

M. Mennig, Th. Koch, R.-P. Winkler, H. Schmidt

Institut für Neue Materialien, Saarbrücken

EINLEITUNG

In der Aufbau- und Verbindungstechnik integriert optischer Bauteile werden häufig photochemisch aushärtbare Klebstoffe eingesetzt, da bei diesen die Aushärtung sehr rasch erfolgt und somit eine schnelle Fixierung der gefügten Bauteile möglich ist [1,2]. Dadurch können die Kosten der höchst aufwendigen Füge-technik gesenkt werden.

Die verwendeten Klebstoffe, meist Acryl- und Epoxidharze, werden bislang nach dem „trial-and-error“-Verfahren aus der Produktpalette kommerziell erhältlicher Klebstoffe ausgewählt, da eine spezifische Produktentwicklung für die meisten kleineren und mittleren Unternehmen zu aufwendig wäre.

Oberste Anforderung an die zu entwickelnden Klebstoffe ist aus Kostengründen die photochemische Aushärtbarkeit. Bereits nach wenigen Minuten UV-Bestrahlung muß die Verbindung eine Festigkeit erreichen, die eine Verschiebung der Fügepartner gegeneinander ausschließt. Eine Dejustage während oder unmittelbar nach der Aushärtung würde zu einer irreversiblen Dämpfungszunahme an der Koppelstelle führen und das Bauteil unbrauchbar machen. Stärkere Veränderungen in der Klebstoffschicht während des Gebrauchs, z. B. durch thermische Ausdehnung oder chemische Reaktionen, würden ebenfalls zu Veränderungen in der Dämpfung führen. Die ausgehärteten Klebstoffe sollten daher einen möglichst niedrigen thermischen Ausdehnungskoeffizienten und eine gute Chemikalienbeständigkeit aufweisen. Der Brechungsindex sollte möglichst gut an den der Fügepartner angepaßt sein ($< 1,5$ für die Faser-Chip-Kopplung). Bei den für optische Übertragungen wichtigen Wellenlängen (800, 1300, 1550 nm) müssen die Klebstoffe eine hohe optische Transparenz aufweisen.

Im Rahmen der Untersuchungen wurden zwei Ansätze verfolgt: Durch das Einbringen von geeigneten Füllstoffen in einen Epoxidharzklebstoff sollten die Eigenschaften der reinen Matrix verbessert werden [3,4]. Außerdem wurde ein neues photochemisch aushärtbares Matrixsystem auf Basis von 3-Glycidyoxypropyltrimethoxysilan (GPTS) entwickelt.

Da sich der Klebstoff im Strahlengang befindet, darf der darin enthaltene Füllstoff Licht der verwendeten Wellenlängen weder nennenswert streuen noch reflektieren. Da die Streuung umgekehrt proportional zur vierten Potenz der Wellenlänge λ und proportional zur dritten Potenz des Teilchenradius R ist, müssen bei einer vorgegebenen Wellenlänge möglichst kleine Füllstoffpartikel (Partikelgrößen im Nanometerbereich) gewählt werden, um die Streuverluste minimal zu halten.

EXPERIMENTELLES

Zum Einbringen nanoskaliger Partikel in den Epoxidharzklebstoff wurde ein alkoholisches Kieselöl (30 Gew.-% SiO_2 in Isopropanol, mittlerer Partikeldurchmesser ca. 10 nm) eingerührt und anschließend das Lösungsmittel abgezogen. Durch eine Modifizierung der Partikeloberfläche durch Tetrahexylammoniumhydroxid (THAH) wurde der durch die Partikel bedingte Viskositätsanstieg drastisch verringert. So betrug die Viskosität einer mit 20 Gew.-% oberflächenmodifiziertem SiO_2 gefüllten Probe direkt nach Herstellung 1200 mPa·s und stieg nach 1 Woche Lagerung auf 2100 mPa·s an (ohne Oberflächenmodifizierung härtete der Klebstoff praktisch während der Herstellung aus). Klebstoffe mit Viskositäten in diesem Bereich können mit Dispensern verarbeitet werden und gelangen in einen für die Anwendung typischen Klebspalt von 5 μm .

