This project has received funding from the Eurostars-2 joint programme with co-funding from the European Union Horizon 2020 research and innovation programme

Schlussbericht zum Vorhaben

„Entwicklung und Charakterisierung von Hybridpolymermaterialien mit intrinsischer Haftung und verringertem Schrumpf für die Fertigung von Mikrooptiken für den Automobilbereich“

im Rahmen des Eurostars Projekts
E-HyPoMotive

„Hochleistungs-Hybridpolymere für die Fertigung von Mikrooptiken für den Automobilbereich “

Kurzbericht

Dr. Alexander Plucinski

micro resist technology Gesellschaft für chemische Materialien spezieller Photoresistsysteme mbH (MRT)

Köpenicker Str. 325, 12555 Berlin

Das diesem Bericht zugrunde liegende Vorhaben wurde mit Mitteln des Bundesministeriums für Bildung und Forschung gefördert. Die Verantwortung für den Inhalt dieser Veröffentlichung liegt bei der Autorin / beim Autor.

Förderkennzeichen: 01QE2205A
Projektlaufzeit: 01.09.2022 – 28.02.2025

Zielstellung der Entwicklungsarbeit bei MRT

Projektziele der *micro resist technology* GmbH (MRT) sind die Entwicklung von UV-härtbaren Hybridpolymeren, die eine verbesserte intrinsische Haftfunktion auf verschiedenen Substraten wie Silizium, Glas und Polymerfolien aufweisen (WP2).

Ein weiteres Ziel ist Erforschung von Methoden zur Verringerung der Polymerisationsschrumpfung von Hybridpolymeren (WP3), um diese in der Materialentwicklung zu berücksichtigen.

Ergebnisse der Entwicklungsarbeit bei MRT

Im Projektzeitraum wurden insgesamt drei verschiedene Prototypen entwickelt. Das Verfahren zur Synthese der Basismaterialien wurde entsprechend angepasst. Es ist bis zum Ende der Projektlaufzeit im Labormaßstab (250 – 300 g Produkt) gut reproduzierbar, was mit den Kenndaten Viskosität und Brechungsindex nachgewiesen wurde. Hierbei wurden die vorgestellten Vorgaben, bezüglich Viskosität und Brechungsindex, vom Projektpartner Focuslight Switzerland berücksichtigt.

Die hauptsächliche Triebkraft des Basismaterials für einen hohen Volumenschrumpf ist der Umsatz von Doppel- zu Einfachbindungen während des Aushärtens und die sich damit verändernden Bindungslängen bzw. Bindungsabstände. Um diese zu minimieren, wurden die funktionellen Gruppen des Basismaterials so gewählt, dass der Schrumpf möglichst minimal gehalten werden kann. Es wurde zusätzlich die Zugabe verschiedenster Disulfide als Additive zur Verminderung des Schrumpfes untersucht. Diese wirken sich stark negativ auf die thermische Langzeitstabilisierung aus und sind somit keine Alternative. Der Volumenschrumpf wurde nun nur durch die Wahl der eingesetzten Ausgangsstoffe so gering wie möglich gehalten (Vorgabe vom Projektpartner >5%). Der Schrumpf wurde mit Hilfe des am Fraunhofer IZM im Rahmen des Projektes entwickelten und verbesserten Messsetup ermittelt. Hierbei standen die Reproduzierbarkeit und Vergleichbarkeit im Vordergrund.

Zur Verbesserung der Haftung wurden sowohl kommerzielle, als auch durch Eigensynthese hergestellte intrinsische Haftvermittler untersucht. Durch die Eigensynthese eines

silanbasierten Haftvermittlers konnte die Haftung auf Glas deutlich verbessert werden, ohne andere Eigenschaften negativ zu beeinflussen.

Außerdem wurde die thermische Langzeitstabilität (Vergilbung) aller neu entwickelten Materialien untersucht. Die drei Prototypen wiesen hierbei eine deutliche Verbesserung der thermischen Langzeitstabilität auf. Im Hochtemperatur-Test (HTS-Test, 1000 h bei 130°C) betrug der Transmissionsverlust im sichtbaren Spektrum (400 – 800 nm) für die drei Prototypen bei einer relativ hohen Schichtdicke von 500 µm weniger als 3 %. Im Dampf-Heiz-Test (DHS-Test, 1000 h bei 85°C und 85 % Luftfeuchtigkeit) betrug der Transmissionsverlust im sichtbaren Spektrum (400 – 800 nm) für die drei Prototypen bei einer relativ hohen Schichtdicke von 500 µm weniger als 1 %. Des Weiteren wurde mit Hilfe der Projektpartner (Focuslight: Aufbau und Bereitstellung der Lampe / Lampenteile und Fraunhofer IZM des Messaufbaues) die Auswirkung von Blau- und Weißlicht in Kombination mit erhöhter Temperatur (120°C) untersucht. Die Transmission des getesteten Prototyps drei (PT3) zeigte keine signifikante Änderung während des Testes.

Zusätzlich wurde ein Prototyp eines flexiblen Stempelmaterials entwickelt, um das Problem der Sauerstoffinhibierung bei der Verwendung von herkömmlichen weichen Stempelmaterialien wie z.B. PDMS zu kompensieren.

Alles im allen wurde im Projektzeitraum ein Material entwickelt, das vielversprechende Ergebnisse bezüglich des Volumenschrumpfes, intrinsischer Haftung (besonders auf Glas) und thermischen Langzeitstabilität aufweist und somit in diesen Punkten eine deutliche Verbesserung zum aktuellen Produktportfolio darstellt.

Zusammenarbeit mit anderen Stellen

Die Zusammenarbeit innerhalb des Verbundprojekts funktionierte weitestgehend sehr gut. Neben zahlreichen Projektreffen gab es einen engen technischen Austausch via E-Mail-Korrespondenzen und Telefonaten bzw. Videokonferenzen

This project has received funding from the Eurostars-2 joint programme with co-funding from the European Union Horizon 2020 research and innovation programme

Schlussbericht zum Vorhaben

„Entwicklung und Charakterisierung von Hybridpolymermaterialien mit intrinsischer Haftung und verringertem Schrumpf für die Fertigung von Mikrooptiken für den Automobilbereich“

im Rahmen des Eurostars Projekts
E-HyPoMotive

„Hochleistungs-Hybridpolymere für die Fertigung von Mikrooptiken für den Automobilbereich “

Ausführlicher Sachbericht

Dr. Alexander Plucinski

micro resist technology Gesellschaft für chemische Materialien spezieller Photoresistsysteme mbH (MRT)

Köpenicker Str. 325, 12555 Berlin

Das diesem Bericht zugrunde liegende Vorhaben wurde mit Mitteln des Bundesministeriums für Bildung und Forschung gefördert. Die Verantwortung für den Inhalt dieser Veröffentlichung liegt bei der Autorin / beim Autor.

