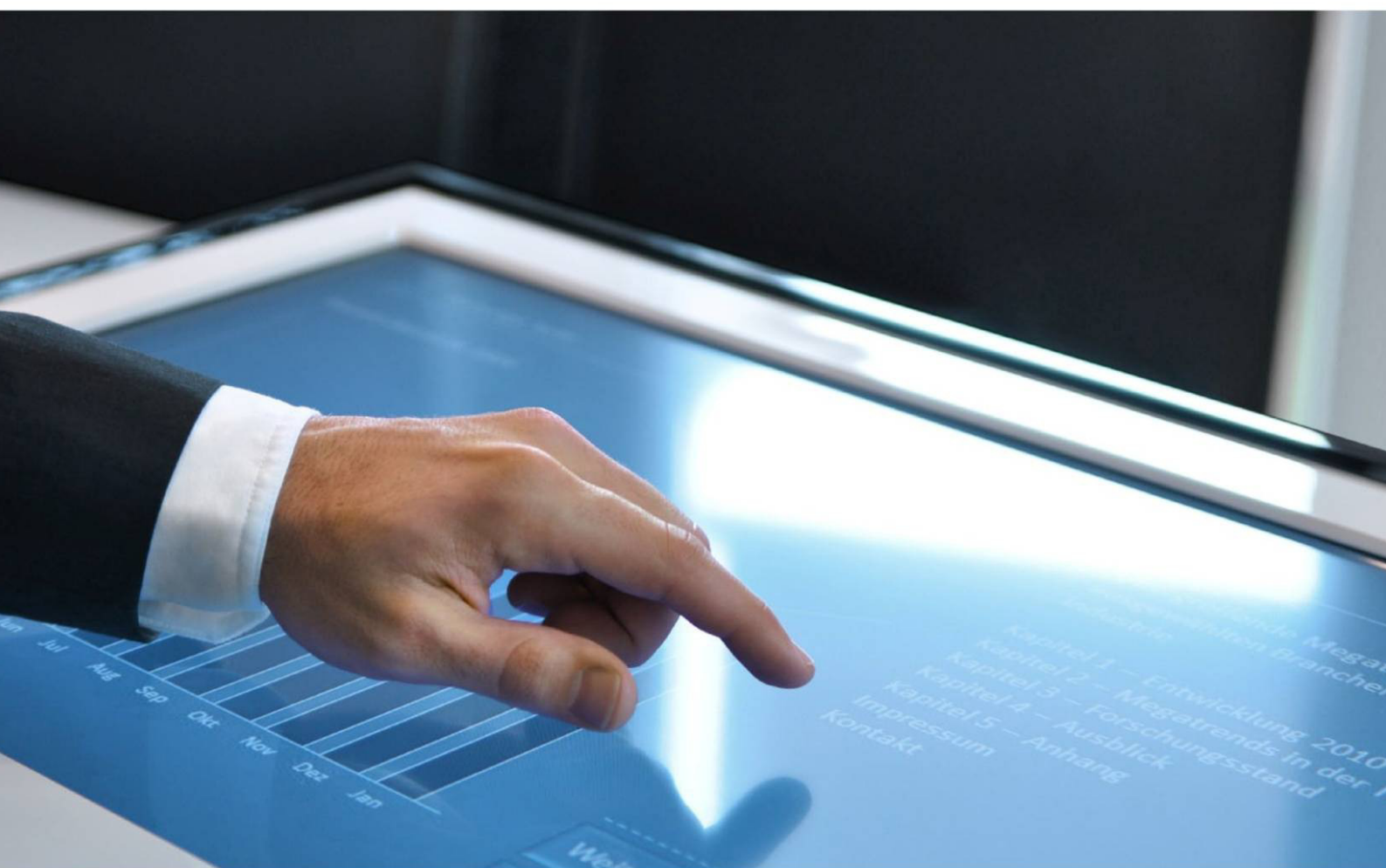




Forschungsbericht

Digitaler Druck resistiver Sensorstrukturen aus Nanodispersionen

Stand: Oktober 2015

www.baymevbm.de/digitaldruck-sensorik

Vorwort

Neue Anwendungsmöglichkeiten in der Elektronik durch Digitaldruck

Klassische Drucktechniken werden bereits intensiv in der Elektronikproduktion eingesetzt. Sie verhelfen nicht nur zu einer einfacheren Herstellung und Reduzierung der Herstellungskosten, sondern auch zur Ausstattung von Produkten mit neuartigen Funktionalitäten und erschließen damit weitreichende Anwendungsgebiete.

Ein neuer, sich in Markt und Forschung schnell entwickelnder Bereich ist der digitale Druck von Elektronik. Insbesondere der Inkjet-Druck stellt hier ein Verfahren mit großem Potenzial dar, das durch die permanente Weiterentwicklung der Drucktechnologie – und speziell der verfügbaren Tinten – die flexible Produktion von elektronischen Strukturen und deren Integration in konkrete Anwendungen ermöglicht.

Vor diesem Hintergrund haben bayme vbm Mitgliedsunternehmen zusammen mit Wissenschaftlern der Technischen Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm am konkreten Beispiel von Elementarsensoren deren Herstellung über digitale Drucktechniken erforscht. Der vorliegende Forschungsbericht zeigt auf, dass Dehnungsmessstreifen und Temperatursensoren unter Nutzung von Nanopartikeltinten erfolgreich hergestellt werden können. Wichtige Erkenntnisse zu den Prozessparametern, zur Sensor-Charakteristik und deren technisch-wirtschaftlichen Umsetzung vervollständigen den Bericht.

Die Ergebnisse der Studie stellen wir unseren Mitgliedsunternehmen mit vorliegendem Bericht exklusiv zur Verfügung. Hersteller von Sensorik und entsprechenden elektronischen Komponenten erhalten wertvolle Hinweise für die flexible Digitalisierung der Produktionsprozesse – aber auch Anwender können erfahren, wie sie intelligente Sensorik in eigene Produkte integrieren und so ihre internationale Wettbewerbsfähigkeit erhalten und steigern können.

Bertram Brossardt
12. Oktober 2015

Geleitwort

Hintergründe zum Forschungsprojekt

Sensoren, die Dehnungen und Temperatur ermitteln können, sind längst fester Bestandteil der Technik und im täglichen Leben nicht mehr wegzudenken. Die Herstellung solcher Sensoren erfolgt heute überwiegend durch mikrosystemtechnische Verfahren und Prozesse auf Grundlage der Silizium-Halbleitertechnik, teilweise ergänzt um mikro-mechanische Verfahren. Solche Verfahren sind produktionstechnisch aufwendig und dadurch teuer sowie unflexibel.

Durch den Einsatz von digitalen Fertigungsverfahren, wie z. B. dem Inkjet-Druck, können Dehnungs- und Temperatur-Messwertaufnehmer für Sensorsysteme flexibel und kostengünstig mit Hilfe von nanoskaligen Werkstoffen hergestellt werden. Allerdings sind solche maskenlosen Fertigungsverfahren noch am Anfang der Kommerzialisierung. Die Gründe hierfür sind die noch fehlenden Erfahrungswerte bei der Herstellung der Messwertaufnehmer, den Wechselwirkungen der eingesetzten Materialien und Produktionsparameter und dem noch zu ermittelnden Langzeitverhalten der Messwertaufnehmer unter definierten Einsatzbedingungen.

Mittels dieses Projektes soll der Inkjet-Druck als Fertigungsverfahren für Dehnungs- und Temperatursensoren auf Basis resistiver Messprinzipien weiterentwickelt werden. Die resultierenden Sensoren sollen in Hinblick auf ihre Zuverlässigkeit und ihr Langzeitverhalten untersucht werden. Es werden die Inkjet-Druckprozesse erarbeitet und geeignete Tintenmaterialsysteme für die prototypische Realisierung resistiver Sensorstrukturen auf isolierenden Trägerwerkstoffen zur Erfassung von Lastzuständen, Verformungen oder auch Temperaturen untersucht, um damit die Grundlagen für eine zukünftige direkte Sensorintegration auf Bauteilen zu schaffen.

Die Anwendungen, die zusammen mit den beteiligten Industriepartnern ausgewählt werden, erfordern unter anderem den Einsatz polymerer Substrate für die gedruckten Sensoren, die Entwicklung und Bewertung angepasster Temperprozesse für resistive Sensoren auf thermisch gering beständigen Substraten, die umfassende Charakterisierung der gedruckten Elementarsensoren sowie die Qualifizierung des Langzeitverhaltens der Sensoren.

Das Projekt soll am Ende außerdem eine technisch-wirtschaftliche Bewertung des neuen Ansatzes erbringen und so den beteiligten Firmen und den Mitgliedern von bayme vbm eine Handlungsrichtlinie für die Nutzung dieser neuen Technologie liefern.

Inhalt

1	Einleitung und Problemstellung	1
2	Stand der Technik.....	3
2.1	Sensoren	3
2.1.1	Dehnungsmessstreifen	3
2.1.2	Temperatursensoren.....	7
2.2	Inkjet-Drucktechnologien.....	8
3	Vorgehensweise und Ziele	13
3.1	Industriepartner im Projekt	15
3.1.1	WIKA Alexander Wiegand SE & Co. KG, Klingenberg (WIKA)	15
3.1.2	Kaufbeurer Mikrosysteme Wiedemann GmbH, Kaufbeuren (KMW)	15
3.1.3	Conti Temic microelectronic GmbH, Nürnberg (Conti)	16
3.1.4	Frenzelit Werke GmbH, Bad Berneck (Frenzelit)	16
4	Anforderungsdefinition	19
4.1	Anforderungen an gedruckte Dehnungssensoren	19
4.1.1	Sensordesign.....	19
4.1.2	Einsatzbereich / Testbedingungen	19
4.2	Anforderungen an gedruckte Widerstandsthermometer	19
4.2.1	Sensordesign.....	19
4.2.2	Einsatzbereiche / Testbedingungen	20
4.3	Substratmaterialien für Sensoren.....	20
4.4	Beurteilungskriterien für gedruckte Sensoren.....	20
5	Werkstoffe, Anlagen und Charakterisierungsmethoden.....	21
5.1	Basismaterialien	21
5.2	Druckmaterialien (Tinten, Pasten).....	22
5.3	Konzepte und Layouts	23
5.3.1	Druckstrukturen zur Bewertung der Verarbeitbarkeit.....	23
5.3.2	Dehnungsmessstreifen	25
5.3.3	Thermosensoren.....	25
5.4	Eingesetzte Prozesstechnologien	27
5.5	Charakterisierungsmethoden	28

5.5.1	Vermessung der Leiterzuggeometrie	29
5.5.2	Messung des elektrischen Widerstands bzw. der elektrischen Leitfähigkeit	29
5.5.3	Vermessung der Schichtdicke.....	30
5.5.4	Bewertung der Haftfestigkeit gedruckter Schichten	31
5.5.5	Zugversuche zur DMS-Charakterisierung	32
5.5.6	Charakterisierung der thermoresistiven Eigenschaften der gedruckten Strukturen	37
5.5.7	Untersuchung des Langzeitverhaltens gedruckter Sensorstrukturen.....	37
6	Untersuchungsergebnisse	39
6.1	Voruntersuchungen zur Ermittlung der optimalen Druckparameter	39
6.1.1	Parametrierung des Drucksystems – Waveform	39
6.1.2	Ermittlung optimaler Verdichtungsparameter	41
6.1.3	Oberflächeneigenschaften der Substrate	47
6.2	Ergebnisse zu gedruckten Silberschichten.....	49
6.2.1	Druckparameter	49
6.2.2	Geometrische Charakterisierung.....	50
6.2.3	Elektrische Eigenschaften.....	51
6.2.4	Haftfestigkeit gedruckter Silberschichten	52
6.3	Charakterisierung gedruckter Dehnungsmessstreifen	53
6.3.1	Bestimmung der elektrischen und geometrischen Eigenschaften von gedruckten prototypischen DMS-Strukturen.....	53
6.3.2	Bestimmung des Temperaturkoeffizienten des elektrischen Widerstands ...	55
6.3.3	Bestimmung des K-Faktors.....	57
6.4	Ergebnisse zu gedruckten Thermosensoren	61
6.5	Langzeitverhalten gedruckter Ag-Schichten und Sensorstrukturen	65
6.5.1	Verhalten nach Hochtemperatur-, Temperaturwechselbelastung und Lagerung in feuchter Wärme.....	66
6.5.2	Charakterisierung gedruckter DMS-Langzeitverhalten nach zyklischer mechanischer Wechselbelastung.....	77
6.6	Vorläufige Wirtschaftlichkeitsbetrachtung.....	78
6.7	Zusammenfassung der Ergebnisse.....	79
7	Demonstratoren	83
7.1	Inkjet-gedruckter Drucksensor	83
7.2	Drucktechnisch hergestellter Thermosensor	86
8	Zusammenfassung und Ausblick	91

Literaturverzeichnis.....	92
Abbildungsverzeichnis	95
Tabellenverzeichnis	98
Autoren	99
Ansprechpartner	101
Impressum.....	103

1 Einleitung und Problemstellung

Steigender Kostendruck beim Einsatz dezentraler Elektronik erfordert innovative, flexible Ansätze für die Fertigung von Sensoren.

Die Herstellung von Sensoren erfolgt heute überwiegend durch mikrosystemtechnische Verfahren und Prozesse, teilweise ergänzt um mikromechanische Verfahren. Zu den typischen Prozessschritten gehören Strukturierungsverfahren, Ätz- und Vakuumprozesse wie beispielsweise Sputterprozesse zur Schichtabscheidung. Insgesamt sind diese Verfahren aufgrund der notwendigen technischen Anlagen und das notwendige Einhalten von speziellen Produktionsbedingungen, z. B. Reinräume, sehr aufwendig. Resistive Sensoren können aber auch mit Hilfe von Drucktechniken wie dem Siebdruck von Dickschichtpasten hergestellt werden. Dabei wird die funktionelle Struktur mittels eines Tools (Drucksieb) auf einen hitzebeständigen Trägerwerkstoff gedruckt und anschließend bei Temperaturen meist um 800 °C gesintert, um die gewünschten Eigenschaften erzielen zu können. Allerdings müssen in beiden Fällen die Sensoren nach ihrer Herstellung aufwendig in die spätere Applikation integriert werden.

Generative Fertigungsverfahren wie der Inkjet-Druck in Verbindung mit Werkstoffen auf Nanopartikelbasis bieten das Potenzial, durch vereinfachte und verkürzte Prozessketten Kosten und zugleich die Produkteinführungszeit zu reduzieren. Mit Hilfe der digitalen Druckverfahren lassen sich darüber hinaus funktionelle Strukturen direkt auf Bauteile oder Oberflächen aufbringen, so dass die Integration der Low-Cost-Sensorik in das spätere Bauteil erheblich vereinfacht wird.

Allerdings stehen solche maskenlosen Fertigungsverfahren noch am Anfang der Verwertung. Die Gründe hierfür sind die noch fehlenden Erfahrungswerte bei der Herstellung der Messwertaufnehmer, den Wechselwirkungen der eingesetzten Materialien und Produktionsparameter und dem noch zu ermittelnden Langzeitverhalten der Messwertaufnehmer unter definierten Einsatzbedingungen.

2 Stand der Technik

Zusammenfassende Darstellung zum Stand der Technik für Dehnungsmessstreifen und Temperaturmesswiderstände sowie zum Inkjet-Druck

2.1 Sensoren

Als Sensoren werden technische Bauteile bezeichnet, die aus einem Prozess zeitvariable physikalische oder auch elektrochemische Größen erfassen und in ein eindeutiges elektrisches Signal umsetzen. Innerhalb des modular aufgebauten Sensors übernehmen Messwertaufnehmer (Elementarsensoren) die Erfassung und Wandlung der Messgröße, während die übrigen Sensorbestandteile für die Signalverarbeitung, Signalverstärkung, A/D-Wandlung etc. zuständig sind.

Elementarsensoren lassen sich in passive und aktive Messfühler einteilen. Aktive Messfühler wandeln eine zu messende nichtelektrische physikalische Größe oder chemische Veränderung direkt in ein elektrisches Signal um [Hes-11]. Als Beispiel für einen aktiven Elementarsensor können Thermoelemente dienen, bei denen Temperaturen basierend auf dem Seebeck-Effekt erfasst werden. Dieser beschreibt die Entstehung einer elektrischen Spannung U (Thermospannung) zwischen zwei verschiedenen Metallen oder Halbleitern aufgrund einer Temperaturdifferenz. Aktive Messfühler werden auch als Energiewandler (Spannungserzeuger) bezeichnet. Demgegenüber müssen passive Elementarsensoren mit Hilfsenergie versorgt werden, um Signale zu liefern. Bei passiven Messfühlern werden elektrische Parameter wie Widerstand, Kapazität und Induktivität proportional zur erfassten physikalischen Messgröße verändert, d. h. es wird ein indirektes Messverfahren genutzt. Es erfolgt keine Signalverarbeitung, denn erst durch Verknüpfung mit einer externen Hilfsschaltung wird ein elektrisches Ausgangssignal geliefert. Beispiele für derartige Sensoren sind Dehnungsmessstreifen, die aufgrund der Änderung des elektrischen Widerstands durch Längen- und Querschnittsänderung eine anliegende mechanische Spannung bzw. eine daraus resultierende Dehnung in eine Änderung des elektrischen Widerstands umwandeln, sowie Temperaturmesswiderstände (Widerstandsthermometer), welche die Temperaturabhängigkeit des elektrischen Widerstandes von Leitern zur Messung der Temperatur ausnutzen.

2.1.1 Dehnungsmessstreifen

Dehnungsmessstreifen (DMS) werden für die Messungen von Dehnungen, Kräften und Verformungen eingesetzt. Das Messprinzip beruht auf der im Jahre 1856 von Lord Kelvin veröffentlichten Proportionalität der Widerstandsänderung ΔR eines metallischen Leiterstücks mit dem spezifischen Widerstand ρ zu seiner in Folge einer Zugbelastung auftretenden Längenänderung Δl [Kei-95]. Der einheitslose Proportionalitätsfaktor K (K-Faktor) quantifiziert den linearen Zusammenhang der relativen Größen.

Das Messprinzip eines Dehnungsmessstreifens basiert auf dem Dehnungs-Widerstands-Effekt elektrischer Leiter (Widerstandsänderung des DMS durch Dehnung). Der elektrische Widerstand jedes Leiters verändert sich bei Deformation. Die Ursache der Deformation können Kraft, Drehmoment usw. sein. Der Widerstand eines deformierten DMS setzt sich aus seinem Grundwiderstand R (unbelastet) und die durch die Deformation verursachte Widerstandsänderung ΔR zusammen.

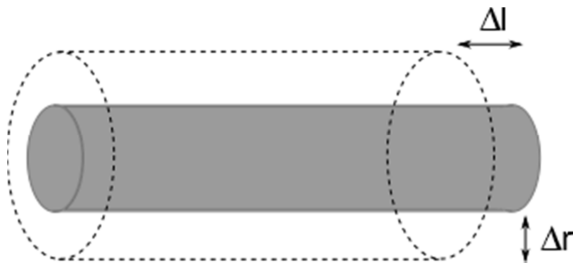
Für einen Leiter mit dem runden Querschnitt gilt:

$$R = \rho \frac{l}{S} = \rho \frac{l}{\pi \cdot r^2},$$

wobei ρ den spezifischen Widerstand, l die Länge und r den Radius des Leiters darstellt (Abbildung 1).

Abbildung 1

Geometrische Deformation eines gedehnten drahtförmigen Leiters



Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

Die relative Änderung des elektrischen Widerstands unter dem Einfluss einer mechanischen Spannung ist nach [Vas-13]:

$$\frac{\Delta R}{R} = \frac{\Delta \rho}{\rho} + \frac{\Delta l}{l} - \frac{2\Delta r}{r} = \left(\frac{\Delta \rho / \rho}{\Delta l / l} + 1 - 2 \frac{\Delta r / r}{\Delta l / l} \right) \cdot \Delta l / l = K \cdot \Delta l / l = K \cdot \varepsilon.$$

Damit ergibt sich der Faktor allgemein:

$$K = \frac{\Delta \rho / \rho}{\varepsilon} + 1 - 2 \frac{\Delta r / r}{\varepsilon}.$$

Die Beziehung zwischen einer Längenänderung und der dazugehörigen Querkontraktion gibt die Poissonzahl ν [Czi-89] an:

$$\nu = - \frac{\Delta r / r}{\varepsilon}.$$

Die relative Volumenänderung $\frac{\Delta V}{V}$, mit der ein Körper, der ausschließlich eindimensional mit einer Kraft belastet wird, auf einachsige Dehnung reagiert, berechnet sich mit Hilfe der Poissonzahl zu:

$$\frac{\Delta V}{V} = (1 - 2\nu) \cdot \varepsilon$$

$$\text{mit } \varepsilon = \frac{\Delta V/V}{(1-2\nu)}.$$

Die Änderung des spezifischen Widerstandes bezogen auf die Dehnung ergibt sich zu:

$$\frac{\Delta \rho/\rho}{\varepsilon} = \frac{\Delta \rho/\rho}{\Delta V/V} - 2\nu \frac{\Delta \rho/\rho}{\Delta V/V}.$$

Den Zusammenhang zwischen Volumenänderung und Änderung des spezifischen Widerstandes beschreibt die Bridgeman-Konstante c:

$$c = \frac{\Delta \rho/\rho}{\Delta V/V}.$$

Somit ergibt sich durch Umformung die Änderung des elektrischen Widerstands:

$$\frac{\Delta R}{R} = (c - 2\nu c + 1 + 2\nu) \cdot \varepsilon = K \cdot \varepsilon.$$

Damit folgt für den K-Faktor auch diese Beziehung:

$$K = c - 2\nu c + 1 + 2\nu.$$

Die Änderung des elektrischen Widerstands hat somit zwei Ursachen:

- Änderung der Leitergeometrie (Längen- und Querschnittsänderung)
- Änderung der Leitfähigkeit des Materials bei mechanischer Beanspruchung infolge Volumenänderung

Durch die Deformation des Kristallgitters verändert sich die Beweglichkeit der freien Ladungsträger und damit die Leitfähigkeit des Materials (Piezoresistiver Effekt). Vor allem bei Halbleitern ist der piezoresistive Effekt sehr ausgeprägt und übertrifft den Einfluss der Geometrieänderung bei Dehnung.

Je größer der K-Faktor ist, desto empfindlicher ist der Dehnungsmessstreifen.

Tabelle 1

K-Faktoren und Bridgeman-Konstanten für einige Materialien [Pad]

Material	K	c
Konstantan	2,052	1,13
Weicheisen	4,2	-
Silber	4,8	-
Graphit	20	-
Silizium (Einkristall)	150	-
Mangan	0,47	-

Für DMS aus Konstantan ist K etwa 2 (mit $\nu \approx 0,3$ bei elastischer Verformung und $(\Delta\rho/\rho)/\epsilon \approx 0,4$). Die Legierung Nichrom V (80 Ni, 20 Cr) hat beispielsweise einen K-Faktor von etwa 2,2, während Platin-Wolfram (92 Pt, 8W) einen K-Faktor von etwa 4 aufweist [Hof-87]. Tabelle 1 zeigt K-Faktoren und Werte für die Bridgeman-Konstante für weitere Materialien. Halbleiter-DMS können demgegenüber sehr hohe K-Werte von bis zu 200 aufweisen, die auf die Veränderung des spezifischen Widerstandes bei Deformation zurückzuführen sind [Pad].

Die wichtigsten heute eingesetzten DMS sind die sogenannten Folien-DMS. Derartige Sensoren bestehen aus einer dünnen elektrisch isolierenden Trägerfolie aus Polyimid, die mit einer in Form eines Widerstandsmäanders strukturierten Metalllegierungsschicht (Dicke wenige μm) versehen ist. Abhängig von der Legierung der Metallfolie ergeben sich K-Faktoren im Bereich von 2 (Konstantan) bis 6 (100 Prozent Pt). Als Widerstandswerte sind 120 Ω , 350 Ω und 1 k Ω üblich [Hof-87]. Abhängig von Typ und Baugröße liegt die maximale Dehnbarkeit bei etwa $\pm$ zwei Prozent. Folien-DMS weisen je nach Folientyp eine Gesamtdicke von 30 μm bis 70 μm auf. Vorteile von Folien-DMS aus Metalllegierungen sind beispielsweise der sehr geringe Temperaturkoeffizient des elektrischen Widerstands (TCR) sowie die präzise Fertigbarkeit der DMS. Vor der Durchführung der Messaufgabe müssen Folien-DMS allerdings mittels geeigneter Klebstoffe manuell auf die Messobjekte geklebt werden. Dieser Vorgang ist zeitaufwendig und damit teuer und erfordert große Erfahrung. Bei fehlerhaftem Applizieren der DMS kann das Messergebnis stark beeinflusst werden.

Neben diesen herkömmlichen Verfahren gibt es auch die Möglichkeit, Elementarsensoren drucktechnisch herzustellen. So können beispielsweise Dehnungsmesssensoren mittels Siebdruck in Dickschichttechnik hergestellt werden [Bel-03], [Mar-94], [Rau-12]. Die erzielbaren K-Faktoren liegen bei Dickschicht-DMS bei Werten zwischen 3 und 15 und somit höher als bei DMS auf Metallfolienbasis. Nachteilig stellt sich bei diesem Ansatz dar, dass die eingesetzten Substrate Einbrenntemperaturen von 800 $^{\circ}\text{C}$ - 850 $^{\circ}\text{C}$ unbeschadet überstehen müssen, was den direkten Einsatz derartiger DMS auf Trägerwerkstoffen geringerer Temperaturbeständigkeit wie etwa auf Polymeren ausschließt.

Durch die Verwendung von Direct-Writing-Verfahren wie Aerosol- oder Inkjet-Druck in Kombination mit neuartigen nanopartikulären Werkstoffen werden die aufgeführten

Nachteile der Dickschichtsensoren vermieden und es ergeben sich gegenüber konventionellen Druckverfahren weitere Vorteile, da zum einen ohne Einsatz eines Druckwerkzeuges (Sieb, Schablone) gearbeitet wird und damit die CAD-Daten ohne Umwege verarbeitet werden können, zum anderen aber auch dadurch, dass derartige Verfahren grundsätzlich das direkte Applizieren von Sensorstrukturen auf bzw. in Bauteile oder auf Oberflächen ermöglichen. Mittlerweile wird von einigen Autoren über erste Erfahrungen mit dem Inkjet-Druck zur Realisierung von DMS und Temperatursensoren berichtet [And-11] [Cou-11] [Qui-10] [Sal] [Vis-11].

2.1.2 Temperatursensoren

Zur Messung der Temperatur werden physikalische Effekte und Verfahren bevorzugt herangezogen, die reproduzierbare und eindeutige Messungen ermöglichen:

- Längen- und Volumenausdehnung von Stoffen, z. B. Volumenänderung von Flüssigkeiten und Gasen
- Wechsel charakteristischer Zustände, z. B. Schmelzpunkte, Erstarrungspunkte, Siedepunkte
- Änderung von charakteristischen Eigenschaften, z. B. Änderungen von Transparenz, Reflexion, Farbe, des elektrischen Widerstandes, der Strahlungsemission, des Elastizitätsmoduls

Widerstandsthermometer (Temperatursensoren, T-Sensoren) basieren auf dem Messprinzip, dass der elektrische Widerstand eines Leiters oder Halbleiters von der Temperatur abhängt. Bevorzugt kommen metallische Widerstände zum Einsatz, insbesondere Platin und Nickel, deren Widerstand gut reproduzierbar mit der Temperatur ansteigt.

Der Zusammenhang zwischen der Temperatur und dem elektrischen Widerstand ist allgemein nicht direkt proportional, sondern wird durch ein Polynom höherer Ordnung beschrieben [Nau-04]:

$$R(T) = R_0 (1 + A \cdot T + B \cdot T^2 + C \cdot T^3 + \dots)$$

Der temperaturabhängige elektrische Widerstand $R(T)$ kann innerhalb kleiner Temperaturbereiche durch eine abgebrochene Reihenentwicklung approximiert werden:

$$R(T) = R_{20} (1 + \alpha_{20} \cdot (T - 20^\circ\text{C}))$$

wobei $R(T)$ der elektrische Widerstand bei der Temperatur T in Ω ,
 R_{20} der elektrische Widerstand bei der Ausgangstemperatur T_{20} in Ω ,
 α der Temperaturkoeffizient des elektrischen Widerstandes (TCR) in K^{-1} ist.

Der Temperaturkoeffizient wird als Materialkonstante angesehen, die die relative Widerstandsänderung pro Temperaturänderung angibt. Für massives Silber ohne Poren wird in der Literatur ein Wert $\alpha_{20} = 3,8 \cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1}$ angegeben [Nau-04].

Voraussetzung für eine so einfache Berechnung ist ein eingegrenzter Messbereich oder ein konstanter Temperaturkoeffizient. Letzteres ist bei Metallen und Silizium nur annähernd der Fall. Für den konkreten Einsatzbereich (vgl. Unterkapitel 4.2) ist von der Erfüllung dieser Voraussetzung auszugehen.

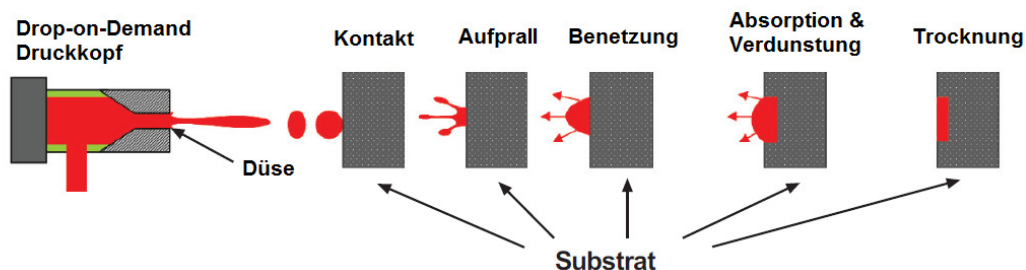
2.2 Inkjet-Drucktechnologien

Drucktechnologien zur Erzeugung komplexer Funktionsoberflächen stellen einen neuen, sich schnell entwickelnden Markt und Forschungsbereich dar. Diese Technologien ermöglichen den Auftrag einer Vielfalt von Substanzen und mikroskopischer Teilchen mit hoher räumlicher Auflösung. Anwendungen bestehen in der Elektronik sowie der Bio-, Nano-, und Schichttechnik. Zu den digitalen Drucktechniken gehört beispielsweise der Inkjet-Druck. Dies bedeutet, dass ein zu druckendes Muster direkt von einem Computer zu einem Drucksystem übertragen wird. Beim Digitaldruck werden keine physikalisch festen Druckkörper wie beim Offsetdruck verwendet. Somit zählt es zum „Non-Impact Printing“.

Beim Inkjet-Druck werden zwei Verfahren unterschieden: zum einen das „Continuous-Inkjet (CIJ)“ und zum anderen das „Drop-on-Demand (DoD)“ Verfahren. Beim CIJ-Verfahren wird durch das Anlegen einer Druckwelle an eine Düse der Tintenstrahl in Einzeltropfen gleicher Frequenz und Größe getrennt. So ist es möglich, die Tropfen gezielt mit einer Ladung zu versehen. Die geladenen Tropfen können dann in einem elektrischen Feld abgelenkt und in den Kreislauf zurückgeführt werden. Nur die ungeladenen Tropfen passieren das Feld und treffen auf das Medium. Beim DoD-Verfahren werden die Tropfen nur erzeugt, wenn sie benötigt werden. Eine Möglichkeit, die Tropfen einzeln auszustoßen, besteht darin, mit einer Piezokeramik in einer Flüssigkeit Druckwellen zu erzeugen. Damit lassen sich die Tropfen direkt an einer bestimmten Position auf dem Substrat ablegen. Heutzutage wird häufig bei Inkjet-Druck-Systemen die Drop-on-Demand-Methode (Abb. 2) verwendet.

Abbildung 2

Schematische Darstellung des DoD-Inkjet-Druckverfahrens



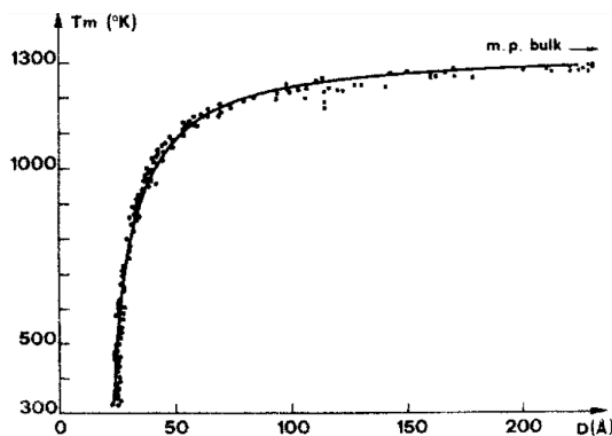
Quelle: [Kam-11]

Werden als Füllstoffe in der Tinte elektrisch leitfähige Nanopartikel eingesetzt, so können mit diesem Druckverfahren auch Leiterstrukturen erzeugt werden.

Nanopartikel sind Verbünde von Atomen oder Molekülen mit mindestens einer Dimension unter 100 nm. Damit verfügen Nanopartikel über eine sehr große Oberfläche im Verhältnis zum Volumen. Diese wirkt sich in einer deutlichen Reduzierung des Schmelzpunktes von Nanopartikeln gegenüber größeren Partikeln aus [Buf-76], [All-86].

Abbildung 3

Schmelzpunkt als Funktion des Partikeldurchmessers [Buf-76]



Quelle: [All-86]

Da die Sintertemperatur eines Materials vom Schmelzpunkt abhängt, geht mit einer Verringerung der Schmelztemperatur auch eine Reduzierung der notwendigen Sinter-temperatur einher [Tro-83]. Für das Sintern von Nanopartikeln gelten die identischen Mechanismen wie für das Sintern mikroskopischer Pulver. Insofern kann das Sintern nanopartikulärer Teilchen grundsätzlich sehr schnell und theoretisch auch mit nur geringer Temperaturunterstützung ablaufen. Die Metallpartikel in den elektrisch leitfähigen Tinten haben typischerweise eine Größe von < 50 nm.

Allerdings gibt es auch Probleme, die das Sintern von Nanopartikeln erschweren können. So ist beispielsweise die Gefahr einer Verunreinigung der Partikel infolge der hohen Oberflächenreaktivität deutlich erhöht. Da beim Sintern nun oftmals niedrigere Prozesstemperaturen eingesetzt werden sollen, reichen diese ggf. nicht mehr aus, etwaige Kontaminationen zu entfernen. Außerdem können Oxidschichten, die sich auf Nanopartikeloberflächen schneller ausbilden, den Sinterprozess stören und das Ergebnis beeinträchtigen. Als weitere Schwierigkeit bei der Sinterverarbeitung von Nanopartikeln kann deren Neigung zur Agglomeration genannt werden, die sich ebenfalls nachteilig auf das Prozessergebnis auswirken kann.

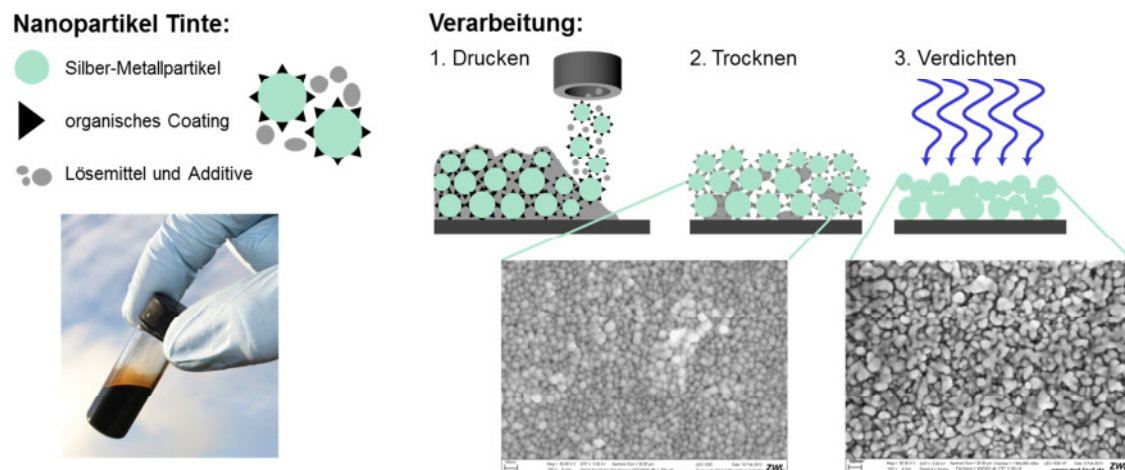
Gegenüber den vorangegangenen Ausführungen zum Sintern trockener Pulver liegen die Nanopartikel für digitale Druckverfahren dispergiert in Lösungsmitteln vor. Diese Dispersionen (Tinten) werden aufgrund der erforderlichen elektrischen Leitfähigkeit der aufgetragenen Strukturen in der Regel aus Metallpartikeln, vor allem Silber oder Kupfer, hergestellt. Die Nanopartikel sind meist mit organischen Verbindungen benetzt, die die Partikel im Lösemittel stabilisieren, Agglomerationen und Sedimentieren vermeiden und eine ungewollte Oxidation verhindern. Die gedruckten Strukturen weisen zunächst, direkt nach dem Druck, jedoch noch nicht die gewünschten elektrischen Eigenschaften auf. Die Prozesskette der Verarbeitung derartiger Tinten lässt sich in drei Teilschritte gliedern:

- Drucken: Auftrag der gewünschten Strukturen.
- Trocknung der Dispersion: Austreiben der Lösungsmittel, Entfernung der Stabilisatoren, Agglomeration der Nanopartikel (Kontaktstadium).
- Verdichten: Inaktivierung der Stabilisatoren, Verdichten der Partikel.