ERGEBNIS

Der thermische Ausdehnungskoeffizient des Epoxidharzklebstoffes konnte durch das Einbringen der nanoskaligen SiO_2 -Partikel von ca. $70 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ (ungefülltes System) auf ca. $57 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ (20 Gew.-% SiO_2 , Bild 1) gesenkt werden. Der Volumenschrumpf bei der Aushärtung wurde durch die SiO_2 -Partikel von ca. 5 % auf ca. 3,6 % reduziert. Durch einen Projektpartner wurden Messungen der optischen Dämpfung unter realen Bedingungen durchgeführt. Dazu wurden 1 x 8-Verzweiger-Chips mit ungefülltem und mit dem gefülltem Epoxidharzklebstoff verklebt und die Dämpfungen der einzelnen Arme in einem Klimaschrank in Abhängigkeit der Zeit registriert. Dabei zeigte der gefüllte Klebstoff eine geringere Drift als der ungefüllte.

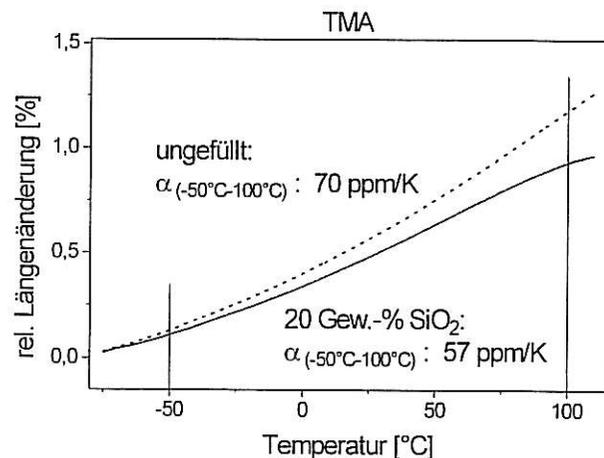


Bild 1: rel. Längenänderung von ungefülltem bzw. mit 20 Gew.-% gefülltem Klebstoff als Funktion der Temperatur

Bei den Klebstoffsystemen auf der Basis von 3-Glycidyoxypropyltrimethoxysilan (GPTS) wurden vor allem die photochemische Aushärtung und die Möglichkeiten einer Brechwertanpassung unter Beibehaltung der mechanischen und optischen Eigenschaften untersucht.

Zur Untersuchung der Endhärte wurden mit einem registrierenden Mikrohärtemeßgerät Messungen sofort nach dem Aushärten sowie 24 Stunden später durchgeführt. Die Klebstoffe auf GPTS-Basis erreichen die Endhärte sofort nach dem Aushärten, während sie bei einem Epoxidharzklebstoff erst durch die Nachhärtung nach der Bestrahlung erreicht wird (Bild 2). Untersuchungen eines Projektpartners zur Klebfestigkeit von Stirnflächenverklebungen von Kieselglasfasern mit Brechzahlgradientenglas (BGG 31, Schott) führten zu ähnlichen Ergebnissen. Es zeigte sich, daß die GPTS-basierten Verklebungen direkt nach der UV-Bestrahlung bereits etwa 65 % der Endfestigkeit erreicht haben, die epoxidharzbasierten nur etwa 15 %.

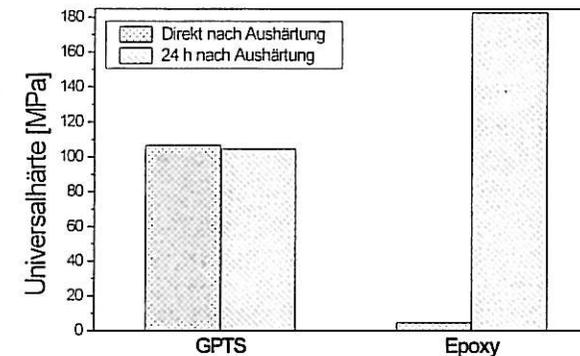


Bild 2: Universalhärte eines GPTS-basierten Klebstoffs und eines epoxidharzbasierten Klebstoffs, direkt und 24 Stunden nach der photochemischen Aushärtung.