Förderkennzeichen: 01QE2205A
Projektlaufzeit: 01.09.2022 – 28.02.2025

Einleitung

Aufgabenstellung

Ziel des Verbundprojektes war die Entwicklung neuer Materialien auf Hybridpolymerbasis und Prozesse für die Großserienfertigung mikrooptischer Freiformelemente (FMEs) für den Automobilbereich. Ziel des Teilprojektes war die Entwicklung neuartiger Hochleistungsmaterialien basierend auf der einzigartigen Hybridpolymertechnologie, die der Herstellung von FMEs durch UV-Replikation dienen. Während die kommerziell verfügbaren Hybridpolymere der micro resist technology GmbH aufgrund ihrer exzellenten optischen Eigenschaften, Prozessierbarkeit und Stabilität auf dem Markt für Mikrooptik in Sensorik und Konsumelektronik etabliert sind, sollten im Rahmen des Projekts zwei für die Herstellung von automobilen FMEs in dicken Schichten unerlässliche Materialaspekte implementiert werden: 1) intrinsische Haftung und 2) Reduzierung des Volumenschrumpfs. Dabei bestand die zentrale Herausforderung darin, dem UV-härtenden Material diese Eigenschaften mitzugeben, während die exzellenten optischen Eigenschaften sowie Zuverlässigkeit beibehalten werden. So sollte eine auf dem Markt beispiellose Kombination von Eigenschaften erreicht werden, die insbesondere für die Fabrikation von FMEs im Automobilbereich stark nachgefragt wird.

Voraussetzungen, unter denen das Vorhaben durchgeführt wurde

Die Arbeiten wurden mit den im Unternehmen vorhandenen Ressourcen durchgeführt. Es waren keine Änderungen in der Zielstellung des Projektes notwendig. Die Personalausgaben entsprechen der Planung. Die Arbeit erfolgte mit enger Zusammenarbeit der Projektpartner Fraunhofer IZM und Focuslight Switzerland.

Es sind keine F&E-Ergebnisse Dritter bekannt geworden, die für die Durchführung des Vorhabens relevant waren.

Ablauf des Vorhabens und Ergebnisse

WP1: Projektmanagement und Dissemination

Der Arbeitsstand wurde durch monatliche online-Meetings mit allen Projektpartnern besprochen.

WP2 Materialentwicklung und -charakterisierung – Intrinsische Haftung

T2.1/ 2.2: Synthese und Formulierung von Hybridpolymeren mit intrinsischer Haftung

Es wurden verschiedenste Wege untersucht, die intrinsische Haftung zu verbessern, von kommerziell erhältlichen Haftvermittlern als Additivzusatz bis hin zu Eigensynthesen von Haftvermittlern. Der Syntheseweg des Haftvermittlers mittels Thiol-En-Reaktion - ein multifunktionelles Thiol mit einem acrylatfunktionalisierten Silan kovalent verbunden („Anker-Ansatz“) - wurde nicht weiterverfolgt, da sich die Schwefelverbindung sehr stark negativ auf die thermische Langzeitstabilität auswirkte. Die kontrollierte Hydrolyse eines Silans war sehr vielversprechend, und die Synthese wurde analog zum Basismaterial schrittweise im Maßstab erfolgreich erhöht. Die Verwendung dieses Haftvermittlers hatte keinerlei negative Auswirkungen auf andere Materialeigenschaften in der Endformulierung. Alle drei Prototypen enthalten den synthetisierten Haftvermittler. Die relevanten Eigenschaften (Viskosität, Brechungsindex, Dispersion, Lichtempfindlichkeit und Lagerstabilität) wurden untersucht.

T2.3 Materialcharakterisierung einschließlich grundlegender Haftungstests

Bei den selbst synthetisierten Haftvermittlern wurden Gitterschnitttests gemäß DIN EN ISO 2409 vorgenommen (siehe Beispiele in Abbildung 4). Die Eignung eines Additivs ist anhand dieser Ergebnisse (Klassifizierung von GT0 (sehr gute Haftung) bis GT5 (schlechte Haftung)) schnell erkennbar. Insbesondere wurde die Haftung auf Glas untersucht, da dies das Substrat beim Projektpartner Focuslight ist und somit den Herstellungsprozess der optischen Bauteile bei Focuslight am besten abbildet. Die drei Prototypen wiesen alle ein Ergebnis von ≤ GT2 auf.

Außerdem wurde eine geeignete Haftvermittlerkonzentration in den drei Prototypen durch eine Konzentrationsreihe ermittelt. Für alle untersuchten Parameter (Viskosität, Brechungsindex, Haftung) erwies sich eine Konzentration von etwa 5 wt% als optimal.

Des Weiteren wurde bei MRT in einem Eigenaufbau ein Temperatur-Schock-Test entwickelt, der den Stress eines raschen Temperaturwechsels simulieren soll. Die Probe wurde mittels eines Stempelprozesses auf einem Glassubstrat aufgebracht und in mehreren Heiz-Kühl-Zyklen untersucht (von 150°C auf Raumtemperatur in wenigen Sekunden). Insbesondere Prototyp 2 (HPM-M0050) und Prototyp 3 (HPM-M0052) haben diesen Test problemlos bis zu einer Schichtdicke von 300 µm überstanden.