In der nachfolgenden Abbildung 4 werden die Eingangsgrößen sowie die genannten Teilschritte bei der Verarbeitung nanopartikulär gefüllter Dispersionen dargestellt.

Abbildung 4

Teilschritte bei der Verarbeitung von Dispersionen für die elektrische Funktionalisierung (REM-Aufnahme links: Tinte bei 80 °C für 15 Minuten getrocknet; Aufnahme rechts: Partikel bei 180 °C für eine Stunde thermisch behandelt)



Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

Während bei der Trocknung die eingebrachte Energie dazu dient, Lösemittel zu verdunsten, erfolgt bei der Verdichtung das Verbinden der Nanopartikel zu einer zusammenhängenden Struktur. Damit die Verdichtung erfolgreich verlaufen kann, müssen während der vorangegangenen Trocknungsphase die Lösemittel möglichst vollständig ausgetrieben werden, damit die Nanopartikel in engen Kontakt kommen und die beschriebenen Verdichtungseffekte stattfinden können. Die erwähnten organischen Ver-

bindungen und etwaig vorhandene Lösungsmittelreste können das Versintern der Partikel erschweren. Andererseits sind organische Restbestandteile in der Schicht erforderlich, um eine ausreichende mechanische Haftung zum Substrat gewährleisten zu können. Inwieweit dieser erkennbare Verdichtungsprozess tatsächlich dem oben beschriebenen idealen Sintervorgang entspricht, hängt stark davon ab, ob die eingebrachte Energie ausreichend ist und ob die für das Sintern als Verunreinigung wirkenden organischen Bestandteile in der Prozesskette tatsächlich weitgehend entfernt wurden, was gerade bei niedrigen Prozesstemperaturen im Bereich von etwa 200 °C kritisch erscheint. So scheint die Ausbildung der für den Sinterprozess charakteristischen Sinterhalse zwischen vormals getrennt vorliegenden Partikeln nicht unbedingt zustande zu kommen, wie die oben gezeigten REM-Aufnahmen belegen. Die dennoch messbare deutliche Verbesserung der elektrischen Leitfähigkeit wäre demnach einer Verdichtung der Partikel bei gleichzeitiger zumindest teilweiser Entfernung organischer Inhaltsstoffe geschuldet. Grundsätzlich kann die zur Trocknung und zum Verdichten notwendige Energie auf unterschiedliche Weise eingebracht werden, wobei die konventionelle Ofentrocknung heute Stand der Technik ist.

Für das Verdrucken von Partikeltinten eignen sich industrielle Druckköpfe mit piezoelektrischen Aktuatoren aufgrund ihrer robusten Bauweise und Auslegung. Diese auf Zuverlässigkeit und Langlebigkeit optimierten Druckköpfe kommen häufig in großformatigen Drucksystemen zum Einsatz. Der Vorteil dieser Drucksysteme ist das Vorhandensein einer Steuerelektronik, welche den Zugriff auf die Tropfenerzeugung mittels Software erlaubt. Zu einem vollständigen Drucksystem gehören ebenso ein Positioniersystem und ein Tintenreservoir. Das Positioniersystem erlaubt eine relative Bewegung des Druckkopfes gegenüber dem zu bedruckenden Medium. Das Tintenreservoir dient dem Druckkopf zur kontinuierlichen Tintenversorgung. Des Weiteren ist häufig ein Kameraüberwachungssystem integriert, um die Tropfenbildung beobachten zu können. Einer der wichtigsten Parameter eines Druckkopfes ist der Düsendurchmesser. Dieser sollte mindestens 20-mal größer sein als der mittlere Partikeldurchmesser der Tinten.

Die Vorteile des Inkjet-Drucks als ressourcenschonendes, maskenloses, kosteneffizientes, volladditives und variantenflexibles Verfahren eröffnen aufgrund der Materialien- und Strukturvielfalt in vielen Bereichen neue Möglichkeiten.

Der Fokus des funktionellen Inkjet-Drucks liegt auf der Entwicklung und flexiblen Herstellung elektrisch funktionalisierter Schaltungsträger unterschiedlichster Form und Art. Erst in den letzten zwei bis drei Jahren ist die Entwicklung der zur Verfügung stehenden Tinten zum Drucken von elektronischen Strukturen so weit fortgeschritten, dass an eine Weiterentwicklung der Technologien für konkrete Anwendungen gedacht werden kann.

3 Vorgehensweise und Ziele

Aufgabenstellung und Zielsetzung des Forschungsvorhabens

Im Projekt sollen am Beispiel des Inkjet-Drucks die prinzipielle Herstellbarkeit gedruckter Elementarsensoren sowie deren resultierende Eigenschaften untersucht werden. Bei den betrachteten Elementarsensoren handelt es sich um resistive passive Sensoren (Dehnungsmessstreifen, Thermosensoren).

Als Basis für die Herstellung der gedruckten Sensoren dienen kommerziell erhältliche Ag-Nanopartikeltinten. Die Verarbeitung dieser Dispersionen erfolgt wie in Abbildung 4 prinzipiell dargestellt.

Im Einzelnen sollen im Projektverlauf folgende Fragen beantwortet werden:

- Ist es möglich, Dehnungsmessstreifen und Temperatursensoren mittels Inkjet-Druck entsprechender Tintenwerkstoffe herzustellen und somit die Funktionalisierung von Bauteilen zu ermöglichen?
- Welchen Einfluss haben die Fertigungsparameter (z. B. Druckprozess, Trocknungsprozess, Sinterprozess) auf das Gefüge bzw. die Morphologie und die elektrischen Eigenschaften der Sensoren?
- Welche Charakteristik weisen gedruckte Sensoren auf und wie verhalten sie sich im Vergleich zu herkömmlichen Temperatursensoren bzw. Dehnungsmessstreifen?
- Wie verhalten sich die Sensoren unter dem Einfluss äußerer Einwirkungen, wie robust und stabil arbeiten die hergestellten Sensoren?
- Lassen sich durch die drucktechnische Integration von Sensoren tatsächlich technisch-wirtschaftliche Vorteile erzielen?

Zur Erreichung dieser Zielsetzung wurde das Projekt in 5 Arbeitspakete aufgeteilt:

- AP 1: Lastenhefterstellung und Sensordesign. Im Arbeitspaket 1 sollen die Anforderungen an die resistiven Elementarsensoren von den Projektpartnern definiert werden. Festzulegen ist auch das jeweilige Sensordesign. Auf deren Basis sollen erforderliche Teststrukturen-Layouts gezeichnet werden.
- AP 2: Entwicklung und Optimierung der Prozesstechnik / Kontaktierungskonzept. Hier sind die geeigneten Prozessparameter für einen robusten und stabilen Druckprozess sowie Trocknungs- und Sinterprozess zu erarbeiten.

Der strukturelle Aufbau resistiver Elementarsensoren auf Basis von Ag-Nanotinten ist prototypisch darzustellen und zu optimieren.

- AP 3: Charakterisierung der Elementarsensoren. Ziel des Arbeitspaketes ist es, die Sensoren mit Hilfe unterschiedlicher Methoden zu charakterisieren. Grundlegende Parameter wie elektrischer Widerstand, K-Faktor, TCR sind zu ermitteln.
- AP 4: Bewertung des Langzeitverhaltens. Die Zuverlässigkeit der gedruckten resistiven Elementarsensoren unter zyklischer mechanischer und thermo-mechanischer Belastung sowie unter Belastung durch erhöhte Temperatur und Feuchtigkeit soll bewertet werden.
- AP 5: Prototypische Sensorintegration – Demonstratoren. Zwei Technologie-demonstratoren (für Dehnungs- und Thermosensoren), die die im Projekt gewonnenen Erkenntnisse und deren Funktionalität anschaulich darstellen, sollen im Rahmen dieses Arbeitspaketes gebaut werden.

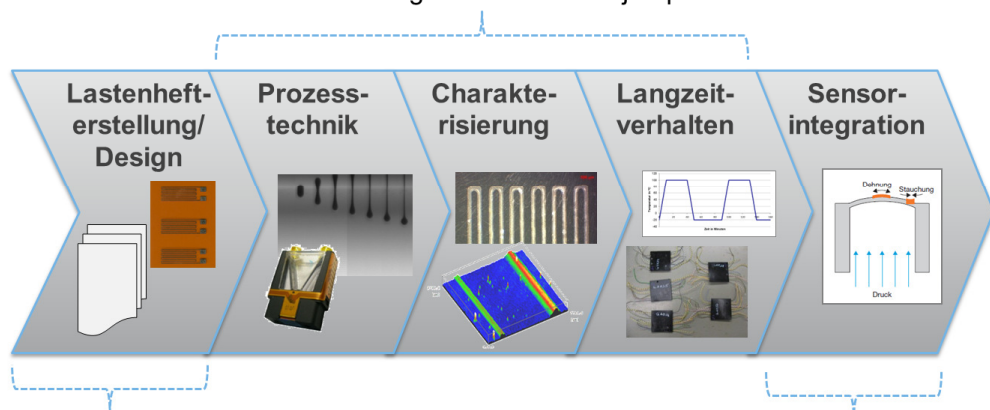
Nachfolgende Abbildung stellt den Arbeitsplan noch einmal in graphischer Form übersichtlich dar.

Abbildung 5

Darstellung des Projektarbeitsplans

Gesamtkoordination: Technische Hochschule Nürnberg (THN)

- Definition: THN
- Durchführung: THN
- Unterstützung/Information: Projektpartner



- Definition: Projektpartner
- Unterstützung: THN

- Gem. Durchführung
- Projektpartner
 - THN

Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

3.1 Industriepartner im Projekt

Als Industriepartner waren im Projekt die nachfolgend aufgeführten vier Unternehmen beteiligt:

3.1.1 WIKA Alexander Wiegand SE & Co. KG, Klingenberg (WIKA)

WIKA ist ein führendes Unternehmen in der Druck- und Temperaturmesstechnik mit Sitz in Klingenberg am Main. Das familiengeführte Traditionsunternehmen wurde 1946 gegründet und ist heute in 41 Ländern mit eigenen Niederlassungen, in neun Ländern mit eigenen Produktionsstandorten vertreten. Mit 7000 Mitarbeitern wird ein Jahresumsatz von ca. 650 Millionen Euro erwirtschaftet.

Das Unternehmen ist nach ISO 9001 (Qualitätsmanagement), ISO 14001 (Umweltmanagement) und ISO 50001 (Energiemanagement) zertifiziert. Seit 2003 ist zusätzlich die Entwicklung und Herstellung von Drucksensoren und Druckmessumformern für die Automobilindustrie nach ISO/TS 16949 zertifiziert.

Das Produktportfolio umfasst mechanische und elektronische Messgeräte für die Druck- und Temperaturmessung sowie – über Tochterunternehmen – auch Geräte für Füllstands- und Kraftmesstechnik. Einen besonderen Schwerpunkt bildet die Kalibrier-technik mit eigenen DKD-Kalibrierlaboratorien für die Messgrößen Druck und Temperatur. Mehr als 43 Millionen Qualitätsprodukte werden so Jahr für Jahr in über 100 Länder ausgeliefert. Weltweit sind rund 350 Millionen Messgeräte von WIKA im Einsatz.

In der elektronischen Messtechnik setzt WIKA die vorherrschenden Verfahren zur Sensorherstellung wie Dickschicht- und Dünnschicht-Technologie ein und verfügt im eigenen Haus auch über die entsprechenden Fertigungsanlagen. Da diese Technologien sehr kostenintensiv und auf große Stückzahlen ausgelegt sind, besteht ein hohes Interesse, alternative Verfahren anzuwenden, die eine kostengünstige Fertigung auch bei geringen Stückzahlen und in kundenspezifischen Ausführungen ermöglichen. Dazu kann das geplante Vorhaben einen wesentlichen Beitrag liefern.

3.1.2 Kaufbeurer Mikrosysteme Wiedemann GmbH, Kaufbeuren (KMW)

Die Firmengruppe Wiedemann besteht aus den Firmen Sensor-Technik Wiedemann GmbH (STW), Kaufbeurer Mikrosysteme Wiedemann GmbH (KMW), STW Technic, LP, USA, und Sensor Technik Ltd., UK. Als international tätiges Unternehmen entwickelt und fertigt sie mit rund 450 Mitarbeitern High-Tech-Produkte in den Bereichen der Mikro- und Leistungselektronik. Die Produktpalette umfasst Steuer- und Regelsysteme für mobile Arbeitsmaschinen und Sensoren auf Mikrosystembasis für extreme Einsatzbedingungen. Die Firmengruppe entwickelt zukunftsweisende Produkte für Hybridantriebe von Fahrzeugen und für die Verwendung von Brennstoffzellen.

Die KMW bringt in das Projekt eine langjährige Erfahrung in der Entwicklung und Fertigung von Dünnschichtsystemen für die Druck-, Kraft- und Wegmessung ein. Durch die ständige Neu- und Weiterentwicklung eigener Schichtsysteme sind Messeinrichtungen zur Charakterisierung von dehnungs- und temperaturempfindlichen Schichten vorhanden und können im Projekt genutzt werden.

3.1.3 Conti Temic microelectronic GmbH, Nürnberg (Conti)

Die Conti Temic microelectronic GmbH ist eine hundertprozentige Tochtergesellschaft der Continental AG, einem der größten Automobilzulieferer weltweit. Am Standort Nürnberg, mit Sitz des Headquarters der Business Unit Transmission, werden Getriebebesteuern (TCU) für den Automobilmarkt entwickelt und produziert. Hierbei werden unterschiedliche TCUs produziert, vom Doppelkupplungsgetriebe (DSG) bis zu Automatikgetrieben für Allradantrieb. Zur Herstellung von Getriebebeschaltungen werden bei Conti Temic microelectronic GmbH alle gängigen und modernen Produktions- und Endmontagetechniken verwendet, wie auch neu entwickelte Produktionsmethoden, z. B. Laserstrukturierung von Leiterbahnpasten. Als Substratmaterialien für moderne Getriebebeschaltungen kommen sowohl 96-prozentige Aluminiumoxidkeramiken wie auch organische Leiterplattenmaterialien zum Einsatz, abhängig vom Einsatzort und den Anforderungen für die Getriebebeschaltung. In den Produktionszentren der Conti Temic microelectronic GmbH werden sowohl Aluminiumoxidkeramiken als auch organische Leiterplatten als Schaltungsträger verarbeitet.

Die Conti Temic microelectronic GmbH, im Speziellen die Abteilung CC MP Competence Center Materials & Packaging, durch welche das Forschungsvorhaben betreut wird, besitzt langjährige Erfahrungen im Bereich der Aufbau- und Verbindungstechnik von Getriebebeschaltungen. Die Abteilung CC MP besitzt unter anderem eine Entwicklungsfunktion innerhalb der Business Unit Transmission für TCUs und umfasst dabei die Auswahl der Materialien, neue Materialien, neue Fertigungsverfahren etc.

Um die anfallenden Aufgaben optimal lösen zu können, stehen der Abteilung CC MP produktionsnahe Fertigungsequipment und verschiedenste Analyse- und Testsysteme zur Verfügung. Der Kundenstamm der Conti Temic microelectronic GmbH beinhaltet alle Automobilhersteller, die Automatikgetriebe in ihrem Flottenangebot besitzen, wie die Audi AG, Daimler AG, BMW Group, VW AG etc., oder auch Firmen, die sich auf das Angebot des Antriebsstranges für die Automobilhersteller spezialisiert haben, wie z. B. Getrag.

3.1.4 Frenzelit Werke GmbH, Bad Berneck (Frenzelit)

Die Frenzelit Werke GmbH ist neben den Sparten Kompensatoren und Dichtungen im Bereich der Technischen Textilien, insbesondere für Isolationen und Filteranwendungen, tätig. Die Produktpalette im Geschäftsbereich Textil umfasst vor allem Gewebe und Nadelvliese, die z. T. auch entsprechend den Anforderungen beschichtet werden. Die Produkte finden in fast allen Industriebereichen Anwendung. Wesentlicher Kunde

für die Frenzelit Werke GmbH ist auch die Automobilindustrie. Mit der Entwicklung der neuen Werkstoffreihe HICOTEC® stellte das Unternehmen seine Innovationskraft unter Beweis. Basistechnologie aller HICOTEC®-Materialien ist das Nassvliesverfahren. Der Fokus der verwendeten Rohstoffe liegt dabei auf Hochleistungsfaserstoffen, wie z. B. Glas-, Carbon-Aramidfasern, und hochleistungsfähigen Thermoplasten wie PET, PA, PPS, PEI, PEEK, PFA, MFA. Die besonderen Vorzüge dieser Vliesstoffe sind die geringen Materialdicken, die einstellbare Faserorientierung und hohe Gleichmäßigkeit und die bedarfsgerechte Auswahl und Anpassung des verwendeten Bindersystems. Bereits heute werden HICOTEC® Werkstoffe unter dem Handelsnamen HICOTEC® TP als elektrisch leitfähige Folien für die Herstellung von Flächenheizungen für Anwendungen in allen Industriesegmenten serienmäßig produziert und vertrieben. Frenzelit erwartet durch das Projekt wesentliche Erkenntnisse über die Realisierungsmöglichkeiten der flächigen oder orts aufgelösten Sensorik von Temperaturunterschieden. Das Ziel sind selbstregelnde Heizungsfolien.

4 Anforderungsdefinition

Designvorgaben, Einsatzbereiche und Beurteilungskriterien für Inkjet-gedruckte Sensoren

Auf Basis der Rückmeldungen der ins Projekt eingebundenen Industriepartner konnten folgende anwendungsorientierte Anforderungen an die zu druckenden resistiven Elementarsensoren erarbeitet werden. Dabei ist getrennt nach den jeweiligen Anwendungsbereichen zwischen den Dehnungsmesssensoren und den Temperatursensoren zu unterscheiden.

4.1 Anforderungen an gedruckte Dehnungssensoren

4.1.1 Sensordesign

- Ziel Bahnbreite / -abstand etwa 100 μm /100 μm
- Sensorfläche: möglichst klein (zu Projektbeginn 3 cm² x 5 cm², Ziel etwa 1 cm² x 1 cm²)
- Wirksame Messgitterlängen: nicht definiert
- Widerstandswert des Sensors zunächst etwa 5 k Ω (andere Werte nach Absprache mit den Partnern)

4.1.2 Einsatzbereich / Testbedingungen

Für alle Testbedingungen sind Haltezeiten, Testdauern sowie Versagenkriterien im weiteren Projektverlauf noch zu definieren:

- Temperaturwechseltest: -20 °C / +85 °C
- Hochtemperaturlagerung: im Bereich zwischen +70 ° und +85 °C
- Lagerung in feuchter Wärme: +85 °C / 85 % r. F.

4.2 Anforderungen an gedruckte Widerstandsthermometer

4.2.1 Sensordesign

Vor dem Hintergrund der Anwendbarkeit für einen konkreten Einsatzfall (Temperaturmessung auf einem relativ großen Substrat) wurde durch die Industriepartner ein Sensorraster von 10 cm x 10 cm (Gitterabstand der eigentlichen gedruckten Widerstands-

thermometer) vorgegeben, wobei die tatsächliche Sensorgröße und -geometrie als frei wählbar festgelegt wurde.

4.2.2 Einsatzbereiche / Testbedingungen

- Temperaturbereich: +20 °C / +80 °C
- Hochtemperaturlagerung: +80 °C
- Kurzzeitbeständigkeit: +140 °C
- Mechanische Belastbarkeit: Minimaler Biegeradius 48 mm

4.3 Substratmaterialien für Sensoren

Die spezifischen Vorteile der drucktechnischen Realisierung von Sensoren lassen sich nur dann vollständig erschließen, wenn die zu realisierenden Sensoren direkt, d. h. ohne Zwischenträger, auf die Zielmaterialien aufgebracht werden. Im konkreten Fall wurde aber, um die Vergleichbarkeit mit herkömmlichen resistiven Sensoren herzustellen, eine zweistufige Vorgehensweise festgelegt. Alle grundlegenden Prozessuntersuchungen, Eigenschaftscharakterisierungen und Langzeituntersuchungen sollten zunächst auf polymeren Folien wie beispielsweise Polyimid (PI) erfolgen. Für die Realisierung der Demonstratoren sollte dann die Anwendung direkt auf potenziellen Zielmaterialien erfolgen. Im Verlauf des Projektes wurde auf Basis der Anforderungen der Industriepartner für die Drucksensordemonstratoren Aluminiumoxidkeramik als Zielmaterial festgelegt, während für die Thermosensoren Polyethylenterephthalatfolie (PET) ausgewählt wurde.

4.4 Beurteilungskriterien für gedruckte Sensoren

Auf Basis der Rückmeldungen der Industriepartner sind als wichtigste Beurteilungskriterien für gedruckte Sensoren die Haftung der aufgetragenen Metallisierungen sowie die elektrischen Eigenschaften der verdichteten Schichten (elektrischer Widerstand, Widerstandsänderung nach Alterung sowie K-Faktor und TCR-Wert) identifiziert worden.

5 Werkstoffe, Anlagen und Charakterisierungsmethoden

Beschreibung der verwendeten Substrate, Druckmaterialien und Layouts für die Untersuchung der Inkjet-gedruckten Strukturen

5.1 Basismaterialien

Aufgrund der Anforderungen der Industriepartner wurden für das Projekt die nachfolgend beschriebenen Substratwerkstoffe ausgewählt.

Für die Realisierung von gedruckten Dehnungssensoren wurde festgelegt, flexible, unbeschichtete Polyimidfolien mit einer Dicke von 50 μm zu verwenden. Dieses Substratmaterial soll zunächst für vorbereitende Untersuchungen wie etwa zum Thema Druckprozessoptimierung und Ermittlung des Haftverhaltens gedruckter Schichten sowie für die prototypische Realisierung und Charakterisierung gedruckter DMS eingesetzt werden. Damit wird auch eine direkte Vergleichbarkeit mit herkömmlichen Folien-DMS sichergestellt. Je nach Projektfortschritt und -erfolg war nach entsprechender Zeit, wie bereits erwähnt, über das direkte Bedrucken starrer Substratmaterialien zu entscheiden. Für den Anwendungsfall der gedruckten Widerstandsthermometer wird als Substratwerkstoff ausschließlich Polyethylenterephthalatfolie der Dicke 50 μm eingesetzt.

Tabelle 2

Eigenschaften der ausgewählten Substratmaterialien

Hersteller	Du Pont	Du Pont
Bezeichnung	Kapton HN FI 16010	Mylar A
Polymerwerkstoff	Polyimid (PI)	Polyethylenterephthalat (PET)
Substratdicke	50 μm	50 μm
Thermische Dauerbeständigkeit	>230 $^{\circ}\text{C}$	110 $^{\circ}\text{C}$
Thermischer Ausdehnungskoeffizient	20 ppm/K	k. A.
Schrumpf	0,17 % (150 $^{\circ}\text{C}$ / 0,5 h) 0,35 % (200 $^{\circ}\text{C}$ / 2 h)	1,1 % (150 $^{\circ}\text{C}$ / 0,5 h) 2,8 % (200 $^{\circ}\text{C}$ / 0,5 h)
Wasseraufnahme	max. 4 %	0,4 %

5.2 Druckmaterialien (Tinten, Pasten)

Im Rahmen des Projektes werden drei unterschiedliche kommerziell erhältliche Funktionstinten verwendet. Damit sollte bewertet werden, inwieweit sich nominell identische Dispersionen hinsichtlich ihrer Eigenschaften unterscheiden und welche der Dispersionen für den Sensoraufbau am besten geeignet ist.

Bei den ausgewählten Tinten handelt es sich ausschließlich um Ag-Nanopartikel-Dispersionen mit unterschiedlichen Dispersionsmitteln. Der Grund für diese Entscheidung liegt vor allem in der guten kommerziellen Verfügbarkeit derartiger Tinten für den Inkjet-Druck begründet, wodurch eine robuste Verarbeitbarkeit erwartet werden kann. Gerade für die Realisierung von DMS wären zwar, wenn man den Materialaufbau herkömmlicher Folien-DMS zugrunde legt, Dispersionen mit Nanopartikeln aus Konstantan (Legierung aus 55 Prozent Kupfer, 44 Prozent Nickel und 1 Prozent Mangan) wünschenswert, derartige Materialien sind aber derzeit (noch) nicht einmal als Entwicklungsmuster von den führenden Funktionstintenherstellern beziehbar. Konstantan zeichnet sich durch einen über einen weiten Temperaturbereich annähernd konstanten elektrischen Widerstand aus. Der TCR-Wert dieses Materials liegt bei etwa $\alpha_{20} = 0,03 - 0,04 \cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1}$ und damit etwa um den Faktor 100 niedriger als für Silber.

Die nachfolgende Tabelle 3 stellt die eingesetzten Ag-Tinten mit ihren wichtigsten Eigenschaften gegenüber.

Tabelle 3

Eigenschaften der ausgewählten Tinten

Hersteller	Advanced Nano Products (ANP)	Sun Chemical	Novacentrix
Bezeichnung	DGP 40TE-20C	Sunjet EMD5603	Metalon JS-B25HV
Dispersion	Triethylenglycol-monomethylether	Ethanol, Ethyenglycol	Wässrige Dispersion
Partikelgröße	30~35 nm	< 150 nm	60 nm
Silberanteil	30~35 wt. %	20 wt. %	25 wt. %
Viskosität	10~17 mPa-s	10~13 mPa-s	6 mPa-s
Oberflächenspannung	35~38 mN/m	27~31 mN/m	31 mN/m
Sinterbedingungen	180 °C~200 °C / 30 min~60 min	150 °C~300 °C/ 30 min	60 °C~125 °C / 5 min (auf Spezialsubstrat)

Neben diesen Tinten wird für die Realisierung der Widerstandsthermometer ein zusätzliches Druckmaterial ausgewählt. Aufgrund der Vorgaben aus Unterkapitel 4.2 in Hinblick auf die Rasteranordnung der Sensoren, die zu großen Abständen zwischen Einzelsensoren führen, wurde beschlossen, ein hybrides Sensorkonzept zu entwickeln, bei dem zwar die erforderlichen resistiven Sensoren mittels Inkjet-Druck und Funktionstinten realisiert werden, die erforderlichen Versorgungsleitungen dagegen mittels

Siebdruck einer metallgefüllten Polymerpaste. Durch diesen Ansatz lassen sich relativ grobe Versorgungsleitungen (Breite mehrere Millimeter) mit relativ großem Querschnitt und damit geringem elektrischen Widerstand realisieren. Bei dem ausgewählten Material handelt es sich um eine Ag-gefüllte Polymerpaste, die mittels Siebdruck verarbeitet und thermisch ausgehärtet wird. Durch den Einsatz des gleichen metallischen Füllstoffs werden negative Auswirkungen im Kontaktierungsbereich, wie z. B. Kontaktpotenziale, vermieden.

Zur Herstellung der Leiterbahnen wurde die kommerziell erhältliche metallhaltige Paste DuPont 5000 verwendet. Diese Silberpaste hat vor allem eine geringe Aushärtetemperatur, was besonders bedeutend für die Anwendung auf PET-Substraten ist. Die wichtigsten Parameter der Paste werden in Tabelle 4 dargestellt.

Tabelle 4

Verwendete leitfähige Paste [DB-dp5000]

Hersteller	Markierung	Substrate	Thermische Behandlung	Flächen- widerstand in mΩ/sq /25μm	Metall- anteil in %	Viskosität in Pa·s
DuPont	5000 Silver Conductor	Polyester, Papier, Epoxid-Glas	Box Ofen: 120 °C / 8–10 min Reel-to-reel: 140 °C / 1–1,5 min IR Bandofen: 130 °C / 2–4 min	≤15	58 – 62	3,5 – 16,0

5.3 Konzepte und Layouts

In Abhängigkeit vom jeweiligen Untersuchungsgegenstand wurden im Zuge der kontinuierlichen Verbesserung unterschiedliche Drucklayouts entwickelt, von denen nachfolgend nur die im Projektzeitraum wichtigsten und letztlich für weiterführende Untersuchungen eingesetzten kurz beschrieben werden.

5.3.1 Druckstrukturen zur Bewertung der Verarbeitbarkeit

Zur Bewertung der Verarbeitbarkeit der drei Nanodispersionen im Inkjet-Druckprozess und zur Optimierung der Verarbeitungsparameter beim Druckprozess wurde eine dreistufige Vorgehensweise gewählt. Folgende Aspekte sollen damit geklärt werden:

- Reproduzierbarkeit der Tropfenerzeugung
- Geometrische Charakterisierung (Abmessungen), Fehlerfreiheit, feinste Strukturauflösung
- Schichtdicke der gedruckten Strukturen

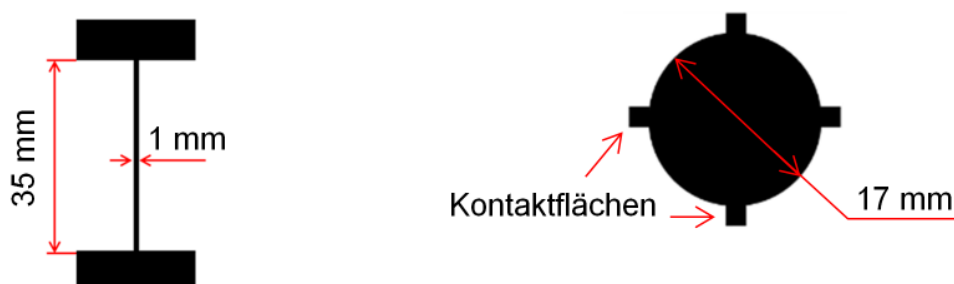
Dabei werden zunächst in einer Matrix gedruckte Einzeltropfen auf den Zielsubstraten vermessen und die so erreichbaren minimalen Tropfendurchmesser bewertet. Kommt es bei den Wechselwirkungen zwischen Substrat und Tinten zu Besonderheiten wie Entnetzung, extreme Spreitung o. ä., kann auf Basis dieser Ergebnisse bereits eine Aussage über die Unverträglichkeit einer Tinten-Substrat-Kombination getroffen werden. Für weitergehende Tests zur Verarbeitbarkeit werden nachfolgend Einzellinien mit der minimal erreichbaren Strukturbreite gedruckt, die sich dann einstellt, wenn die Strukturbreite genau einen Pixel (d. h. einen Druckdot) beträgt. Auf Basis der so gedruckten Teststrukturen werden dann die oben genannten Eigenschaften wie Fehlerfreiheit, Geometrie, Strukturauflösung und Schichtdicke ermittelt und bewertet.

Für weitergehende Tests zur Ermittlung der optimalen Verdichtungstemperaturen der Silbernanoteilchentinten wurden Leiterbahnstrukturen (35 mm x 1 mm) verwendet. In der nachfolgenden Abbildung 6 ist das entsprechende Layout dargestellt. Auf Basis der so gedruckten Teststrukturen werden dann die spezifischen Widerstände der Tinten nach Verdichtung bei unterschiedlichen Temperaturen ermittelt (Unterkapitel 6.1.2). Die zu Anfang und Ende der Bahnstruktur zusätzlich gedruckten Messpads ermöglichen ferner die Bestimmung weiterer elektrischer Kennwerte mittels Kontaktierung von Messklemmen. Die Druckdichte (Dots per Inch – DPI) war von der verwendeten Silbertinte abhängig (900 DPI für die ANP-Tinte, 1100 DPI für die Sun- und die Novacentrix-Tinte).

Zur Messung der Haftfestigkeit der verdichteten Silbernanopartikeltintensschichten wurden kreisförmige Strukturen mit symmetrischen Kontaktflächen verwendet (sogenannte Van-der-Pauw-Strukturen, Abb. 6 rechts). Van-der-Pauw-Strukturen werden oft zur Bestimmung des elektrischen Flächenwiderstandes homogener Schichten benutzt. Im Rahmen des Berichts wurden sie aber vor allem für die Ermittlung der Haftung der gedruckten Silberschichten verwendet (Unterkapitel 5.5.4). Der Kreisdurchmesser betrug 17 mm. Die Kontaktflächen waren 2 mm x 2 mm groß. Die Strukturen auf den polymeren Substraten wurden mit 900 DPI (ANP-Tinte) bzw. 1100 DPI (Sun- und Novacentrix-Tinte) gedruckt.

Abbildung 6

Verwendete Layouts: Testleiterbahn (links); Van-der-Pauw-Struktur (rechts)



Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

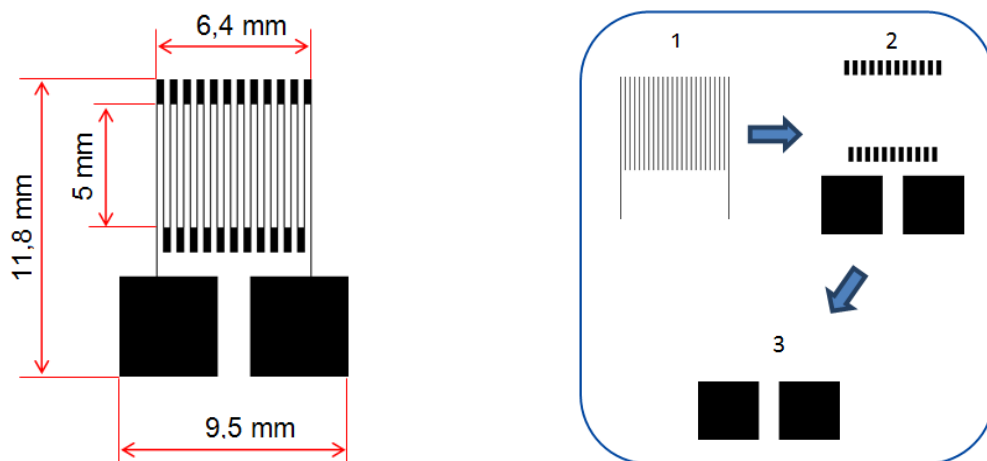
5.3.2 Dehnungsmessstreifen

Für die Realisierung gedruckter DMS wurde nach Durchlaufen mehrerer Iterations-schleifen ein Layout auf Basis einer Messgitterstruktur aus 24 dünnen parallelen Bah-nen verwendet. Das DMS-Layout mit den wichtigsten Abmessungen ist in Abbildung 7 dargestellt. Die Größe der eigentlichen Sensorgitterstruktur beträgt 7 mm x 6,4 mm, so dass die Zielvorgabe einer reinen Sensorfläche von 100 mm² erreicht werden konnte. Die zu Anfang und Ende jeder Einzelstruktur zusätzlich gedruckten Kontaktpads er-möglichen ferner die Ermittlung elektrischer Kennwerte mittels Kontaktierung von Messspitzen. Die eingestellte Linienbreite ist ein Pixel (px) und der Abstand zwischen den Linien beträgt zwölf Pixel (px). Die Kontaktpads wurden relativ großflächig ausge-führt, um eine bequeme Kontaktierung realisieren zu können. Die Messgitterlänge des Sensors beträgt insgesamt 124 mm. Die Druckdichte des Drucklayouts beträgt 900 DPI bzw. 1100 DPI (vgl. Unterkapitel 6.1).

Die Sensorstrukturen wurden in drei Schritten hergestellt: Zunächst wurden die feinen Linien des Messgitters gedruckt, danach Übergänge und Kontaktstellen. Zuletzt wur-den die Kontaktflächen mit einer zweiten Druckschicht verstärkt (Abb. 7 rechts).

Abbildung 7

Bemaßte Darstellung des vorläufigen DMS-Layouts (links); drei Druckschritte (rechts)



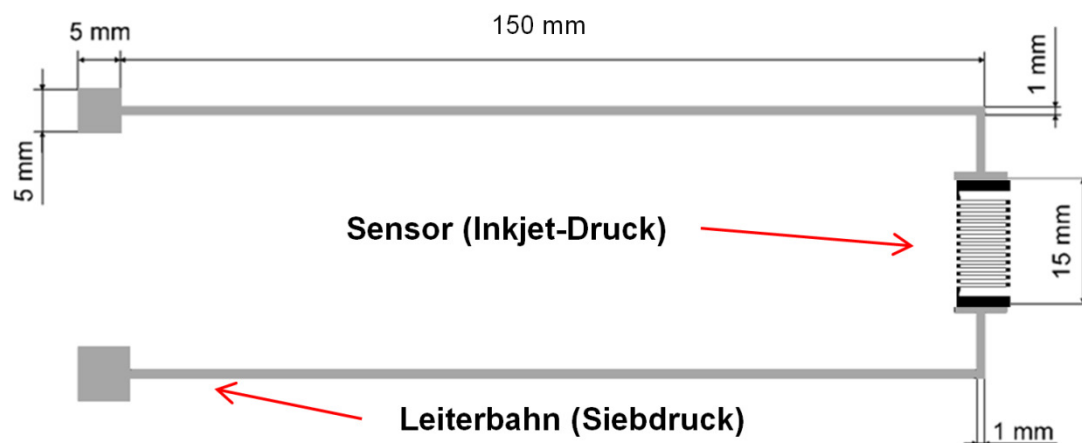
Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

5.3.3 Thermosensoren

Für die Realisierung der resistiven Thermosensoren können grundsätzlich ähnliche drucktechnisch erzeugte Strukturen wie für die DMS eingesetzt werden.

