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

# „HyPoMotive“

im Rahmen des Eurostars Projekts

**E! 376 HyPoMotive**

**„Entwicklung von Messverfahren zur Charakterisierung von Hybridpolymeren und mikrooptischen Komponenten“**

**Hashem Al-Shami**

Fraunhofer IZM
Gustav Meyer Allee 25
13355 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.

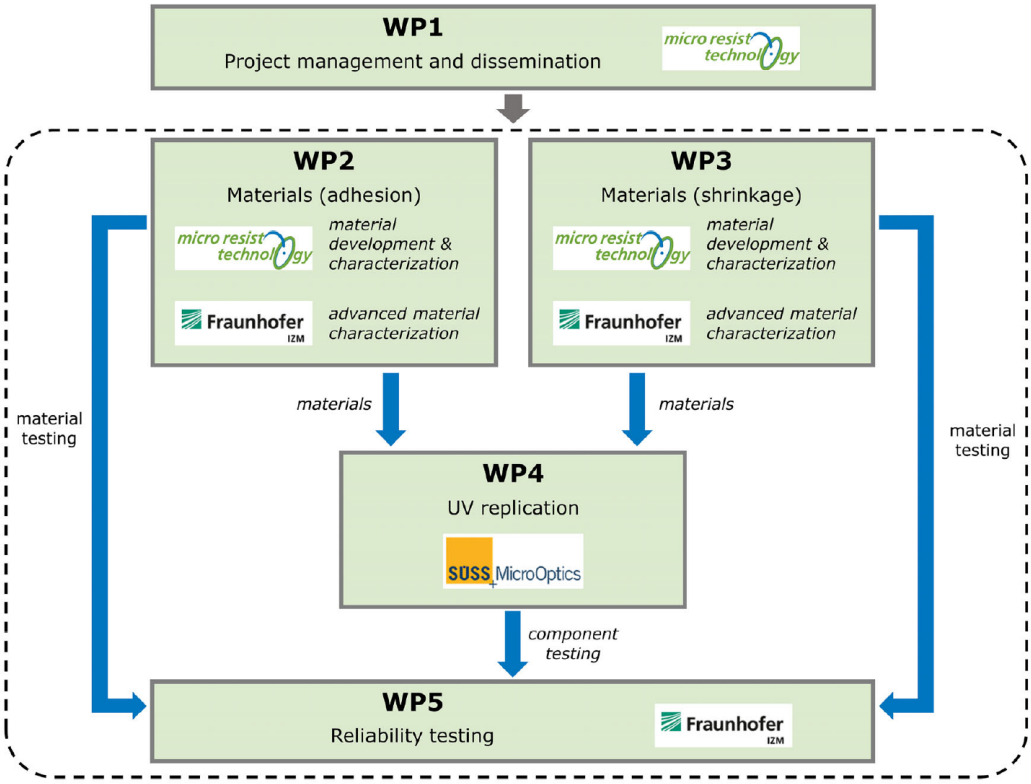
Förderkennzeichen: 01QE2205B
Projektlaufzeit: 01.09.2022 – 28.02.2025

**Aufgabenstellung und der wissenschaftliche und technische Stand, an den angeknüpft wurde**

In diesem Projekt wurden praxistaugliche, reproduzierbare Mess- und Prüfverfahren für neuartige UV-härtbare Hybridpolymere und daraus gefertigte mikrooptische Komponenten entwickelt. Zentrale Herausforderung war, die materialspezifischen Eigenschaften – mechanische Härte, Polymerisationsschrumpfung, thermische Ausdehnung, sowie Lichtstabilität/Vergilbung – mit für die Anwendung relevanten Probengeometrien und unter realitätsnahen Bedingungen normnah, schnell und mit geringer Messunsicherheit zu erfassen. Für die mechanische Charakterisierung stand ein temperaturvariabler Schertestmessplatz zur Verfügung. Zudem wurden in vorheriger Projektarbeit bereits standardisierte Härteprüfungen nach DIN ISO 868 (Shore-D) an mehreren würfelförmigen Proben durchgeführt. Die Probenformen wurden bereitgestellt, die Proben beim Partner gefertigt und die Messungen im Labor normgerecht ausgewertet. Die Prüfkette ist etabliert und liefert reproduzierbare Härtewerte als Grundlage für den materialspezifischen Vergleich.

Bei der Schrumpfungsmessung stoßen verfügbare Verfahren insbesondere bei geringen Schrumpfgraden häufig an Sensitivitäts- und Reproduzierbarkeitsgrenzen. Das Vorhaben setzte hier auf einen automatisierten Messplatz mit homogener Belichtung, definierter Probenaufgabe und hochpräziser Wegmessung, um die Schrumpfungsdynamik unter kontrollierten Aushärtungsparametern abzubilden. Für die CTE-Bestimmung stehen mit ASTM E831 und ISO 11359 etablierte Normverfahren zur Verfügung. Nicht durchgängig standardisiert sind hingegen anwendungsnahe Vergilbungstests unter spektral passendem Blaulicht/Weißlicht mit definierter Temperaturführung; diese Prüfumgebungen wurden projektspezifisch aufgebaut. An diese Lücke knüpfte das Projekt mit dem Aufbau geeigneter Prüfstände an.