T2.4 Untersuchung des Einflusses der Verarbeitungsbedingungen auf die Materialhaftung

Die drei Prototypen wurden bei MRT mit verschiedenen Stempelmaterialien z.B. PDMS und OrmoStamp®, sowie auf Glassubstraten und auf Silizium-Wafern (dünne Schichten) untersucht. Hierbei wurde einerseits die generelle Prozessierbarkeit der Prototypen mit handelsüblichen Stempelmaterialien (PDMS und OrmoStamp®) getestet und andererseits die Sauerstoffinhibierung während der Aushärtung untersucht. Die größte Herausforderung bereitete die Sauerstoffinhibierung während der UV-Aushärtung. Das vom Projektpartner Focuslight präferierte Stempelmaterial PDMS ist zu luftdurchlässig bzw. speichert zu viel Sauerstoff, sodass die Aushärtungsreaktion inhibiert wird. Die hauseigenen Stempelmaterialien (OrmoStamp® und OrmoStamp®FF) und ein neu entwickeltes flexibles Stempelmaterial beheben dieses Problem. Auf die Materialhaftung auf Glas hatte dies keinen signifikanten Einfluss. Die Prozessparameter für die Aushärtung sowie eine mögliche Nachbehandlung wurden den Projektpartnern übergeben.

T2.5 Hochskalierung ausgewählter Materialprototypen in die Kleinserienfertigung

Die Basisharzsynthese wurde für alle drei Prototypen schrittweise in der Menge erhöht, sodass zum Projektende Produktausbeuten von ca. 250 - 300 g erzielt werden können. Parallel zur Basisharzsynthese wurde die Synthese des intrinsischen Haftvermittlers ebenfalls erfolgreich hochskaliert.

WP3: Materialentwicklung und -charakterisierung – Verminderter Schrumpf

T 3.1 / 3.2: Synthese und Formulierung von Hybridpolymeren mit geringer Schrumpfung

Alle untersuchten Additive (besonders Disulfide), die den Schrumpf senken, führten zu einer deutlichen Verschlechterung der thermischen Langzeitstabilität. Durch die passende Auswahl des Basisharzes (Methacrylate schrumpfen tendenziell weniger als Acrylate) und die richtige Konzentration von funktionellen Vernetzungsgruppen wurde der Schrumpf intrinsisch minimal gehalten, sodass auf Additive verzichtet werden kann. Auch der Zusatz von Co-Monomeren oder Füllstoffen führte jeweils zu Verschlechterungen in anderen Materialeigenschaften (hauptsächlich in der Vergilbung).

T3.3: Materialcharakterisierung

In Zusammenarbeit mit dem IZM wurde der dortige Aufbau zur Schrumpfmessung weiter verbessert, insbesondere hinsichtlich der vergleichbaren Probenvorbereitung und des gleichmäßigen Auftragens der Proben. Dadurch sind die Ergebnisse der verschiedenen Messungen nun besser vergleichbar. Abweichungen wurden minimiert.

Die hergestellten Prototypen wurden bei MRT hinsichtlich ihrer intrinsischen Haftung (auf Glas mittels Gitterschnittest) sowie ihrer thermischen Langzeitstabilität getestet, da dies eines der wichtigsten Materialkriterien des Projektpartners Focuslight ist.

Bei den neu synthetisierten Materialprototypen konnte die thermische Langzeitstabilität erheblich verbessert werden. Abbildung 1 zeigt den Vergleich zwischen den neu entwickelten Prototypen, einem Standard-Hybridmaterial und einem klassischen Acrylat-basierten Polymer. Der Transmissionsverlust einer 500-µm-Schicht bei 400 nm nach 1000 h konnte deutlich auf unter 3 % verbessert werden. Zum Vergleich: Bei Standard-Hybridmaterialien liegt der Verlust bei gleicher Schichtdicke bei ca. 50 %, bei kommerziellen Acrylat-basierten Polymeren bei sogar bis zu 95 %.

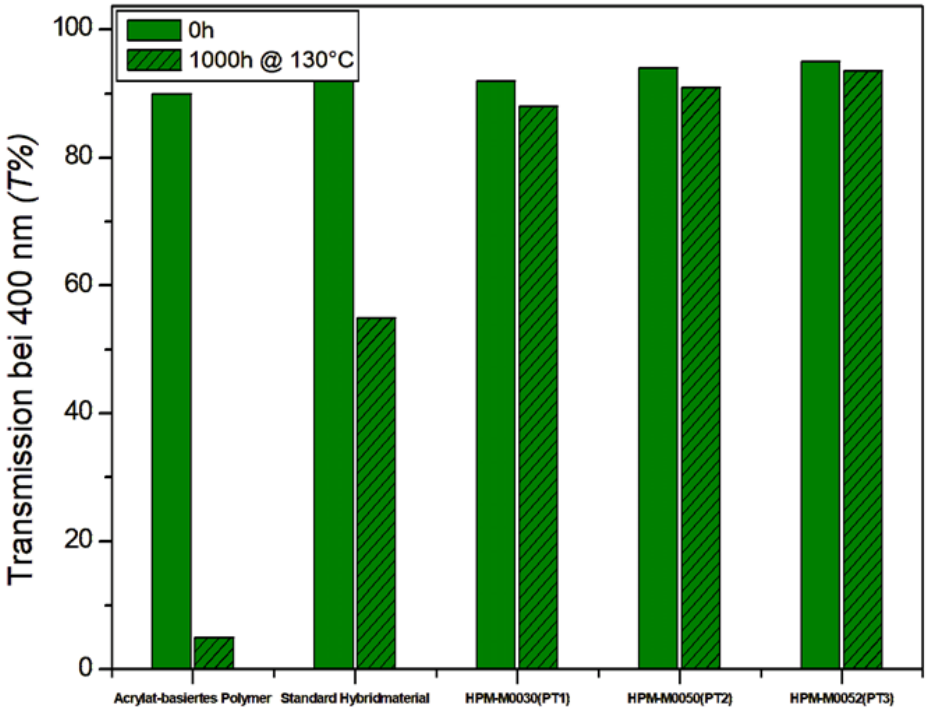

Abbildung 1. Transmission bei 400 nm vor und nach dem Test zur thermischen Langzeitstabilität (HTS, 130°C, 1000h) von einem klassischen Acrylat-basierten Polymer, einem Standard Hybridmaterial und den neu entwickelten Prototypen (von links nach rechts).

