenzen vorgesehen.