**Ablauf des Vorhabens**



**Wesentliche Ergebnisse**

Zu Projektbeginn wurden die Prüfaufgaben mit den Partnern abgestimmt, die Messketten definiert und ein durchgängiger Ablauf von der Probenherstellung bis zur Auswertung festgelegt. Für die mechanische Charakterisierung (WP2) wurde die gesamte Probenkette für Shore-D nach DIN ISO 868 aufgebaut: Es wurden Würfelformen mittels Laserbearbeitung aus Glas gefertigt und an den Partner übergeben, der mittels Stempel die zu messenden Hybridpolymerwürfelproben herstellte. Die Messroutinen wurden normkonform eingeführt; bereitgestellte Proben wurden im Labor erfolgreich vermessen und ausgewertet. Damit liegt eine robuste, schnelle und reproduzierbare Kenngröße zur vergleichenden Beurteilung der neuen Hybridpolymere vor.

Ein Schrumpfungsmessplatz (WP3) wurde grundlegend überarbeitet. Die Lichtintensität wurde verbessert, Kameras, Beleuchtung und ein Automatisierungssteuersystem wurden integriert, um Stabilität, Nachvollziehbarkeit und Bedienkomfort deutlich zu erhöhen. Zudem wurden neue Bauteile integriert, um die Messgenauigkeit, Linearität und Langzeitstabilität wesentlich zu verbessern. Ein zusätzlicher Abstandssensor wurde zur Verifikation der bestehenden Sensorik getestet; der vorhandene Sensor zeigte dabei eine hohe Präzision. Ein Dispenser zur definierten Probenaufgabe stellte konstante Probengrößen sicher und reduzierte Streuungen. Die Bauteile für den neuen Aufbau wurden in unserer Werkstatt gefertigt, zusätzliche Komponenten beschafft und der Messplatz montiert. Parallel wurde die Software weitgehend automatisiert, sodass Messabläufe signifikant schneller und benutzerfreundlicher wurden. Zur Validierung wurden zunächst bereits gemessene Proben erneut vermessen und anschließend mehrere vom Partner bereitgestellte Hybridpolymer-Formulierungen mit jeweils mehreren Wiederholungen untersucht. Die Messergebnisse zeigen stabile, reproduzierbare Verläufe mit sehr geringen Messfehlern und stimmen gut mit den theoretisch berechneten Schrumpfwerten der Materialzusammensetzungen überein. Damit ist die Leistungsfähigkeit des automatisierten Messplatzes nachgewiesen; zugleich wurde das Verständnis der Schrumpfungsdynamik in Hybridpolymeren vertieft und die Weiterentwicklung von Mess- und optischer Gerätetechnik vorangetrieben.

Im Arbeitspaket WP5 wurden komplementäre Zuverlässigkeits- und Materialkennwerte adressiert. Für den thermischen Ausdehnungskoeffizienten (CTE) wurde die ASTM-E831-Methodik etabliert. Standardisierte Probenwürfel wurden analog zu WP2 beim Partner hergestellt und in unserem Labor erfolgreich vermessen. Für die Lichtstabilität und Vergilbung wurde eine Blaulichtkammer entwickelt und aufgebaut, in der eine spektral passende Lichtquelle und eine beheizbare Platte die kombinierte photonische und thermische Belastung ermöglichen. Zusätzlich stellte der Partner eine Weißlichtquelle bereit, die die realen Einsatzbedingungen bei der Vergilbungsbewertung besser repräsentiert. Die entwickelte Kammer wurde für mehrere Materialproben eingesetzt; die optischen Veränderungen wurden mittels UV/VIS-Spektroskopie analysiert.

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

# „HyPoMotive“

im Rahmen des Eurostars Projekts

**E! 376 HyPoMotive**

**„Entwicklung von Messverfahren zur Charakterisierung von Hybridpolymeren und mikrooptischen Komponenten“**

**Hashem Al-Shami**

Fraunhofer IZM
Gustav-Meyer-Allee 25
13355 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: 01QE2205B
Projektlaufzeit: 01.09.2022 – 28.02.2025

# Arbeitspaket 2: Mechanische Charakterisierung

## 2.1 Festlegung der Prüfmethode und Normwahl:

Gemäß Antrag war ein temperaturvariabler Scherhaftungstest vorgesehen. Hierfür wurde am IZM eine Schertestanlage vorbereitet und weiterentwickelt, angelehnt an die Shear-Test-Methodik gemäß MIL-STD-883 sowie an JEDEC JEP167 „Characterization of Interfacial Adhesion in Semiconductor Packages“.