Im Fall der T-Sensoren war es das Ziel, den Siebdruck mit dem Inkjet-Druckprozess zu kombinieren. Deswegen wurden eigentlich zwei Layouts erarbeitet. Das erste Layout stellt die resistiven Thermosensoren dar, das zweite die Versorgungsleiterbahnen, die zur verlustarmen Versorgung des Sensors mit Hilfsenergie dienen. Das Konzept zur Herstellung der Thermosensoren ist in Abbildung 8 dargestellt.

Abbildung 8

Konzept zur Herstellung der Thermosensoren / Teststruktur

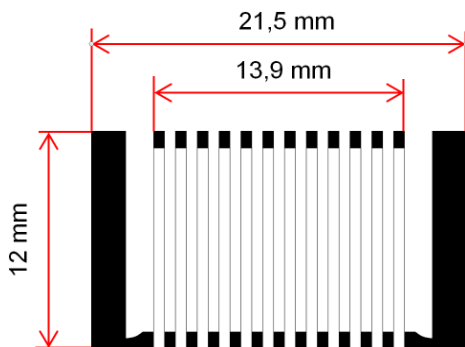
Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

Die Thermosensoren wurden mit Hilfe des Inkjet-Druckes der ausgewählten Tinten hergestellt. Das verwendete Layout ist in Abbildung 9 im Detail zu sehen. Die DPI-Zahl war von der verwendeten Ag-Nanoteilchendispersion abhängig (900 DPI für die ANP-Tinte; 1100 DPI für die Sun-Tinte). Die Gitterlinien haben eine Breite von einem Pixel und wurden mit einem Messgitterabstand von 0,6 mm gedruckt (22 – 26 px). Die Fläche des Sensors beträgt ca. 167 mm².

Die Versorgungsleiterbahnen werden dagegen mittels Siebdruck der metallgefüllten Polymerpaste hergestellt. Somit haben die gedruckten Versorgungsleitungen einen relativ großen Querschnitt und einen geringen elektrischen Widerstand. Das ist wichtig, weil für die spätere Anwendung die Thermosensoren über eine große Fläche regelmäßig verteilt angeordnet werden sollen. Die lokalen Erwärmungen werden mittels der gedruckten Sensoren gemessen. Gleichzeitig sollen die durch Temperatur verursachten Widerstandsänderungen der Leiterbahnen minimal sein.

Abbildung 9

Thermosensorlayout, Gitterlänge ca. 252 mm



Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

5.4 Eingesetzte Prozesstechnologien

Die ausgewählten Tinten werden auf einem Inkjet-Drucker Omnijet 100 des koreanischen Herstellers Unijet verarbeitet (Abb. 10 links). Die Anlage ist als Desktopsystem für die Prozesscharakterisierung und -entwicklung im Labormaßstab geeignet. Als Druckköpfe kommen piezoelektrische Druckköpfe des Hersteller Fuji Dimatix zum Einsatz. Die eingesetzten Druckköpfe Dimatix DMC-11610 haben 16 Düsen mit quadratischen Öffnungen (Größe $20\text{ }\mu\text{m} \times 20\text{ }\mu\text{m}$) und ein Nominalvolumen der Tropfen von 10 Pikoliter (pl). Nur in besonderen Fällen, wenn die Linienbreiten die Anforderungen der Miniaturisierung nicht erfüllen, wurden Dimatix DMC-11601 Druckköpfe mit einem Tropfennominalvolumen von 1 pl verwendet. Diese Druckköpfe haben ebenfalls 16 Düsen mit quadratischen Öffnungen ($9\text{ }\mu\text{m} \times 9\text{ }\mu\text{m}$). Das Substrat wird während des Druckprozesses mittels Vakuum auf dem Substrathalter fixiert. Es besteht die Möglichkeit, das Substrat während des Druckprozesses auf Temperaturen von maximal $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ zu erwärmen, um das Spreitungsverhalten der Tinten beeinflussen zu können.

Die erforderliche Trocknung und Verdichtung der gedruckten Strukturen erfolgt in einem Konvektionsofen der Firma Memmert (UNE 400). Folgende Parametrierung wurde zunächst für erste Versuche gewählt:

- | | | | |
|-----------------|---|---|---|
| - PET-Substrat: | Trocknung: $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ | → | Verdichtung: $160\text{ }^{\circ}\text{C} / 1\text{ h}$; |
| - PI-Substrat: | Trocknung: $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ | → | Verdichtung: $180\text{ }^{\circ}\text{C} / 1\text{ h}$. |

Für den Siebdruck wurde das Drucksystem ERKA MAT S30 (Abb. 10 rechts) eingesetzt.

Abbildung 10

Verwendete Drucksysteme: Unijet Omni Jet 100 (links); EKRA MAT S30 Drucksystem (rechts)



Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

Die silberbasierte Paste DuPont 5000 wurden mit Hilfe eines Rakels (Material: Triflex HQ; Shorehärte: 75° / 95° / 75°) und eines Edelstahlsiebes auf die PET-Substratfolien aufgebracht. Nachfolgend sind die Siebparameter aufgeführt:

- Rahmen aus Alu-Profil Außenmaß 450 mm x 350 mm
- Bespannung mit hochfestem Edstahlgewebe VA 300-0,032x22,5 “
- Beschichtungsemulsionsstärke über Gewebe 17 +/- 2 µm

Die Rakelgeschwindigkeit betrug etwa 0,0625 m/s. Nach dem Drucken wurden die Strukturen bei 120 °C für zehn Minuten im Ofen ausgehärtet.

5.5 Charakterisierungsmethoden

Um gedruckte Schichten umfassend charakterisieren zu können, werden unterschiedliche Methoden eingesetzt. Wie der Anforderungsdefinition zu entnehmen ist, stehen dabei zunächst Kriterien im Fokus, die zwar unabhängig von der späteren Sensoranwendung sind, aber grundlegende Bedeutung für die Realisierung geeigneter und zuverlässiger Sensoren haben. Folgende Aspekte werden deshalb an erster Stelle charakterisiert:

- Erzielbare minimale geometrische Auflösung des Inkjet-Drucks auf den Zielsubstraten und Fehlerfreiheit des Druckergebnisses
- Elektrische Eigenschaften (Widerstand) gedruckter Strukturen
- Schichtdicke gedruckter Strukturen
- Haftfestigkeit gedruckter Schichten

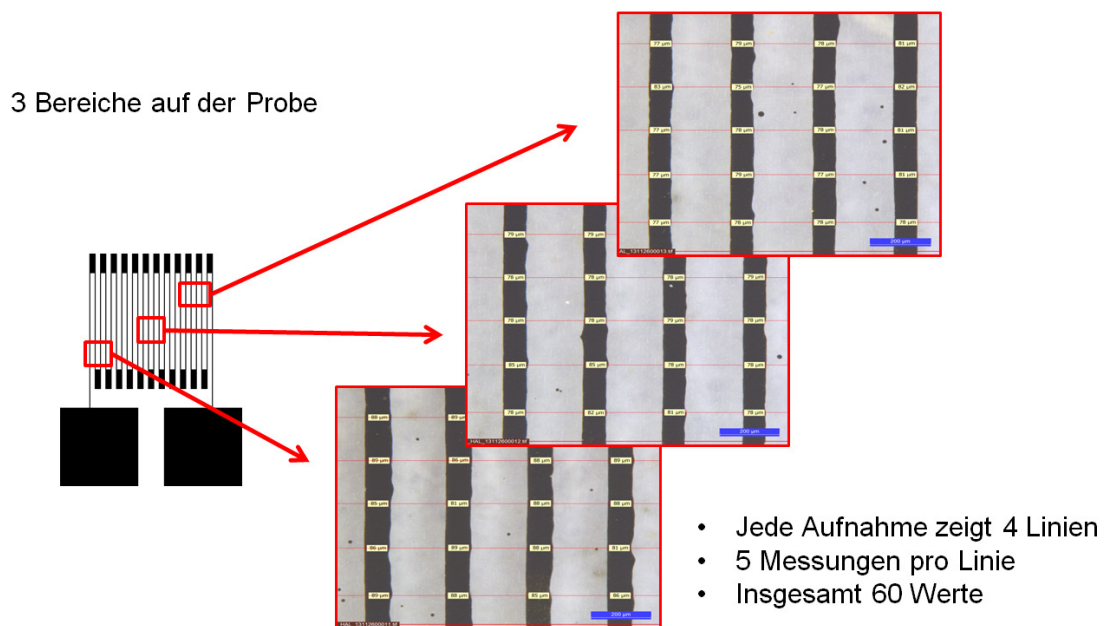
Danach wurden Charakteristiken wie K-Faktor und TCR-Wert ermittelt. Diese Parameter zeigen die Leistungsfähigkeit von gedruckten DMS und Thermosensoren. Abschließend wurden die Langzeitstabilität und Zuverlässigkeit der gedruckten Sensoren untersucht.

5.5.1 Vermessung der Leiterzuggeometrie

Zur Vermessung von Leiterzuggeometrien wird das Lichtmikroskop Leica M 205 C mit DFC450 (Digital Color-Mikroskop-Kamera mit fünf Megapixel Auflösung) und digitaler Bildverarbeitung eingesetzt. Die Ermittlung der Leiterzuggeometrie erfolgt stets nach dem nachfolgend illustrierten Schema.

Abbildung 11

Systematik der Vermessung der Leiterzuggeometrie



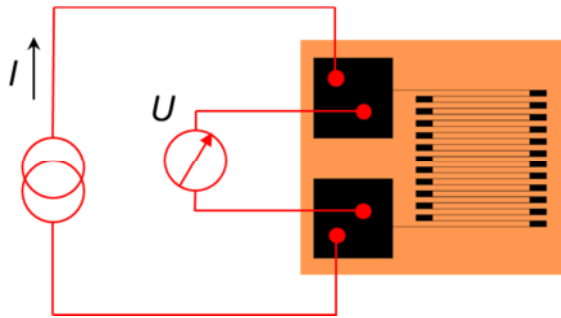
Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

Basierend auf den oben spezifizierten Layouts werden jeweils 60 Messwerte pro Layout aufgenommen und die dazugehörigen Mittelwerte und Standardabweichungen errechnet.

5.5.2 Messung des elektrischen Widerstands bzw. der elektrischen Leitfähigkeit

Zur Bestimmung des elektrischen Widerstands bzw. der elektrischen Leitfähigkeit gedruckter Strukturen wurde die Vier-Punkt-Methode eingesetzt.

Abbildung 12

Schematische Darstellung der Vier-Punkt-Messung

Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

Dabei wird die Probe mit vier Messspitzen kontaktiert, wobei durch zwei von ihnen der Probe ein definierter, konstanter Strom eingeprägt und zwischen den beiden anderen Messspitzen der Potenzialunterschied, d. h. die elektrische Spannung, mittels eines hochohmigen Voltmeters gemessen wird. Aus dem Verhältnis der Spannung und des eingeprägten Stroms kann der elektrische Widerstand der untersuchten Probe ermittelt werden. Das Verfahren ist weitgehend unabhängig von Leitungs- und Übergangswiderständen zwischen den Messspitzen und den Oberflächen, da diese gegenüber dem hohen Innenwiderstand des Voltmeters zu vernachlässigen sind. Die Widerstandsmessungen wurden mit einem Keithley 2450 SourceMeter durchgeführt.

Für die Bestimmung des spezifischen Widerstandes der verdichteten Silbernanopartikelintensichten wurde folgende Gleichung verwendet:

$$\rho = R \frac{S}{l},$$

wobei l die Länge und S den Querschnitt des Leiters darstellt. Die Leitfähigkeit lässt sich durch den Kehrwert des spezifischen Widerstandes bestimmen:

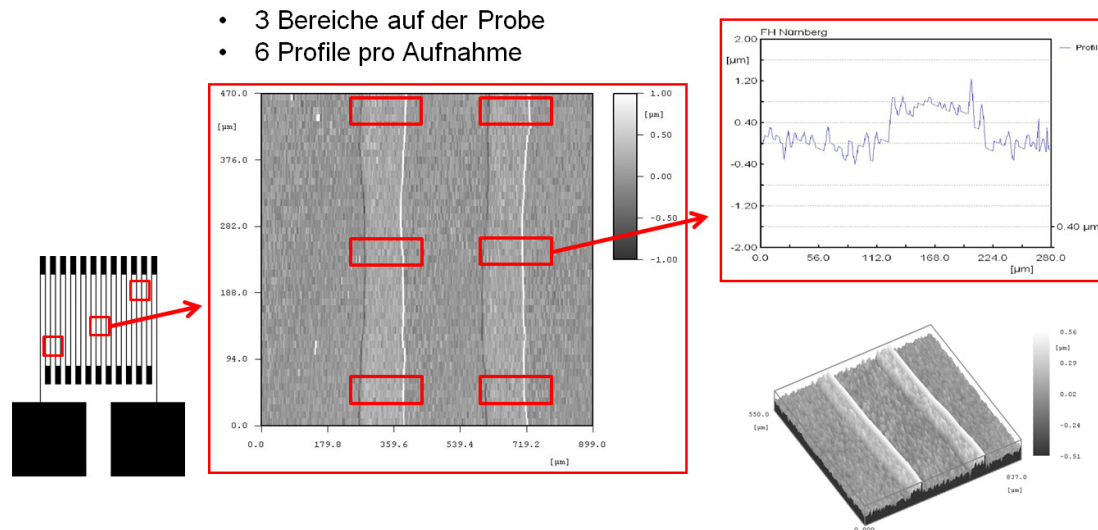
$$\sigma = \frac{1}{\rho}$$

5.5.3 Vermessung der Schichtdicke

Zur Ermittlung der Dicke gedruckter und verdichteter Ag-Schichten wird ein berührungslos arbeitender Laserprofilometer μ scan der Firma Nanofocus, ausgestattet mit dem Konfokalsensor CF4, eingesetzt (siehe Abbildung 13).

Abbildung 13

Systematik der Vermessung der Schichtdicke



Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

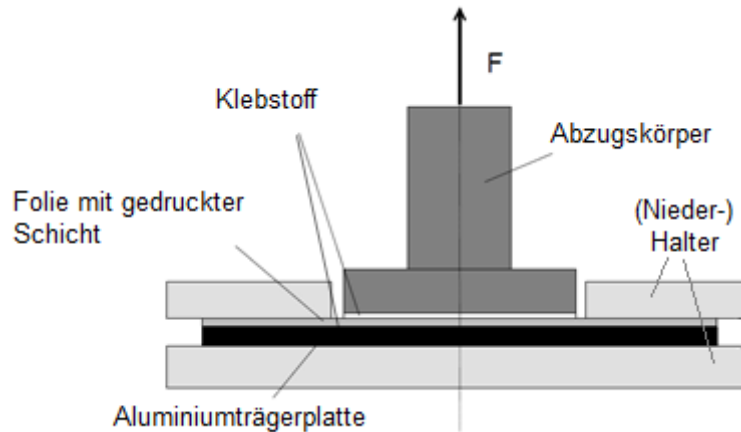
Zur Korrektur der Substratlage (Ausrichtung) wird ein Polynom Ersten Grades verwendet, die Glättung der aufgenommenen Wertekurve erfolgt mittels Gauss-Filter 10 µm (Tiefpass). Auch hier werden die Ergebnisse wieder auf Basis der oben beschriebenen gedruckten Teststrukturen ermittelt. Insgesamt 18 Messwerte pro Layout werden aufgenommen und wiederum die dazugehörigen Mittelwerte und Standardabweichungen errechnet. Dieser Messvorgang wurde auch zur Charakterisierung der siebgedruckten Leiterbahnen eingesetzt.

5.5.4 Bewertung der Haftfestigkeit gedruckter Schichten

Die Messung der Haftfestigkeit erfolgte nach dem bekannten Verfahren des Stirnabzugsversuchs nach DIN EN ISO 4624. Diese Norm legt Verfahren zum Bestimmen der Haftfestigkeit fest, nach denen ein Abreissversuch an einer ein- oder mehrschichtigen Beschichtung durchgeführt wird. Bei diesem Verfahren werden auf die zu untersuchenden Schichten metallische Prüfkörper (oder Stempel) aufgeklebt. Nach Aushärten des Klebstoffs wird die zum Abreißen des Stempels erforderliche Kraft gemessen. Die abgerissene Fläche wird vermessen und deren Wert weiterverwendet, um die Haftfestigkeit der Beschichtung zu berechnen.

Für die Messung der Haftfestigkeit wurden die Van-der-Pauw-Strukturen verwendet. Der gesamte Test-Aufbau ist in Abbildung 14 zu sehen.

Abbildung 14

Bewertung der Haftung mittels Stirnabzugsversuch

Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

Um die Haftung der Ag-Schichten auf den flexiblen Polymerfolien ermitteln zu können, mussten zunächst die mit gedruckten und verdichteten Strukturen versehenen Folien unter Nutzung eines 2-K-Epoxidharzklebstoffs (UHU Endfest 300) auf starre Aluminiumversteifungsplatten geklebt werden. Nach dem Aushärten des Klebstoffs wurden Abzugskörper mittig auf die Metallisierungsflächen mit dem gleichen Klebstoff geklebt. Als Abzugskörper wurden runde REM-Probenhalter mit einem Durchmesser von 12,7 mm und polierten Oberflächen verwendet. Anschließend wurden die Abzugskörper jeweils mit einer zusätzlichen Masse von zehn Gramm beschwert, um einen definierten Anpressdruck zu gewährleisten, und der Klebstoff für zehn Minuten bei 110 °C ausgehärtet. Danach wurden die auf diese Weise hergestellten Proben mittels einer Instron 5940 Zugprüfmaschine untersucht. Um sicherzustellen, dass bei den Festigkeitsmessungen nur vertikale Kräfte (senkrecht zur Oberfläche) auftreten, wurde eine spezielle Halterung konstruiert. Eine Abzugsgeschwindigkeit von 10 mm/min wurde für alle Abzugstests eingestellt.

5.5.5 Zugversuche zur DMS-Charakterisierung

Zur Charakterisierung der gedruckten Dehnungsmessstreifen und zur Ermittlung des K-Faktors wurden Zugversuche durchgeführt. Aluminium-Träger (176 mm × 20 mm × 1 mm; Abb. 15) wurden für die Widerstands- und Dehnungsmessungen verwendet. Im Hinblick auf die bessere Vergleichbarkeit der Ergebnisse wurde eine Probekörpergeometrie basierend auf der Norm DIN EN ISO 6892-1:2009 („Metallische Werkstoffe – Zugversuch – Teil 1: Prüfverfahren bei Raumtemperatur“) [ISO-09] gewählt. Für die Versuche wurde die folgende Probegeometrie festgelegt:

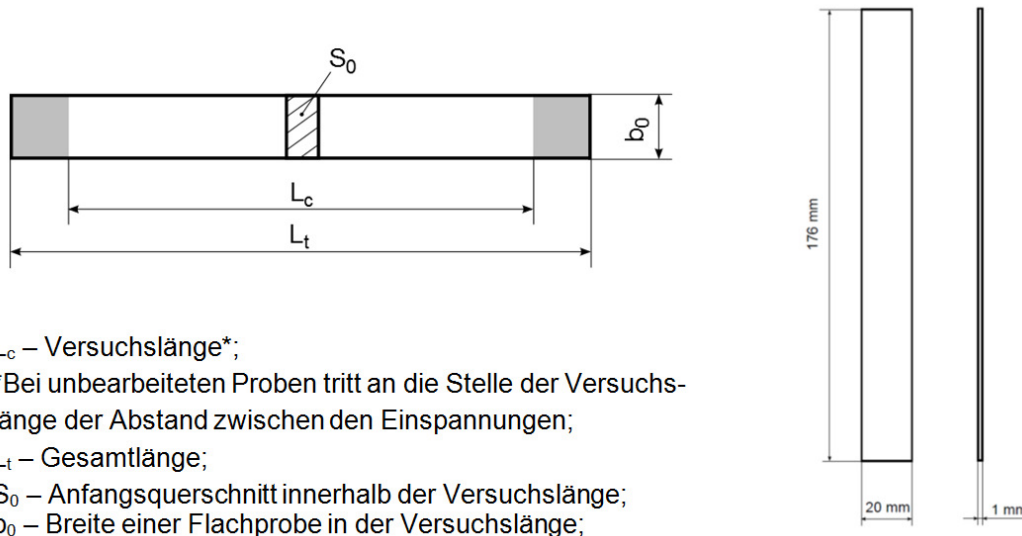
$b_0 = 20 \text{ mm}$ – Breite einer Flachprobe im Bereich der Versuchslänge (Abb.15);

$L_0 = 80 \text{ mm}$ – Anfangsmesslänge

$L_c = 140 \text{ mm}$ – Versuchslänge (Abstand der Einspannungen)

Abbildung 15

Probe für den Zugversuch: Wichtigste Bezeichnungen (links); Abmessungen (rechts)



L_c – Versuchslänge*;

*Bei unbearbeiteten Proben tritt an die Stelle der Versuchslänge der Abstand zwischen den Einspannungen;

L_t – Gesamtlänge;

S_0 – Anfangsquerschnitt innerhalb der Versuchslänge;

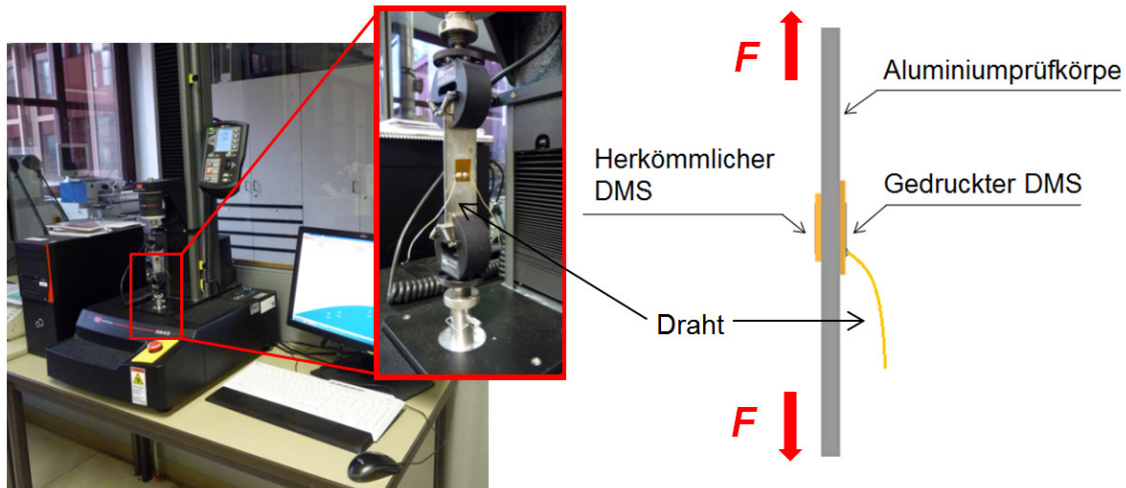
b_0 – Breite einer Flachprobe in der Versuchslänge;

Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

Die auf PI-Folie gedruckten DMS wurden auf die Oberfläche der Aluminiumträger geklebt. Zusätzlich wurde ein Referenz-Folien-Dehnungsmessstreifen (6/120A LY11 HBM GmbH) auf der anderen Seite des gleichen Aluminiumträgers angeklebt. Mit seiner Hilfe soll die exakte Dehnung ϵ des Substrats gemessen werden. Dieser herkömmliche DMS wurde mit Hilfe des Viertel-Brücke-Adapters SCM-SG120 mit dem 4-Kanal-Universalmeßverstärker Quantum XMX 440A verbunden. Der verwendete Messaufbau ist in Abbildung 16 dargestellt. Zum Aufkleben der Sensoren wurde der einkomponentige Cyanacrylat-Klebstoff Z 70 (HBM) benutzt. Vor der Probenvorbereitung wurden die Aluminiumträger mit einem Aceton-Isopropanol (IPA)-Gemisch (Verhältnis 50:50) gereinigt.

Abbildung 16

Versuchsaufbau: Instron 5940 Zugprüfmaschine mit fixierter Probe (links); Aluminiumprüfling mit aufgeklebtem gedrucktem und herkömmlichem DMS (rechts)



Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

Die Aluminiumträger wurden mittels Spannbacken in der Zugprüfmaschine eingespannt. Zur elektrischen Auswertung der Widerstandsänderung wurden an die gedruckten DMS mit Hilfe eines elektrisch leitfähigen Klebstoffs (Heraeus PC 3002) je zwei Drähte angeklebt, so dass man sie mit den Messklemmen kontaktieren kann. Der Leitklebstoff ist ein einkomponentiges Epoxidharz, das mit 83 Gew.-% Silber gefüllt ist. Dieser wurde bei einer Temperatur von 120 °C für 20 Minuten im Ofen ausgehärtet. Die Widerstandsänderung der gedruckten Sensoren wurde mit Hilfe eines Keithley-2701/E Multimeter auf einem Computer aufgezeichnet und danach analysiert.

Die hergestellten Träger wurden in der gleichen Zugprüfmaschine mit zyklischer Belastung zwischen 0 N und 400 N für 50 Zyklen getestet. Bei 0 N sowie bei 400 N wurde die Kraft zehn Sekunden konstant gehalten. Der Zweck der zyklischen Belastung war, die Sensorantwort unter wiederholender Belastung zu untersuchen und mehr über die Reproduzierbarkeit des DMS zu lernen. Die Maximalkraft 400 N wurde gewählt, um im Bereich der elastischen Verformung der Aluminiumprüflinge zu bleiben. Die Prüfungsgeschwindigkeit wurde auch auf Basis der ISO Norm [ISO-09] berechnet. Die Prüfungsgeschwindigkeit soll auf der Dehngeschwindigkeitsregelung basieren:

$$v_c = L_c \cdot \dot{\epsilon}_{L_c}$$

Dabei ist

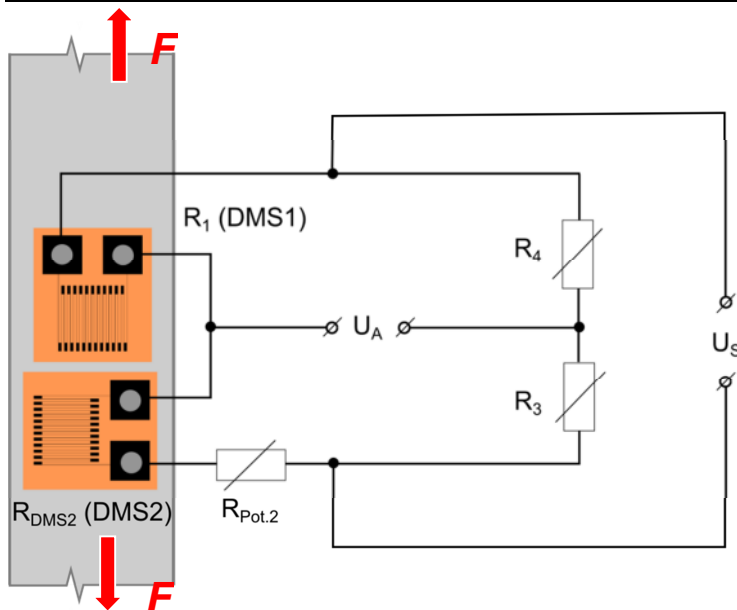
v_c die konstante Traversengeschwindigkeit,
 $\dot{\epsilon}_{L_c}$ die abgeschätzte Dehngeschwindigkeit über die Versuchslänge,
 wobei die empfohlene Dehngeschwindigkeit $\dot{\epsilon} = 0,000\,07\,s^{-1}$ ist.

Die Traversengeschwindigkeit beträgt damit $v_c = 0,0098 \frac{\text{mm}}{\text{s}}$.

In weiteren Versuchen erfolgte die Verschaltung der DMS in einer Wheatstone'schen Brückenschaltung mit der Brückenspannung als Eingangssignal für den Messwertverstärker. Zur Temperaturkompensation der gedruckten DMS wird ein weiterer DMS in einem Winkel von 90° versetzt aufgeklebt. In der Brückenschaltung wurde für die gedruckten Dehnungssensoren zusätzlich noch ein Potentiometer ($R_{\text{Pot.2}}$) in Serie geschaltet, um die Widerstandswerte der gedruckten DMS anzupassen (da die Widerstände R_1 , R_2 in der Wheatstone'schen Brücke gleich sein sollen). Der eingestellte Widerstandswert des Potentiometers war sehr klein im Vergleich zum DMS-Widerstand. Bei den herkömmlichen Folien-DMS war aufgrund des geringen TCR-Wertes keine zusätzliche Temperaturkompensation erforderlich. Die Halbbrückenschaltung wurde mit einer Spannung von fünf Volt gespeist. Die Ausgangsspannung wurde mit dem Keithley Multimeter kontrolliert. Die verwendete Halbbrückenschaltung wird in Abbildung 17 gezeigt.

Abbildung 17

Halbbrückenschaltung



Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

Die Brückenverstimmung U_A ist die Differenz der Spannungen, die sich an den Spannungsteilern bestehend aus R_1 , R_2 und R_3 , R_4 ergeben. Diese berechnet sich zu [Hof-87]:

$$U_A = U_S \left(\frac{R_1}{R_1 + R_2} - \frac{R_4}{R_3 + R_4} \right),$$

$$R_2 = R_{DMS2} + R_{Pot.2}.$$

Für den Fall

$$\frac{R_1}{R_2} = \frac{R_4}{R_3}$$

ist die Brückenausgangsspannung null.

Bei einer vorgegebenen Dehnung ändert sich der Widerstand der DMS um den Betrag ΔR . Dadurch ergibt sich:

$$\frac{U_A}{U_S} = \frac{1}{4} \left(\frac{\Delta R_1}{R_1} - \frac{\Delta R_2}{R_2} \right).$$

Es wurden ebenfalls Versuche zur Abschätzung der Querempfindlichkeit der gedruckten Dehnungsmessstreifen durchgeführt. Die DMS sollen eigentlich nur in ihrer „aktiven“ Richtung mit einer Widerstandsänderung auf eine Dehnung reagieren. Die „aktive“ Richtung ist durch die Richtung der drahtähnlichen Leiterteile des Messgitters bestimmt. Zuweilen beobachtet man auch dann eine Widerstandsänderung, wenn Dehnungen quer zur „aktiven“ Richtung auf den DMS einwirken. Man sagt dann, der DMS sei „querempfindlich“.

Im Bereich der verbreiterten Querverbindungen erfolgt bei positiver Dehnung eine geringfügige positive Widerstandsänderung. Dieser Vorgang ist auf einen engen Bezirk am Ende des Messgitters beschränkt. Er wirkt sich deshalb bei kurzen Messgittern stärker aus als bei langen, weil der relative Anteil der verzerrten Messgitterteile verschieden groß ist. Ein zweiter sich überlagernder Effekt entsteht durch die Kräfte, die seitlich entlang des Messgitterstranges angreifen und ihn in die Breite ziehen. Wie stark die Kräfte auf den Leiter einwirken können, hängt von dessen Abmessungen sowie vom Kraftschluss ab. Ein vollständig in den Messgitterträger eingebetteter Leiter wird stärker beansprucht als ein oben aufgeklebter. Dieser Effekt bewirkt bei Folien-DMS bei positiver Dehnung eine ebenfalls geringfügige negative Widerstandsänderung (dies erklärt eine gelegentlich zu beobachtende negative Querempfindlichkeit der DMS). Beim Entwurf eines DMS wird man nach Möglichkeit die Messgittergeometrie so wählen, dass die Querempfindlichkeit einen sehr kleinen Wert annimmt.

Die Querempfindlichkeit q ist definiert als der Quotient aus der Dehnungsempfindlichkeit quer zur Messrichtung k_q und der Dehnungsempfindlichkeit in der Messrichtung k_l [Hof-87]:

$$q = \frac{k_q}{k_l}.$$

5.5.6 Charakterisierung der thermoresistiven Eigenschaften der gedruckten Strukturen

Zur weiteren Charakterisierung der gedruckten DMS sowie Thermosensoren wurde der Temperaturkoeffizient des elektrischen Widerstands (TCR) von mit verschiedenen Tinten gedruckten Sensorstrukturen ermittelt. Dafür wurden die Proben im Konvektionsofen von +20 °C bis etwa +110 °C ($\Delta T \approx 90$ K) erwärmt. Die Änderung des elektrischen Widerstandes wurde dabei mit dem Keithley 2701 Multimeter registriert.

5.5.7 Untersuchung des Langzeitverhaltens gedruckter Sensorstrukturen

Im Arbeitspaket Nummer 4 (vgl. Kapitel 3) wird das Langzeitverhalten gedruckter Sensorstrukturen untersucht. Hier soll das Verhalten resistiver Sensoren unter zyklischer mechanischer Belastung, nach Lagerung bei erhöhter Temperatur und kombinierter Wärme-Feuchtebelastung sowie nach Temperaturwechselbelastung genauer bewertet werden.

Zur weiteren Charakterisierung der gedruckten Silberschichten sowie der Dehnungs- und Thermosensoren wurden folgende Zuverlässigkeitsuntersuchungen durchgeführt:

- Lagerung bei Raumtemperatur und ca. fünf Prozent relativer Feuchte für 1000 Stunden
- Hochtemperaturlagerung im Konvektionsofen (Heraeus T5042) bis zu 1000 Stunden
- Temperaturwechsel zwischen -20 °C und +120 °C im Klimaprüfschrank (Heraeus VKL 04/150) für bis zu 500 Zyklen
- Wärme-Feuchte-Belastung bei einer Temperatur von 85 °C und 85 Prozent relativer Luftfeuchtigkeit für bis zu 1000 Stunden. Für alle untersuchten Proben wurden die Änderungen des elektrischen Widerstandes, der Haftfestigkeit sowie der K-Faktoren (DMS) beziehungsweise TCR-Werte (T-Sensoren) ermittelt.

Zusätzlich wurde die Zuverlässigkeit von gedruckten Dehnungssensoren auf PI-Folie nach mechanischen Langzeitbelastungen untersucht und mit der kommerziell erhältlichen DMS verglichen.

Details zum Ablauf der Zuverlässigkeitsuntersuchungen finden sich in Kapitel 6.5.

6 Untersuchungsergebnisse

Darstellung der wichtigsten Resultate und Erkenntnisse

6.1 Voruntersuchungen zur Ermittlung der optimalen Druckparameter

Obwohl die ausgewählten Tinten grundsätzlich für die Verarbeitung im Inkjet-Prozess vorgesehen sind, ist aufgrund der unterschiedlichen Formulierungen (vgl. Tabelle 3) und der abweichenden Eigenschaften wie etwa Oberflächenspannung, Feststoffgehalt oder Viskosität zu erwarten, dass sich die Tinten sowohl beim eigentlichen Druckprozess (Erzeugung und Ausstoßen der Einzeltropfen) als auch in Hinblick auf die Wechselwirkung mit dem Substrat unterschiedlich verhalten (z. B. Benetzungs-, Spreitungs- und Trocknungsverhalten). Vor dem Hintergrund der Realisierbarkeit feinsten Strukturen mit minimalen Messgitterstegbreiten und Abständen der Einzelstege des Messgitters besteht das erste Ziel im Untersuchungsprogramm darin, für jede Materialkombination ein optimales Ergebnis in Hinblick auf

- die Fehlerfreiheit des Druckprozesses (keine Satellitentropfen, keine Fehlstellen) und
- die erzielbare minimale Strukturbreite

zu erreichen. Entscheidende Voraussetzung dafür ist die Ermittlung optimaler Druckparameter, die eine reproduzierbare Bildung kleinster Einzeltintentropfen mit minimalem Volumen ermöglichen.