Des Weiteren wurde von den Prototypen auch ein Dampf-Heiz-Test (DHS) durchgeführt. Die ausgehärteten Polymerscheiben wurden bei 85°C und 85 % Luftfeuchtigkeit für 1000 h getestet. Abbildung 2 zeigt die Ergebnisse der Prototypen, im Vergleich zu Standard-Hybridmaterialien.

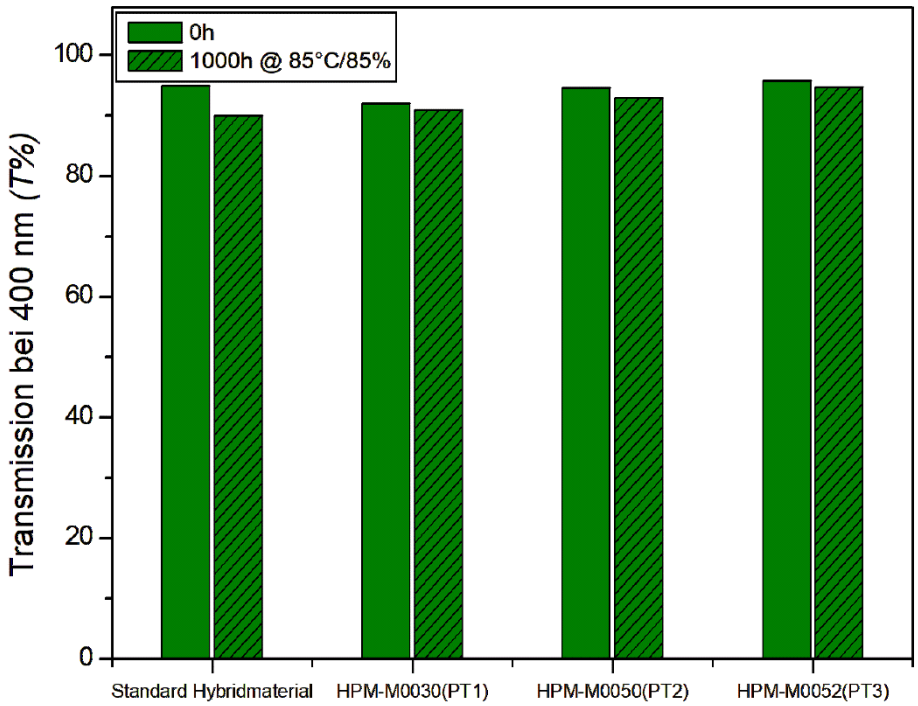

Abbildung 2. Transmission bei 400 nm vor und nach dem Dampf-Heiz-Test von einem Standard-Hybridmaterial und den neu entwickelten Prototypen (von links nach rechts).

Der Dampf-Heiz-Test wirkt sich generell nicht allzu stark auf die optischen Eigenschaften (Transmission) der Hybridpolymere aus. Für die getesteten Prototypen wurde jedoch auch bei diesem Test eine Verbesserung erzielt. Der Transmissionsverlust wurde auf einen Wert von ≤ 1 % nach den 1000 h DHS-Test verbessert.

Beide Langzeittests wurden ebenfalls mit bei MRT hergestellten Imprints auf Glas durchgeführt und führten zu denselben Ergebnissen.

Beim Projektpartner Fraunhofer IZM wurde außerdem, mit der vom Projektpartner Focuslight Switzerland designten und hergestellten blau Weißlicht-Lampe ein Langzeitstabilitätstest durchgeführt. Hierbei wurden die Prototypen für bis zu 500 h dem Licht ausgesetzt und zusätzlich über eine Heizplatte erhitzt (125°C).

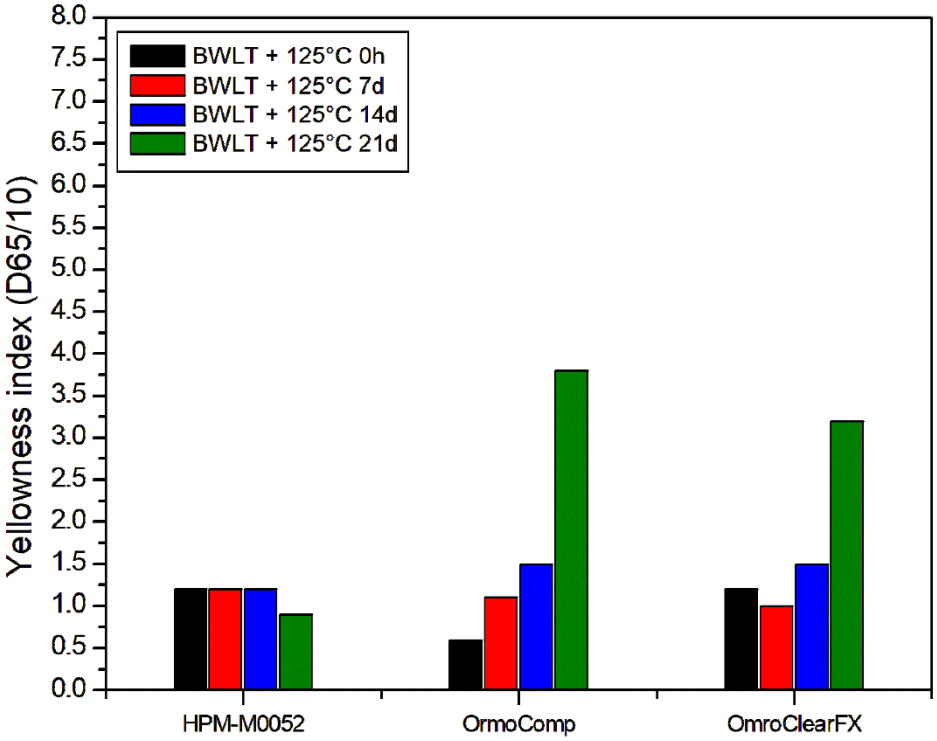

Abbildung 3. Yellonwness Indexveränderung eines der entwickelten Prototypen (PT3) im Vergleich zu OrmoComp® und OrmoClear®FX nach 7, 14 und 21 Tagen unter Blau-und Weißlicht-Belastung bei 125°C.

Die Ergebnisse zeigen, dass es bei den neu entwickelten Prototypen keinerlei farbliche Veränderung während der gesamten 21 Tage gab. Bei den beiden Vergleichsproben wurde eine leichte farbliche Veränderung, besonders nach 21 Tagen, festgestellt.