*Abbildung 1: Dage 4000 Shear-/Bondtester*

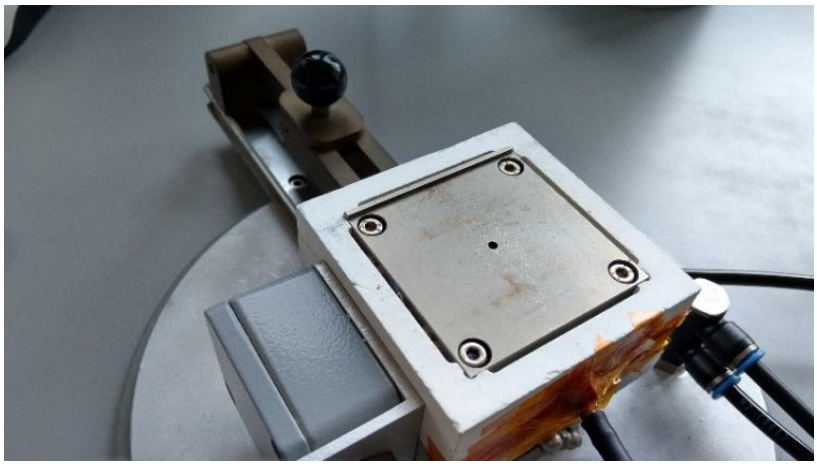


*Abbildung 2: Probentisch mit Heizfunktion*

In Abstimmung mit den Projektpartnern wurde auf einen standardisierten Shore-D-Härtetest nach DIN ISO 868 umgestellt. Ziel war eine robuste, normbasierte und reproduzierbare Kenngröße, die als mechanisches Screening in der Materialentwicklung dient.

## 2.2 Probengeometrie und -herstellung:

Für die Shore-D-Messungen wurden Würfelproben in definierter Geometrie eingesetzt. Am IZM wurden Formen für 4×4×4 $mm^3$ aus Glas gefertigt und an den Partner MRT übergeben, der darauf basierend mittels PDMS-Stempel die Proben herstellte. Damit wurde eine konsistente Probenkette etabliert (Form aus Glas → PDMS-Stempel → Würfel → Messung).

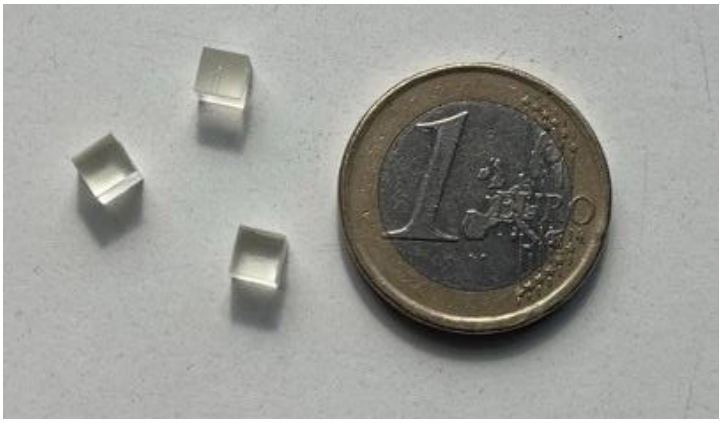


*Abbildung 3:Würfeln 4x4x4 mm³ die zu den Messungen benutzt waren*

## 2.3 Kalibrierung, Messroutinen und Auswertung:

Zunächst wird das Messgerät mithilfe eines zertifizierten Testblocks kalibriert und anschließend mittels eines Gummischlauchs mit bekanntem Shore-D-Wert verifiziert. Die Shore-D-Messungen erfolgten standardkonform; pro Würfel wurden fünf Messpunkte (verschiedene Facetten) erfasst. Es wurden zwei Serien durchgeführt:

- Serie 1: 8 Proben × 5 Messpunkte = 40 Einzelmessungen
- Serie 2: 3 Proben × 5 Messpunkte = 15 Einzelmessungen

Gesamtumfang: 11 Proben, 55 Messwerte. Die Datenauswertung (Mittelwerte/Standardabweichungen) erfolgte gemäß DIN ISO 868.

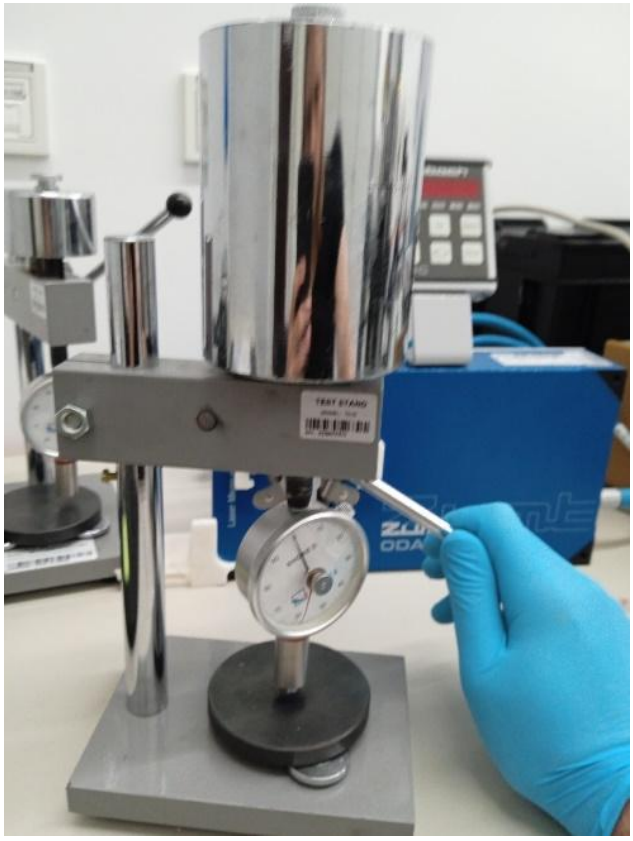


*Abbildung 4: Shore-D-Messaufbau*

## 2.4 Ergebnisse und Bewertung:

Die Messungen zeigten reproduzierbare Shore-D-Werte je Material/Charge und bestätigten die Eignung der Methode als schnelles, robustes Screening im Entwicklungsprozess. Der Methodenwechsel (Scherhaftung → Shore-D) war technisch begründet und steigerte die Aussagekraft bei vertretbarem Aufwand.