6.1.1 Parametrierung des Drucksystems – Waveform

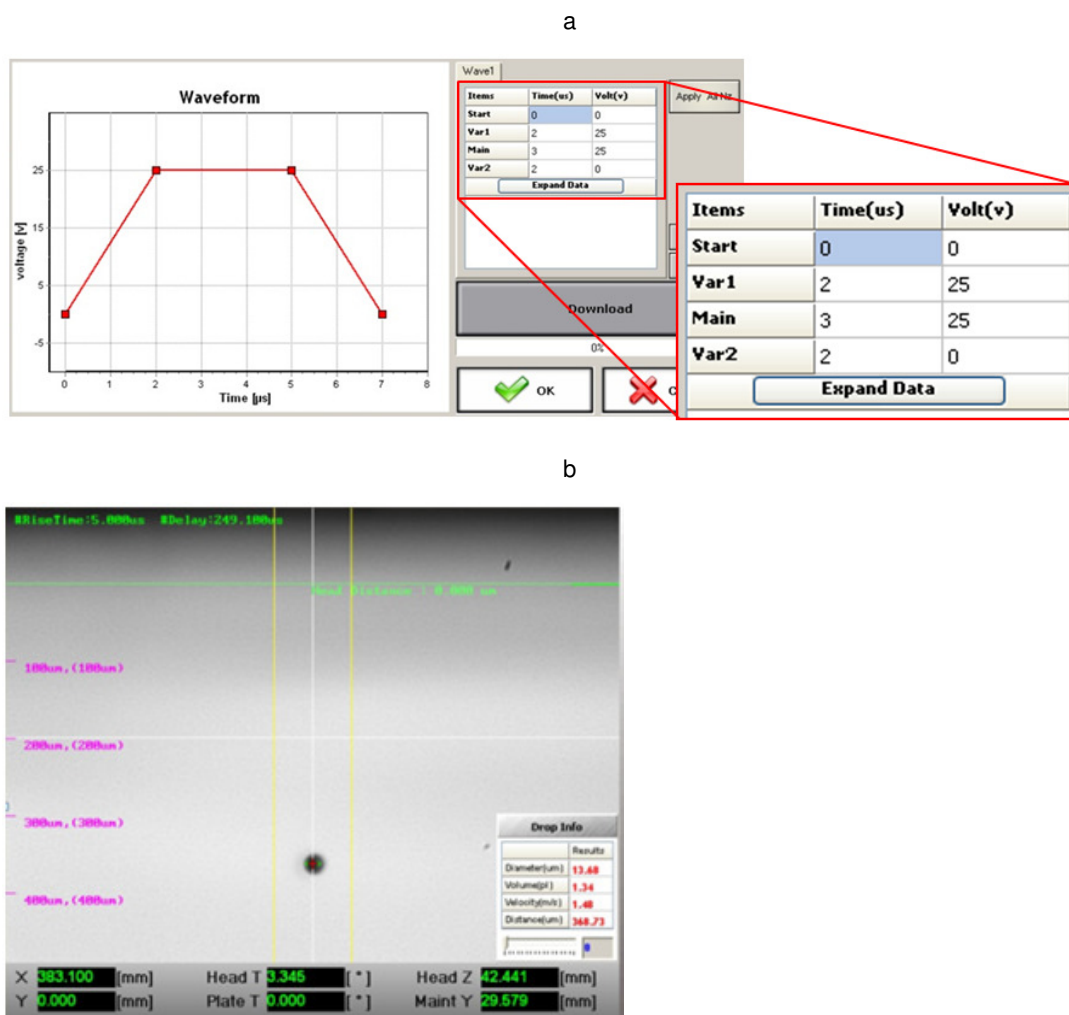
Bei Inkjet-Druckköpfen nach dem piezoelektrischen Prinzip kommt dabei der sogenannten Waveform, also dem Spannungs-Zeit-Signal zur Ansteuerung des Piezoelements, größte Bedeutung zu. Durch die optimale Einstellung der Waveform wird das Tropfenvolumen festgelegt, das Ablösen der Einzeltropfen vom Druckkopf sichergestellt, die Entstehung von Satellitentropfen verhindert und die Tropfengeschwindigkeit zwischen Verlassen des Druckkopfes und Auftreffen auf dem Substrat definiert.

In umfangreichen Versuchsreihen wurde zunächst für die Tinte ANP DGP 40TE-20C die optimale Parametrierung ermittelt. Durch systematische Variation von Spannungssignal und Zeit können Anstiegs- und Abfallgradienten sowie Halte- und Pausenzeiten variiert und deren Einfluss auf die Druckstabilität, den Tropfendurchmesser sowie das Tropfenvolumen ermittelt werden. Das Drucksystem Unijet Omnijet 100 verfügt dazu über entsprechende Einrichtungen zur Prozessüberwachung wie beispielsweise eine sogenannte Drop-Watcher-Kamera, die die Ermittlung des Tropfendurchmessers im Flug sowie die Messung von Tropfenvolumen und -geschwindigkeit ermöglicht. Es wurden unterschiedliche Waveformen in Hinblick auf die genannten Parameter untersucht. Letztlich wurde die für die drei Tinten optimale Waveform ermittelt. Abbildung 18

zeigt die eingesetzte Waveform, die auf die Piezoelemente des Druckkopfes übertragen wird. Mit dieser konnte man einen stabilen Druckvorgang und gut reproduzierbare Druckergebnisse erreichen. Die gesamte Pulslänge beträgt 7 μs bei einem oberen Spannungsniveau von 25 V für den DMC-11610 Druckkopf (bis zu 30 V, abhängig von dem eingesetzten Druckkopf). Damit lassen sich minimale Tropfenvolumina von im Mittel ca. 5 pl bei minimalen Tropfendurchmessern von ca. 22 μm erzielen. Aufgrund der durchgeführten Druckversuche wurde festgestellt, dass diese Waveform für alle drei Ag-Tinten verwendet werden kann. Eine stroboskopische Aufnahme des Tintentropfens im Flug ist in Abbildung 18 b dargestellt. Im Fall des Einsatzes des DMC-11601 Druckkopfs wurde das obere Spannungsniveau auf 30 V eingestellt. Mit diesem Druckkopf wurden minimale Tropfenvolumina von ca. 2 pl (Tropfendurchmesser von ca. 16 μm) erzielt.

Abbildung 18

Druckwaveform: (a) Gewählte Waveform; (b) Tintentropfen im Flug



Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

6.1.2 Ermittlung optimaler Verdichtungsparameter

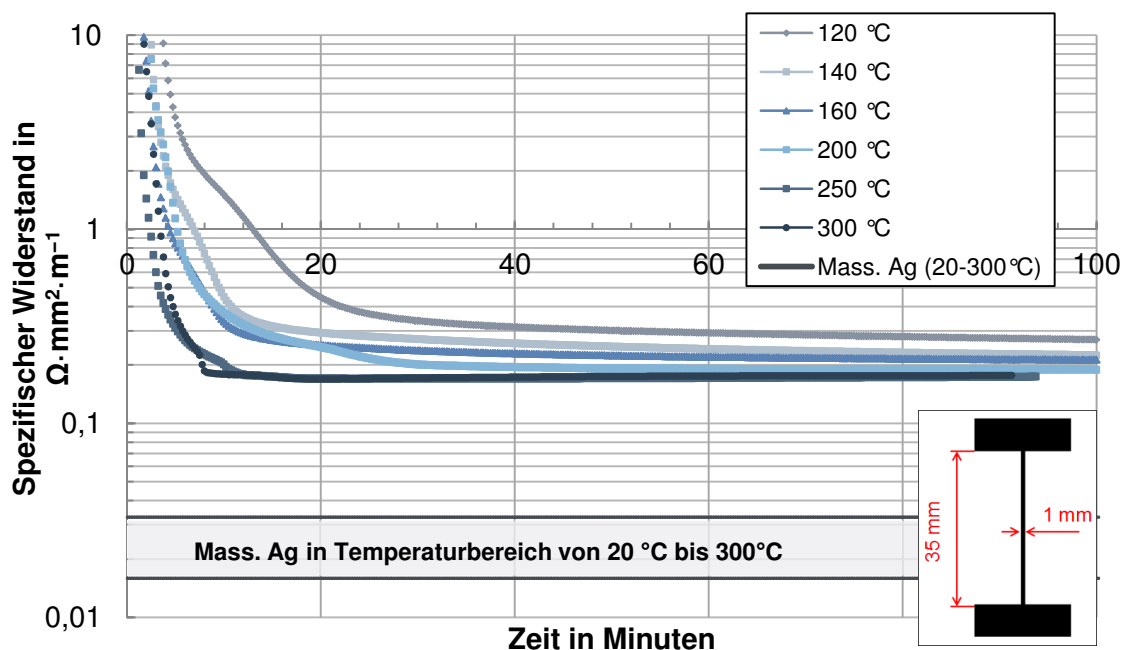
Um die optimalen Verdichtungsparameter (Temperatur, Zeit) zu ermitteln, wurden die mit den drei ausgewählten Tinten gedruckten Leiterbahnen (Abb. 6 links) bei verschiedenen Temperaturen im Ofen getempert. Dabei wurde der elektrische Widerstand in Echtzeit gemessen. Als Substratmaterial wurde Glas gewählt, um mögliche Einflüsse der Polymerfolien auf die gedruckten Schichten auszuschließen. Abbildung 19 zeigt das Layout und die experimentell aufgenommenen Kurven für unterschiedliche Verdichtungstemperaturen für die ANP-Tinte.

Es wurde beobachtet, dass bei höheren Temperaturen (250 °C / 300 °C) die mit ANP-Tinte gedruckten Strukturen minimale Widerstandswerte schon nach etwa 30 Minuten erreichen. Ab einer Temperatur von 250 °C bleibt der spezifische Widerstand der Leiterbahnen nach ungefähr 60 Minuten konstant. Dagegen sinkt er bei niedrigeren Verdichtungstemperaturen (120 °C - 160 °C) auch nach 1,5 Stunden leicht weiter.

Zum Vergleich zeigen die Diagramme 19, 20 und 21 auch den spezifischen Widerstand von massivem Silber im Temperaturbereich von 20 °C bis 300 °C.

Abbildung 19

Spezifischer Widerstand der ANP-Tinte während der Verdichtung bei unterschiedlichen Temperaturen

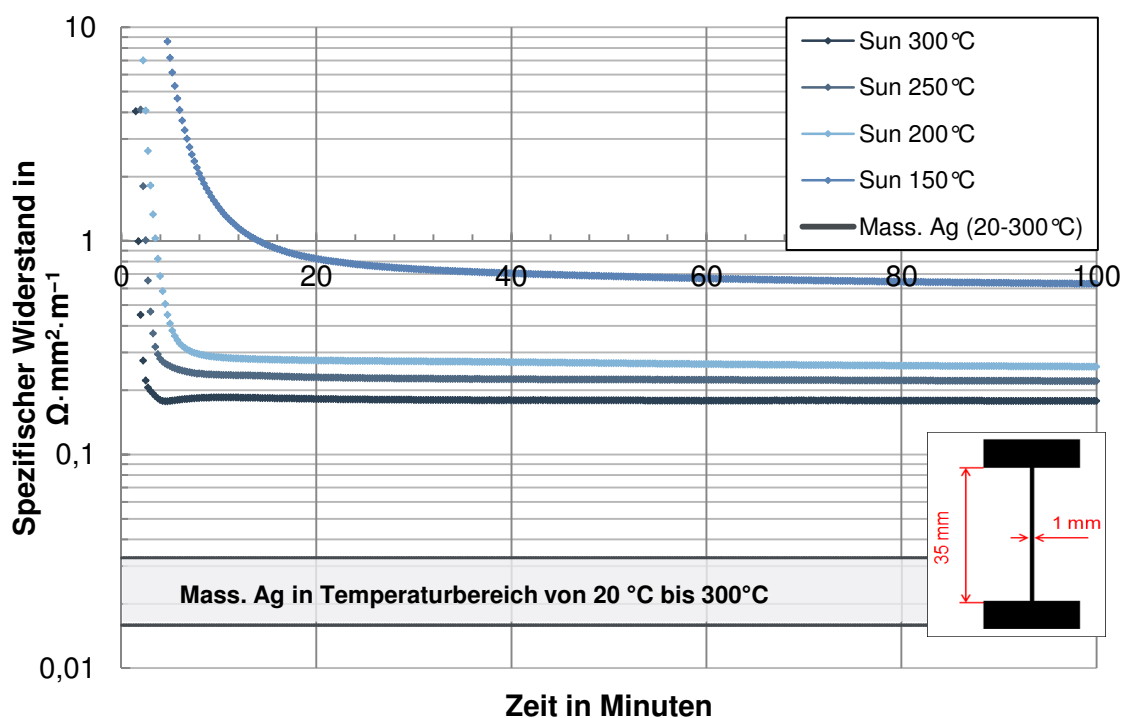


Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

Die mit Sun-Tinte gedruckten Strukturen benötigen auch bei höheren Verdichtungs-temperaturen geringfügig mehr Zeit für das Erreichen der minimalen Widerstandswerte. Die bei hohen Verdichtungstemperaturen (250 °C und 300 °C) gemessenen Widerstandswerte sind denen der ANP-Tinte sehr ähnlich. Dagegen liegt der spezifische Widerstand der Sun-Tinte nach Verdichtung bei 150 °C im Vergleich zur ANP-Tinte deutlich höher.

Abbildung 20

Spezifischer Widerstand der Sun-Tinte während der Verdichtung bei unterschiedlichen Temperaturen



Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

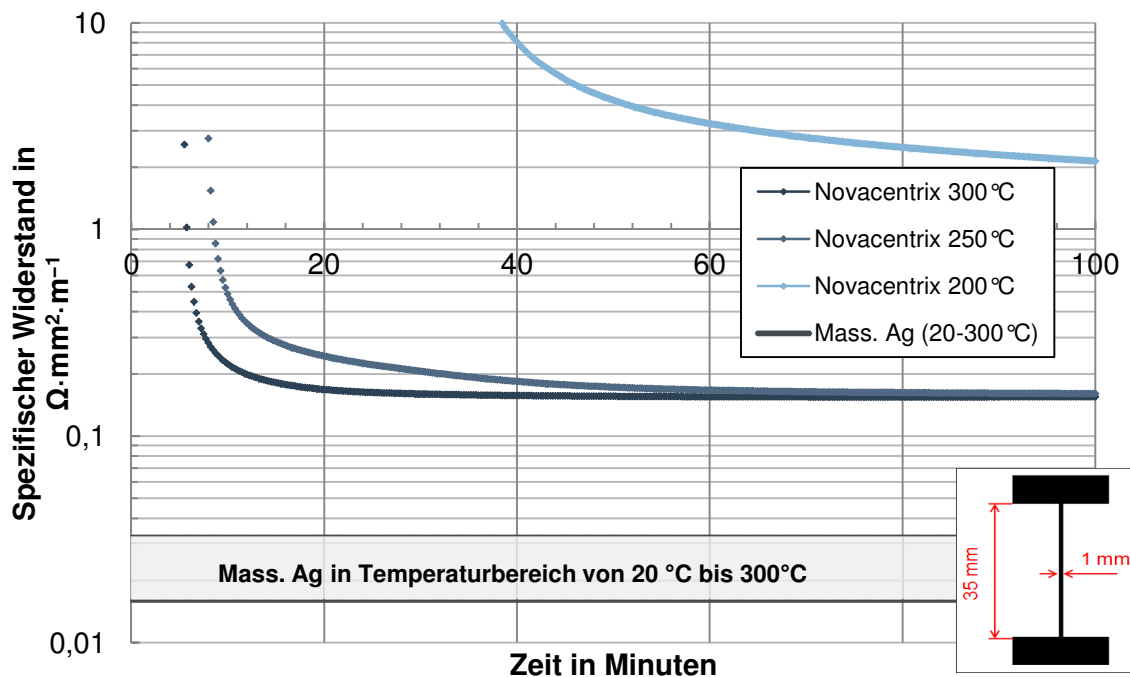
Im Gegensatz zu diesen beiden Tinten verhält sich die Novacentrix-Tinte stark abweichend. Um eine messbare Leitfähigkeit zu erreichen, ist eine Minimaltemperatur von 200 °C erforderlich. Der sich einstellende spezifische Widerstand ist dabei erheblich größer als der der anderen Tinten. Erst bei Verdichtungstemperaturen von minimal 250 °C lassen sich mit dieser Tinte vergleichbar niedrige Widerstandswerte erreichen. Insgesamt ist allerdings festzuhalten, dass auch bei derartig hohen Temperaturen der Widerstandsabfall langsamer abläuft als bei den beiden übrigen Materialien. Der für die Verdichtung notwendige Energieeintrag ist somit bei dieser Tinte höher.

Zusammenfassend kann festgehalten werden, dass mit allen Tinten bei entsprechend geeigneter Parametrierung niedrige spezifische Widerstände erreicht werden können.

Die Tinten zeigen aber teilweise signifikante Unterschiede, die die Einsetzbarkeit auf Polymersubstraten nachhaltig beeinflussen.

Abbildung 21

Spezifischer Widerstand der Novacentrix-Tinte während der Verdichtung bei unterschiedlichen Temperaturen



Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

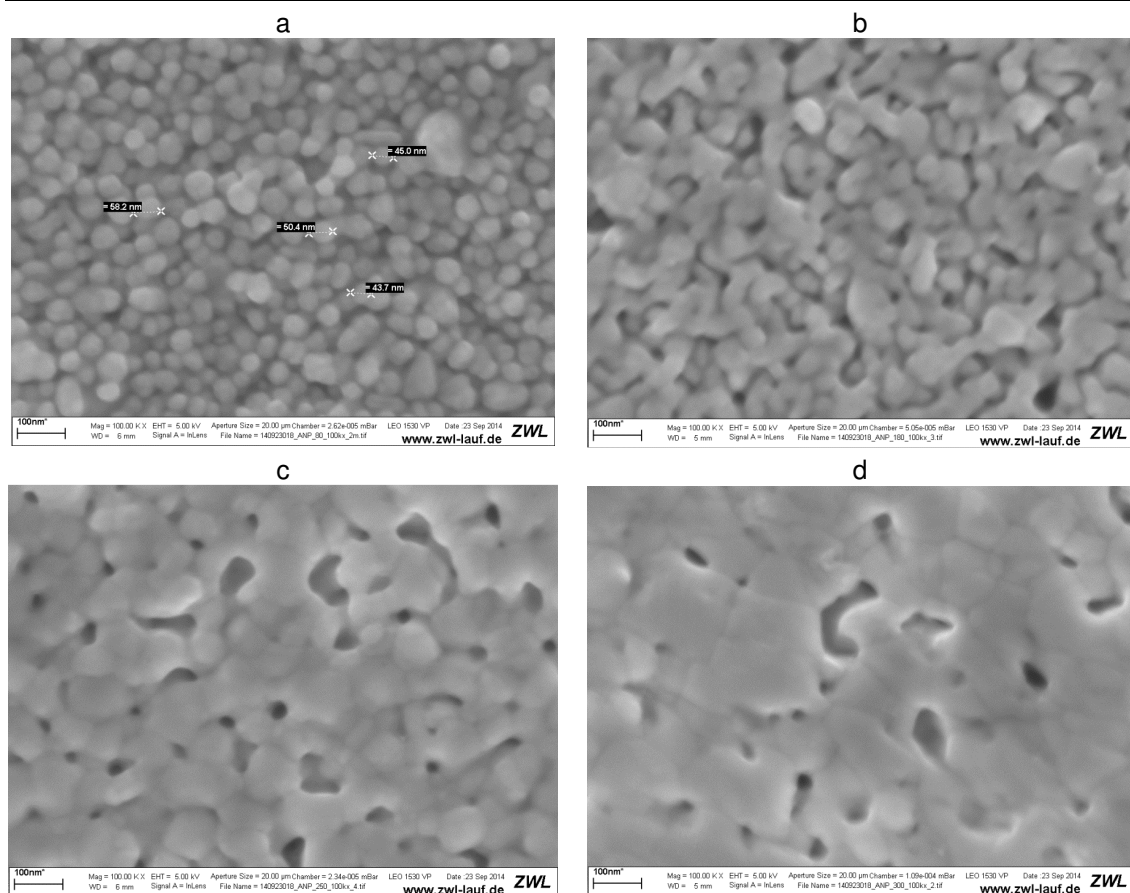
Parallel zur messtechnischen Ermittlung der spezifischen Widerstände wurden raster-elektronen-mikroskopische Aufnahmen (REM-Aufnahmen) der so verdichteten Ag-Schichten gemacht. Exemplarische Aufnahmen von bei unterschiedlichen Temperaturen verdichteten gedruckten Schichten werden in den Abbildungen 22, 23 und 24 gezeigt.

Abbildung 22 zeigt mit ANP-Tinte gedruckte Ag-Schichten nach Trocknung bei 80 °C (a) sowie Verdichtung bei 180 °C (b), 250 °C (c) und 300 °C (d). In der Abbildung 22 a liegen die Silbernanopartikel noch mit Resten organischer Verbindungen benetzt vor, die die Partikel im Lösemittel stabilisieren, Agglomerationen vermeiden und eine ungewollte Oxidation verhindern. Während bei der Trocknung die eingebrachte Energie dazu dient, Lösemittel zu verdunsten, erfolgt bei der Verdichtung das Verbinden der Nanopartikel zu einer zusammenhängenden Struktur. Damit die Verdichtung erfolgreich verlaufen kann, müssen während der vorangegangenen Trocknungsphase Lösemittel sowie weitere organische Bestandteile der Dispersion möglichst vollständig ausgetrieben werden, damit die Nanopartikel in engen Kontakt kommen und die be-

schriebenen Verdichtungseffekte stattfinden können. Die erwähnten organischen Verbindungen und etwaig vorhandene Lösungsmittelreste können das Versintern der Partikel erschweren. Andererseits sind organische Restbestandteile in der Schicht erforderlich, um eine ausreichende mechanische Haftung zum Substrat gewährleisten zu können. Nach einer Verdichtung bei 180 °C scheint die Ausbildung der für den Sinterprozess charakteristischen Sinterhalse zwischen vormals getrennt vorliegenden Partikeln noch nicht zustande zu kommen, wie die REM-Aufnahmen belegen. Die dennoch messbare deutliche Verbesserung der elektrischen Leitfähigkeit ist demnach einer Verdichtung der Partikel bei gleichzeitiger zumindest teilweiser Entfernung organischer Inhaltsstoffe geschuldet. Mit einer weiteren Erhöhung der Prozesstemperatur auf 250 °C bzw. 300 °C finden die Nanopartikel zusammen, es bilden sich erste Sinterhalse aus und die Nanoteilchen, deren Größe nach Trocknung etwa 20 nm - 50 nm beträgt, wachsen zu größeren Partikeln mit Durchmessern von mehr als 100 nm zusammen. Dabei bleibt der Porenanteil der Schichten allerdings noch recht hoch.

Abbildung 22

Rasterelektronenmikroskop-Aufnahmen von mit ANP-Tinte gedruckten und bei unterschiedlichen Temperaturen verdichteten Schichten: (a) Trocknung bei 80 °C; (b) 180 °C / 1 h; (c) 250 °C / 1 h; (d) 300 °C / 1 h

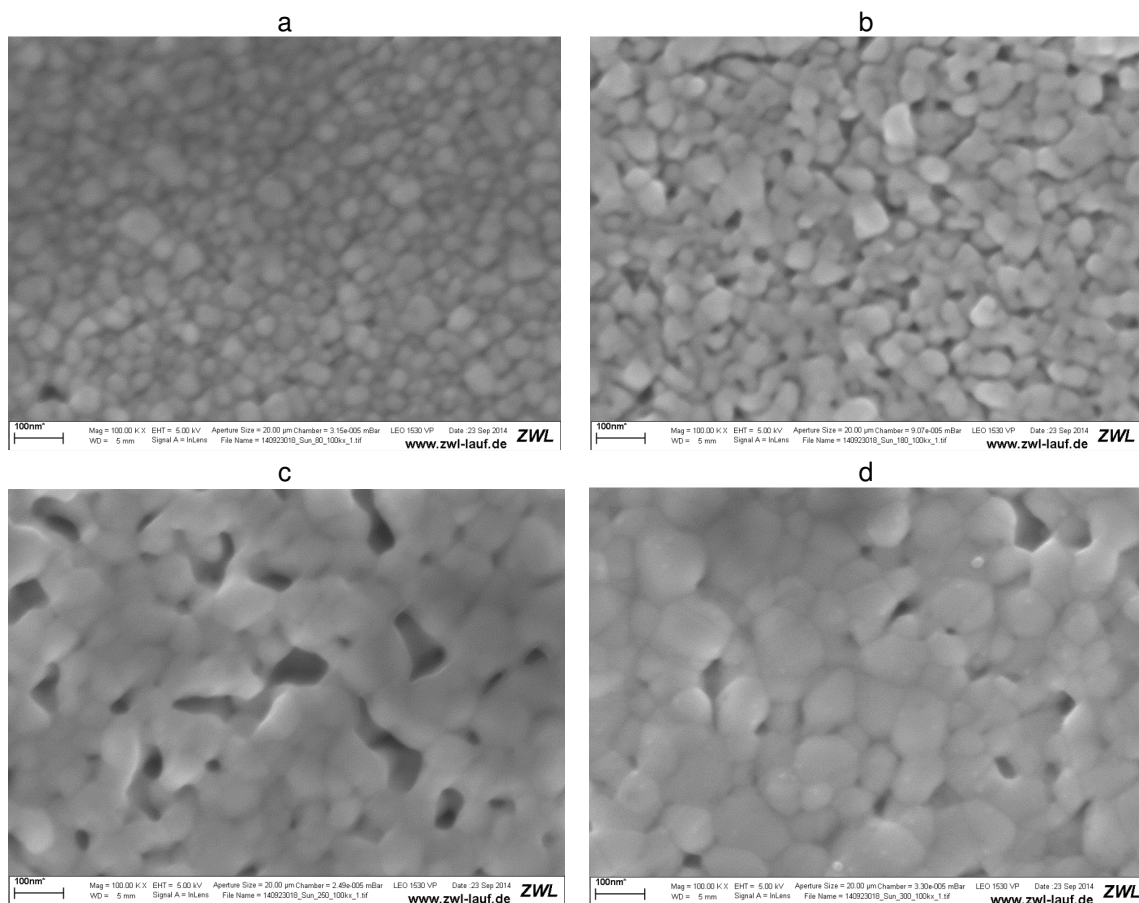


Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

In Abbildung 23 sind die entsprechenden Rasterelektronenmikroskop-Aufnahmen der Sun-Tinte gezeigt. Diese Tinte weist ein ähnliches Verhalten wie die vorher besprochene ANP-Tinte auf. Nach thermischer Behandlung bei 180 °C für eine Dauer von einer Stunde sind erste Agglomerate der Nanoteilchen zu sehen (b). Auch hier werden gesinterte Strukturen erst ab Behandlungstemperaturen von 250 °C - 300 °C beobachtet (c, d). Dies entspricht wiederum den Messergebnissen für den spezifischen elektrischen Widerstand. Auch hier verbleibt ein entsprechender Porenanteil in der Schicht.

Abbildung 23

Rasterelektronenmikroskop-Aufnahmen von mit Sun-Tinte gedruckten und bei unterschiedlichen Temperaturen verdichteten Schichten: (a) Trocknung bei 80 °C; (b) 180 °C / 1 h; (c) 250 °C / 1 h; (d) 300 °C / 1 h



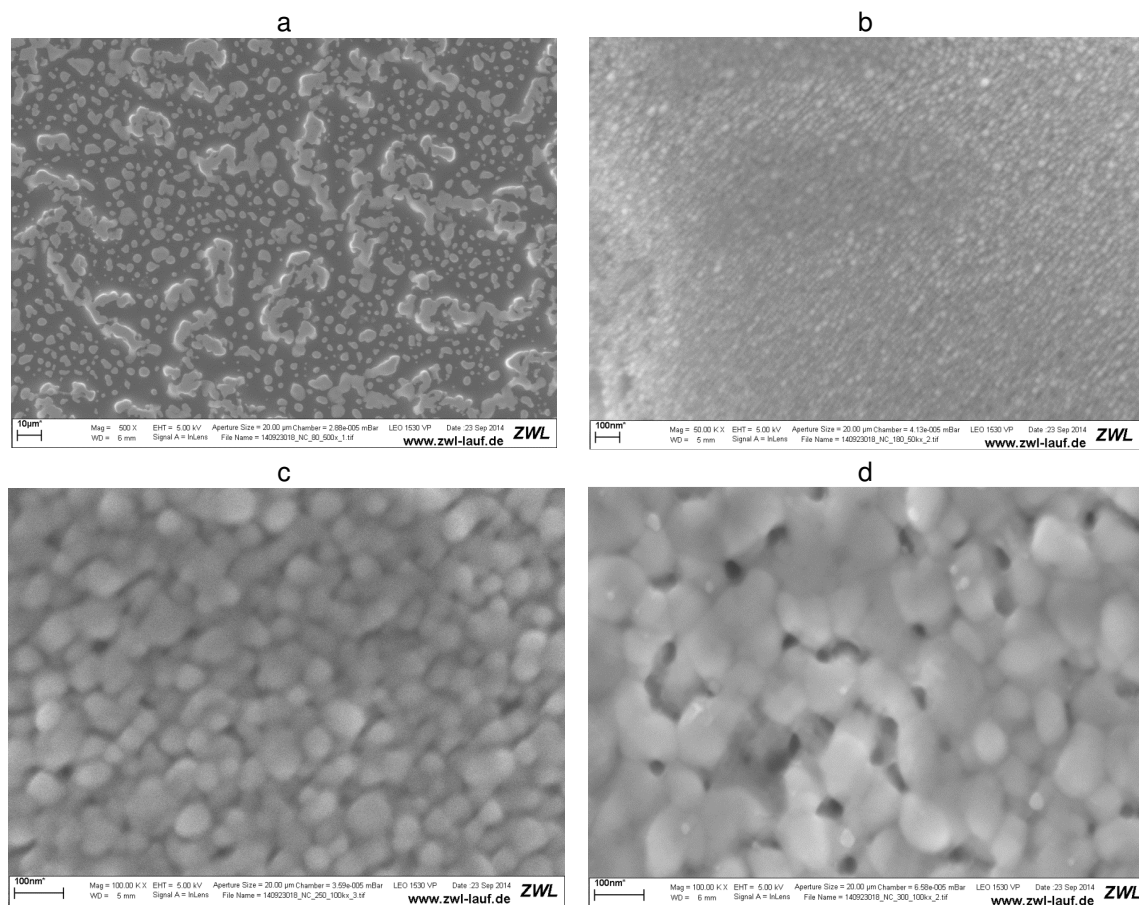
Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

Ein grundlegend anderes Verhalten zeigt die Novacentrix-Tinte. Die entsprechenden REM-Aufnahmen sind in Abbildung 24 zu sehen. Sowohl nach Trocknung (a) als auch nach thermischer Behandlung bei 180 °C (b) verbleibt in den Schichten noch eine große Menge von Lösungsmitteln und weiteren Zusatzstoffen. Auf Basis der Beobachtungen in (b) ist davon auszugehen, dass die Nanopartikel mit Durchmessern von 10 nm erheblich kleiner sind als bei den beiden übrigen Tinten. Erst bei einer Temperatur von

250 °C kann die Ausbildung von Sinterhalsen sowie das Zusammenwachsen der Partikel beobachtet werden (d).

Abbildung 24

Rasterelektronenmikroskop-Aufnahmen von mit Novacentrix-Tinte gedruckten und bei unterschiedlichen Temperaturen verdichteten Schichten: (a) Trocknung bei 80 °C; (b) 180 °C / 1 h; (c) 250 °C / 1 h; (d) 300 °C / 1 h



Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

Zusammenfassend kann festgehalten werden, dass höhere Verarbeitungstemperaturen und längere Zeiten zur Reduzierung des spezifischen Widerstandes der gedruckten Schichten führen. Die Untersuchungen der Morphologie bestätigen, dass die Struktur der Ag-Nanopartikelschicht deren elektrischen Eigenschaften bestimmt. Die REM-Aufnahmen haben gezeigt, dass das klassische Sintern erst bei Temperaturen höher als 250 °C (ANP- und Sun-Tinte) bzw. 300 °C (Novacentrix-Tinte) stattfindet. Die gegenüber massivem Silber schlechteren elektrischen Eigenschaften sind auf das Vorliegen von Poren sowie von Grenzflächen (Übergangswiderstände) zwischen den Partikeln zurückzuführen.

Als Ausgangspunkt für die folgenden Sensordruckversuche wurden auf dieser Basis Verdichtungstemperaturen von 180 °C (ANP- und Sun-Tinte) bzw. 250 °C (Nova-centrix-Tinte) bei einer Dauer von einer Stunde festgelegt, da sich bereits damit gute Leitfähigkeiten bei geringstmöglicher thermischer Belastung für die Substrate erzielen lassen.

6.1.3 Oberflächeneigenschaften der Substrate

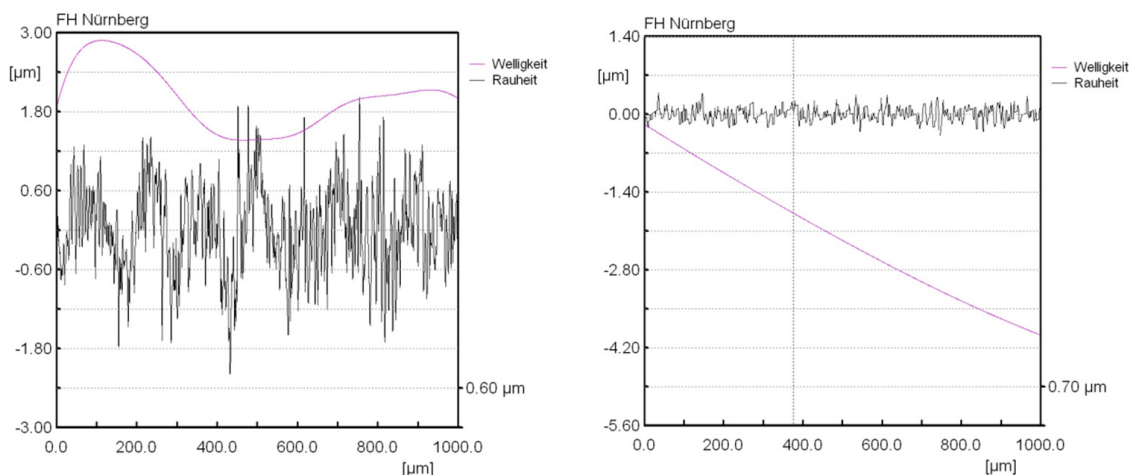
Substratoberflächen weisen je nach Herstell-, Transport- und Lagerungsbedingungen sowie in Abhängigkeit vom Alter einen teilweise undefinierten und wenig reproduzierbaren Oberflächenzustand auf. Zwar sind grundlegende mechanische Kennwerte wie etwa die Oberflächenrauheit in weitem Maße reproduzierbar und weitgehend stabil, die Adsorption von Fremdmaterial ist dagegen selbst bei strikter Einhaltung konkret vorgegebener Bedingungen wenig beherrschbar. Da Fremdschichten auf den Zielsubstraten das Benetzungs- und Spreitungsverhalten (sowie die mechanische Haftung) stark beeinflussen können, wurde die Reinigung von allen eingesetzten Substraten nach speziellem Verfahren durchgeführt.

Für alle Zielsubstrate wurde die Kombination aus mechanischer Reinigung (Abwischen der Oberflächen mit fusselfarmen Tüchern) gefolgt von einer Spülung in IPA (15 Minuten) und Spülung in vollentsalztem Wasser (15 Minuten) mit abschließender Ofentrocknung bei 110 °C (15 Minuten) eingesetzt. Die erzielbaren Linienbreiten sind nach Anwendung dieser Reinigung akzeptabel – d. h. etwas größer als nach ausschließlich mechanischer Reinigung, weisen allerdings deutlich reduzierte Streuungen auf. Die gemessenen Leitungswiderstände sind niedrig und ebenfalls sehr gut reproduzierbar.

Eine sehr signifikante Rolle für das Drucken von gleichmäßigen und präzisen Strukturen spielen Substrateigenschaften wie Rauheit und Oberflächenenergie, die den Kontaktwinkel der Tinte auf der Substratoberfläche mitbestimmen. Die Oberflächenrauheit von Polymerfolien wurde nach optischer Methode mit Hilfe des μ scan Laser-Profilometers (Unterkapitel 5.5.3) bewertet. Der R_a -Wert der PI-Folie beträgt ca. 0,13 μ m und der der PET-Folie ca. 0,52 μ m.

Abbildung 25

Oberflächenprofile der PET (links) und PI (rechts) (gemessen mit μ scan Profilometer)



Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

Zur Bewertung der Wechselwirkung zwischen den Tinten und den Substraten wurde der Kontaktwinkel der drei Funktionstinten auf beiden Polymerfoliensubstraten gemessen. Es wurde festgestellt, dass die Kontaktwinkel der Sun- und der Novacentrix-Tinte auf PI relativ gleich sind, während er für ANP-Tinte nur fast halb so groß ist. Das kann auch die unterschiedlichen Breiten der gedruckten Bahnen erklären. Bei gleichen Druckeinstellungen sind die mit ANP-Tinte gedruckten Bahnen deutlich breiter als die mit Sun- oder Novacentrix-Tinte gedruckten, wobei diese ein ähnliches Verhalten aufweisen. Für die PET-Folie ist ein deutlicher Unterschied des Kontaktwinkels für alle Tinten zu sehen. Der größte Wert wurde für die Sun-Tinte festgestellt. Dann folgen die Novacentrix- und die ANP-Tinte. Tabelle 5 zeigt die Oberflächenenergien der untersuchten Polymerfolien und die Kontaktwinkel für die drei Ag-Nanotinten.