Sowohl die Basisharze als auch die finalen Formulierungen wurden Alterungstests unterzogen. Hierbei wurde die Lagerung (bei RT und Kühlschranklagerung) sowohl vom Basisharz als auch die der Endformulierung simuliert. Die Tests zeigen, dass besonders bei einer Lagerung im Kühlschrank sowie auch bei Raumtemperatur keinerlei Änderung der Kenndaten (GPC, Viskosität und Brechungsindex) für mindestens 6 Monate zu beobachten war.

T3.4: Untersuchung des Einflusses der Verarbeitungsbedingungen auf die Schrumpfung

Die hauptsächliche Triebkraft für einen hohen Volumenschrumpf ist der Umsatz von Doppel- zu Einfachbindungen während des Aushärtens und die sich damit verändernden inter- und intramolekularen Bindungslängen bzw. –abstände. Hierbei spielt auch die Art der Doppelbindung eine Rolle (Acrylat vs. Methacrylat). Unter den derzeitigen Verarbeitungsbedingungen bzw. der derzeitigen Messmethodik konnten keine Einflüsse der Verarbeitungsbedingungen auf den Schrumpf festgestellt.

T3.5: Zusatz von intrinsischen Haftvermittlern zu ausgewählten Prototypen

Der Zusatz von intrinsischen Haftvermittlern auf Silanbasis ist ohne Probleme möglich und wirkt sich weder negativ auf den Schrumpf oder die thermische Langzeitstabilität aus.

T3.6: Hochskalierung ausgewählter Materialprototypen in die Kleinserienfertigung

Analog zu T2.5 wurde die Basisharzsynthese im Berichtszeitraum für alle drei Prototypen schrittweise in der Menge erhöht, sodass zum Projektende Produktausbeuten von ca. 250 - 300 g erzielt werden können. Da der Schrumpf über die Wahl der Ausgangsmaterialien kontrolliert wird, erfolgt die Hochskalierung hier synchron zur Hochskalierung des Basisharzmaterials.

WP4: Replikation von mikrooptischen Elementen in dicken Schichten

T4.1: Materialprobenvorbereitung und Prozesshilfe

Es wurden verschiedene Methoden angewendet, um die Sauerstoffinhibierung während der UV-Belichtung zu minimieren und somit den Prozess zu vereinfachen. Sämtliche untersuchten Additive, die die Sauerstoffinhibierung deutlich reduzieren (z.B. Thiole oder Amine), wirken sich dabei stark negativ auf die thermische Langzeitstabilisierung sowie teilweise auch auf die Haftung aus. Die drei entwickelten Prototypen wurden daher mit anderen Stempelmaterialien (hauseigene z.B. OrmoStamp® und OrmoStamp®FF_XP) charakterisiert. Diese Stempelmaterialien sind harte Stempel und sauerstoffundurchlässig.

PT1 Imprint mit OrmoStamp®

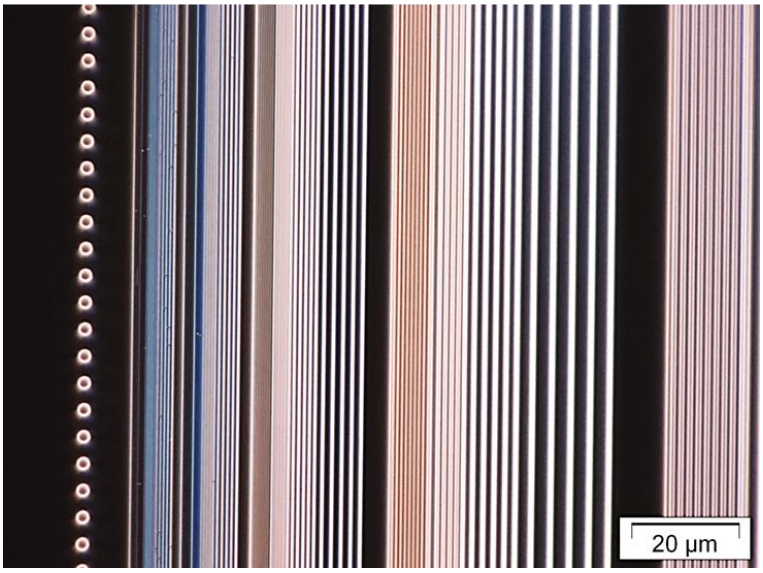

Abbildung 4. Mikroskopaufnahme von einem Imprint mit OrmoStamp® als Arbeitsstempel.

Dies ermöglicht die problemlose Aushärtung der Materialien ohne Schutzgasatmosphäre wie z.B. Stickstoff oder CO_2. Abbildung 4 zeigt eine Mikroskopaufnahme von einem Imprint auf Glas mithilfe eines OrmoStamp®-Arbeitsstempels. Die Struktur des Arbeitsstempels wurde unter normaler Atmosphäre defektfrei übertragen Zusätzlich wurde ein neuer Prototyp eines neues Stempelmaterials entwickelt, um das vom Projektpartner Focuslight verwendete PDMS zu ersetzen. Dies sollte flexibel und sauerstoffundurchlässig sein. Die Tests mit dem Prototypen des neuen Stempelmaterials waren alle sehr positiv. Das Material war in der Lage, sauerstoffsensitive Formulierungen, wie die drei Prototypen als auch OrmoClear®, zu verarbeiten. Mit den alternativen Stempelmaterialien sollte die hohe Sauerstoffinhibierung während der UV-Belichtung minimiert und eine Alternative zu PDMS dargeboten werden.