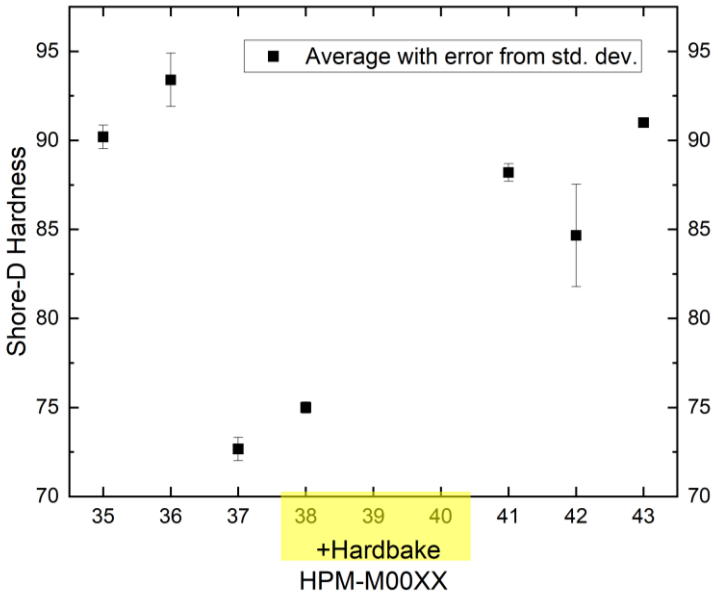



*Abbildung 5: Messergebnisse der Serie 1*

## 2.5 Fazit:

Die mechanische Charakterisierung wurde erfolgreich über einen standardisierten Shore-D realisiert. Die Prüfkette (Formen → Proben → Messung) ist qualifiziert; die Ergebnisse sind reproduzierbar und für die Materialsichtung geeignet.

# Arbeitspaket 3: Entwicklung eines automatisierten Schrumpfungsmessplatzes

## 3.1 Ausgangsanforderungen und Zielsetzung:

Ziel war ein automatisierter Messplatz zur präzisen, reproduzierbaren Bestimmung der Polymerisationsschrumpfung von Hybridpolymeren unter definierten Aushärtungsparametern. Anforderungen: homogene UV-Dosis, stabile Mechanik/Optik, hochauflösende Wegmessung, automatisierte Abläufe, konsistente Probenbedingungen (Dosierung/Geometrie). Optional im Antrag: sauerstofffreier Betrieb und lokale Erwärmung.

## 3.2 Redesign Mechanik/Optik:

Der Messplatz wurde grundlegend neu konstruiert. Die UV-Lichtquelle wurde von der Ober- auf die Unterseite der Probe verlagert (Bottom-Up), um eine homogene und hohe Bestrahlungsstärke (Irradianz) sicherzustellen. Die bisherige Metallfeder wurde durch eine dünne Glasfeder (BF33, 500 µm) ersetzt. Hintergrund: Die Metallfeder zeigt eine hohe thermische Ausdehnung und neigt bei zyklischer Belastung zu bleibender Verformung, wodurch die Federkonstante driftet und Messwerte instabil werden. Die Glasfeder verbessert Linearität, Driftverhalten und Wiederholgenauigkeit signifikant. Ergänzt wurden Kameras und Beleuchtung zur Prozessbeobachtung.