Tabelle 5

Oberflächenenergien der Polymersubstraten und Kontaktwinkelwerte

Material	Oberflächenenergie in mN/m	Kontaktwinkel in °		
		ANP	Sun	Novacentrix
PI	34,2	16,15 ± 2,804	33,95 ± 1,806	31,60 ± 1,858
PET	32,1	16,51 ± 2,323	38,33 ± 2,200	27,30 ± 3,181

Die gemessenen Oberflächenspannungen der Silbertinten entsprechen den in den Datenblättern angegebenen Werten. Die Sun- und die Novacentrix-Tinte haben relativ

ähnliche Werte von 30 mN/m und 31 mN/m. Für die ANP-Tinte wurde eine etwas größere Oberflächenspannung gemessen.

Tabelle 6

Oberflächenspannung der Nanoteilchentinten

Tinte	Oberflächenspannung in mN/m		
	disperser Anteil	polarer Anteil	gesamt
ANP	11,56	24,44	36,00
Sun	0,00	30,00	30,00
Novacentrix	0,74	30,26	31,00

Auf Grund dieser Ergebnisse kann man vermuten, dass die ANP-Tinte auf den Folien-substraten deutlich stärker verfließen wird. Darum werden für die ANP-Tinte kleinere Punktdichten beim Druckprozess verwendet als für die Sun- und die Novacentrix-Tinte.

6.2 Ergebnisse zu gedruckten Silberschichten

6.2.1 Druckparameter

Nach der Parametrierung des Drucksystems und Festlegung des geeignetsten Vorreinigungsverfahrens wurden Untersuchungen zur Realisierbarkeit von reproduzierbaren und gleichmäßig gedruckten Strukturen mit minimalen Abmessungen (Gitterbreiten) durchgeführt.

Im Gegensatz zu den bisherigen Untersuchungen geht es nun darum, bei fest vorgegebener Waveform und durch Variation der Punktdichte (DPI) sowie der Pixelzahl (Strukturbreite) derartige Strukturen zu realisieren und somit die Voraussetzungen für das erfolgreiche Drucken von Dehnungsmesssensoren zu schaffen. Ein Kompromiss zwischen der Bahnbreite, die einen bestimmten Wert nicht überschreiten soll (ca. 100 µm), und der Druckreproduzierbarkeit soll gefunden werden. Dazu wurden die Leiterbahnen mit einer Layout-Strukturbreite von einem bzw. zwei Pixel und unterschiedlichen Punktdichten verarbeitet.

Die optische Kontrolle der gedruckten Bahnen ergibt darüber hinaus, dass mit einer zu kleinen Punktdichte (unter 900 DPI) gedruckte Bahnen eine hohe Anzahl von Unterbrechungen besitzen und damit nicht für die Realisierung gedruckter DMS geeignet sind.

Für die Herstellung von DMS sind dementsprechend Bahnen mit einer Breite von einem Pixel zu bevorzugen, so dass die Zielbreite von 100 µm erreichbar ist. In Abhän-

gigkeit von Punktdichte und Pixelzahl bewegen sich die erzielbaren Ag-Schichtdicken (nach dem Verdichten) zwischen 0,4 μm und 0,8 μm .

Mit Hilfe einer eingebauten Heizplatte wurden die Substrate während des Druckes auf 80 °C erwärmt und die gedruckten Strukturen danach getrocknet. Druckfrequenz war 1000 Hz. Bezogen auf die Druckversuche wurden dann die optimalen DPI-Einstellungen ermittelt, bei denen man reproduzierbare und gleichmäßige Leiterbahnen erzeugen kann:

- | | |
|--|----------|
| - ANP DGP 40TE-20C: | 900 DPI |
| - Sunjet EMD5603 und Novacentrix Metalon JS-B25HV: | 1100 DPI |

6.2.2 Geometrische Charakterisierung

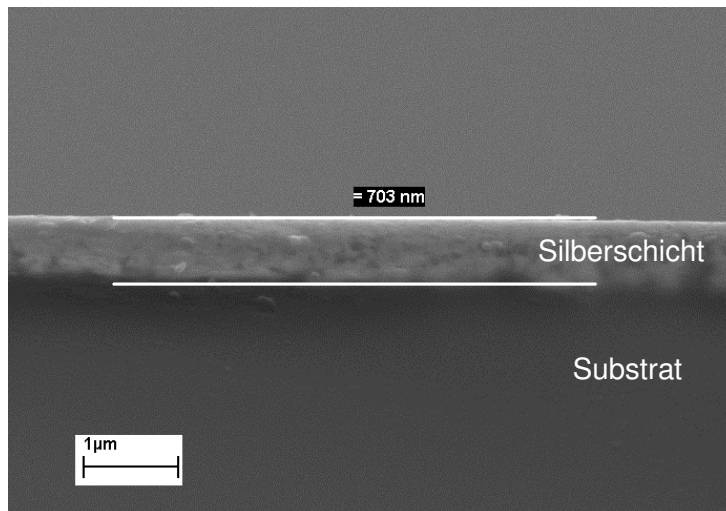
Die geometrischen Eigenschaften der gedruckten Sensorstrukturen werden durch die Breite der Leiterbahnen (des Messgitters) und die Schichtdicken charakterisiert. Alle im Folgenden beschriebenen Werte wurden an Strukturen gemessen, die mit den vorher ermittelten, optimalen Druckparametern hergestellt wurden.

In Folge des Benetzungsverhaltens der ANP-Tinte auf PI- und PET-Folien konnte man mit dem DMC-11610 Druckkopf nur die Bahnen, die signifikant breiter als 100 μm sind, gleichmäßig drucken. Die minimalen Linienbreiten für PI-Folie liegen bei 142 μm mit einer Standardabweichung von ca. 15 Prozent. Dabei wurde eine Schichtdicke von ca. 0,75 μm gemessen. Mit Sun- und Novacentrix-Tinte lassen sich deutlich schmalere Linien drucken. Das ist hauptsächlich darauf zurückzuführen, dass der Kontaktwinkel von diesen Tintenmaterialien auf PI deutlich grösser ist und diese Tinten somit weniger spreiten. Bahnbreiten von ca. 86 $\mu\text{m} \pm 5$ Prozent (Sun) und 85 $\mu\text{m} \pm 10$ Prozent (Novacentrix) bei entsprechenden Schichtdicken von ca. 0,10 μm und 0,62 μm wurden gemessen. Ein Auftreten von Satellitentropfen konnte in keinem der untersuchten Fälle beobachtet werden.

Auf Grund der unterschiedlichen Oberflächencharakteristiken von PI- und PET-Folien unterscheiden sich auch die geometrischen Eigenschaften der gedruckten Leiterbahnen in Abhängigkeit vom eingesetzten Folienmaterial. Die Breiten der mit als optimal definierten Parametern mit ANP-Tinte gedruckten 1-px-Bahnen betrugen ca. 148 $\mu\text{m} \pm 10$ Prozent bei einer Schichtdicke von 0,74 μm . Für die Sun-Tinte wurde dabei eine Breite von ca. 54 $\mu\text{m} \pm 8$ Prozent und eine Dicke von 0,79 μm gemessen. Die mit Novacentrix-Tinte gedruckten Schichten benötigen deutlich höhere Temperaturen von 250 °C für das Verdichten. Das macht die Verwendung dieser Tinte in Kombination mit PET-Folie nicht möglich. In der Abbildung 26 ist eine REM-Aufnahme der gedruckten Silberschicht gezeigt. Die Schichtdicke beträgt ca. 0,7 μm . Das bestätigt auch das Profilometer-Messergebnis.

Abbildung 26

REM-Aufnahme der gedruckten Ag-Schicht (ANP-Tinte)



Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

Zusammenfassend kann festgehalten werden, dass sich mit dem Inkjet-Prozess Leiterzüge mit engen Toleranzen in Bezug auf elektrische und geometrische Kennwerte erzielen lassen. Die Standardabweichungen der hergestellten Strukturen bewegen sich für alle Kennwerte in Bereichen unter ± 15 Prozent (im schlechtesten Fall), oftmals auch im Bereich unter ± 10 Prozent. Der Nachweis der grundsätzlichen Stabilität und Robustheit des Druckprozesses mit den erarbeiteten Parametern ist somit erfolgt. Infolge der Benetzungs- und Spreitungseigenschaften lassen sich mit der ANP-Tinte und dem DMC-11610-Druckkopf nur Linienbreiten realisieren, die deutlich über der Zielbreite von $100\text{ }\mu\text{m}$ liegen. Bei Einsatz der Tinten Sunjet EMD5603 und Novacentrix Metalon JS-B25HV ist das Drucken von Bahnen erforderlicher Breite ($\leq 100\text{ }\mu\text{m}$) auf PET- und PI-Folien mit diesem Druckkopf ohne Probleme möglich.

Zur Realisierung kleinerer Linienbreiten mit der ANP-Tinte muss deshalb auf den Druckkopf DMC-11601 zurückgegriffen werden.

6.2.3 Elektrische Eigenschaften

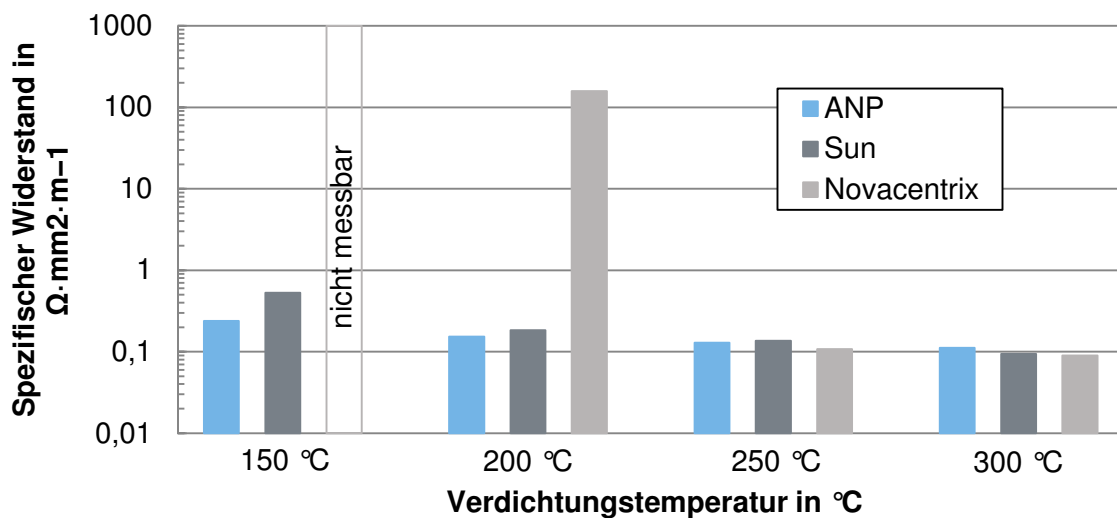
Die mit der Vier-Punkt-Methode gemessenen Werte des spezifischen Widerstandes (bei Raumtemperatur) der mit den drei Tinten gedruckten Schichten nach unterschiedlichen Verdichtungstemperaturen sind in der Abbildung 27 gezeigt. Die verwendeten Leiterbahnstrukturen sind in den Unterkapiteln 6.1.2 beschrieben.

Die minimalen Werte des spezifischen Widerstandes wurden für alle drei Tinten nach Verdichtung bei $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ gemessen. Für die mit ANP-Tinte gedruckten Schichten beträgt der Wert ca. $0,112\text{ }\Omega\cdot\text{mm}^2/\text{m}$. Im Vergleich zu reinem Silber mit einer Leitfähigkeit von

$62 \times 10^6 \text{ S/m}$ erreicht man etwa 14 Prozent der Leitfähigkeit. Die spezifischen Widerstände der mit Sun- und Novacentrix-Tinte gedruckten Schichten betragen ca. $0,094 \Omega \cdot \text{mm}^2/\text{m}$ bzw. ca. $0,090 \Omega \cdot \text{mm}^2/\text{m}$ (ca. 17 Prozent und 18 Prozent der Leitfähigkeit von massivem Silber).

Abbildung 27

**Spezifischer Widerstand gedruckter Silberschichten in Abhängigkeit von Tinten-
typ und Verdichtungstemperatur (Messung bei Raumtemperatur)**



Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

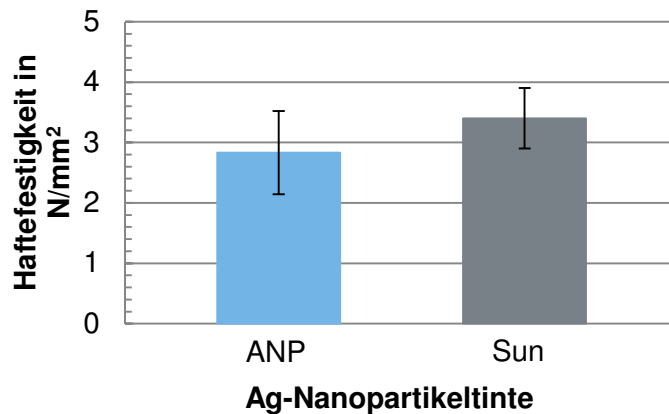
6.2.4 Haftfestigkeit gedruckter Silberschichten

Zunächst wurde die Haftung der gedruckten Schichten auf Polymerfolien nur exemplarisch bewertet. Abbildung 28 zeigt die mittlere Haftfestigkeit (Mittelwert aus je zehn Proben) zweier Tinten auf PI. Die Haftfestigkeit der mit ANP-Tinte gedruckten Schichten auf PI (Verdichtungstemperatur 250 °C) beträgt $2,83 \pm 0,69 \text{ N/mm}^2$. Der Haftfestigkeitswert der Sun-Tinte auf PI ist etwas höher und beträgt $3,40 \pm 0,50 \text{ N/mm}^2$ (Verdichtungstemperatur 250 °C). Die Proben weisen in allen Fällen einen Versagensort zwischen Tintenschicht und Substrat auf.

Auf PET-Folie wurde für die ANP-Tinte ein Wert von $1,74 \pm 0,34 \text{ N/mm}^2$ gemessen (Verdichtungstemperatur 160 °C), wobei es oftmals zum Ablösen der PET-Folie vom Aluminiumträger kommt.

Abbildung 28

Haftfestigkeit der ANP- und der Sun-Tinte auf PI



Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

Im Vergleich zu Ergebnissen aus Veröffentlichungen, in denen ein ähnliches Testverfahren angewendet wurde, scheint die Haftfestigkeit der ANP-Tinte auf PET ähnlich gut zu sein. Hier wurde ein inneres Versagen der PET-Folie beobachtet [Smo-10]. Die Haftung auf Polyimid ist im Vergleich als besser zu bewerten, hier erreicht eine unbekannte Tinte lediglich Werte um 1,25 N/mm² [Cag-08].

6.3 Charakterisierung gedruckter Dehnungsmessstreifen

6.3.1 Bestimmung der elektrischen und geometrischen Eigenschaften von gedruckten prototypischen DMS-Strukturen

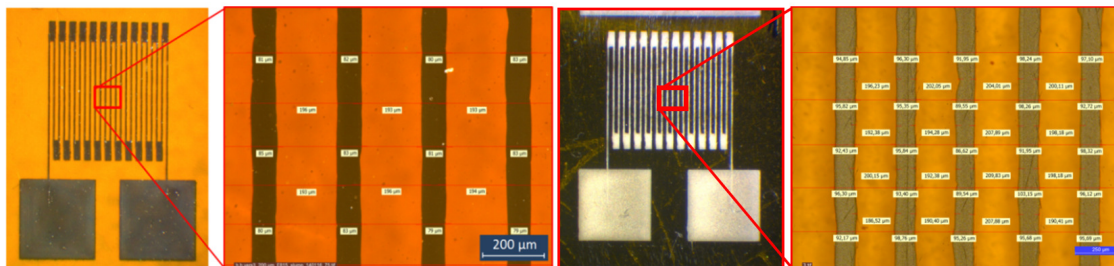
Nach Herstellung und Charakterisierung miniaturisierter Leiterbahnstrukturen aus Ag-Nanopartikeltinten war es das Ziel, komplette DMS mit minimalen Messgitterbreiten sowie stabilen und reproduzierbaren geometrischen und elektrischen Eigenschaften zu realisieren.

Die DMS-Strukturen wurden mit den optimalen Druckparametern hergestellt. Neben der Leiterzugbreite stellt der erzielbare elektrische Widerstand eine zweite wichtige Zielgröße dar. In Abbildung 29 kann man je einen mit Sun- und Novacentrix-Tinte auf PI gedruckten DMS-Sensor sehen.

Während der Untersuchungen zur Realisierung gedruckter DMS wurde festgestellt, dass die Bedingungen der technischen Sauberkeit von großer Bedeutung sind, weil Staubpartikel sich negativ auf den Druckerfolg auswirken können.

Abbildung 29

Gegenüberstellung gedruckter DMS auf PI: Tinte Sun Chemical Sunjet EMD5603 (links); Novacentrix Metalon JS-B25HV (rechts)



Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

Infolge der üblichen Partikelbelastung (Staub, Fasern o. ä.) in der Laborluft kommt es bei der Realisierung der Dehnungsmessstreifen zu Beeinträchtigungen der Druckergebnisse, bis hin zu Leiterbahnunterbrechungen und Kurzschlüssen. Diese unkontrollierbaren Einflüsse wirken sich außerdem auf die Schwankungsbreiten der DMS-Charakteristika negativ aus. Die Einwirkung von Staubpartikeln ist bei den Polyimid-Substraten aufgrund der größeren statischen Aufladung stärker.

Tabelle 7 zeigt die gemessenen Widerstandswerte und die geometrischen Eigenschaften der mit den drei Tinten gedruckten Sensorstrukturen.

Tabelle 7

Druckergebnisse für die DMS-Sensoren (Druckkopf DMC-11610)

Parameter	Substrat	ANP	Sun	Novacentrix
Punktdichte		900 DPI	1100 DPI	1100 DPI
Widerstand in kΩ		0,77 ± 0,04 ¹ 0,38 ± 0,03 ²	0,78 ± 0,08 ¹ 0,39 ± 0,04 ²	- 0,54 ± 0,07 ²
Linienbreite in µm	PI	142,2 ± 15,31	85,9 ± 4,18	84,9 ± 8,48
Schichtdicke in µm		0,75 ± 0,14	0,70 ± 0,08	0,62 ± 0,07

¹ Verdichtungstemperatur: 180 °C

² Verdichtungstemperatur: 250 °C

Bei 45 mit Sun-Tinte gedruckten DMS ergibt sich bei der nachfolgenden Charakterisierung dieses Ergebnis: Der Widerstandsmittelwert der erzeugten DMS auf PI beträgt $0,78 \pm 0,08 \text{ k}\Omega$. Die Linienbreiten entsprechen den oben genannten Werten von ca. $86 \text{ }\mu\text{m}$ und der Abstand zwischen den Bahnen beträgt ca. $195 \text{ }\mu\text{m}$. Dieser Abstand kann noch zum Zwecke der Miniaturisierung des Sensors reduziert werden.

Für 20 mit Novacentrix-Tinte gedruckte (10 pl Druckkopf, DMS Layout, 1100 DPI) DMS beträgt der Widerstandsmittelwert auf PI $0,54 \pm 0,07 \text{ k}\Omega$. Ein Linienbreitenmittelwert von ca. $85 \text{ }\mu\text{m}$ wurde gemessen. Der Abstand zwischen den Bahnen war dabei ca. $205 \text{ }\mu\text{m}$. Durch das Variieren der Messgitterlänge ist jedoch eine Anpassung der Widerstandswerte der gedruckten DMS problemlos möglich.

Die Widerstandswerte von 45 mit ANP-Tinte gedruckten Proben liegen im Mittel bei ca. $0,77 \pm 0,07 \text{ k}\Omega$. Die mittlere Bahnbreite beträgt ca. $142 \text{ }\mu\text{m}$ bei einem Abstand von ca. $175 \text{ }\mu\text{m}$. Durch den Einsatz des Dimatix DMC-11601 Druckkopfes mit Nominalvolumen von 1 pl war es möglich, die Dehnungsmesssensorstrukturen mit einem Bahnbreitenmittelwert von $74,5 \text{ }\mu\text{m} \pm 11 \text{ Prozent}$ und einem Abstand von ca. $195 \text{ }\mu\text{m}$ zu drucken. 150 Sensorproben mit dem Widerstandsmittelwert von $1,05 \pm 0,15 \text{ k}\Omega$ wurden hergestellt. Die Schichtdicke betrug dabei ca. $0,4 \text{ }\mu\text{m}$.

Zusammenfassend kann festgehalten werden, dass die drucktechnische Realisierung von DMS mit diesen drei Tinten grundsätzlich möglich ist, obwohl die mit ANP-Tinte gedruckten Sensorstrukturen die Anforderungen der Linienbreite nur bei Einsatz des Druckkopfes mit Nominalvolumen von einem Pixel erfüllen.

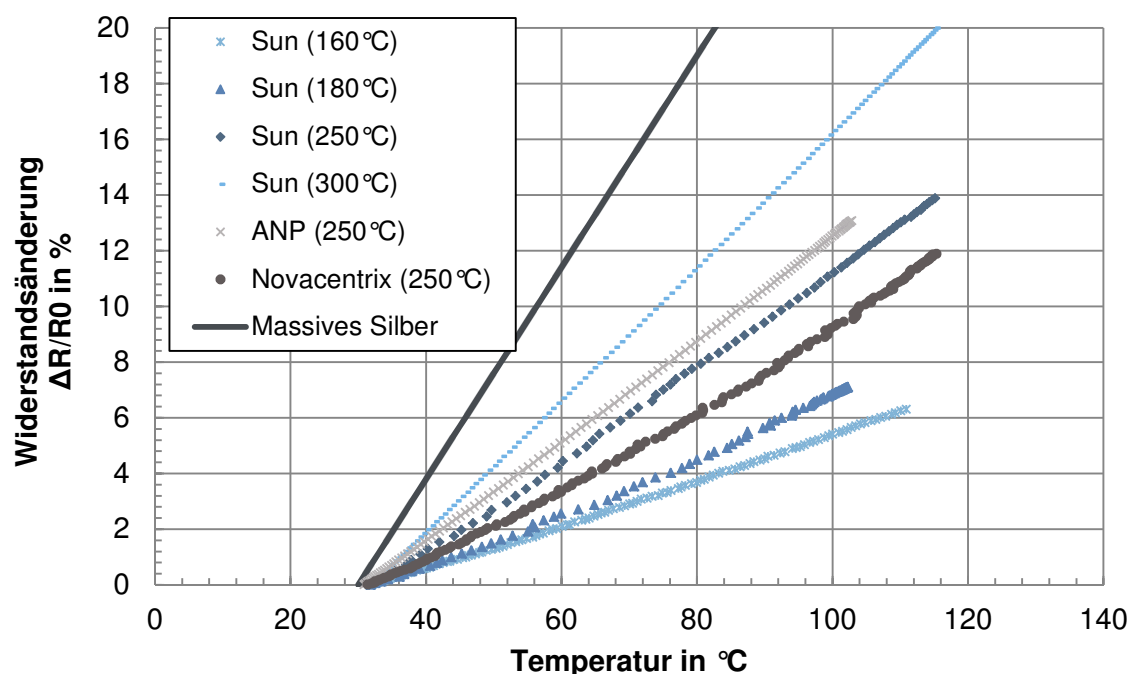
Betrachtet man die erzielbaren Messgitterwiderstände, so bleibt festzuhalten, dass im Mittel über alle betrachteten Tinten und Prozessvariationen (10pl- und 1pl-Druckkopf) Streuungen von etwa zehn Prozent bezogen auf die erzielten Mittelwerte unter den vorliegenden Bedingungen (Drucksystem, Tinten, Umgebungsbedingungen, Substrate, Verdichtungsverfahren) nicht unterschritten werden können.

6.3.2 Bestimmung des Temperaturkoeffizienten des elektrischen Widerstands

Metallische Leiter reagieren auf eine Änderung ihrer Temperatur meist mit einer Erhöhung des elektrischen Widerstands. Abbildung 30 stellt die Messungen der Temperaturabhängigkeit des elektrischen Widerstands für drei Ag-Tinten und Verdichtungstemperaturen $160 \text{ }^\circ\text{C}$ bis $300 \text{ }^\circ\text{C}$ dar. Eine Erhöhung des Widerstands mit der Temperatur ist wie erwartet zu beobachten. Die Testergebnisse zeigen eine nahezu lineare Beziehung zwischen Widerstand und Temperatur im betrachteten Temperaturbereich zwischen $30 \text{ }^\circ\text{C}$ und $110 \text{ }^\circ\text{C}$.

Man kann auch feststellen, dass die TCR-Werte von gedruckten Strukturen mit Erhöhung der Verdichtungstemperatur steigen und sich dem TCR-Wert von massivem Silber annähern (Tab. 8). Dieser Trend ist unabhängig von der eingesetzten Tinte.

Abbildung 30

Widerstandsänderung in Abhängigkeit der Temperatur für gedruckte Proben

Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

Der relativ hohe Wert des Temperaturkoeffizienten des elektrischen Widerstands (im Vergleich mit Standard-Verformungssensoren) macht es notwendig, für gedruckte DMS auf Ag-Basis Temperaturkompensationsmethoden wie Halbbrückenschaltungsanordnungen mit einem Kompensationsdehnungsmessstreifen zu verwenden. Auf der anderen Seite ist es aber aufgrund dieser Charakteristik der gedruckten Strukturen möglich, thermoresistive Sensoren mit guter Empfindlichkeit zu schaffen.

Tabelle 8

Temperaturkoeffizienten des elektrischen Widerstands

Tinte	TCR in K ⁻¹			
	Niedrige Verdicht.-temperatur (160 °C)	Normale Verdicht.-temperatur (180 °C)	Hohe Verdicht.-temperatur (250 °C)	Sehr hohe Verdicht.-temperatur (300 °C)
ANP	$104,2 \cdot 10^{-5}$	$121,1 \cdot 10^{-5}$	$184,3 \cdot 10^{-5}$	$201,9 \cdot 10^{-5}$
Sun	$84,8 \cdot 10^{-5}$	$104,1 \cdot 10^{-5}$	$169,5 \cdot 10^{-5}$	$238,9 \cdot 10^{-5}$

Novacentrix	-	-	$141,2 \cdot 10^{-5}$	$194,3 \cdot 10^{-5}$
Standard DMS	$2,8 \cdot 10^{-5}$			
Massives Silber	$380 \cdot 10^{-5}$ [Mün-78]			

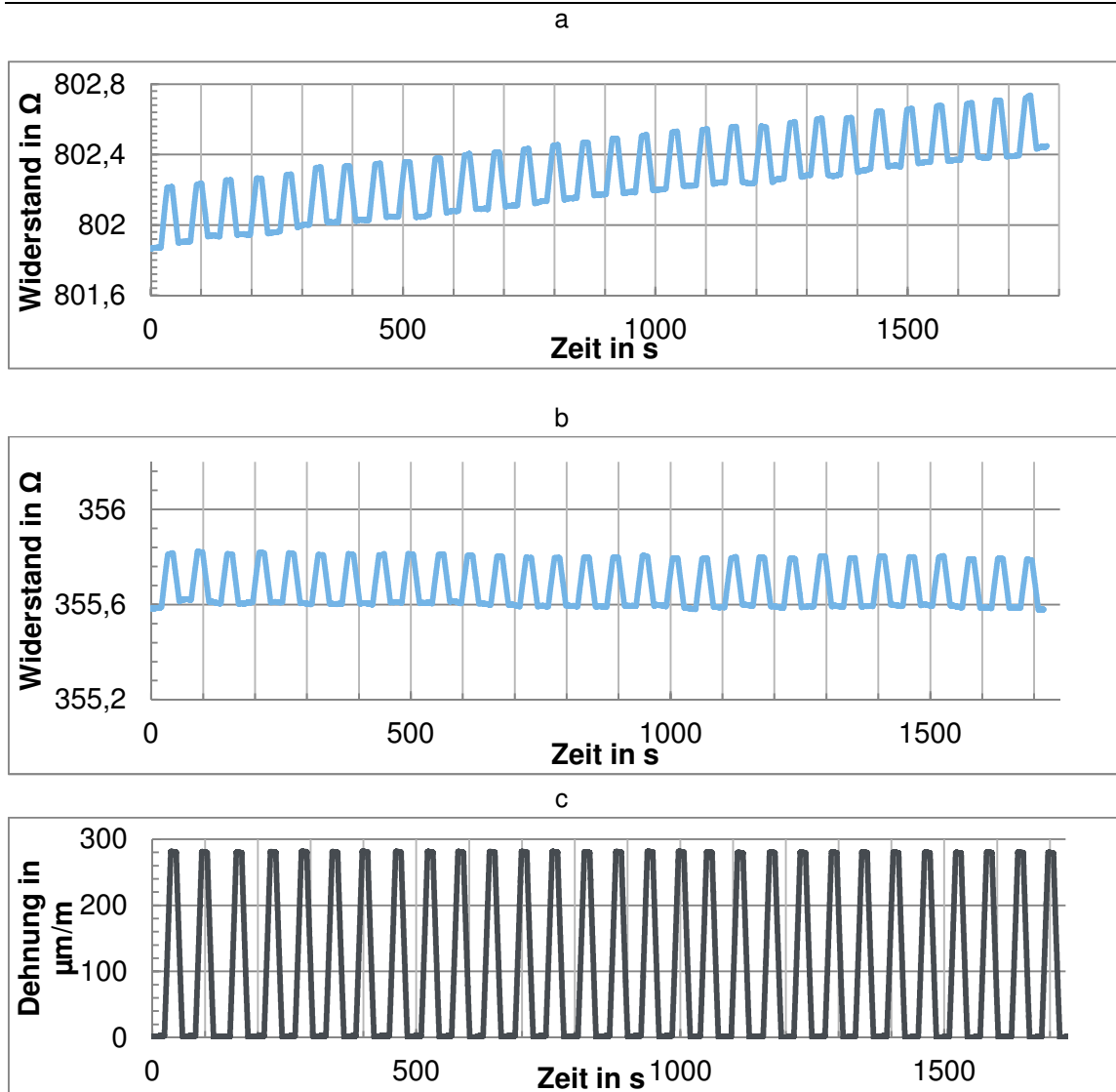
6.3.3 Bestimmung des K-Faktors

Im folgenden Abschnitt werden die Ergebnisse der Charakterisierung gedruckter Dehnungsmessstreifen vorgestellt. Als Substratmaterial wurden PI-Folien verwendet, das dem heute eingesetzten Trägermaterial für Folien-DMS entspricht. Die Untersuchung der piezoresistiven Eigenschaften der gedruckten Dehnungssensoren wurde entsprechend der in Unterkapitel 5.5.5 beschriebenen Methode durchgeführt.

Die Ausgangswiderstandssignale von zwei untersuchten gedruckten DMS-Sensoren werden in Abbildung 31 vergleichend am Beispiel der Sun-Tinte dargestellt.

Abbildung 31

Widerstandssignale von mit Sun EMD5603Tinte gedruckten DMS: (a) verdichtet bei 180 °C, (b) verdichtet bei 250 °C; (c) mit dem herkömmlichen DMS gemessene Dehnung



Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

Abbildung 31 a zeigt den Widerstand einer Sensorstruktur, die bei 180 °C / 1 h verdichtet wurde, und 31 b den Widerstand eines bei 250 °C / 1 h verdichteten DMS nach wiederholter mechanischer Belastung zum Vergleich. In Abbildung 31 c wird die mit einem herkömmlichen HBM-DMS gemessene Dehnung gezeigt.

Während der zyklischen Belastung wurde eine Zunahme des Widerstandes für die mit Sun- und ANP-Tinte bei 160 °C und 180 °C verdichteten Proben gemessen, während die tatsächliche Dehnung des Prüflings konstant blieb (vgl. Abb. 31). Das gleiche Ver-

halten wurde für mit Novacentrix-Tinte bei 250 °C verdichtete Proben beobachtet. Dieses Verhalten ist für den Einsatz als Dehnungsaufnehmer nicht akzeptabel.

Da vermutet wurde, dass die Verdichtung von gedruckten Proben bei höheren Temperaturen den Widerstandsdrift reduziert, wurden in weiteren Versuchen bei 250 °C (ANP- und Sun-Tinte) und 300 °C (zusätzlich Novacentrix-Tinte) verdichtete Proben verwendet. Für diese Proben wurde der Widerstandsdrift nicht mehr beobachtet. Wahrscheinlich entstehen während der zyklischen Belastung Mikrorisse in den bei niedrigeren Temperaturen verdichteten gedruckten Sensorstrukturen. Diese Mikrorisse können dann die Widerstandserhöhung verursachen. Die Behandlung bei höheren Temperaturen führt zu stärkerer Verdichtung der Schicht und damit zum Anstieg ihrer Festigkeit. Höhere Festigkeit, ihrerseits, verhindert die Rissbildung [Vas-13]. Die REM-Aufnahmen der Silbernanoteilchenschichten (Abb. 23) zeigen, dass die gedruckten Strukturen mit der Erhöhung der Bearbeitungstemperatur dichter werden.

Die K-Faktoren für die auf dem PI-Substrat gedruckten DMS, die aus den Messungen berechnet wurden, sowie der K-Faktor für den Referenz-DMS sind in der Tabelle 9 dargestellt. Hier werden die Ergebnisse für drei Silbernanoteilchentinten und verschiedene Verdichtungstemperaturen gezeigt, wobei jeder Wert dem Mittelwert von fünf Einzelmessungen entspricht. Auch hier werden Streuungen in der Größenordnung von zehn Prozent bei Verdichtungstemperaturen von 250 °C festgestellt, wobei diese bei einer weiteren Erhöhung der Verdichtungstemperatur auf etwa fünf Prozent zu fallen scheinen.

Tabelle 9

Berechnete K-Faktoren

Tinte	K-Faktor ³		
	Normale Verdichtungstemperatur (180 °C)	Hohe Verdichtungstemperatur (250 °C)	Sehr hohe Verdichtungstemperatur (300 °C)
ANP	2,5 ± 0,12 ⁴	3,8 ± 0,33	4,3 ± 0,32
Sun	1,4 ± 0,02 ⁴	2,2 ± 0,20	3,9 ± 0,16
Novacentrix	-	1,4 ± 0,05 ⁴	2,3 ± 0,13
Standard DMS	2-2,1		

³ 50 K-Faktor-Messungen für jede Probe

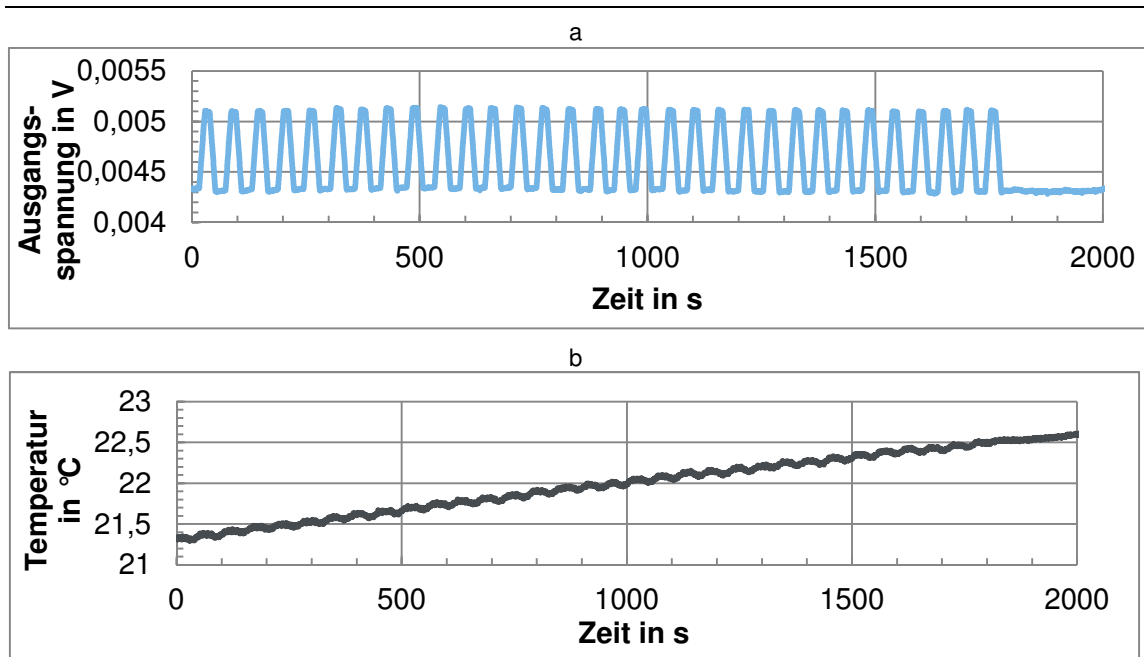
⁴ Widerstandsdrift während des Zugversuchs beobachtet

Es ist auch zu bemerken, dass mit der Erhöhung der Verdichtungstemperatur der gemessene K-Faktor steigt und sich dem Wert des massiven Silbers nähert. Diese Tendenz kann man für alle Silbernanoteilchentinten beobachten. Der K-Faktor der mit Sun-Tinte gedruckten und bei 250 °C verdichteten Dehnungsmessstreifen beträgt zum Beispiel 2,2 und ist vergleichbar mit K-Faktoren von Standard-DMS [HBM DMS]. Die höchsten Werte wurden bei mit ANP-Tinte gedruckten Proben ermittelt. Für den Referenz-DMS wurde ein K-Faktor von etwa 2,1 gemessen. Die Abweichung vom im Datenblatt angegebenen Wert beträgt ca. fünf Prozent. Diese Abweichung ist durch Messungenauigkeiten und / oder Abweichungen durch die Befestigung des Folien-DMS mit Klebstoff verursacht. Während 150 Zugversuchen wurde keine signifikante K-Faktor-änderung für den gedruckten DMS und den Referenz-Folien-DMS beobachtet.