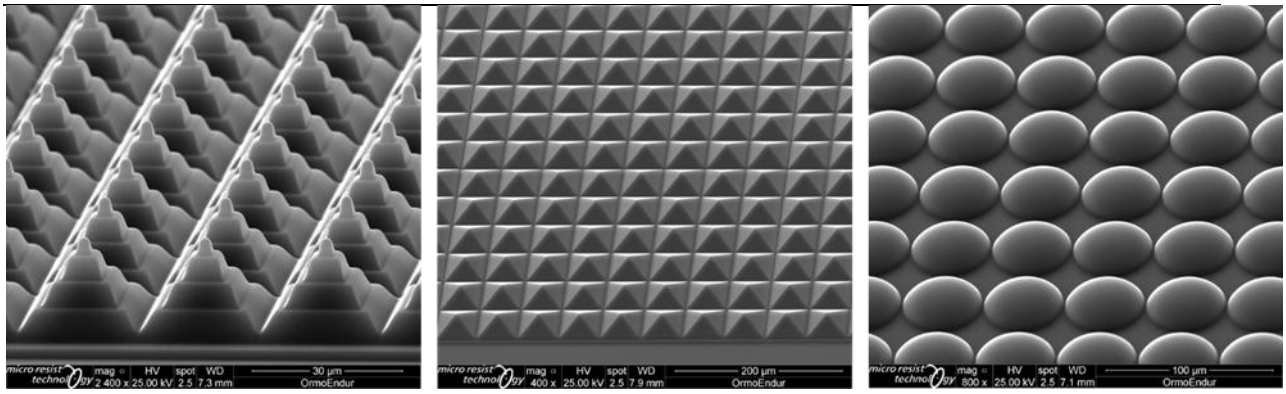

Abbildung 5. Test Imprints von verschiedenen optischen Teststrukturen. (Resist Master (Nanoscribe)), neu entwickeltes flexibles Stempelmaterial als Arbeitsstempel und Prototyp 3 (PT3) als finales Imprintmaterial).

Um die Prozessierbarkeit für das neu entwickelte Stempelmaterial zu untersuchen, wurden Imprintversuche verschiedenster optischen Strukturen durchgeführt. Hierbei wurde ein Master mit unterschiedlichen optischen Strukturen (MLA, Pyramiden etc.) mit dem neu entwickelten Stempelmaterial abgeformt und ein Arbeitstempel hergestellt. Mit Hilfe dieses Arbeitsstempels wurden Imprints aus den Prototypmaterialien erstellt (Abbildung 5). Die Strukturen ließen sich in dieser Prozesskette gut replizieren, was auf eine gute Prozessierbarkeit des Materials hindeutet.

T5.2: Probenvorbereitung und Charakterisierung

Alle synthetisierten Basismaterialien und hergestellten Formulierungen wurden mittels GPC (Gel-Permeations-Chromatographie) und hinsichtlich ihrer Kenndaten Viskosität und Brechungsindex charakterisiert. Des Weiteren wurden ausgehärtete Polymerscheiben hergestellt, die verschiedenen Zuverlässigkeitstests (HTS, Transmissionsmessung und Aushärtungstest) unterzogen wurden. Zusätzlich wurden alle Prototypen im Reinraum einer standardisierten Qualitätskontrolle unterzogen, um Verunreinigungen und Probleme bei der Aushärtung zu vermeiden. Hierbei wurden alle neuen Probenchargen auf verschiedenen Substraten (Glas und Silizium) ausgehärtet und die Ergebnisse entsprechend auf Defekte oder Verunreinigungen untersucht. Darüber hinaus wurden weitere Charakterisierungen in Zusammenarbeit mit dem Projektpartner Fraunhofer IZM hinsichtlich der thermischen Ausdehnung (CTE) und Materialhärte (Shore D) durchgeführt. Diese befanden sich im Bereich unsere Standard Hybridpolymere (z.B. OrmoComp®) CTE (~150 ppm/K) und shore D (> 80).

Zusammenfassung, Gegenüberstellung der vorgegebenen Ziele

Tabelle 1. Im Projekt adressierte technische Materialparameter vor Projektstart und am Projektende vom im Projekt entwickelten Material (Daten des dritten Prototyps (PT3)).

	Projektstart (M0)	**Projektende (M30)**
Optische Eigenschaften	Transparenz (400-1600 nm): > 95% Brechungsindex: n_D = 1.49 - 1.58 Dispersion: v_d > 34	Transparenz (400-1600 nm): > 97% Brechungsindex: nD = 1.52 Dispersion: vd ~ 38
Haftung[a]	GT4-5 *(ohne Haftvermittler)*[d] GT1-2 *(mit externem Haftvermittler)*[d] GT2 *(mit intrinsischem Haftvermittler, Material vergilbt)*[e]	GT5 *(ohne Haftvermittler)* GT 2 *(mit externem Haftvermittler)* GT0-1 (Abb. 5) *(mit intrinsischem Haftvermittler)*[f]
Volumenschrumpf[b]	5-7%	~ 3% (Abb. 6)
Zuverlässigkeit[c]	Standard-Hybridpolymere in dünnen Filmen bestehen Zuverlässigkeitstests Experimentelle Materialien mit intrinsischen Haftvermittlern oder reduziertem Schrumpf bestehen Zuverlässigkeitstests **nicht**.	Drei Prototypen mit intrinsischen Haftvermittlern und/oder reduziertem Schrumpf bestehen alle Zuverlässigkeitstests. (in 300-500 µm Schichten)[g]

a) Haftung auf Silizium- und Glassubstrat mittels Gitterschnitttest ermittelt (Grad der Delamination: GT0 = 0%, GT1 = <5%, GT2 = <15%, GT3 = <35%, GT4 = <65%, GT5 = >65%)
b) Volumenschrumpf nach UV-Härtung und Hardbake (3 h @ 150°C)
c) Thermischer Schocktest, thermische Alterung, Temperatur-Feuchtigkeits-Alterung, Blaulichtstabilität; Kriterien: keine Vergilbung, keine Rissbildung, keine Delamination des Polymerfilms vom Glassubstrat
d) getestet mit Standard-Hybridpolymeren OrmoComp® und OrmoClearFX®
e) In Voruntersuchungen zeigt ein modifizierter Hybridpolymerprototyp starke Vergilbung unter thermischer Belastung
f) Neu entwickelter intrinsischer Haftvermittler, ohne Einfluss auf die Zuverlässigkeit im besten Prototyp
g) Tests: 1000h 130°C, 1000h 85°C/85%, 500h weiß/blau Licht + 125°C

Materialprototyp mit intrinsischer Adhäsion

Die drei Prototypen beinhalten jeweils den per Eigensynthese hergestellten Haftvermittler auf Silanbasis. Der Haftvermittler beeinflusst keine Materialeigenschaft negativ. Ohne intrinsischen Haftvermittler haftete das Material kaum auf dem Glas, so dass kein Gitterschnitttest möglich war (ISO Class 5). Mit dem Haftvermittler auf Silanbasis als intrinsischen Haftvermittler konnten um 4-5 geringere Kennwerte (ISO Class) erzielt werden (Abbildung 6), sowohl vor als auch nach dem Tapetest.