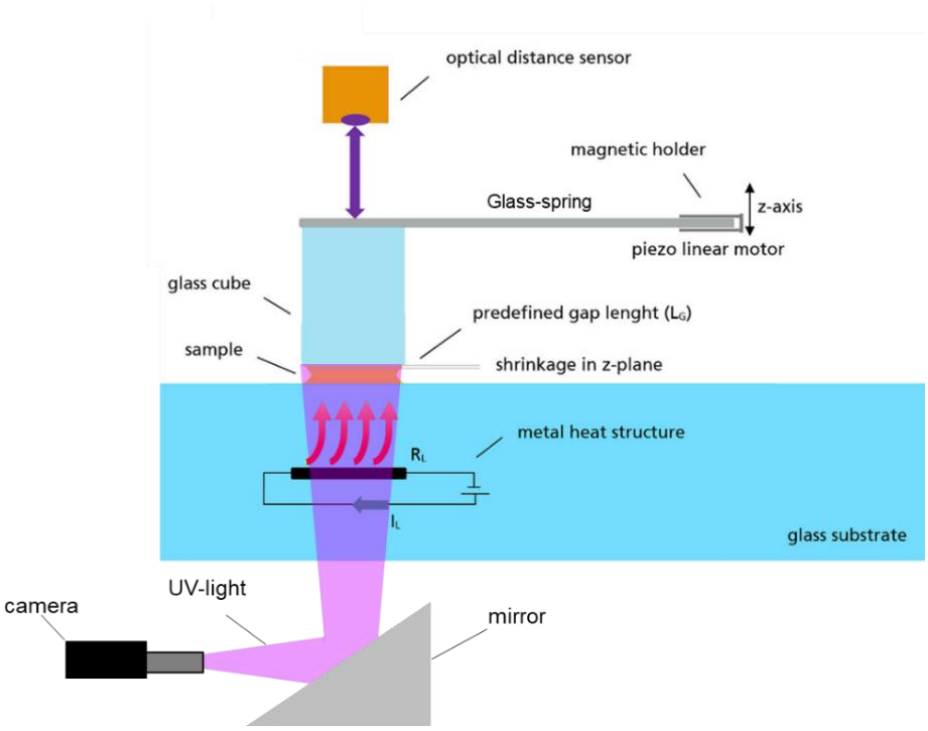



*Abbildung 6: Schematische Abbildung des Messprinzips*

## 3.3 Sensorik, Dosierung und Verifikation:

Zur Verifikation der Wegmessgenauigkeit wurde ein zusätzlicher Abstandssensor testweise integriert; der vorhandene Sensor zeigte eine hohe Präzision und Stabilität. Ein Dispenser wurde eingeführt, um Probengrößen und -dicken zu standardisieren und Streuung zu reduzieren. Damit wurde die Vergleichbarkeit zwischen Materialien und Messreihen erhöht.

## 3.4 Software/Automatisierung und Bedienkonzept:

Die Steuer- und Auswertesoftware wurde erweitert und weitgehend automatisiert (Ablaufsteuerung, Datenerfassung, Plausibilitätsprüfungen). Der Messdurchsatz steigerte sich deutlich; Bedienerabhängigkeiten wurden minimiert. Messkurven stehen unmittelbar für die Auswertung bereit; der Export in Standardformate ist vorgesehen.