Wie im Unterkapitel 6.3.2 festgestellt wurde, weisen die gedruckten Sensorstrukturen relativ hohe TCR-Werte auf. Das Ausgangssignal ist damit stark von der Umgebungstemperatur abhängig. Die Verwendung einer Halbbrückenschaltung mit zwei DMS gibt die Möglichkeit, den hohen TCR-Wert gedruckter Sensoren zu kompensieren. Deswegen wurden auf den Aluminiumträger zwei gedruckte DMS (senkrecht zueinander) aufgeklebt. Das verwendete Halbbrückenschaltungsschema ist in der Abbildung 17 zu sehen. Die Ergebnisse zeigen ein konstantes Ausgangssignal unabhängig von der Temperatur. Die Ausgangsspannung der Brücke und die gemessene Temperatur sind in Abbildung 32 dargestellt.

Abbildung 32

Halbbrückenschaltung: Ausgangsspannung (a), Temperatur (b)



Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

Die gemessene Querempfindlichkeit der gedruckten Dehnungsmessstreifen war ca. 0,35 (Sun-Tinte, 250 °C / 1 h) und 0,2 (Novacentrix-Tinte, 300 °C / 1 h) sowie 0,19 (ANP-Tinte, 250 °C / 1 h). Dabei beträgt die Querempfindlichkeit eines herkömmlichen DMS, nach den Daten des Herstellers, ca. 0,01 [HBM DMS].

6.4 Ergebnisse zu gedruckten Thermosensoren

Für das Drucken von Temperatursensoren wurden gereinigte PET-Folien als Substrate verwendet. Die eingesetzte Layoutgeometrie ist in Unterkapitel 5.3.3 beschrieben. Die Leiterbahnbreiten von gedruckten Sensorstrukturen auf PET werden in Tabelle 10 gezeigt. Ein Bahnbreitenmittelwert von ca. 148 µm ± elf Prozent wurde für die ANP-Tinte gemessen, wobei für die Sun-Tinte deutlich kleinere Werte von ca. 54 µm ± acht Prozent erreicht wurden (Druckkopf DMC-11610). Die Schichtdicken liegen dabei im Bereich zwischen 0,75 µm und 0,80 µm. Dies liegt, wie beschrieben, an den unterschiedlichen Spreitungseigenschaften der Tinten, was durch die Ergebnisse der Randwinkelmessungen belegt wurde.

Tabelle 10

Druckergebnisse für die T-Sensoren

Parameter	Substrat	ANP DGP 40TE-20C	Sun Chemical EMD5603
Punktdichte		900 DPI	1100 DPI
Linienbreite in µm	PET	147,6 ± 15,48	53,7 ± 4,33
Schichtdicke in µm		0,74 ± 0,11	0,79 ± 0,12

Daraufhin wurden die Zuleitungen mit Hilfe des Siebdrucks von Silberpaste hergestellt (Unterkapitel 5.3.3). Nach der Trocknung bei 120 °C (zehn Minuten) wurden die elektrischen und geometrischen Eigenschaften der Leiterbahnen untersucht. Spezifischer Widerstand und Temperaturkoeffizienten des elektrischen Widerstands der Silberpaste sowie der Wert von massivem Silber zum Vergleich werden in Tabelle 11 gezeigt.

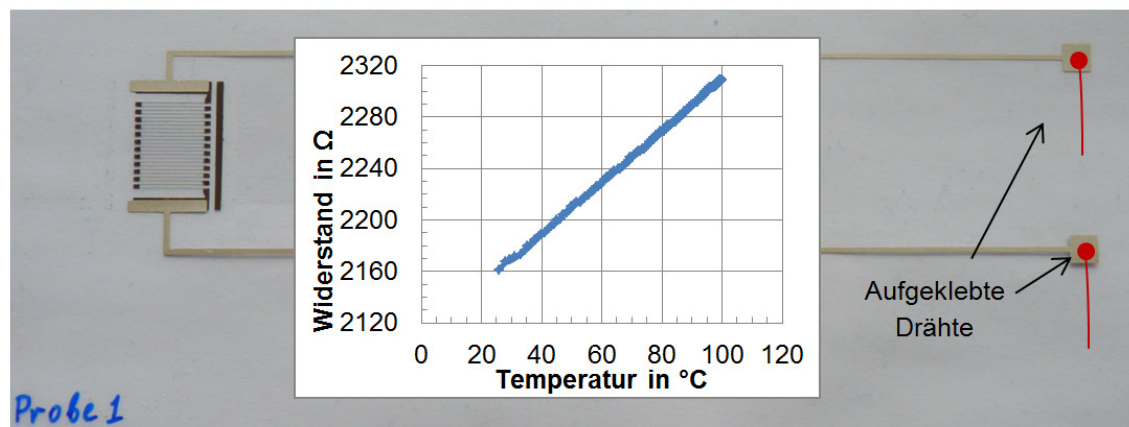
Tabelle 11

Eigenschaften der siebgedruckten Leiterbahnen

Probe	Spezifischer Widerstand in $\Omega \cdot \text{m}$	TCR in K^{-1}
Leiterbahnstruktur1 (Silberpaste 5000)	$2,19 \cdot 10^{-7}$	$273,9 \cdot 10^{-5}$
Massives Silber	$1,59 \cdot 10^{-8}$	$380 \cdot 10^{-5}$

In Abbildung 33 sind der gedruckte Sensor mit den Versorgungsleitungen und das aufgenommene Widerstands-Temperatur-Diagramm zu sehen. Der TCR des kompletten Sensors beträgt ca. $91 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$.

Abbildung 33

Ergebnisse mit Thermosensoren: Gedruckter Sensor mit Kontaktleiterbahnen und elektrischer Widerstand des mit Sun-Tinte gedruckten Sensors bei einer Temperaturänderung $\Delta T \approx 70 \text{ K}$


Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

Eine Erhöhung der Temperatur von 26 °C auf 97 °C ($\Delta T = 70 \text{ K}$) verursacht eine Zunahme des Widerstandes des kompletten Sensors um ca. $142 \text{ }\Omega$. Dabei beträgt die Erhöhung des Widerstandes der Leiterbahnen nur $3,1 \text{ }\Omega$ (2,2 Prozent) und kann somit bei späteren Sensoranwendungen wohl vernachlässigt werden.

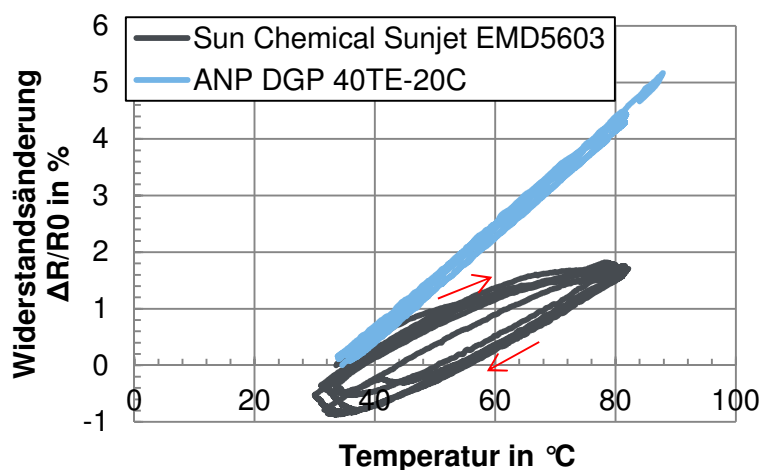
Im Hinblick auf die Reduzierung der thermischen Belastung der PET-Folie wurden im Anschluss niedrigere Verdichtungstemperaturen und -zeiten genauer untersucht. Abbildung 34 zeigt das Verhalten der mit ANP- und Sun-Tinte gedruckten und bei 120 °C (zehn Minuten) verdichteten T-Sensorproben während der zyklischen Temperaturwechsel zwischen Raumtemperatur und ungefähr 85 °C (drei Zyklen). Dabei wurden die Widerstandsänderungen der Proben gemessen.

Die Ergebnisse zeigen, dass für die Sun-Tinte eine Verdichtungstemperatur von 120 °C zu niedrig ist. Während der Erwärmungsversuche wurde für diese Tinte eine Abnahme des Widerstands und starke Hysterese beobachtet. Für die ANP-Tinte wurde eine solch starke Nachverdichtung nicht bemerkt. Die gemessenen TCR-Werte von diesen Strukturen unterschieden sich ebenfalls deutlich. Die mit ANP-Tinte gedruckten Sensoren haben einen TCR von $84,0 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$, die mit Sun-Tinte gedruckten dagegen nur von $47,5 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$.

Für die spätere Herstellung von Thermosensoren wird deshalb die ANP-Tinte bevorzugt.

Abbildung 34

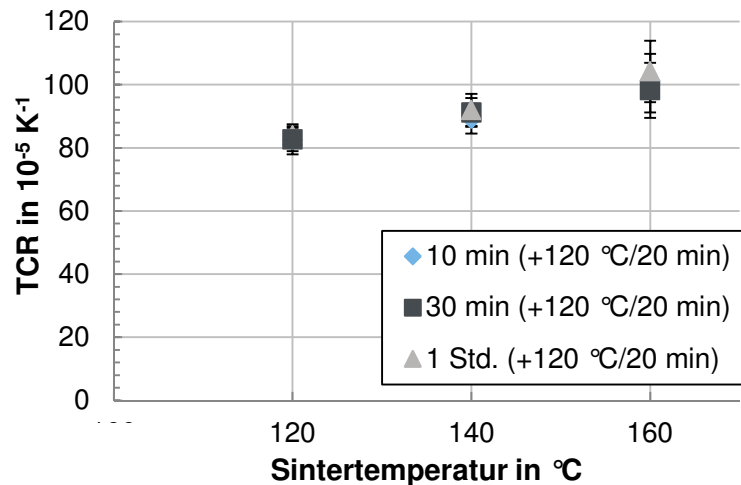
**Widerstandsänderung der gedruckten Sensoren während der Erwärmung /
Kühlung (thermische Behandlung: 120 °C / 10 + 20 min)**



Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

Zunächst wurden 90 T-Sensorproben (ANP-Tinte) bei unterschiedlichen Parametern (zehn Proben für jede Temperatur-Zeit-Kombination, vgl. Abb. 35) verdichtet. Auf den Kontaktpads der Sensoren wurden die zur Erfassung des Widerstandes verwendeten Messdrähte mit Hilfe des Leitklebers aufgeklebt. Der Leitklebstoff benötigt eine Trocknung bei 120 °C für 20 Minuten. Die danach gemessenen TCR-Werte zeigt das Diagramm in Abbildung 35.

Abbildung 35

TCR der T-Sensoren bei reduzierten Verdichtungstemperaturen und -zeiten

Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

Somit ist also festzuhalten, dass auch relativ niedrig verdichtete Sensoren akzeptable TCR-Werte im Bereich von $90 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$ aufweisen, was eine deutliche Reduzierung der thermischen Belastung des PET-Substrates bedeutet.

Weitere wichtige Fragen hinsichtlich der Verarbeitbarkeit in einer möglichen späteren Serienanwendung sind die Klebeneigung und Biegebarkeit der gedruckten Thermosensoren. Diese Anforderungen wurden vom Projektpartner Frenzelit Werke GmbH eingebracht, der den Einsatz gedruckter Thermosensoren auf PET-Folie verfolgt. Je nach Anwendungsfall werden PET-Folien dabei nach dem Bedrucken und Verdichten aufgewickelt, so dass sich ein entsprechender Druck zwischen den Folienbahnen aufbauen kann. Um zu überprüfen, ob eine kombinierte thermische und mechanische Belastung zur Verklebung der bei 120 °C verdichteten Schichten (Verdichtungszeiten: zehn Minuten und eine Stunde) mit der darüber liegenden PET-Folie führt, wurde eine gereinigte PET-Folie auf die gedruckte Struktur gelegt und einem Druck von 47 kPa ausgesetzt (Abbildung 36 links), was den maximal auftretenden Belastungen entspricht. Diese Folien wurden danach für 30 Minuten einer Temperatur von 160 °C ausgesetzt. Während des Versuchs wurde kein Verkleben sowohl der mit ANP-Tinte als auch der mit Sun-Tinte gedruckten Schichten beobachtet.

Abbildung 36

**Untersuchung der Klebeneigung (links) und Biegbarkeit (rechts)
der T-Sensorstrukturen**



Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

Zusätzlich war zu überprüfen, ob eine Biegebelastung, wie sie beim Aufwickeln von Endlosfolien auf Haspeln entsteht, Einfluss auf die Eigenschaften der gedruckten Sensoren samt Versorgungsleitungen nimmt. Während der Biegung bis zum Radius von 48 mm wurden für die T-Sensoren reversible Widerstandsänderungen von ca. +0,25 Prozent beobachtet. Für die siebgedruckten Leiterbahnen wurde eine deutlich größere Widerstandszunahme von ca. +5 Prozent bis +7 Prozent in gebogenem Zustand gemessen, wobei die Absolutwerte erheblich kleiner sind als die Widerstandswerte des Sensoren. Nach der ersten Biegung wird der Widerstand der Leiterbahnen um ca. drei Prozent erhöht und bleibt danach konstant. Nach weiteren Biegebelastungen wurden keine irreversiblen Widerstandsänderungen beobachtet.

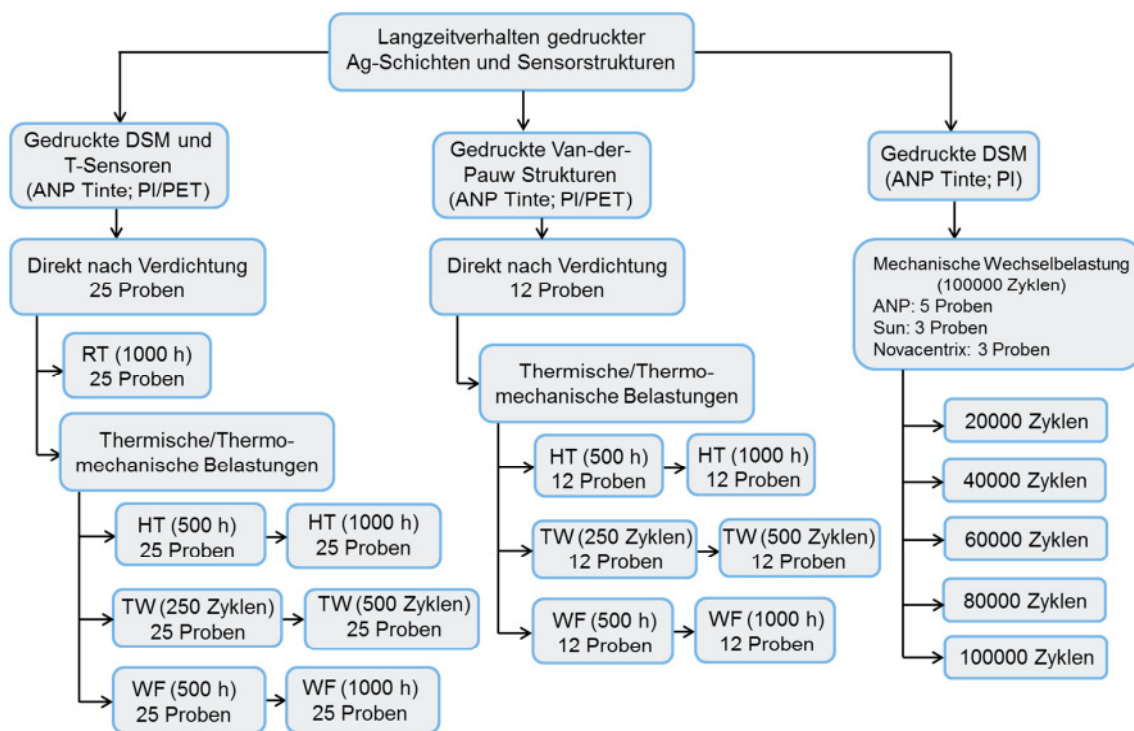
6.5 Langzeitverhalten gedruckter Ag-Schichten und Sensorstrukturen

Zur weiteren Charakterisierung der gedruckten Silberschichten sowie der Dehnungs- und Temperatursensoren wurden nach Absprache mit und unterstützt durch die Industriepartner Zuverlässigkeitsuntersuchungen durchgeführt. Dabei wurden zum einen Widerstandsänderungen und K-Faktoren bzw. TCR-Werte der gedruckten Sensoren ermittelt sowie das Haftungsverhalten der gedruckten Schichten nach Alterung bewertet. Für die Untersuchungen wurde aufgrund der guten Verarbeitbarkeit und des hohen K-Faktorwertes ausschließlich die ANP-Tinte eingesetzt. Außerdem ermöglicht die Verwendung des DMC-11601 Druckkopfes das Drucken von Leiterbahnen mit einer Breite unter 100 μm , wie in Kapitel 6.3.1 gezeigt wurde. Die eingesetzten Alterungsverfahren waren dabei Lagerung bei Raumtemperatur (RT), Hochtemperaturlagerung (HT), Temperaturwechselbelastung (TW) sowie Lagerung in feuchter Wärme (WF). Als Referenz dienten die unmittelbar nach der Herstellung gemessenen jeweiligen Probeneigenschaften. Auf der anderen Seite wurde für gedruckte DMS die Konstanz der K-Faktoren nach zyklischer mechanischer Wechselbelastung bis zu einer Gesamtdauer von 100.000 Belastungszyklen gemessen. In der folgenden Abbildung 37 ist das

durchgeführte Untersuchungsprogramm graphisch übersichtlich dargestellt. Neben den Belastungsarten ist ebenfalls aufgeführt, mit welcher Art und Anzahl von Prüflingen die entsprechenden Tests durchgeführt wurden. Weitere Details zu dem Test sowie zu den Parametern finden sich im nachfolgenden Kapitel.

Abbildung 37

Untersuchungsprogramm des Langzeitverhaltens gedruckter Strukturen



Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

6.5.1 Verhalten nach Hochtemperatur-, Temperaturwechselbelastung und Lagerung in feuchter Wärme

Alle Sensor- (Abb. 7, Abb. 9) und Van-der-Pauw-Strukturen (Abb. 6 rechts) für die nachfolgenden Untersuchungen wurden mit Hilfe der ANP-Tinte gedruckt. Verdichtungstemperatur der gedruckten Strukturen war 250 °C / 1 h (PI-Folie, 900 DPI) bzw. 160 °C / 1 h (PET-Folie 900 DPI). Um etwaige Veränderungen der Eigenschaften bewerten zu können, wurden die hergestellten Strukturen zunächst bei Raumtemperatur für eine Dauer von 41 Tagen gelagert und die nach dieser Zeit ermittelten Eigenschaften mit dem Ausgangszustand unmittelbar nach der Herstellung verglichen. So vorgealterte Proben dienten als Ausgangspunkt für die nachfolgend beschriebenen beschleunigten künstlichen Alterungsversuche.

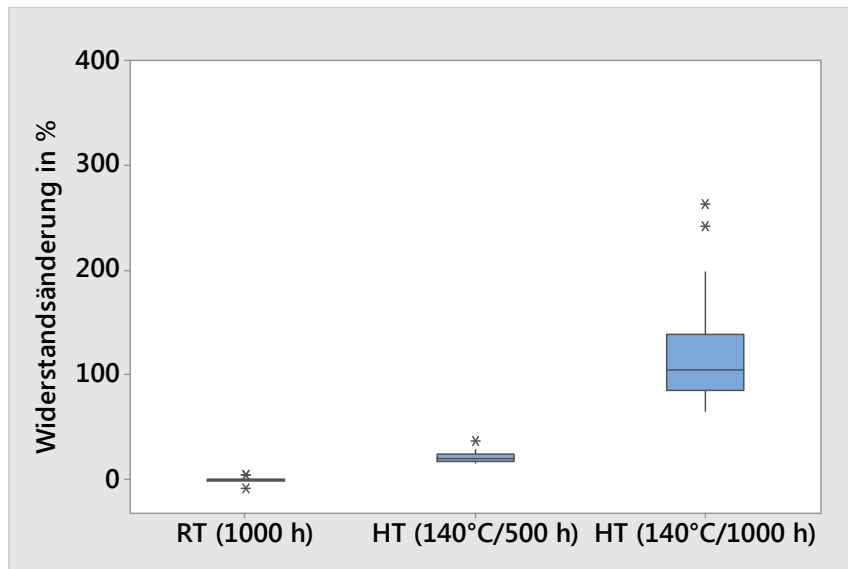
Die Testbedingungen der Hochtemperaturlagerung (HT) mussten aufgrund der unterschiedlichen thermischen Belastungsgrenzen der Substratmaterialien PI und PET entsprechend angepasst werden. Die eingestellte Temperatur betrug dabei abhängig vom Substratmaterial +140 °C für Proben auf PI und +120 °C für Proben auf PET. Proben wurden nach 500 sowie 1000 Stunden entnommen und hinsichtlich ihrer Eigenschaften bewertet. Bei der Temperaturwechsellagerung (TW) wurden die Proben einem Temperaturwechsel von -20 °C auf +120 °C mit einer Zykluszeit von zwei Stunden unterzogen. Als Temperaturgradient beim Wechsel zwischen den Temperaturniveaus wurde ein Wert von ca. 5 K pro Minute eingestellt. Die Haltezeit bei -20 °C betrug 40 Minuten sowie 30 Minuten auf dem oberen Temperaturniveau von +120 °C. Die Proben wurden nach 250 und nach 500 Zyklen untersucht. Die Bedingungen beim Feuchte-Wärme-Test (WF) waren eine Temperatur von 85 °C bei gleichzeitig 85 Prozent relativer Luftfeuchtigkeit für beide Basismaterialien. Die gedruckten Proben wurden im Klimaschrank für 500 und 1000 Stunden gelagert. Zu jedem Entnahmezeitpunkt, also nach 250 bzw. 500 Zyklen sowie nach 500 bzw. 1000 Stunden Testdauer, wurden 25 Sensor-Proben untersucht. Für K-Faktor-Messungen wurden sieben der 25 Proben aus jeder Testgruppe verwendet. Um die Haftfestigkeit der gedruckten Schichten zu untersuchen, wurden die Van-der-Pauw-Strukturen bei gleichen Bedingungen gelagert. Zur Auswertung der Haftfestigkeit wurden pro Auslagerungsversuch jeweils zwölf Probeflächen getestet.

Nachfolgend werden zunächst die Ergebnisse gedruckter DMS auf PI-Substrat näher besprochen. Grundsätzlich ist festzuhalten, dass eine 41-tägige Lagerung bei Raumtemperatur keine Eigenschaftsveränderung der Sensorstrukturen nach sich zieht. Die gemessenen Widerstände sowie die K-Faktoren unterscheiden sich nicht von den unmittelbar nach der Herstellung ermittelten Werten.

Während der Hochtemperaturlagerung bei 140 °C haben die Widerstandswerte dagegen stark zugenommen. Die Erhöhung beträgt nach 500 Stunden ca. 20 Prozent, wobei nach 1000 Stunden eine Verdoppelung des Widerstandes stattgefunden hat (Abb. 38). Dabei unterscheiden sich die gemessenen K-Faktoren nach 500 und 1000 Stunden nicht signifikant von den Referenzwerten und liegen ungefähr bei 4 (Abb. 41).

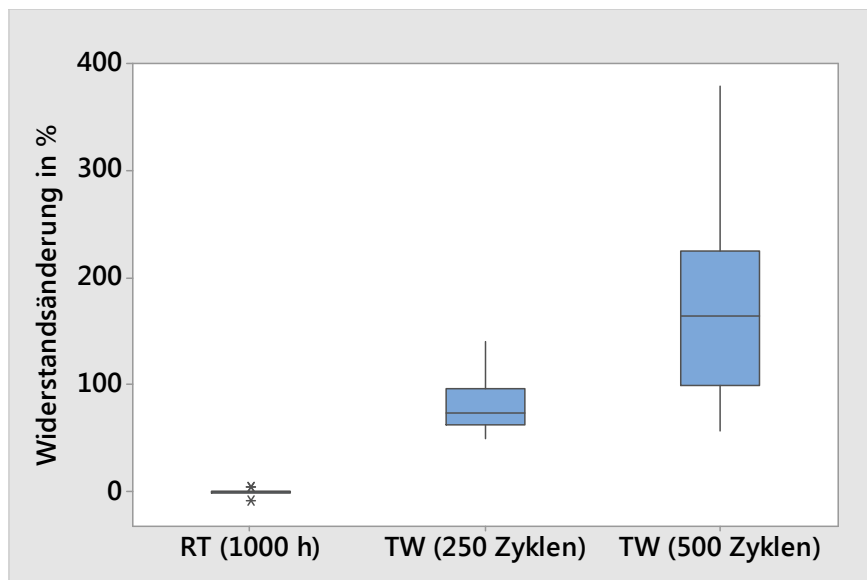
Starke Widerstandsänderungen wurden nach Temperaturwechselbelastung beobachtet (Abb. 39). Nach 250 Zyklen betragen sie +70 Prozent, nach 500 Zyklen +160 Prozent mit einer sehr starken Streuung der Werte. Im Gegensatz dazu unterscheiden sich die K-Faktoren nicht signifikant von den Referenzwerten (Abb. 41).

Abbildung 38

Widerstandsänderungen nach Hochtemperaturlagerung der gedruckten DMS

Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

Abbildung 39

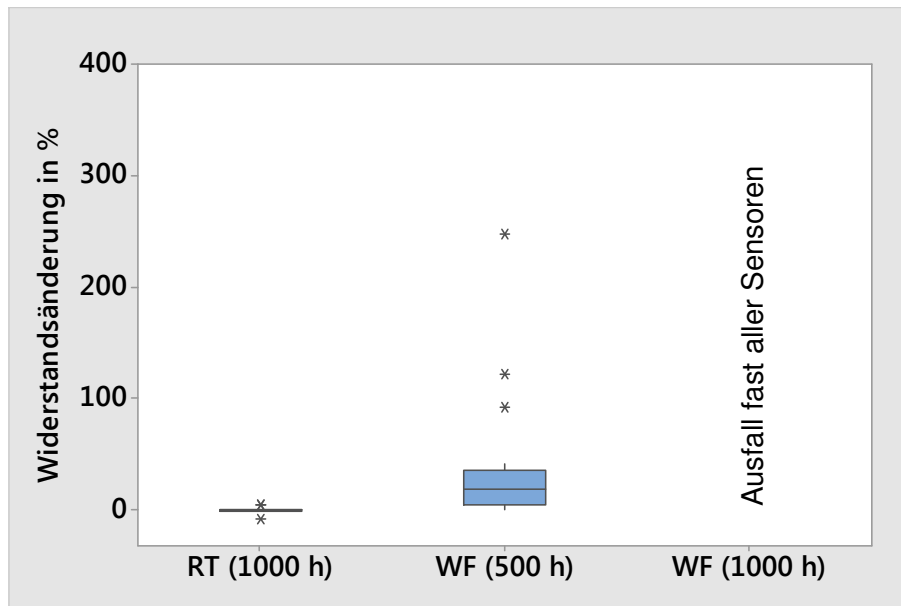
Widerstandsänderungen nach Temperaturwechsel der gedruckten DMS

Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

Die Lagerung bei erhöhter Temperatur und Luftfeuchtigkeit verursacht ebenfalls eine Widerstandszunahme (Abb. 40), Nach 1000 Stunden sind fast alle Sensoren ausgefallen (22 / 25), der Widerstand ist nicht mehr messbar.

Abbildung 40

Widerstandsänderungen nach Wärme-Feuchte-Lagerung der gedruckten DMS

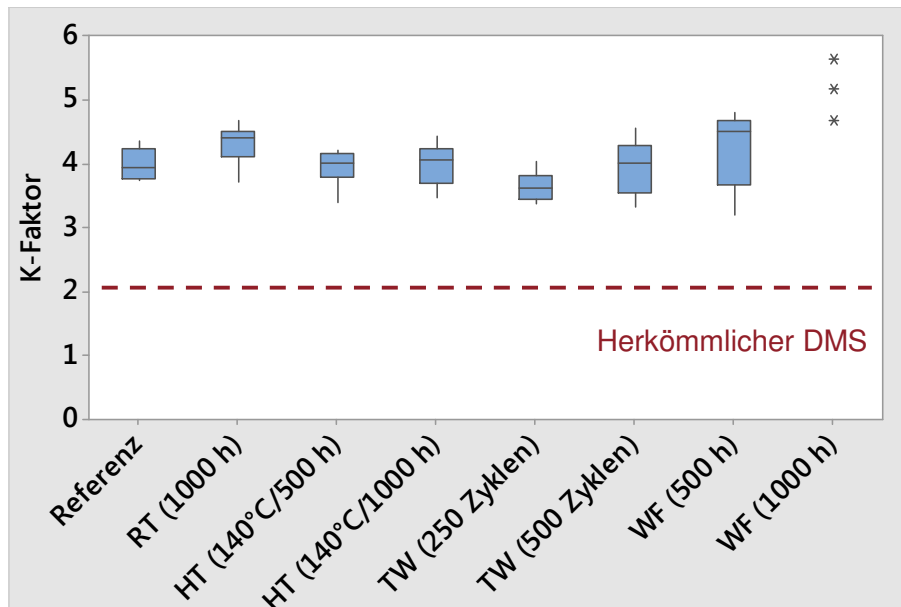


Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

Abbildung 41 zeigt die gemessenen K-Faktoren der gedruckten Dehnungssensoren.

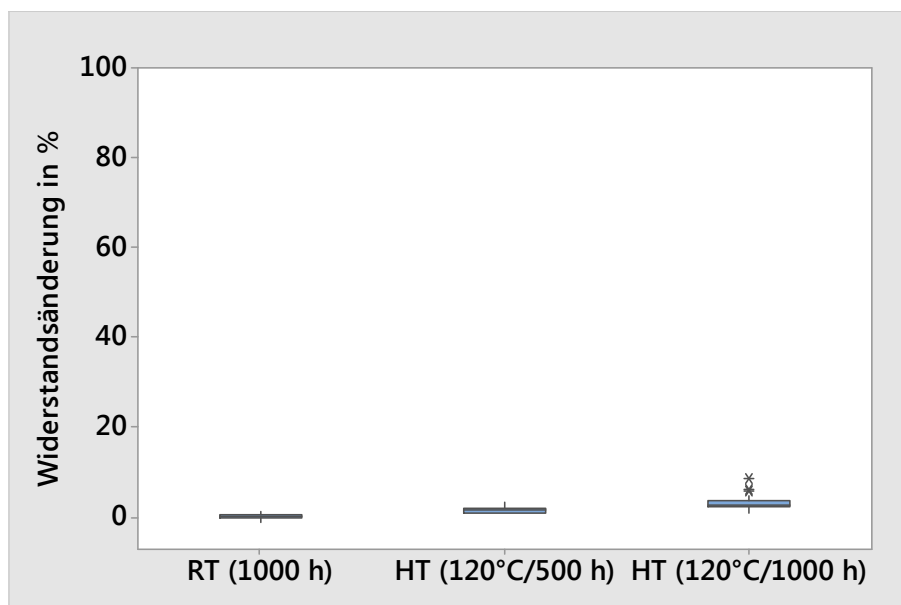
Im Vergleich zu den Dehnungssensoren zeigen die Abbildungen 42 bis 44 die Änderungen der Kennwerte der gedruckten Temperatursensoren auf PET. Nach Lagerung bei Raumtemperatur sowie bei 120 °C wird keine signifikante Widerstandsänderung beobachtet (Abb. 42).

Abbildung 41

K-Faktoren der gedruckten Dehnungssensoren nach Alterung

Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

Abbildung 42

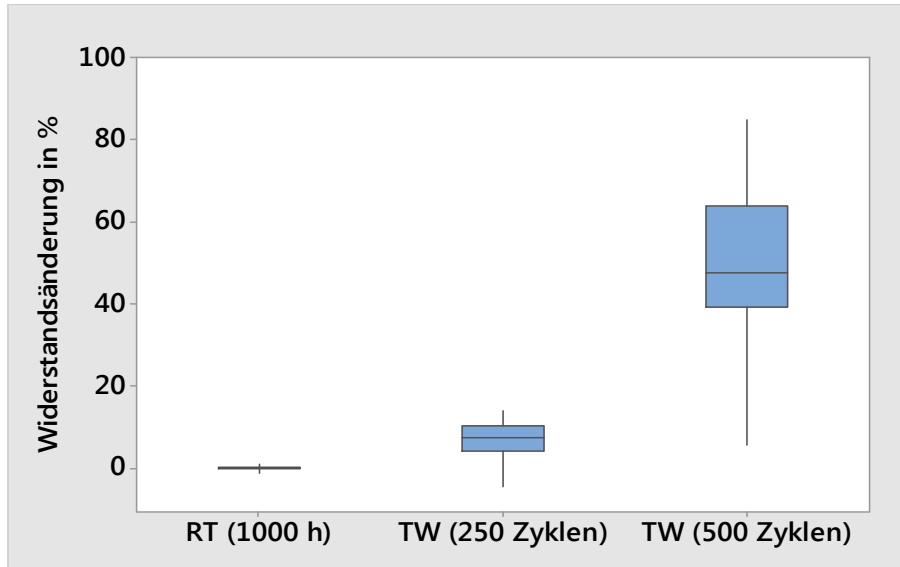
Widerstandsänderungen nach HT-Lagerung der gedruckten T-Sensoren

Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

Die TW-Lagerung wirkt sich mit einem Widerstandsanstieg von 50 Prozent nach 500 Zyklen deutlich aus.

Abbildung 43

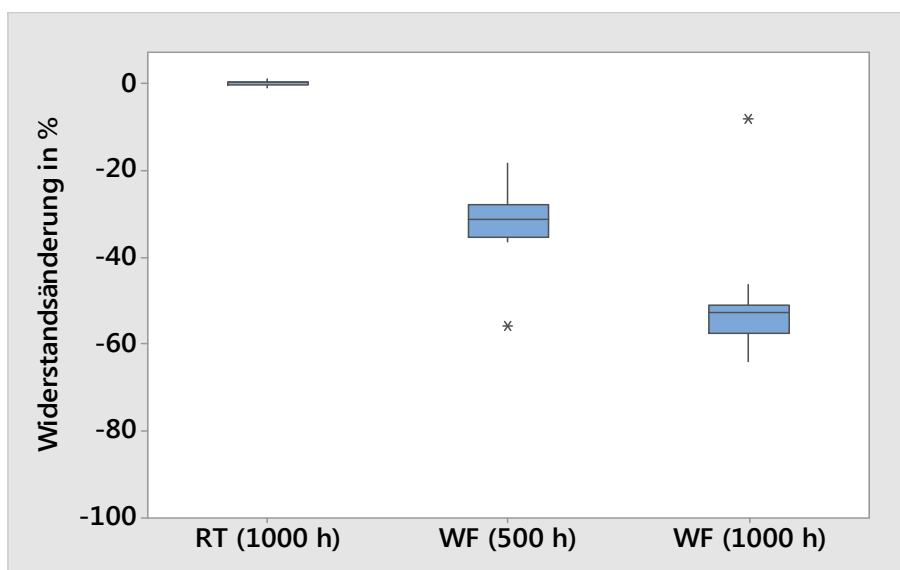
Widerstandsänderungen nach Temperaturwechsel der gedruckten T-Sensoren



Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

Abbildung 44

Widerstandsänderungen nach WF-Lagerung der gedruckten T-Sensoren



Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

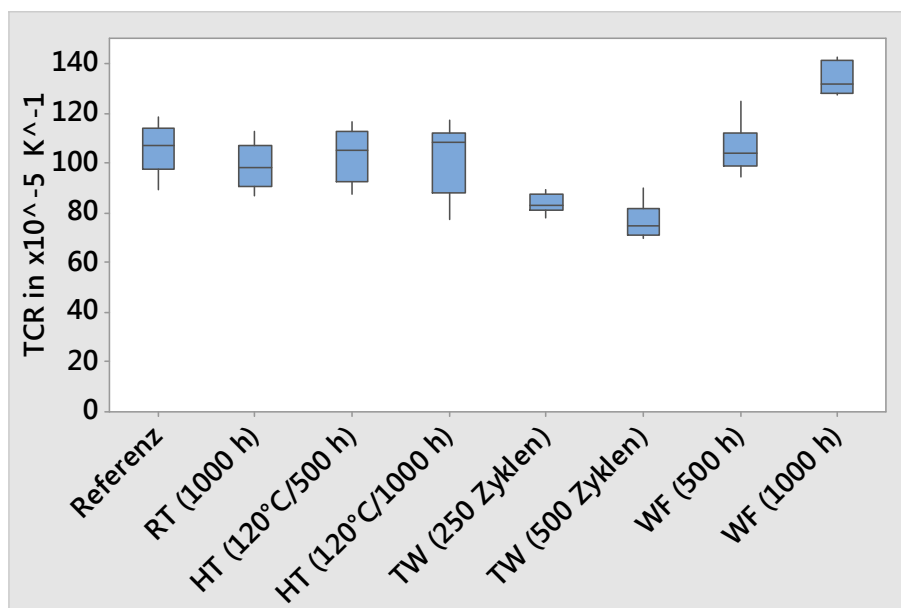
Nach der Wärme-Feuchte-Lagerung zeigen die Proben eine Reduzierung des elektrischen Widerstandes. Nach 500 Stunden wurde eine Abnahme um 31 Prozent und nach 1000 Stunden um ca. 53 Prozent festgestellt.