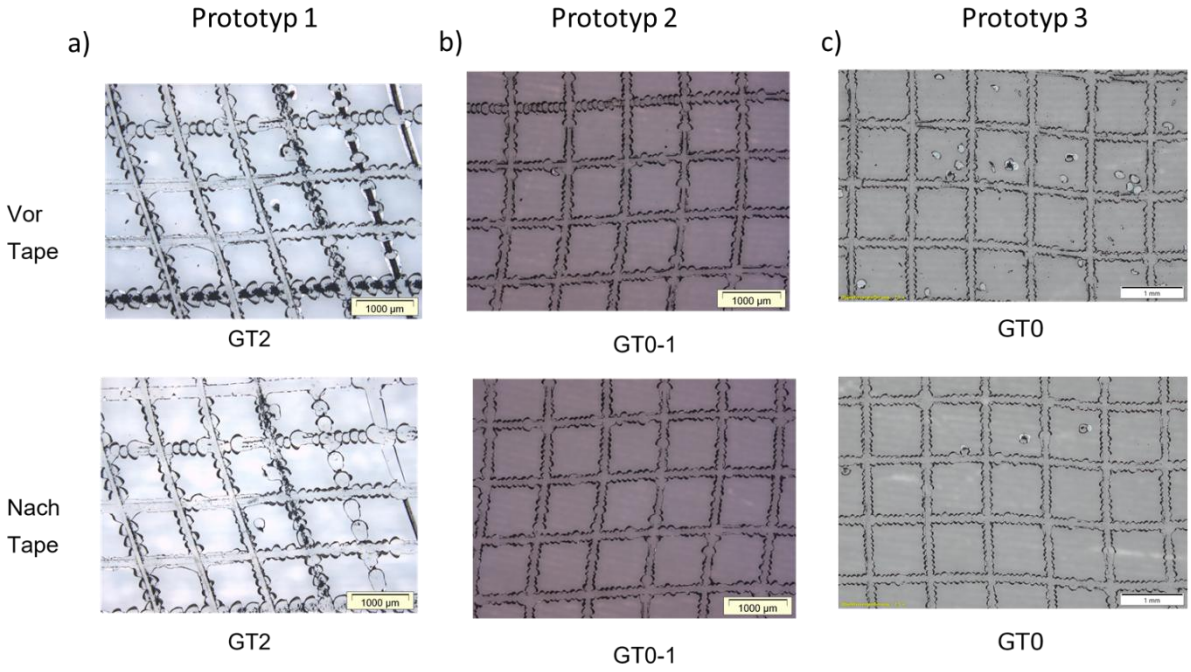

Abbildung 6. Ergebnisse des Gitterschnitttests mit den drei Prototypen auf Glas inklusive synthetisierten intrinsischen Primer als Additive (GT 5 bis 0 nach ISO Class).

Bewertung des Materialkonzepts für reduzierte Schrumpfung

Bei der Auswahl der Edukte für das Basismaterial wurde darauf geachtet, durch die funktionellen Gruppen den Schrumpf so gering wie möglich zu halten (Methacrylat vs. Acrylat). Die vom Projektpartner Focuslight definierte Grenze von 5 % sollte dabei nicht unterschritten werden. Die verbesserten Messungen am IZM zeigten zudem eine geringe Standardabweichung über mehrere Messungen von ca. ± 0,2%. Alle drei entwickelten Prototypen weisen einen Schrumpf von unter 5 % auf (Abbildung 7 rote, grüne und blaue Kurve). Im Vergleich: Das Acrylat basierte OrmoComp® weist einen deutlich höheren Schrumpf von über 7 % auf (Abbildung 7 schwarze Kurve). Da sich der Zusatz von Additiven negativ auf die thermische Langzeitstabilität und auch teilweise auf die Haftung auswirkt, wurde kein externes Additiv für die Verringerung des Volumenschrumpfes verwendet.

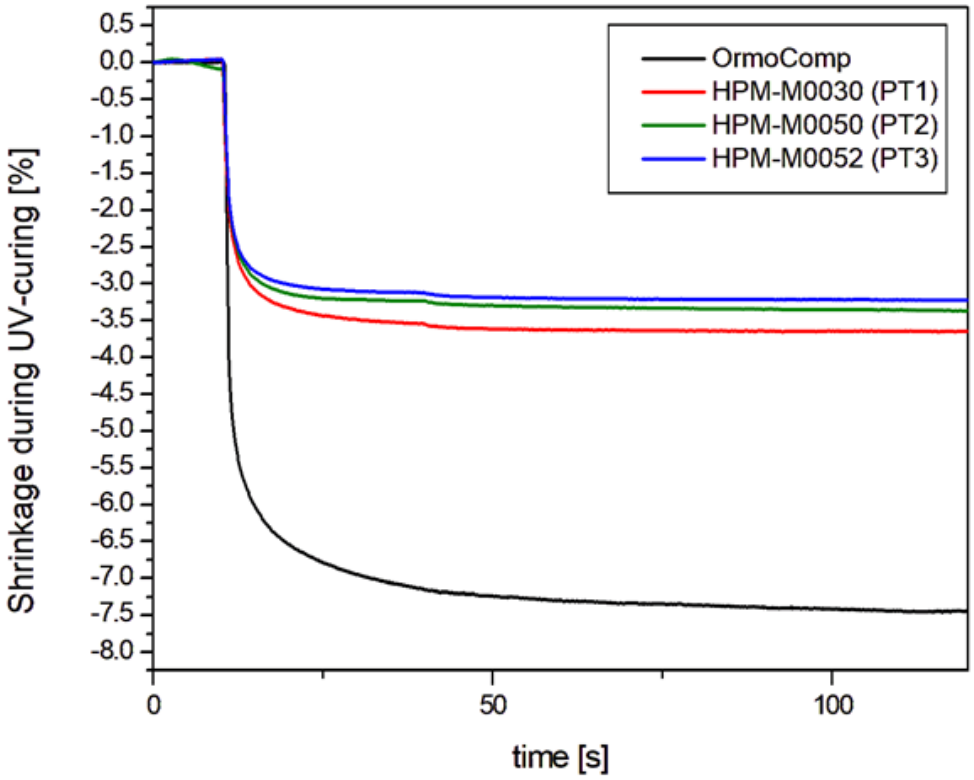

Abbildung 7. Schrumpfmessung während der ersten 120 s des Aushärteprozesses in % von den drei Prototypen (rot, grün und blau), im Vergleich zu OrmoComp® (schwarz).