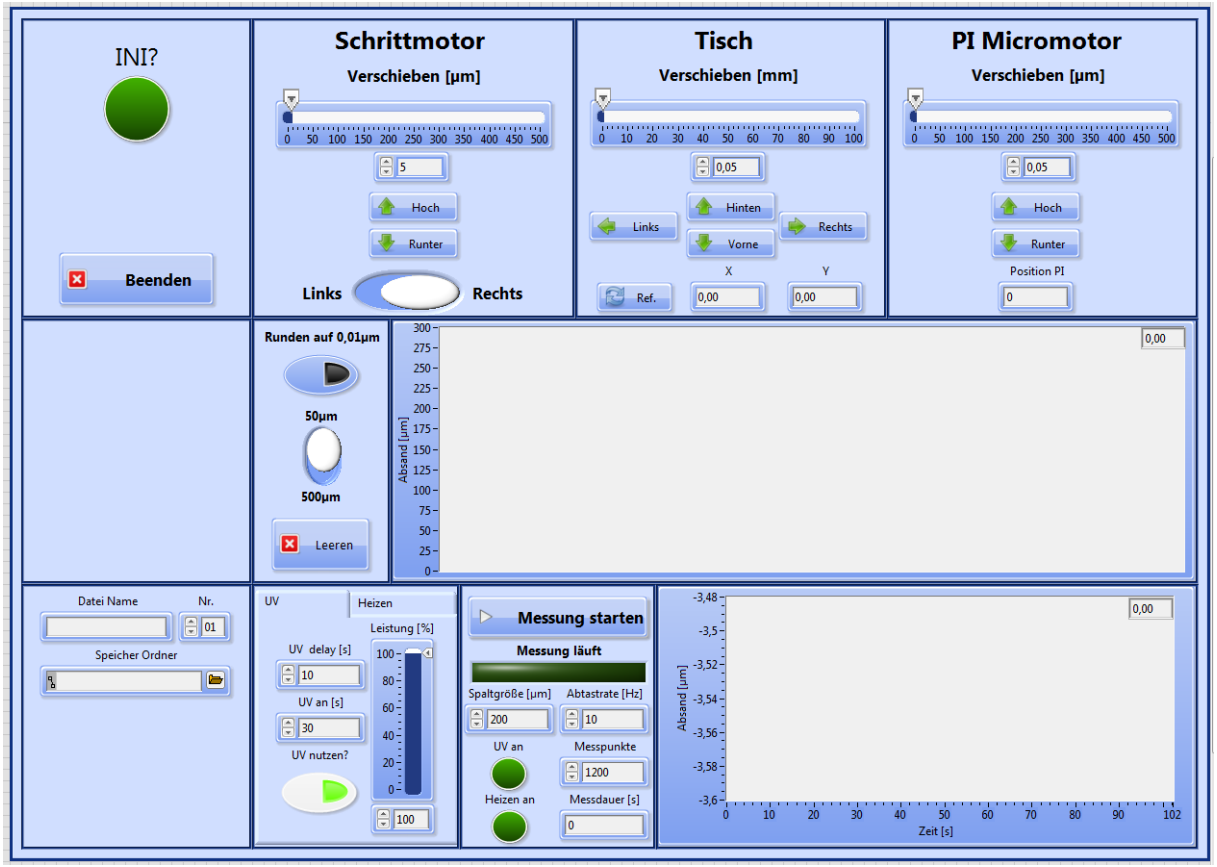



*Abbildung 7: Software GUI – automatisierte Messsequenz*

## 3.5 Temperaturführung und Randbedingungen:

Die lokale Temperaturführung (Heizplatte/Regelung) wurde erfolgreich in Betrieb genommen und auf Stabilität getestet. Der sauerstofffreie Betrieb wurde nach Konsortialabstimmung nicht umgesetzt (für die adressierten Materialien/Aushärtungsparameter nicht erforderlich); der Fokus lag auf Homogenität, Sensitivität und Reproduzierbarkeit. Für die Temperaturführung wurde die Probenplattform (Glasplatte) neu gefertigt: Ein Viertelformat-Glas (227 mm × 303 mm) wurde mit Kupfer besputtert, fotolithografisch zu einer Heizspirale strukturiert und anschließend auf die gewünschte Größe vereinzelt. Die Heizspiralen wurden mit einem Netzteil betrieben; die Temperatur wurde mithilfe eines Temperatursensors bei definierten Strömen erfasst und charakterisiert.

*Abbildung 8: Gläser nach dem Schneiden – bereit zur Nutzung als Probenplattform mit Heizfunktion*

Die Heizspirale wurden dann mit einem Netzteil verbunden und die Temperatur, mithilfe von Temperatursensor, bei den jeweiligen Strom gemessen.

*Abbildung 9: Einzelnes Glas mit Heizfunktion (Heizspirale)*

## 3.6 Validierung und Messergebnisse:

Zur Validierung wurden nach Fertigstellung der konstruktiven Komponenten in der Werkstatt und Lieferung der Zukaufteile erneute Messungen an einer bereits mehrfach im alten Setup vermessenen Referenzprobe durchgeführt. Der Rückvergleich zeigte sehr ähnliche, jedoch deutlich stabilere Verläufe; damit sind Performance und Validität des neuen Messplatzes nachgewiesen.

Insgesamt wurden 38 Hybridpolymer-Formulierungen des Partners MRT vermessen (jeweils mehr als 4 Wiederholungen). Die Messergebnisse mit dem neuen Setup zeigen stabile, reproduzierbare Verläufe mit geringen Messfehlern und stimmen gut mit den von MRT theoretisch berechneten Schrumpfwerten überein.

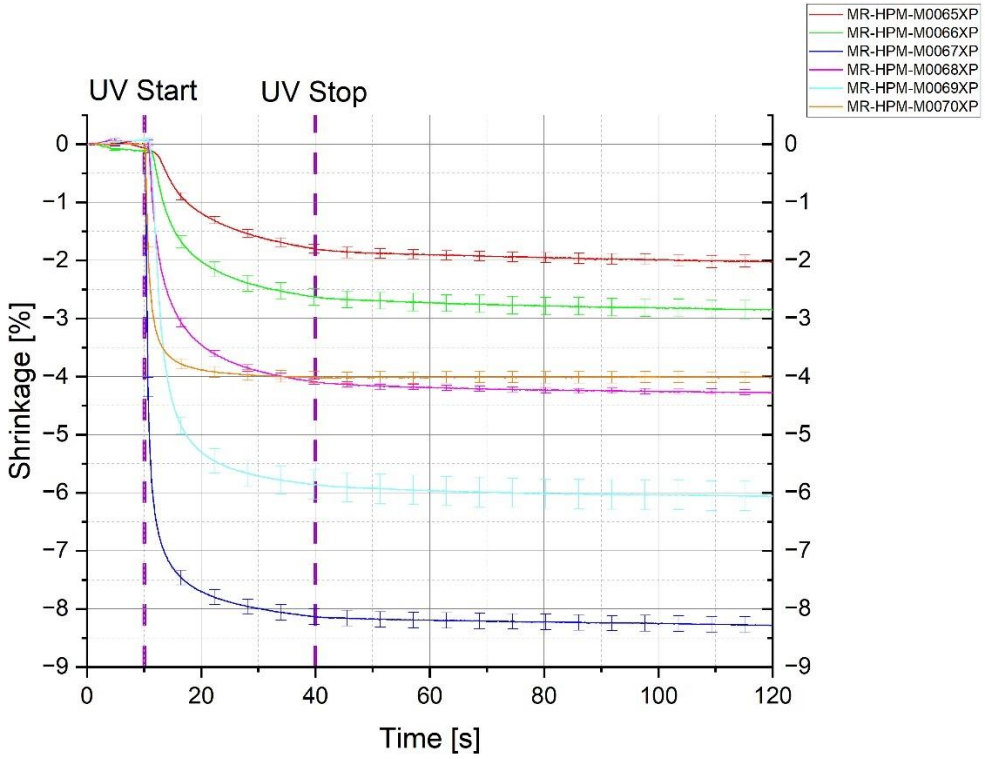



*Abbildung 10: Teil der Schrumpfungsverläufe über die Zeit*

### 3.7 Fazit:

Der automatisierte Schrumpfungsmessplatz wurde erfolgreich realisiert und validiert. Bottom-Up-Belichtung, Glasfeder, verifizierte Sensorik, definierte Dosierung und Automatisierung resultieren in hoher Messstabilität und -effizienz.