Abbildung 45 zeigt den gemessenen TCR-Wert der T-Sensoren nach den unterschiedlichen Dauerbelastungen. Für die TCR-Messungen wurden zehn Proben aus jeder Testgruppe genommen. Die TCR-Werte nach 1000 Stunden bei Raumtemperatur- oder Hochtemperaturlagerung unterscheiden sich von den Referenzwerten (gemessen direkt nach dem Drucken und Verdichten) nicht signifikant.

Nach dem Temperaturwechsel wurde eine Reduzierung der TCR-Werte beobachtet. Nach 250 Zyklen wurde eine Abnahme um 23 Prozent und nach 500 Zyklen um 30 Prozent gemessen. Während der Wärme-Feuchte-Lagerung wurde eine signifikante Zunahme des Temperaturkoeffizienten nur nach 1000 Stunden gemessen (TCR-Wert ca. 23 Prozent höher als der der Referenzproben).

Abbildung 45

TCR-Werte der gedruckten T-Sensoren nach Hochtemperaturlagerung, Temperaturwechsel und Wärme-Feuchte-Lagerung



Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

Neben den elektrischen Widerständen sowie den K-Faktoren und TCR-Werten wurde ebenfalls das mechanische Langzeitverhalten gedruckter Schichten untersucht. Hierbei stand die Frage im Vordergrund, inwiefern durch beschleunigte Alterungsversuche die Haftung der gedruckten Ag-Schichten verändert wird.

In Tabelle 12 sind die Haftfestigkeiten der verdichteten Tintenschichten auf den beiden Polymerfolien nach Auslagerung zu sehen.

Tabelle 12

Haftfestigkeit in N/mm^2 auf verschiedenen Substraten

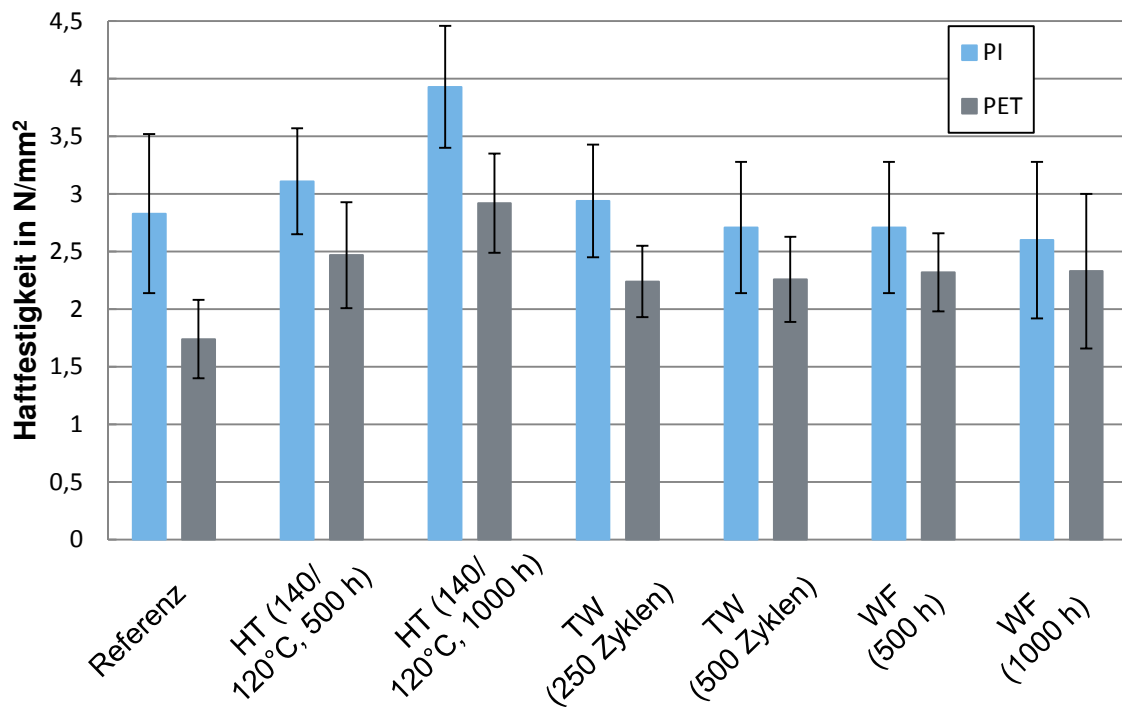
Substrat	Referenz ⁵	HT (500 h)	HT (1000 h)	TW (250 Zyklen)	TW (500 Zyklen)	WF (500 h)	WF (1000 h)
PI	2,83 ± 0,69	3,11 ± 0,46	3,93 ± 0,53	2,94 ± 0,49	2,71 ± 0,57	2,71 ± 0,57	2,60 ± 0,68
PET	1,74 ± 0,34	2,47 ± 0,46	2,92 ± 0,43	2,24 ± 0,31	2,26 ± 0,37	2,32 ± 0,34	2,33 ± 0,67

In Abbildung 46 werden die Haftfestigkeiten auf den Substraten nochmals graphisch dargestellt.

Die Auslagerungsverfahren zeigen auf PI keine negativen Auswirkungen auf das Haftverhalten der verdichteten Tintenschichten. Bei der Hochtemperaturauslagerung ist eine Erhöhung der Haftfestigkeit zu erkennen. Die Analyse des beobachteten Bruchverhaltens liefert diesbezüglich eine Erklärung. Im Gegensatz zur Referenz, die überwiegend ein Adhäsionsversagen der Tintenschicht zum Substrat zeigt, kommt es nach Hochtemperaturauslagerung zum Kohäsionsversagen der verdichteten Tintenschicht. Das gleiche Bruchverhalten lässt sich für die Strukturen der Temperaturwechselauslagerung feststellen. Nach der Wärme-Feuchte-Auslagerung kommt es nach Prüfung der Schicht zu Adhäsionsversagen der Tinte. Ein ähnliches Bruchverhalten lässt sich auf PET-Substrat feststellen. Die Referenzproben weisen einen Versagensort zwischen Tintenschicht und Substrat auf, genau wie die in Wärme / Feuchte ausgelagerten Proben, während die hochtemperatur- und temperaturwechselbelasteten Proben in der Kleberschicht zwischen Substrat und Substrathalter versagen.

⁵ unmittelbar nach dem Druck / Verdichten

Abbildung 46

Haftfestigkeiten nach Auslagerung auf polymeren Substraten

Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

Zusammenfassend lässt sich festhalten, dass die bei den beschleunigten Auslagerungsversuchen eingesetzten Belastungen keine negativen Auswirkungen auf die Haftfestigkeit der Schichten haben.

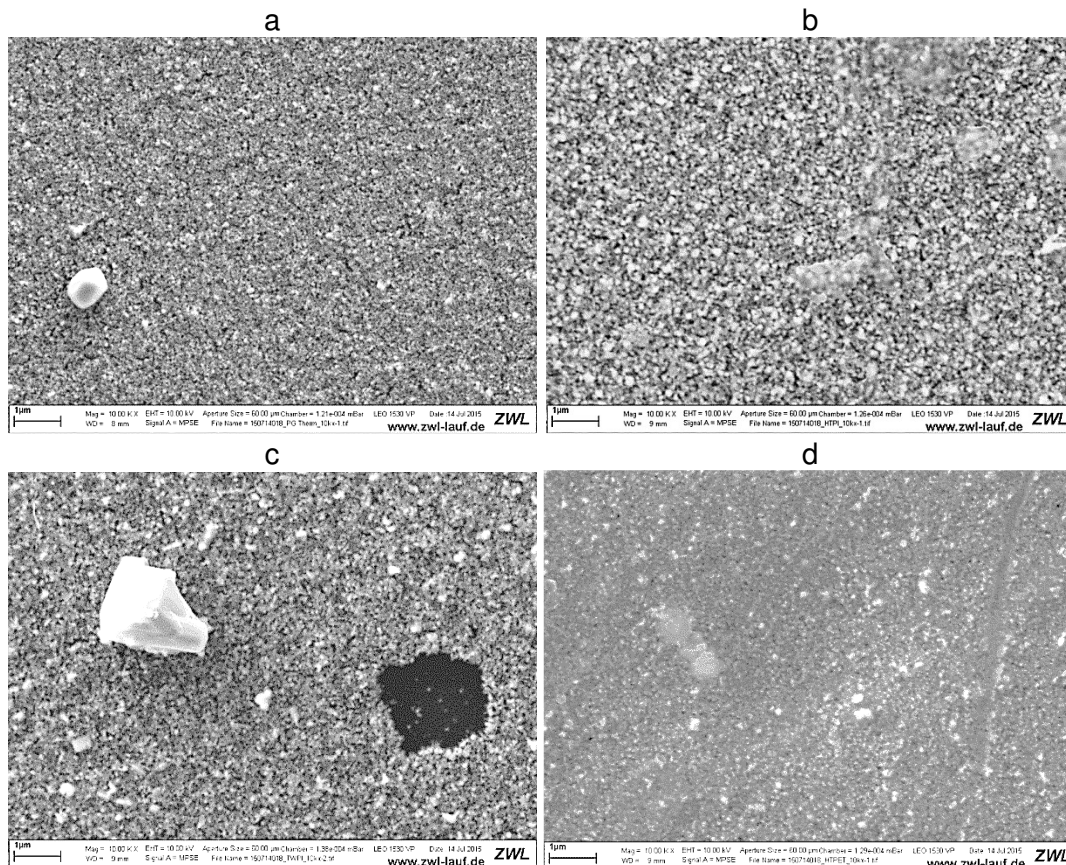
Um die Morphologie der gedruckten Schichten nach den Langzeituntersuchungen zu analysieren und Ansatzpunkte für eine Erklärung der Veränderungen der elektrischen Widerstände finden zu können, wurden die REM-Aufnahmen durchgeführt.

Abbildung 47 zeigt die verdichteten Ag-Schichten auf PI nach Hochtemperatur- (b), Temperaturwechsel- (c), Wärme-Feuchte-Lagerung (d) im Vergleich zur Referenzprobe (a).

Man kann leichte Veränderungen der Mikrostruktur der Schichten beobachten (vereinzeltes Kristallitwachstum), klare Hinweise auf die Ursachen der Widerstandsanstiege sind jedoch nicht erkennbar.

Abbildung 47

Rasterelektronenmikroskop-Aufnahmen von mit ANP-Tinte gedruckten Schichten auf PI nach Langzeituntersuchungen: (a) Referenzprobe; (b) HT; (c) TW; (d) WF

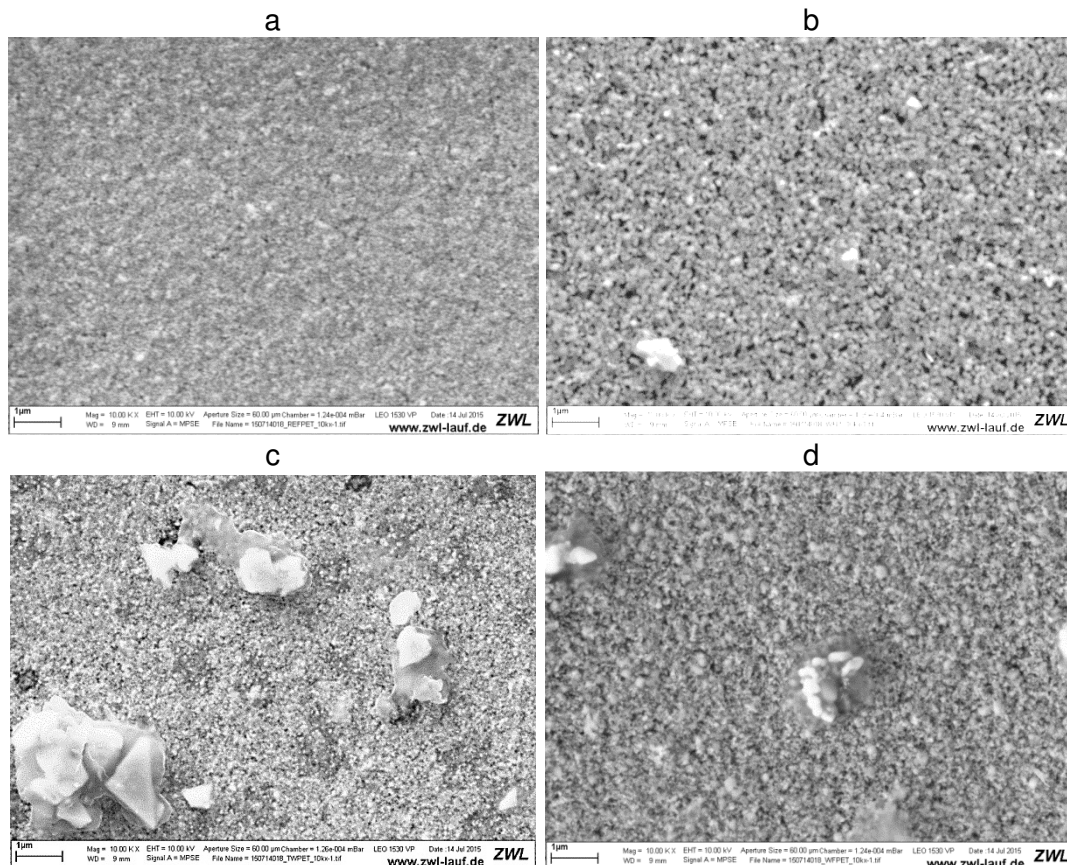


Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

Abbildung 48 zeigt REM-Aufnahmen der auf PET-Folie gedruckten Schichten nach Langzeituntersuchungen. Auch für diese Proben kann man nach Temperaturwechsel- (c) und Wärme-Feuchte-Lagerung (d) das Wachstum von Kristalliten auf der Oberfläche und die Entstehung von größeren Poren beobachten. Einen klaren Hinweis auf die Ursache der Widerstandsänderungen liefern diese Aufnahmen jedoch ebenfalls nicht.

Abbildung 48

Rasterelektronenmikroskop-Aufnahmen von mit ANP-Tinte gedruckten Schichten auf PET nach Langzeituntersuchungen: (a) Referenzprobe; (b) HT; (c) TW; (d) WF



Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

Die Ursachen der teilweise starken Widerstandsänderungen sind somit derzeit noch nicht bekannt. Dies erfordert weitergehende Untersuchungen, die allerdings nicht mehr im Rahmen der Projektlaufzeit abgeschlossen werden konnten.

Verglichen mit der Literatur sind die beobachteten starken Veränderungen als sehr ungewöhnlich zu bewerten. So wird in einer Quelle [Kim-12] über eine Reduzierung des elektrischen Widerstandes um -20 Prozent nach Hochtemperaturlagerung (+80 °C/1000 h) berichtet. Temperaturschocktest (-40 °C / +80 °C, 1000 Stunden) und Wärme-Feuchte-Lagerung (85 °C / 85 % r. F., 1000 Stunden) haben eine Widerstandserhöhung von +20 Prozent und +4 bis +6 Prozent verursacht. In einer anderen Quelle [Umu-09] wird eine Widerstandserhöhung bis +6 Prozent nach WF-Lagerung (85 °C / 85 % r. F., 1000 Stunden) sowie nach Temperaturwechsel (-40 / 125 °C, 1000 Zyklen) gemessen. Ähnliche Ergebnisse wurden auch bei [Mai-10] erzielt. Nach WF-Lagerung (85 °C / 85 % r. F., 1000 Stunden) erhöhten sich Widerstände von Leiterbahnen um +15 Prozent. Änderungen des Widerstandes von -15 bis +6 Prozent (abhängig vom

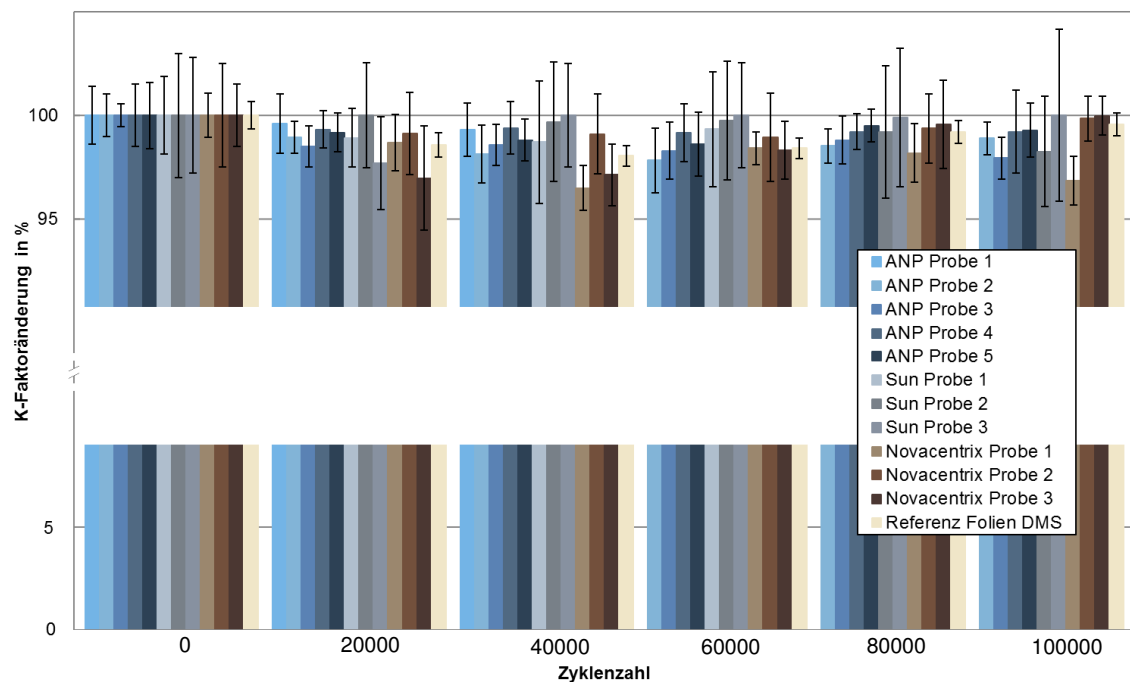
Substratmaterial) nach Temperaturschocktests (-40 °C / +80 °C, 500 Zyklen) wurden in einer weiteren Arbeit [Will-10] beschrieben.

6.5.2 Charakterisierung gedruckter DMS-Langzeitverhalten nach zyklischer mechanischer Wechselbelastung

Abbildung 49 stellt die Ergebnisse gedruckter DMS nach rein mechanischen Dauerbelastungen (100.000 Zyklen mit einer Beanspruchung von 0 bis 400 N und einer Frequenzen von 0,5 Hz, Raumtemperatur) dar. In dem Diagramm sind die Mittelwerte (von 30 aufeinander folgenden Messungen) in Prozent des Anfangs-K-Faktors nach jeweils 20.000 Belastungszyklen dargestellt. Es wurden fünf mit ANP- und drei mit Sun- sowie mit Novacentrix-Tinte gedruckte Proben untersucht. Die gemessene K-Faktoränderung beträgt nach 100.000 Dehnungszyklen bei Raumtemperatur für alle untersuchten Sensoren nur wenige Prozent. Eine maximale Abweichung des K-Faktor-Wertes für mit ANP- und Sun-Tinte gedruckte DMS von ca. 2,3 Prozent wurde beobachtet. Für die untersuchte Novacentrix-Tinte wurde ein etwas höherer Wert von 3,5 Prozent gemessen. Somit zeigen die gedruckten DMS ein reproduzierbares und stabiles Verhalten auch noch nach 100.000 rein mechanischen Belastungszyklen.

Abbildung 49

Ergebnisse für die Dauerwechselbelastung der gedruckten DMS: K-Faktor-Mittelwerte nach jeweils 20.000 Belastungszyklen



Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

Zum Vergleich wurde die gleiche Untersuchung auch mit einem kommerziell erhältlichen Folien-DMS durchgeführt. Als Ergebnis ist festzuhalten, dass der Referenz-Folien-DMS ein vergleichbares Verhalten zeigt. Die ermittelten K-Faktor-Abweichungen erreichen max. zwei Prozent, wobei die Schwankungen je Messpunkt etwas niedriger als bei den gedruckten DMS sind. Es ist deshalb zu vermuten, dass diese K-Faktor-Schwankungen auch durch den Testaufbau (Unterkapitel 5.5.5), d. h. durch die Klebstoffschicht zwischen DMS und Al-Substrat und durch die mit Hilfe des Leitklebstoffs aufgeklebten Zuleitungsdrähte, verursacht werden.

6.6 Vorläufige Wirtschaftlichkeitsbetrachtung

Nachfolgend soll der Versuch unternommen werden, eine erste Abschätzung der Wirtschaftlichkeit der drucktechnischen Herstellung von Sensoren vorzunehmen. Dazu werden zunächst die reinen Materialkosten bewertet, im weiteren Verlauf aber auch die notwendigen Verarbeitungsprozesse (Drucken, Trocknen, Verdichten) mit einbezogen.

Betrachtet man die reinen Materialkosten für heute kommerziell angebotene Ag-Nanodispersionen, so ist festzuhalten, dass der Preis für 100 Milliliter Drucktinte je nach Anbieter, Ag-Gehalt etc. zwischen € 1000,- und € 2000,- liegt. Auch die im Projekt untersuchten Tinten liegen in diesem Bereich. Bricht man diese Kosten allerdings auf das je Sensor erforderliche Tintenvolumen herunter, dann relativieren sich die Kosten schnell und sind fast nicht mehr sichtbar. Am Beispiel des im Projektverlauf realisierten DMS kann dies anschaulich belegt werden.

Geht man davon aus, dass ein einzelner DMS, wie in Abbildung 7 dargestellt, ohne Kontaktflächen aus etwa 25.000 Pixeln (Tintentropfen) aufgebaut ist und ein Tintentropfen ein Volumen von etwa 5 pl hat, dann errechnet sich für das Druckvolumen eines DMS eine erforderliche Tintenmenge von 0,000125 Milliliter. Bei Kosten zwischen € 10,- und € 20,- für einen Milliliter Tinte errechnen sich damit reine Materialkosten zwischen ct 0,125 bis ct 0,25. Berücksichtigt man noch zusätzliche Materialverluste durch erforderlichen Anlagensetup, Reinigung oder nicht nutzbare Restmengen in der gleichen Größenordnung, dann bleiben die reinen Materialkosten dennoch stets unter ct 0,5.

Die weitere Bewertung der Prozesskosten ist wesentlich komplexer, da sie zum einen von der eingesetzten Prozesstechnologie (z. B. Druckfrequenz und Düsenzahl des Druckkopfes) und zum anderen von Mengengerüsten, Arbeitskosten, Abschreibungskosten etc. abhängt. Hier soll sich deshalb darauf beschränkt werden, wichtige Aspekte herauszustellen. Der eigentliche Druckprozess ist infolge der Parallelisierung der Werkzeuge (Druckdüsen) ein extrem schneller Prozess. Industrielle Druckköpfe verfügen, anders als das im Projekt eingesetzte Laborsystem, über bis zu 2000 ansteuerbare Düsen, die Druckfrequenzen liegen meist im kHz-Bereich. Das Drucken von, wie im Sensorbeispiel, erforderlichen 25.000 Pixeln ist deshalb eine Angelegenheiten von wenigen Sekunden. Kritisch sind die heute erforderlichen Zeiten für die Verdichtung der gedruckten Sensoren zu betrachten. Prozesszeiten von bis zu einer Stunde sind vor dem Hintergrund der mutmaßlich kurzen Druckzeiten nicht wirklich tragbar. Alle

anderen Herstellschritte können in einer deutlich kürzeren Zeit durchgeführt werden, meistens in Sekunden oder wenigen Minuten. Dadurch entsteht sozusagen ein Stau vor dem Verdichtungsprozess, der durch entsprechende Produktionspuffer und Lagermöglichkeiten kompensiert werden muss. Ein kontinuierlicher Produktionsprozess ist so nicht möglich und die Vorteile der schnellen, flexiblen Produktion durch das Drucken geht verloren. Alternativ könnte die Verdichtungskapazität durch die Parallelisierung einer entsprechenden Anzahl von Verdichtungsöfen erhöht werden, was allerdings hohe Investitionssummen nach sich zieht und das Problem hoher Durchlaufzeiten nur teilweise reduziert. Die im Projekt für DMS identifizierten erforderlichen Prozessstemperaturen von 250 °C schränken zusätzlich das verfügbare Materialspektrum stark ein. Die notwendigen Energiekosten sind ebenfalls zu berücksichtigen.

Daher ist es für einen wirtschaftlichen Einsatz des funktionalen Inkjet-Drucks mit Nanodispersionen notwendig, Alternativen für die Verdichtung durch Temperatur über Konvektion zu entwickeln. Nur wenn die Prozesszeiten bei der Verdichtung sich problemlos mit dem Takt des Gesamtprozesses vereinbaren lassen und die thermische Belastung der Substrate auf ein Mindestmaß beschränkt werden kann, haben digitale Druckverfahren das Potenzial, die Herstellung elektronischer Anwendungen zu revolutionieren und eine direkte digitale Fertigung zu ermöglichen. In der aktuellen Forschung sind diese Aspekte mittlerweile aufgegriffen worden [Hal-13] [Sch-14] [Nit-14].

6.7 Zusammenfassung der Ergebnisse

Ziel der Untersuchungen war, Erkenntnisse zu Herstellung, Eigenschaften und Langzeitverhalten von präzisen gedruckten Widerständen auf polymeren flexiblen Substraten wie Polyimid (PI) und Polyethylenterephthalat (PET) zu gewinnen. Die Widerstände wurden dabei voll additiv mittels funktionalem Inkjetdruck von silberbasierenden Nanopartikeltinten aufgebracht und thermisch verdichtet, so dass sich die entsprechenden Zieleigenschaften wie elektrischer Widerstand und mechanische Haftung ausbilden konnten. Bei diesem thermischen Behandlungsprozess werden Lösemittelreste aus der gedruckten Schicht entfernt, Stabilisatoren deaktiviert und die Metallpartikel verdichtet bzw. bei ausreichend hoher Energieeinbringung versintert. Die so hergestellten Sensoren dienen zur Messung von Dehnung und Temperatur. Die gewonnenen Erkenntnisse fließen dann in die prototypische Realisierung von Demonstratoren ein.

Zu Beginn konnten die Grundlagen und Voraussetzungen für eine erfolgreiche prototypische Realisierung resistiver Sensorelemente mittels Inkjet-Druck erarbeitet werden. Es gelang, durch systematische Variationen der Prozess- und Einflussparameter (beispielsweise Tintentyp, Druckeinstellungen, Verdichtungsparameter wie Temperatur und Zeit) die Wirkzusammenhänge bei der drucktechnischen Erzeugung feinsten Leiterbahnstrukturen im Bereich von 100 µm Linienbreite und darunter aufzuzeigen.

Für alle drei untersuchten Tinten konnten die Einflüsse der skizzierten Faktoren ermittelt und die geeigneten Prozessparameter für einen robusten und stabilen Inkjet-Prozess sowie Trocknungs- und Sinterprozess erarbeitet werden. Als Qualitätskriterien wurden dabei generelle Aspekte wie Druckprozesszuverlässigkeit (Fehlerfreiheit, Satel-

litentropfenbildung) und geometrische Präzision (Länge, Breite, Schichtdicke) der gedruckten Strukturen sowie zusätzlich das Haftungsverhalten (mechanische Haftfestigkeit der Schichten) und Porenfreiheit herangezogen. Damit konnten Verarbeitungsfenster definiert werden, in denen die grundsätzliche Machbarkeit des Vorhabens gegeben ist. Die erreichten minimalen Strukturabmessungen für Leiterzüge liegen für alle untersuchten Tinten im Bereich von 85 μm Breite und einer Dicke von etwas weniger als 1 μm .

Im Zuge der Prozessuntersuchungen konnte unabhängig vom eingesetzten Tintentyp festgestellt werden, dass höhere Verarbeitungstemperaturen und längere Verdichtungszeiten zur Reduzierung des elektrischen Widerstandes der gedruckten Schichten führen. Die Untersuchung der Morphologie der gedruckten Strukturen zeigt, dass wirkliches Sintern erst ab ungefähr 250 °C - 300 °C stattfindet. Die maximale elektrische Leitfähigkeit der gedruckten Schichten beträgt darauf etwa 15 bis 20 Prozent der elektrischen Leitfähigkeit von massivem Silber. Als Ursache für die geringere elektrische Leitfähigkeit kann zum einen der poröse Schichtaufbau, zum anderen der Verbleib isolierender Fremdschichten auf den nur teilweise versinterten Partikeln vermutet werden.

Die Haftfestigkeiten der gedruckten und thermisch verdichteten Silberschichten erreichen mit Werten von um die 3 N/mm² auf PI- und etwa 1,7 N/mm² auf PET-Folie (ohne Vorbehandlung) Ergebnisse, die aus der Literatur bekannte Werte für gedruckte Nanopartikelschichten deutlich übersteigen.

Weiterhin wurden mit der Empfindlichkeit (K-Faktor) und dem Temperaturkoeffizienten des elektrischen Widerstands (TCR) wichtige Sensorkennwerte ermittelt und deren Abhängigkeit von der Verdichtungstemperatur untersucht. So konnte festgestellt werden, dass nach Verdichtung bei höheren Temperaturen sowohl der K-Faktor als auch der TCR-Wert zunehmen. K-Faktoren von etwa 2 bis ca. 4,3 wurden tintenabhängig für gedruckte Dehnungssensoren gemessen, wobei der K-Faktor kommerziell erhältlicher Folien-DMS aus Konstantan etwa 2,1 beträgt.

Die für gedruckte Ag-Schichten gemessenen TCR-Werte sind größer als die von kommerziell erhältlichen DMS, so dass die Anwendung von Temperaturkompensationsmethoden beim Einsatz von gedruckten DMS erforderlich wird. Die Nutzung einer Wheatstone'schen Brückenschaltung als Temperaturkompensation konnte erfolgreich umgesetzt werden. Für Temperatursensoren dagegen bedeutet ein höherer TCR-Wert eine höhere Empfindlichkeit. Gedruckte Temperatursensoren zeigen im Temperaturbereich von +20 °C bis ca. +100 °C ein lineares Verhalten, was auf einen konstanten TCR-Wert hinweist. Auch hier ist feststellbar, dass eine Erhöhung der Verdichtungstemperatur eine Erhöhung des TCR-Wertes nach sich zieht.

Mit beiden Sensortypen ließen sich erfolgreich Änderungen von Dehnungszuständen und Temperaturen detektieren.

Um Erkenntnisse zu Langzeitverhalten und Zuverlässigkeit gedruckter Sensorstrukturen zu gewinnen, wurden für beide Sensortypen beschleunigte Lebensdauertests wie Hochtemperaturlagerung, Temperaturwechselbelastung und Lagerung in feuchter Wärme durchgeführt. Zusätzlich wurden die hergestellten Dehnungssensoren einem mechanischen Dauertest über 100.000 Belastungszyklen unterzogen.

Bei drucktechnisch hergestellten Dehnungssensoren wurden starke Widerstandsänderungen mit Anstiegen um mehr als 100 Prozent vor allem nach Temperaturwechselbelastung festgestellt. Lagerung in feuchter Wärme führt zudem bei entsprechender Dauer zum Totalausfall der Sensoren auf PI-Folie. Die Widerstandsänderungen der Temperatursensoren auf PET waren im Vergleich dazu deutlich kleiner. Eine signifikante TCR-Erhöhung wurde nach Temperaturwechsel- und Wärme-Feuchte-Lagerung beobachtet. Parallel wurde festgestellt, dass die durchgeführten Lebensdauertests keinen negativen Einfluss auf die Haftfestigkeit der Silber-Schichten auf PI und PET haben. In einigen Fällen wurde sogar eine leichte Steigerung der Haftfestigkeit beobachtet.

Ergänzend ist festzuhalten, dass gedruckte Dehnungssensoren nach zyklischer mechanischer Belastung von bis zu 100.000 Belastungszyklen unter den getesteten Bedingungen ein absolut reproduzierbares und stabiles Verhalten aufweisen, das mit dem Verhalten herkömmlicher Folien-DMS absolut vergleichbar ist.

Die beobachteten enormen Widerstandsveränderungen speziell auf PI-Folie stehen im Widerspruch zu den Aussagen der verfügbaren Literatur. Durchgeführte licht- und rasterelektronen-mikroskopische Untersuchungen konnten bis dato keine endgültigen Hinweise auf die Ursachen für das beobachtete Verhalten liefern. Zur Klärung des Sachverhalts werden deshalb nach Projektende noch weitere Untersuchungen durchgeführt. So scheint nach vorläufigen Untersuchungen die Verwendung eines geeigneten Schutzlackes die Widerstandsanstiege sowohl nach Lagerung in feuchter Wärme als auch nach Temperaturwechselbelastung signifikant reduzieren zu können.

Die Ergebnisse der Untersuchungen zeigen, dass mit dem Inkjet-Verfahren auf unterschiedliche Substrate erfolgreich metallische Widerstände gedruckt werden können. Zwar sind derzeit wichtige Aspekte des Langzeitverhaltens entsprechender Sensoren noch nicht abschließend geklärt, aber die gewonnenen Erkenntnisse stellen eine solide Basis für die breitere Nutzung dieser Technologie dar.

7 Demonstratoren

Darstellung der Demonstratorkonzepte und vorläufigen Ergebnisse der Umsetzungen

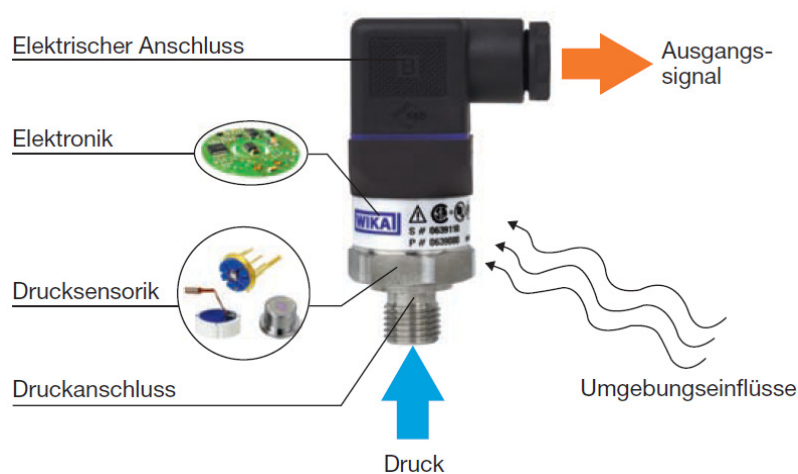
Wie bereits in Kapitel 3 dargestellt, ist im letzten Arbeitspaket des Projekts die prototypische Sensorintegration vorgesehen. Auf Basis der durchgeführten Untersuchungen sowie der gesammelten Erkenntnisse werden Demonstratoren, unter Nutzung des funktionellen Inkjet-Druckes, aufgebaut. In Zusammenarbeit mit den Projektpartnern WIKA Alexander Wiegand SE & Co. KG und Frenzelit Werke GmbH wurde beschlossen, zwei unterschiedliche Typen von Funktionsdemonstratoren zu realisieren, womit zwei Anwendungsmöglichkeiten für gedruckte Sensoren, nämlich die Druck- und die Temperaturmessung, aufgezeigt werden.

7.1 Inkjet-gedruckter Drucksensor

In der nachfolgenden Abbildung 50 ist ein elektronisches Druckmessgerät schematisch dargestellt. Wie unter der Rubrik „Drucksensorik“ zu erkennen ist, existieren unterschiedliche Realisierungsmöglichkeiten zur Druckdetektion. Neben Metalldünnsfilmsensoren und piezoresistiven Sensoren werden ebenfalls sogenannte Keramik-Dickschichtsensoren eingesetzt. Beim letztgenannten Sensortyp bestehen der Grundkörper sowie die Membran aus einer Al_2O_3 -Keramik. Wird ein Druck appliziert, wölbt sich die Membran. Diese Lageänderung wird mittels der vier (auf der dem Druckmedium abgewandten Seite) aufgetragenen DMS resistiv ermittelt.