Durch die Variation des Brechwertes kann der Klebstoff an unterschiedliche Fügepartner angepaßt werden. Beim ausgehärteten mit 35 Gew.-% SiO_2 -Teilchen gefüllten Epoxidharzkompositklebstoff wurde der Brechungsindex bei einer Wellenlänge von 623 nm um 0,019 auf etwa 1,507 gegenüber dem ausgehärteten ungefüllten (1,526) gesenkt (Bild 3). Gerade die GPTS-basierten Klebstoffe bieten hier interessante Ansatzpunkte. Der Brechungsindex kann hier nicht nur durch die Beimengung niedrigbrechender bzw. hochbrechender Verbindungen zum fertigen Produkt, sondern auch durch Kokondensation von verschiedenen Silanen (z. B. Fluorsilane, Alkylsilane, Phenylsilane) erfolgen, die hierdurch kovalent in die Klebstoffmatrix eingebunden werden.

Der Brechungsindex GPTS-basierter Klebstoffe wurde durch Beimengen von niedrigbrechenden bzw. hochbrechenden Verbindungen zum Endprodukt, sowie durch Kokondensation von niedrigbrechenden bzw. hochbrechenden Produkten mit GPTS im Bereich von 1,477 bis 1,546 (flüssig) bzw. im Bereich von 1,495 bis 1,558 (fest) variiert.

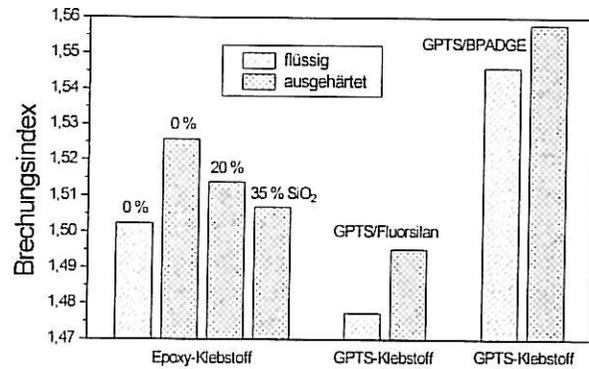


Bild 3: Brechungsindizes bei einer Wellenlänge von 623 nm von Epoxidharzklebstoff mit unterschiedlichen SiO_2 -Gehalten in Gew.-% (links), eines GPTS-basierten Klebstoffs (mitte) und eines GPTS-basierten Klebstoffs (rechts).

Durch Füllen mit nanoskaligen anorganischen Partikeln wurden sowohl der Schrumpf bei der Aushärtung als auch die thermische Ausdehnung verringert. Die Verarbeitungseigenschaften und vor allem die optischen Eigenschaften des ungefüllten Klebstoffs wurden dabei nicht wesentlich verschlechtert. Im Falle der GPTS-basierten Klebstoffe wurde darüber hinaus das Potential hinsichtlich der schnellen Aushärtung und der Variationsmöglichkeit bei der Brechzahl aufgezeigt.

ACKNOWLEDGEMENT

Die Autoren danken dem BMBF für die finanzielle Unterstützung im Rahmen des Projekts „Aufbau- und Verbindungstechnik für faser- und integriert-optische Sensoren - Projektphase II (AVT-FIOS II)“. Hier wurden in Zusammenarbeit mit anderen Instituten und kleinen und mittelständischen Unternehmen sowohl die Eigenschaften vorhandener Klebstoffe verbessert, als auch neue Klebstoffsysteme entwickelt.

- [1] Regener, R.
Fachausschußbericht Nr. 74 der DGG, „Integrierte Optik“
Hrsg. R.Th. Kersten, Frankfurt, 1992
- [2] Hinterwaldner, R.
„Strahlenhärtbare Klebstoffe“
Coating 1, 1989, S. 14-19; Coating 5, 1989, S. 159-163
- [3] Habenicht, G.
Kleben
Springer-Verlag; Berlin Heidelberg New York, 1986
- [4] Holliday, L.; Robinson, J.
Review: The thermal expansion of composites based on polymers
Journal of Materials Science 8 (1973) pp. 301-311