# Arbeitspaket 5: Zuverlässigkeit, CTE und Lichtstabilität

## 5.1 Aufbau einer Blaulichtprüfumgebung mit Temperaturführung:

Eine Blaulichtkammer mit integrierter Heizplatte wurde aufgebaut und in Betrieb genommen, um kombinierte photonische/thermische Belastungen abzubilden. Der Partner SMO stellte ergänzend eine Weißlichtquelle bereit, die realitätsnahe Spektralbedingungen für Vergilbungsbewertungen ermöglicht. Die Homogenität der Bestrahlung und die Temperaturführung wurden qualifiziert.

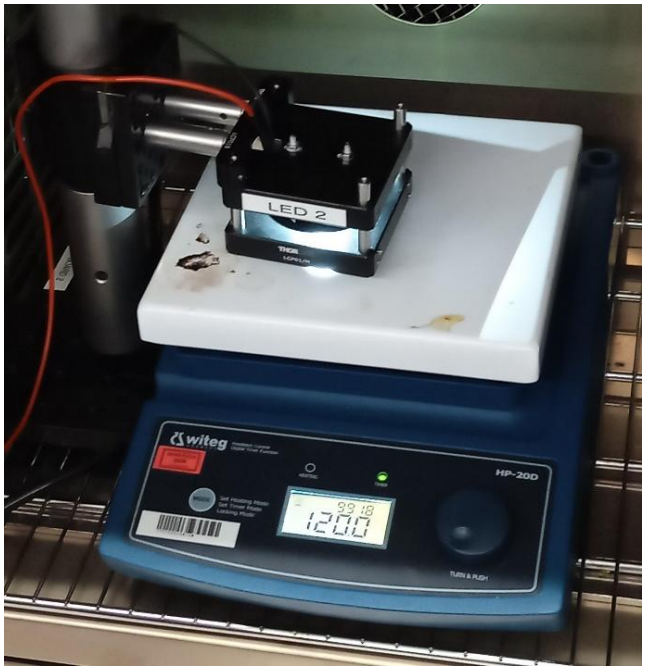



*Abbildung 11: Blaulichtkammer – Aufbau, Lichtquelle, Heizplatte, Probenaufnahme*

## 5.2 CTE-Bestimmung (ASTM E831/TMA):

Für den thermischen Ausdehnungskoeffizienten (CTE) wurde die Thermo-Mechanical Analysis (TMA) nach ASTM E831 etabliert. Probenwürfel wurden analog zur Geometrie der Shore-D-Messungen hergestellt und im IZM vermessen.

*Abbildung 12: Thermo-Mechanical Analysis (TMA) Aufbau*

## 5.3 Thermische/Umwelt-/UV-Profile:

Testprofile (125 °C, −40 °C, 85 °C/85 % rF, UV 300–385 nm) wurden vollständig vorbereitet. Es wurden dort keine Tests durchgeführt, da im Projekt entschieden wurde, den Schwerpunkt auf zusätzliche Schrumpfungs- und CTE-Messungen zu legen, die für die Entwicklung geeigneter Hybridpolymer-Zusammensetzungen relevanter sind.

## 5.4 Blaulicht-Vergilbung und UV/VIS-Auswertung:

Es wurden MRT-Materialproben in der Blaulichtkammer über definierte Zeiträume exponiert. UV/VIS-Spektren und Kennwerte (z. B. Yellowness Index) wurden ausgewertet. Die Proben

wurden auf 120 °C aufgeheizt und mit Weißlicht bestrahlt. Der gesamte Aufbau befindet sich in einer Kammer, sodass Temperatur und Beleuchtung konstant bleiben. Es wurden jeweils drei Proben gleichzeitig auf der Heizplatte positioniert und an identischen Positionen belichtet; der Probenwechsel erfolgte wöchentlich.