Tabelle 2. Zusammenfassung der zu erreichenden Meilensteine.

Meilenstein		Monat	Erfüllungsgrad
M 2	M2.1 Intrinsische Haftung durch Additive und Auswirkungen auf die getesteten Materialeigenschaften testen. Nach ausgiebigen Untersuchungen verschiedenster Haftvermittler: Entwicklung und Synthese eines neuen intrinsischen Haftvermittlers auf Silanbasis M2.2. Materialprototyp mit intrinsischer Haftfunktion verfügbar Alle Prototypen enthalten den entwickelten intrinsischen Haftvermittler.	14 24	100%
M 3	M3.1 Materialkonzepte zur Verringerung der Schrumpfung bewertet Verschiedenste Modelle zur Schrumpfminimierung wurden getestet (Additive). Die Kontrolle über die Monomerauswahl zeigte die besten Ergebnisse. M3.2. Materialprototyp mit geringer Schrumpfung verfügbar Alle Prototypen haben einen Volumenschrumpf von <3,5%	14 24	100 %

Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit

Mit den durchgeführten Projektarbeiten wurde ein essentieller Beitrag zur Erweiterung von Know-how und Kompetenzen im Feld der Hybrid Polymere für langzeit-thermostabile Mikrooptiken geleistet.

Die Untersuchungen im Rahmen dieses Projektes sind mit den im Unternehmen vorhandenen Ressourcen durchgeführt worden. Mit allen zur Verfügung stehenden Ressourcen – Personal, Labor- und Reinraumequipment und Material wurde sorgfältig umgegangen. Vor Start der Untersuchungen erfolgte eine genaue Planung der Untersuchungen und Entwicklungsarbeiten entsprechend der aufgeführten Arbeitspakete und Arbeitsaufgaben. Die Entwicklungsarbeiten, deren Ergebnisse bzw. der Fortschritt der Arbeiten wurden MRT-intern in Quartalsberichten und Projektfortschrittsmeetings, innerhalb des Projektkonsortiums in Projekttreffen in Präsenz und online und dem Projektträger gegenüber in Zwischenberichten vorgestellt. Die im Rahmen des Projektes durchgeführten Arbeiten waren sowohl angemessen, als auch zur Erfüllung der Projektziele notwendig.

Voraussichtlicher Nutzen, Verwertbarkeit der Ergebnisse

Die Verwertungsmöglichkeit für MRT im Rahmen des Projektes besteht in der Vermarktung der entwickelten Hybrid Polymere für Mikrooptiken in der Automobilindustrie. Die im Projekt entwickelten Hybrid Polymere liegen als Prototypen vor und werden nach positiver Markteinschätzung zu Produkten entwickelt. Diese sollen entweder die bisherigen, kommerziell bereits verfügbaren Hybrid Polymere ergänzen oder ersetzen. Als Primärmarkt werden diese den Partnern aus dem Projektvorhaben angeboten.

MRT ist als Lieferant von Photoresisten und funktionalisierten (Photo)Polymeren für die Mikroelektronik, Nanotechnologie, Mikrosystemtechnik und Photonik bereits erfolgreich auf dem Markt positioniert. Mit den Arbeiten und Ergebnissen aus diesem Projekt ist MRT in der Lage dazu beizutragen, zukünftig auch Nachfragen nach langzeitstabilen Materialien für Mikrooptiken zu bedienen.

Die Projektergebnisse werden durch das eigene Unternehmen und einem Netzwerk an Distributoren weltweit vermarktet. Die Vermarktungsstrategie beinhaltet: Vorträge, Seminare, Darstellung der Ergebnisse auf Messen und Konferenzen (u.a. Beams and More,

MNE, Semicon Europe), Nutzung der Internetseite und Information von Bestandskunden und Distributoren.

Das Projekt diente MRT dazu, die chemische Fachkompetenz über die Herstellung von thermostabilen Polymeren zu erweitern. Hierbei sind vor allem der Kompetenzgewinn in der Erhöhung der thermischen Langzeitstabilität der ausgehärteten Materialien und der intrinsischen Verbesserung der Haftung auf Glas und Silizium zu nennen. Somit konnte die technologische und wissenschaftliche Kompetenz der Mitarbeiter deutlich erhöht werden.

MRT ist bereits als Entwickler und Hersteller von lichtempfindlichen Materialien und Photopolymeren bekannt und arbeitet weltweit mit einem Netzwerk an Distributoren (https://www.microresist.de/en/reseller/) für die weltweite Vermarktung der Produkte zusammen. Auch im Rahmen des Projektes entwickelte Materialien werden nach Projektende und nachdem sie intern den Prozess der „Freigabe von Produkten“ durchlaufen haben, einem weltweiten Kundenstamm zur Information gebracht und angeboten.

Während der Durchführung des Vorhabens bekannt gewordener Fortschritt auf dem Gebiet des Vorhabens bei anderen Stellen

Während der Durchführung des Vorhabens sind keine Fortschritte auf dem Gebiet des Vorhabens bei anderen Stellen bekannt geworden. Anhand aktueller Recherchen konnte validiert werden, dass keine Schutzrechte oder Schutzrechtanmeldungen Dritter einer eigenen Ergebnisverwertung entgegenstehen.

Erfolgte oder geplante Veröffentlichungen

Teile der Projektergebnisse sind im Rahmen einer Präsentation des beim NIL Industrial Days 2025 in Wien und bei einer Präsentation bei der SPIE Digital Optical Technologies während der Laser World of Photonics 2025 in München vorgestellt worden. Des Weiteren wurden die entwickelten Prototypen einigen Bestandskunden zur Verfügung gestellt.