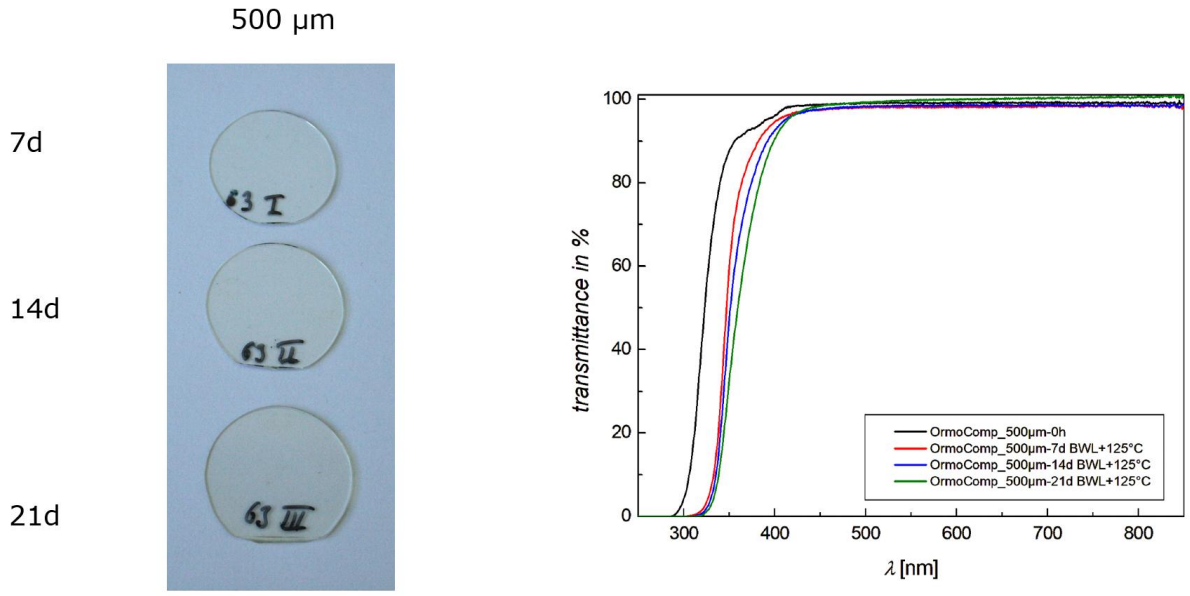



*Abbildung 13: UV-Vis Spektren der Probe M0063 (OrmoComp) nach dem Kammertest*

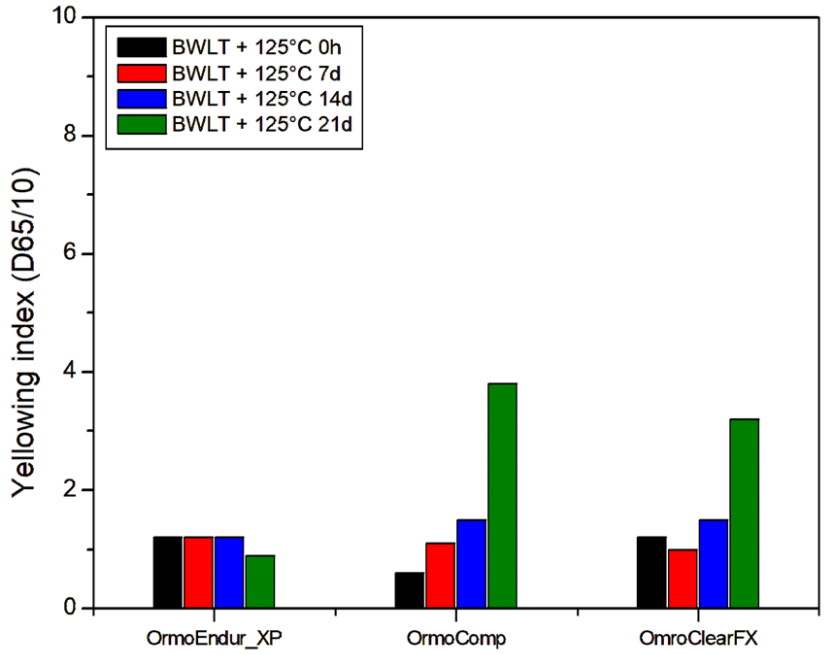



*Abbildung 14: Yallowing-Index - Ergebnisse der getesteten Proben*

## 5.5 Fazit:

Die Prüfumgebungen (Blaulicht/Weißlicht + Temperatur) wurden neu aufgebaut. CTE-Werte wurden mit Thermo-Mechanical Analysis (TMA) ermittelt. Blaulicht-Vergilbungsmessungen mit MRT-Proben wurden durchgeführt.

## Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Projektarbeiten

- WP2: Methodenwechsel Scherhaftung → Shore-D technisch begründet; normiert, schnell, reproduzierbar; Ziel „mechanische Charakterisierung“ effizient erreicht.
- WP3: Redesign (Bottom-Up), Glasfeder, Sensorik-Verifikation, definierte Dosierung und Automatisierung waren entscheidend für Sensitivität/Reproduzierbarkeit.
- WP5: Eigene Blaulicht-/Weißlicht-Prüfumgebung mit Temperaturführung notwendig; CTE essenziell für thermomechanische Bewertung; Ersatzmessungen mit MRT-Proben sinnvoll zur Nutzung/Kalibrierung.

## Voraussichtlicher Nutzen

- Die etablierten Messketten (Shore-D, Schrumpfung, CTE, Blaulicht/Weißlicht) sind unmittelbar in Entwicklung, Qualitätssicherung und Dienstleistungsangebote überführbar.
- Testnahe Vergilbungsprüfungen unterstützen Materialauswahl und Bauteildesign in Automotive-Kamera/Mikrooptik/Sensorik.
- SOPs/Standardisierung: Prüfprotokolle für Schrumpfung und Probenalterung; Einbringung in Arbeitskreise geplant.

## Während der Durchführung bekannt gewordener Fortschritt bei anderen Stellen

- Schrumpfungsmessung: verstärkte Nutzung automatisierter optischer Wegmessung mit definierter Dosierung; Validierungsstrategien (Theorieabgleich) verbreiten sich.
- Lichtstabilität: Blaulicht-/Weißlicht-Alterung mit temperaturgeführter Dosissteuerung etabliert; YI/ΔE als Standardmetriken.
- Thermomechanik: ASTM-konforme TMA (CTE) als Standard für optische Polymere in optischen Systemen.