Abbildung 50

Prinzipdarstellung eines Druckmessgerätes

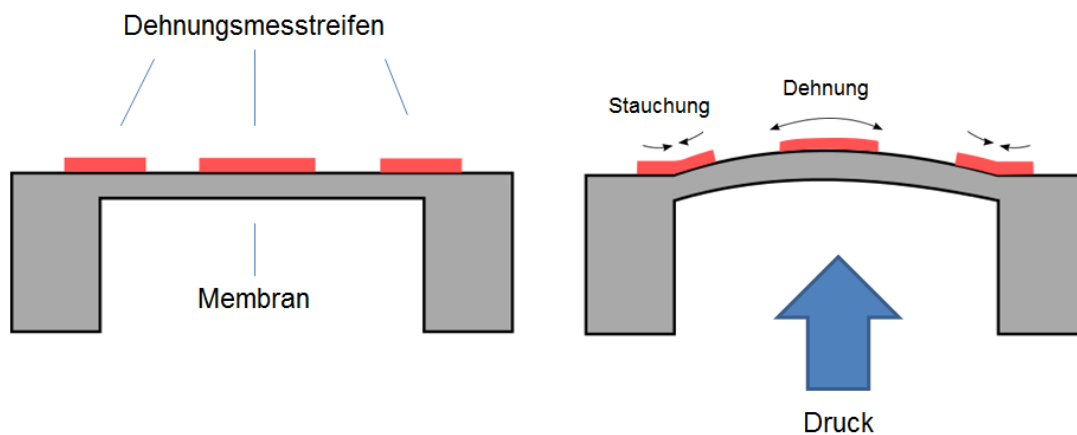


Quelle: [Guss-09]

Jeweils zwei DMS befindet sich in gedehnten, sowie in gestauchten Bereichen der Membran (siehe Abb. 51). Der elektrische Widerstand der Dehnungselemente nimmt dabei proportional zur Verformung zu (Dehnung) bzw. ab (Stauchung). Zur exakten Messung der Widerstandsänderung werden die DMS zu einer Wheatstone'schen Messbrücke verschaltet.

Abbildung 51

Verformung der Sensormembran unter Druck



Quelle: [Guss-09]

Auf den oben beschriebenen keramischen Grundkörpern, im vorliegenden Fall bestehend aus 96-prozentiger Aluminiumoxidkeramik (Al_2O_3), sollen für die Realisierung der Demonstratoren drucktechnisch vier DMS aufgebracht werden.

Die ersten Vorversuche zur Bedruckbarkeit zeigten, dass die Oberflächenqualität der untersuchten Al_2O_3 -Keramikmembranen für den Inkjet-Druck im Ausgangszustand unzureichend ist. Oberflächenrauheit, Porosität und Riefen führten zu starkem und unregelmäßigem Verfließen der Tinte, da die eingesetzte Tinte eine relativ niedrige Viskosität hat. Nach Abwägung unterschiedlicher Lösungsmöglichkeiten wurde festgelegt, die zu bedruckende Oberfläche der Aluminiumoxidkeramik-Proben zu polieren. Der Polierprozess wurde in zwei Schritten mit einer „Struers RotoPol-35“ Poliermaschine durchgeführt. Zuerst wurde eine 6 μm und danach eine 3 μm Diamantsuspension eingesetzt. Die Polierzeit betrug eine Stunde bei einer Druckkraft von 40 N. Eine Reduzierung der Rauheit R_a von 0,530 μm auf 0,042 μm (R_q von 0,685 μm auf 0,102 μm und R_z von 4,177 μm auf 1,173 μm) wurde gemessen. Mit den so modifizierten Proben war eine robuste und exakte Bedruckbarkeit gegeben. Ähnlich gute Ergebnisse wurden bei Drucktests mit 99-prozentiger Aluminiumoxidkeramik erzielt. Da die letztgenannten Keramikmembranen aufgrund wirtschaftlicher Aspekte nicht weiter betrachtet wurden, beruhen die nachfolgend aufgeführten Ergebnisse auf den wie oben beschrieben polierten Grundkörpern aus einer 96-prozentigen Al_2O_3 -Keramik.

Parallel wurde durch den Projektpartner WIKA ein spezielles Drucksensorlayout erarbeitet (siehe Abb. 34). Es enthält vier einzelne DMS-Strukturen, die eine Wheatstone'sche Messbrücke bilden. Somit kann die Temperaturabhängigkeit des elektrischen Widerstandes kompensiert werden.

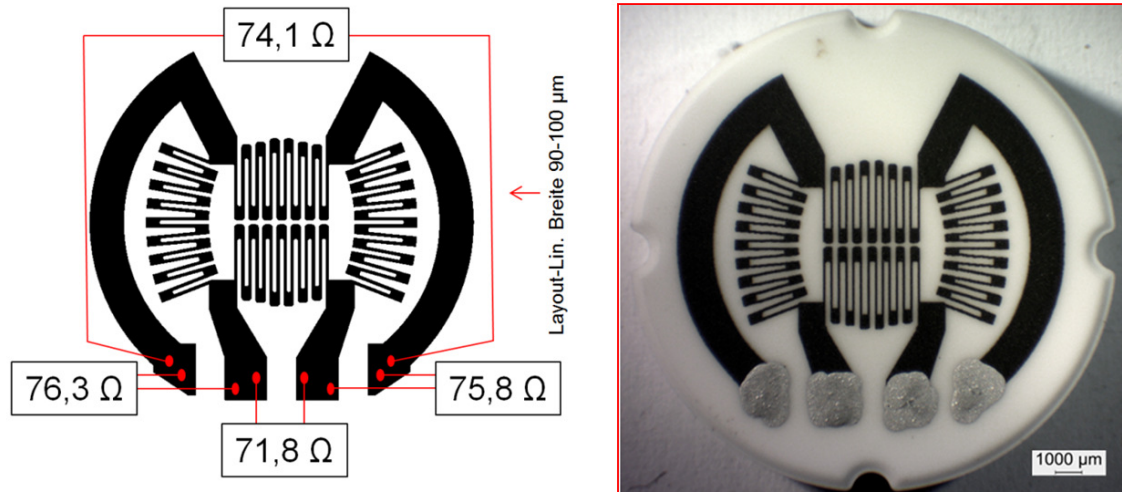
Vor der Realisierung der eigentlichen Sensorstrukturen wurden die elektrische Leitfähigkeit und die Haftung sowie das Langzeitverhalten der ANP-Tinte auf diesem Substratmaterial mit einer gegenüber den oben beschriebenen Untersuchungen auf Polymerfolien reduzierten Probenanzahl untersucht. Dazu wurden Van-der-Pauw-Strukturen auf die wie oben beschrieben polierten Keramikprüflinge gedruckt. Die bedruckten Keramikkörper wurden zusätzlich zu den genannten beschleunigten Alterungstests auch mit dem Temperaturschockverfahren (TS) geprüft. Diese Auslagerung wurde beim Projektpartner WIKA extern durchgeführt. Als Grundlage des Temperaturschocktests diente die DIN IEC 68-2-14. Die Proben wurden 100 Schockzyklen unterzogen. Der Test erfolgte in einem Zweikammerklimaschrank, wobei die Temperatur in einer Kammer $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ und in der anderen $+125\text{ }^{\circ}\text{C}$ betrug. Der Wechsel der Kammern dauerte hierbei zehn Sekunden, die Haltezeit in den jeweiligen Kammern betrug 15 Minuten. Als Zusammenfassung der Ergebnisse dieser Untersuchungen ist festzuhalten, dass die im Stirnabzugstest ermittelte Haftfestigkeit sowohl im Ausgangszustand als auch nach beschleunigter Alterung sehr gut ist und die Ergebnisse auf Polymerfolien mit Werten um 6 N/mm^2 deutlich übertrifft. Allerdings weisen die verdichteten Ag-Schichten eine sehr geringe Kratzfestigkeit auf den Al_2O_3 -Keramikmembranen auf. Die an Van-der-Pauw-Strukturen ermittelten elektrischen Leitfähigkeiten erreichen Werte von knapp 30 Prozent bezogen auf massives Silber. Deutliche Veränderungen der Leitfähigkeit infolge des Alterungstests wurden, anders als auf polymeren Substraten, nicht festgestellt.

Im nächsten Schritt wurde die Anpassung der Druckeinstellungen sowie des Layouts für die Keramiksubstrate vorgenommen. Ziel war es, die Messgitter der DMS mit einer regelmäßigen Breite von ca. $100\text{ }\mu\text{m}$ zu drucken. Außerdem sollte der Widerstandsunterschied zwischen den vier individuellen DMS in Brückenschaltung möglichst niedrig sein. Für die Sensorherstellung wurde aufgrund der guten Verarbeitbarkeit und des hohen K-Faktor-Wertes die ANP-Tinte verdruckt (Druckkopf 1pl, 1100 dpi, Verdichtungstemperatur $250\text{ }^{\circ}\text{C}$). Im Gegensatz zu den vorher untersuchten polymeren Substraten ermöglichte das Benetzungsverhalten der ANP-Tinte auf der Oberfläche der Keramikproben das Drucken von Leiterbahnen mit einer Breite unter $100\text{ }\mu\text{m}$.

Abbildung 52 zeigt das Layout mit zwischen unterschiedlichen Kontakten gemessenen Widerstandswerten sowie eine Mikroskopaufnahme der gedruckten Sensorstruktur. Die Linienbreiten der gedruckten Strukturen liegen im Bereich von $93,5 \pm 6,5\text{ }\mu\text{m}$ bei einer Schichtdicke von ca. $0,41\text{ }\mu\text{m}$. Widerstandsunterschiede zwischen einzelnen DMS-Strukturen unter $5\text{ }\Omega$ konnten erreicht werden, was für eine erste Demonstratorherstellung akzeptabel war.

Abbildung 52

Inkjet-gedruckter Drucksensor: Layout mit gemessenen Widerstandswerten (links); Beispiel der gedruckten Sensorstruktur auf der Keramikmembran (rechts)



Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

Die gedruckten Drucksensorprototypen wurden in der Folge bei WIKA zusammengebaut und weiter nach DIN EN 61298-2 (Prozessmess-, -steuer- und -regelgeräte – Allgemeine Methoden und Verfahren für die Bewertung des Betriebsverhaltens) untersucht [DIN-61298].

Zusammenfassend lässt sich als Ergebnis der Qualifikations- und Auslagerungsuntersuchungen bei WIKA festhalten, dass die wichtigsten Charakteristiken und Funktionseigenschaften der mit Silbernanotinten gedruckten Sensoren untersucht und bewertet wurden. Es konnte nachgewiesen werden, dass Inkjet-gedruckte DMS-Strukturen auf Keramik grundsätzlich als Drucksensoren verwendet werden können. Während der Untersuchungen wurden Auffälligkeiten wie Nichtlinearitäten, Hysterese und Temperaturabhängigkeit der Empfindlichkeit erkannt, welche eine unmittelbare Verwendung Inkjet-gedruckter DMS für Serienprodukte aktuell noch ausschließen. Zur endgültigen Klärung dieser Auffälligkeiten besteht nach Abschluss des Projektes weiterer Handlungsbedarf.

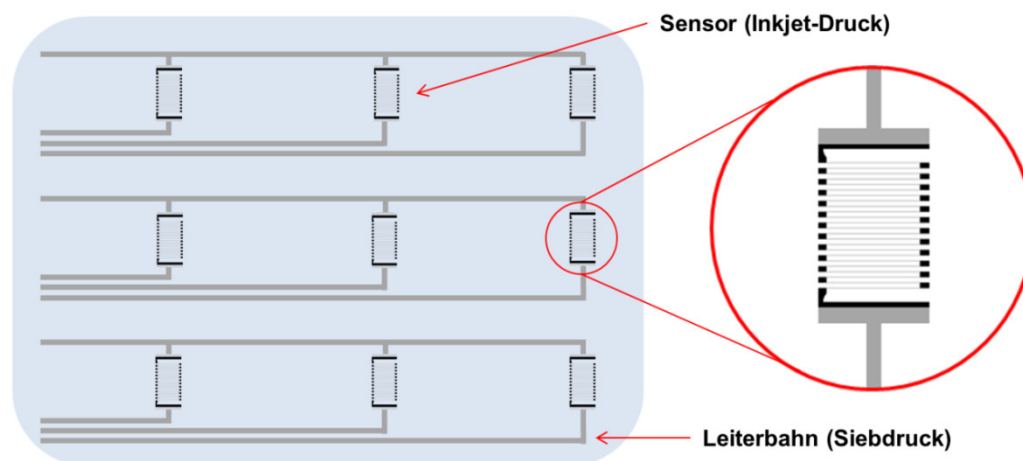
7.2 Drucktechnisch hergestellter Thermosensor

Zur Herstellung der Thermosensoren wurde ein Konzept ausgearbeitet, das vorsieht, den Inkjet-Druck zur Herstellung feinsten Strukturen mit den Vorzügen des Siebdrucks (Geschwindigkeit, große Bearbeitungsfläche und Schichtdicke) zu kombinieren. Dabei soll das Siebdruck-Verfahren zur Erzeugung von langen und relativ groben Leiterbahnen (verlustarme Versorgung des Sensors mit Hilfsenergie) verwendet werden, wäh-

rend der Inkjet-Druck zur Herstellung der eigentlichen Temperatursensoren eingesetzt wird. Zum Einsatz soll in beiden Fällen Ag-gefülltes Material kommen (Ag-Tinte sowie Ag-Paste). Die Sensoren sollen die Temperaturen in unterschiedlichen Bereichen einer Heizfolie und lokale Überhitzungen erfassen.

Abbildung 53

Prinzipdarstellung des Sensorikkonzepts zur Temperaturerfassung



Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

In der Abbildung 54 ist ein Konzept eines Thermosensorgitters mit den dazugehörigen Leiterbahnen dargestellt.

- Leiterbahn (Siebdruck): Schichtdicke: 5 μm
Linienbreite: 1 mm
Widerstand: 6-30 Ω (Ag-Paste)
- Sensor (Inkjet-Druck): Schichtdicke: $\leq 1 \mu\text{m}$
Linienbreite: 170 μm
Sensorlänge: ca. 150 mm
Widerstand: 2,5 k Ω (Ag-Tinte, Einfachdruck)

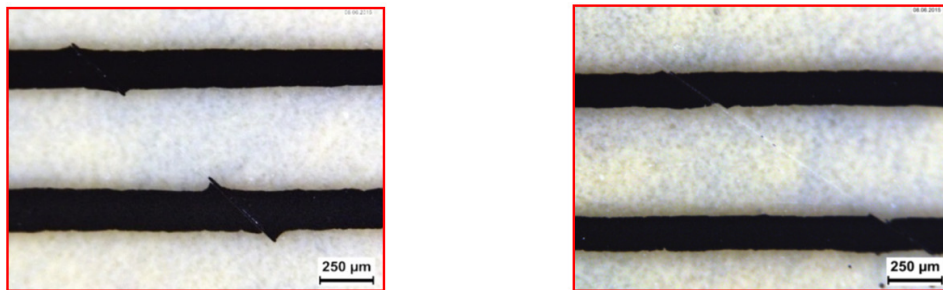
Erste Abschätzungen ergeben, dass der sich in den siebgedruckten Leiterbahnen ergebende elektrische Widerstand um etwa zwei Größenordnungen kleiner ist als der sich im Sensor einstellende elektrische Widerstand. Es ist somit davon auszugehen, dass bei Temperaturänderungen deutlich messbare Widerstandsänderungen erzielt werden, die ausgewertet und mit den am Sensor vorherrschenden Temperaturen in Beziehung gesetzt werden können.

Zur Demonstratorherstellung wurden vier manuell laminierte Heizfolien auf PET-Basis (294 x 210 mm) von Frenzelit zur Verfügung gestellt. Auf den Heizfolien wurden jeweils sechs einzelne Temperatursensoren platziert. Das T-Sensorlayout war identisch mit

dem in Unterkapitel 6.4 beschriebenen. Die Sensoren wurden mit ANP-Tinte gedruckt und danach bei 160 °C eine Stunde verdichtet. Die Leiterbahnen wurden danach durch Siebdruck mit DuPont 5000 Silberpaste hergestellt. Die Heizfolien hatten, vermutlich durch den manuellen Laminierprozess, Oberflächenbeschädigungen und tiefe Rillen (Abb. 55), die eine unterbrechungsfreie Bedruckung unmöglich machen. Aus diesem Grund wurde zweifach bedruckt. Für eine mögliche Serienanwendung kann von kratzerfreien Oberflächen ausgegangen werden, so dass kein Doppeldruck erforderlich wird.

Abbildung 54

Kratzer auf der Oberfläche der PET-Folie

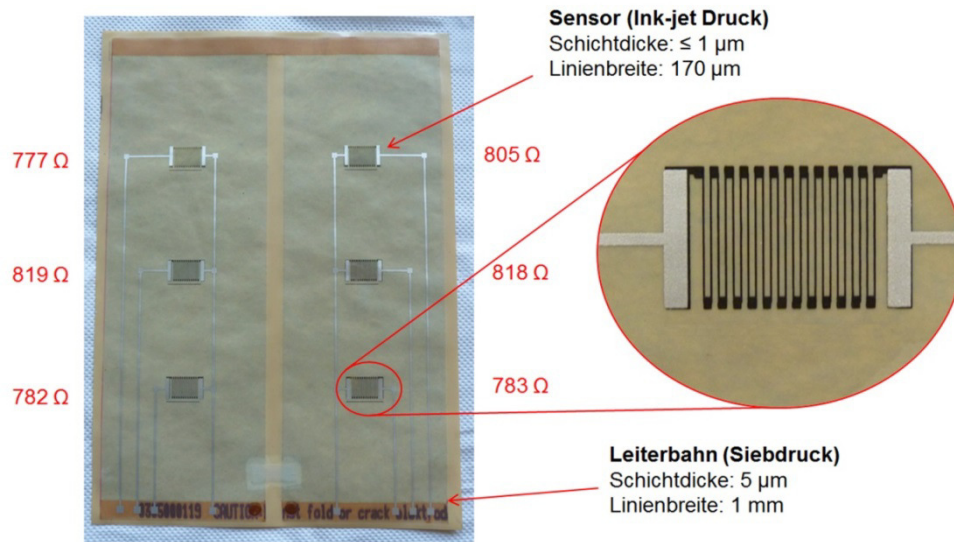


Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

Abbildung 56 zeigt eine zweifach bedruckte Heizfolie mit den gemessenen Widerstandswerten. Die ermittelten Widerstandsunterschiede zwischen den einzelnen T-Sensoren betragen unter 20 Prozent, was für die Demonstratoranwendung ausreichend ist. Der Verbau der Folien zu Demonstratoren und deren Eigenschaftsbewertung durch Frenzelit ist allerdings zum Zeitpunkt der Erstellung dieses Berichts noch nicht abgeschlossen.

Abbildung 55

Gedruckte T-Sensoren mit Versorgungsleiterbahnen auf der Heizfolie



Quelle: Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

8 Zusammenfassung und Ausblick

Zusammenfassung der erzielten Ergebnisse und Ausblick

In diesem Forschungsprojekt wurden die Einsatzmöglichkeiten des Inkjet-Drucks für die Realisierung resistiver Sensoren unter Nutzung nanoskaliger Werkstoffe untersucht. Dazu wurden drei kommerziell erhältliche Silberdispersionen verwendet und diese mittels Inkjet-Druck verarbeitet. Es folgte das Trocknen und Verdichten bzw. Sintern der Strukturen mittels Konvektionserwärmung in Normalatmosphäre, um elektrisch leitfähige und mechanisch stabile Sensorstrukturen zu erzeugen.

Die vorliegenden Ergebnisse zeigen, dass sich schon heute Dehnungs- und Temperatursensoren mittels des Inkjet-Druckprozesses und unter Nutzung von nanopartikulären Ag-Dispersion erfolgreich herstellen lassen. Im Vergleich zu konventionell hergestellten Sensorstrukturen, z. B. mittels Lithographie, ermöglicht das verwendete Inkjet-Druckverfahren eine flexible und maskenfreie Aufbringung der Sensormaterialien. Des Weiteren lassen sich die Sensorstrukturen auf unterschiedliche Oberflächen (Polymere, Keramiken etc.) applizieren. Es konnte mit Hilfe hergestellter Demonstratoren grundsätzlich belegt werden, dass der angestrebte Ansatz der integrierten Strukturierung und Aufbringung von Sensoren in einem Arbeitsschritt möglich ist.

Andererseits blieben im Verlauf des Projektes vor allem in Hinblick auf das Langzeitverhalten der gedruckten Sensoren Fragen offen, die auf Basis der in der verfügbaren Literatur vorliegenden Informationen so nicht erwartet wurden. Hier sind weitere Anstrengungen erforderlich, um die Wirkzusammenhänge verstehen und darauf aufbauend Verbesserungsmaßnahmen ableiten zu können.

In Hinblick auf die industrielle Einsetzbarkeit stellen die heute erforderlichen, sehr langen Verarbeitungszeiten und teilweise hohen Prozesstemperaturen ein weiteres Verbesserungspotenzial dar. Prozesszeiten von der Dauer einer Stunde und erforderliche Temperaturen von 250 °C - 300 °C schränken sowohl die wirtschaftlich sinnvolle Anwendbarkeit als auch die zur Verfügung stehende Materialbasis ein. Die reinen Materialkosten der Drucktinten – auch wenn diese auf den ersten Blick astronomisch erscheinen – fallen bei den Produktkosten dagegen nicht ins Gewicht. Aktuelle Entwicklungen bei den Verdichtungs- und Sinterverfahren sowie Innovationen bei den Drucktinten deuten darauf hin, dass in Kürze Prozesszeiten von wenigen Sekunden bei deutlich reduzierten thermischen Belastungen möglich sein werden.

Die Ergebnisse des Projektes stellen eine solide Basis für die breitere Nutzung digitaler Drucktechnologien für die Sensorherstellung und im weiteren Sinne für die Produktion elektronischer Erzeugnisse dar.

Literaturverzeichnis

- [All-10]** Allen M., Alastalo A., Huhtinen I., Suhonen M., Leppäniemi J., Mattila T., Seppä H., Electrical Sintering of Conductor Grids for Optoelectronic Devices, LOPEC-C, Frankfurt, 31. Mai-2. June 2010
- [All-86]** Allen, G.L.; Bayles, R.A.; Gile, W.W.; Jesser, W.A., Small particle melting of pure metals. Thin Solid Films, 144, 1986, 297-308
- [And-11]** Andò B., Baglio S, La Malfa S, L'Episcopo G, All inkjet printed system for strain measurement, Sensors 2011, IEEE, 28.-31.10.2011
- [Bel-03]** Belavic D., Hrovat M., Zarnik M., Bencan A., Smetana W., Reicher R., Homolka H., Thick-film strain gauges on alumina, zirconia and steel substrates, Microelectronics International 20/2, 2003,: 41–45
- [Buf-76]** Buffat P., Borel J. P., Size effect on melting temperature of gold particles, Phys. Rev. A 1976; 13,2287
- [Cag-08]** Caglar U., Kaija K., Mansikkamäki P., Analysis of mechanical performance of silver Inkjet-printed structures, Tampere, IEEE INEC, 2008, 851 – 856
- [Chi-11]** Chiolerio A., Martino P., Pandolfi P., Cotto M., Maccioni G., Grange G., Effect of nanoparticle distribution and ink composition on the electrical resistivity of laser annealed inkjet printed silver interconnects in a realtime experiment, LOPE-C, Frankfurt, 28.-30. June 2011
- [Cou-11]** Courbat J., Kim Y.B., Briand D., de Rooij N.F., Inkjet printing on paper for the realization of humidity and temperature sensors, Transducers'11, Beijing, China, June 5-9, 2011
- [Czi-89]** Czichos H., Hütte Die Grundlagen der Ingenieurwissenschaften, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, 1989
- [DB-dp5000]** http://www.dupont.com/MCM/en_US/assets/downloads/prodinfo/5000.pdf, Abruf 24.07.2015
- [DIN-61298]** DIN EN 61298-2:2009-08 „Prozessmess-, -steuer- und -regelgeräte - Allgemeine Methoden und Verfahren für die Bewertung des Betriebsverhaltens - Teil 2: Prüfungen unter Referenzbedingungen (IEC 61298-2:2008)“;
- [Guss-09]** Gaßmann E., Gries A., Elektronische Druckmesstechnik: Grundlagen, Anwendungen und Geräteauswahl, Moderne Industrie-Verlag, 2009, Freising,: 58-62
- [Hal-13]** Eerik Halonen et al.: The Effect of Laser Sintering Process Parameters on Cu Nanoparticle Ink in Room Conditions. Optics and Photonics Journal, 2013, 3, 40-44
- [HBM DMS]** HBM DMS Datenblatt
- [Hes-11]** Hesse S., Schnell G., Sensoren für die Prozess- und Fabrikautomation, Vieweg+Teubner Verlag, Springer Fachmedien Wiesbaden GmbH, 2011
- [Hof-87]** Hoffmann K., Eine Einführung in die Technik des Messens mit Dehnungsmessstreifen, Hottinger Baldwin Messtechnik GmbH, 1987

- [ISO-09]** DIN EN ISO 6892-1:2009 „Metallische Werkstoffe – Zugversuch – Teil 1: Prüfverfahren bei Raumtemperatur“
- [Kam-11]** Kamyshny A., Steinke J., Magdassi S., Metal-based Inkjet Inks for Printed Electronics, The Open Applied Physics Journal, 2011, 4,: 19-36
- [Kei-95]** Keil S., Beanspruchungsermittlung mit Dehnungsmessstreifen. Cuneus Verlag, 1995
- [Kim-12]** Kim C., Nogi M., Suganuma K., Saitouc Y., Shirakami J., Absorption layers of ink vehicles for inkjet-printed lines with low electrical Resistance, RSC Adv., 2012,2, 8447-8451
- [Mai-10]** Maiwald M., Untersuchungen zum Einfluss der Mikrostruktur auf die Eigenschaften aerosolgedruckter Sensorstrukturen, VDI Verlag GmbH, · Düsseldorf, 2010, 93-103
- [Mar-94]** Marioli P., Rolla P., Taroni A., Thick film strain gauges on insulated metal substrates for high sensitivity mechanical sensors, IMTC 1994, Hamamatsu, 10.-12. Mai 1994
- [Mün-78]** Münch W., Werkstoffe der Elektrotechnik, B.G. Teubner, Stuttgart, 1978,: 76-79
- [Nau-04]** Nau M., Elektrische Temperaturmessung mit Thermoelementen und Widerstandsthermometern. Druckschrift der JUMO GmbH & Co. KG, Fulda, 204
- [Nit-14]** J. Niittynen et al.: Alternative Sintering Methods compared to Conventional Sintering for Inkjet printed Silver Nanoparticle Ink, Thin Solid Films 556 (2014), pp. 452-459
- [Pad]** Experimentelle Methoden der Spannungsanalyse, Universität Paderborn. [http://mb-s1.upb.de/LTM/EMM/Themen und Inhalte der Experimentellen Mechanik/Elektrische Methoden/Dehnungsmessung mittels DMS](http://mb-s1.upb.de/LTM/EMM/Themen%20und%20Inhalte%20der%20Experimentellen%20Mechanik/Elektrische%20Methoden/Dehnungsmessung%20mittels%20DMS)
- [Per-10]** Perelaer J., Microwave Flash Sintering of Inkjet Printed Silver Tracks, LOPEC-C, Frankfurt, 31. Mai - 2.Juni 2010
- [Qui-10]** Quintero J.A., Mancosu, Drumond R., Comparison and Characterization of a Typical Strain Gage Trace Against Another Using the Printed Method, 1st International congress on Instrumentation and Applied sciences, Cancun, 26-29.10.2010
- [Rau-12]** Rausch J., Entwicklung und Anwendung miniaturisierter piezoresistiver Dehnungsmessselemente. Dissertation, TU Darmstadt, Darmstadt, 2012
- [Sal]** Leon-Salas W.D., Jonhson M., Flexible Carbon Nanotube-Based Strain Gage Sensors, <https://mospace.umsystem.edu/xmlui/bitstream/handle/10355/5489/FlexibleCarbonNanotubeBased.pdf?sequence=5>, Abruf 24.01.2014
- [Sch-14]** K. Schütz et al.: Selective Light Sintering of Aerosol-Jet Printed Silver Nanoparticle Inks on Polymer Substrates, AIP Conference Proceedings 1593, 732 (2014)
- [Smo-10]** Smolarek A., Falat T., Moscicki A., Kinart A., Felba J., Kosowski R., Adhesion phenomenon of electrically conductive parts by nanoinks to typical substrates, Poland, 10/2010

- [Tro-83]** Troitskii V. N., Rakhmatullina A. Z., Berestenko V. I., Gurov S. V., Initial Sintering Temperature of Ultrafine Powders; Soviet Powder Metallurgy and Metal Ceramics 22, January 1983, 12–14
- [Umu-09]** Umur C, Studies of Inkjet Printing Technology with Focus on Electronic Materials, Tampereen teknillinen yliopisto. Julkaisu - Tampere University of Technology. Publication; Tampere, 2009, 44-47
- [Vas-13]** Vasiljevic D. Z., Menicanin A., Zivanov L., Mechanical characterization of Ink-Jet printed Ag samples on different substrates, DoCEIS, IFIP Advances in Information and Communication Technology, Springer, 394 (2013),: 133-141
- [Vis-11]** H.A. Visser, U. Baldalurzun, R. Akkerman, A. Sridhar: Fabrication and mechanical characterisation of inkjet printed strain gauges, LOPE-C, 2011
- [Will-10]** Willeck H., Herstellung von hochgenauen miniaturisierten Dünnschichtwiderständen auf Low Cost Substraten mit einer aerosol-basierten Mikrodrucktechnik, HSG-IMA, Stuttgart, 2010, 61-66

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1	Geometrische Deformation eines gedehnten drahtförmigen Leiters
Abbildung 2	Schematische Darstellung des DoD-Inkjet-Druckverfahrens
Abbildung 3	Schmelzpunkt als Funktion des Partikeldurchmessers [Buf-76]
Abbildung 4	Teilschritte bei der Verarbeitung von Dispersionen für die elektrische Funktionalisierung (REM-Aufnahme links: Tinte bei 80 °C für 15 Minuten getrocknet; Aufnahme rechts: Partikel bei 180 °C für eine Stunde thermisch behandelt)
Abbildung 5	Darstellung des Projektarbeitsplans
Abbildung 6	Verwendete Layouts: Testleiterbahn (links); Van-derPauw-Struktur (rechts)
Abbildung 7	Bemaßte Darstellung des vorläufigen DMS-Layouts (links); drei Druckschritte (rechts)
Abbildung 8	Konzept zur Herstellung der Thermosensoren / Teststruktur
Abbildung 9	Thermosensorlayout, Gitterlänge ca. 252 mm
Abbildung 10	Verwendete Drucksystemen: Unijet Omni Jet 100 (links); EKRA MAT S30 Drucksystem (rechts)
Abbildung 11	Systematik der Vermessung der Leiterzuggeometrie
Abbildung 12	Schematische Darstellung der Vier-Punkt-Messung
Abbildung 13	Systematik der Vermessung der Schichtdicke
Abbildung 14	Bewertung der Haftung mittels Stirnabzugsversuch
Abbildung 15	Probe für den Zugversuch: Wichtigste Bezeichnungen (links); Abmessungen (rechts)
Abbildung 16	Versuchsaufbau: Instron 5940 Zugprüfmaschine mit fixierter Probe (links); Aluminiumprüfling mit aufgeklebtem gedrucktem und herkömmlichem DMS (rechts)
Abbildung 17	Halbbrückenschaltung
Abbildung 18	Druckwaveform: (a) Gewählte Waveform; (b) Tintentropfen im Flug
Abbildung 19	Spezifischer Widerstand der ANP-Tinte während der Verdichtung bei unterschiedlichen Temperaturen
Abbildung 20	Spezifischer Widerstand der Sun-Tinte während der Verdichtung bei unterschiedlichen Temperaturen
Abbildung 21	Spezifischer Widerstand der Novacentrix-Tinte während der Verdichtung bei unterschiedlichen Temperaturen

Abbildung 22	Rasterelektronenmikroskop-Aufnahmen von mit ANP-Tinte gedruckten und bei unterschiedlichen Temperaturen verdichteten Schichten: (a) Trocknung bei 80 °C; (b) 180 °C / 1 h; (c) 250 °C / 1 h; (d) 300 °C / 1 h
Abbildung 23	Rasterelektronenmikroskop-Aufnahmen von mit Sun-Tinte gedruckten und bei unterschiedlichen Temperaturen verdichteten Schichten: (a) Trocknung bei 80 °C; (b) 180 °C / 1 h; (c) 250 °C / 1 h; (d) 300 °C / 1 h
Abbildung 24	Rasterelektronenmikroskop-Aufnahmen von mit Novacentrix-Tinte gedruckten und bei unterschiedlichen Temperaturen verdichteten Schichten: (a) Trocknung bei 80 °C; (b) 180 °C / 1 h; (c) 250 °C / 1 h; (d) 300 °C / 1 h
Abbildung 25	Oberflächenprofile der PET (links) und PI (rechts) (gemessen mit µscan Profilometer)
Abbildung 26	REM-Aufnahme der gedruckten Ag-Schicht (ANP -Tinte)
Abbildung 27	Spezifischer Widerstand gedruckter Silberschichten in Abhängigkeit von Tintentyp und Verdichtungstemperatur (Messung bei Raumtemperatur)
Abbildung 28	Haftfestigkeit der ANP- und der Sun-Tinte auf PI
Abbildung 29	Gegenüberstellung gedruckter DMS auf PI: Tinte Sun Chemical Sunjet EMD5603 (links); Novacentrix Metalon JS-B25HV (rechts)
Abbildung 30	Widerstandsänderung in Abhängigkeit der Temperatur für gedruckte Proben
Abbildung 31	Widerstandssignale von mit Sun EMD5603Tinte gedruckten DMS: (a) verdichtet bei 180 °C, (b) verdichtet bei 250 °C; (c) mit dem herkömmlichen DMS gemessene Dehnung
Abbildung 32	Halbbrückenschaltung: Ausgangsspannung (a), Temperatur (b)
Abbildung 33	Ergebnisse mit Thermosensoren: Gedruckter Sensor mit Kontaktleiterbahnen und elektrischer Widerstand des mit Sun-Tinte gedruckten Sensors bei einer Temperaturänderung $\Delta T \approx 70$ K
Abbildung 34	Widerstandsänderung der gedruckten Sensoren während der Erwärmung / Kühlung (thermische Behandlung: 120 °C / 10 + 20 min)
Abbildung 35	TCR der T-Sensoren bei reduzierten Verdichtungstemperaturen und -zeiten
Abbildung 36	Untersuchung der Klebeneigung (links) und Biegebarkeit (rechts)
Abbildung 37	Untersuchungsprogramm des Langzeitverhaltens gedruckter Strukturen
Abbildung 38	Widerstandsänderungen nach Hochtemperaturlagerung der gedruckten DMS
Abbildung 39	Widerstandsänderungen nach Temperaturwechsel der gedruckten DMS
Abbildung 40	Widerstandsänderungen nach Wärme-/Feuchte-Lagerung der gedruckten DMS

Abbildung 41	K-Faktoren der gedruckten Dehnungssensoren nach Alterung
Abbildung 42	Widerstandsänderungen nach HT-Lagerung der gedruckten T-Sensoren
Abbildung 43	Widerstandsänderungen nach Temperaturwechsel der gedruckten T-Sensoren
Abbildung 44	Widerstandsänderungen nach W/F-Lagerung der gedruckten T-Sensoren
Abbildung 45	TCR-Werte der gedruckten T-Sensoren nach Hochtemperaturlagerung, Temperaturwechsel und Wärme/-Feuchte-Lagerung
Abbildung 46	Haftfestigkeiten nach Auslagerung auf polymeren Substraten
Abbildung 47	Rasterelektronenmikroskop-Aufnahmen von mit ANP-Tinte gedruckten Schichten auf PI nach Langzeituntersuchungen: (a) Referenzprobe; (b) HT; (c) TW; (d) WF
Abbildung 48	Rasterelektronenmikroskop-Aufnahmen von mit ANP-Tinte gedruckten Schichten auf PET nach Langzeituntersuchungen: (a) Referenzprobe; (b) HT; (c) TW; (d) WF
Abbildung 49	Ergebnisse für die Dauerwechselbelastung der gedruckten DMS: K-Faktormittelwerte nach jeweils 20.000 Belastungszyklen
Abbildung 50	Prinzipdarstellung eines Druckmessgerätes
Abbildung 51	Verformung der Sensormembran unter Druck
Abbildung 52	Inkjet-gedruckter Drucksensor: Layout mit gemessenen Widerstandswerten (links); Beispiel der gedruckten Sensorstruktur auf der Keramikmembran (rechts)
Abbildung 53	Prinzipdarstellung des Sensorikkonzepts zur Temperaturerfassung
Abbildung 54	Kratzer auf der Oberfläche der PET-Folie
Abbildung 55	Gedruckte T-Sensoren mit Versorgungsleiterbahnen auf der Heizfolie

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1	K-Faktoren und Bridgeman-Konstanten für einige Materialien [Pad]
Tabelle 2	Eigenschaften der ausgewählten Substratmaterialien
Tabelle 3	Eigenschaften der ausgewählten Tinten
Tabelle 4	Verwendete leitfähige Paste [DB-dp5000]
Tabelle 5	Oberflächenenergien der Polymersubstraten und Kontaktwinkelwerte
Tabelle 6	Oberflächenspannung der Nanoteilchentinten
Tabelle 7	Druckergebnisse für die DMS-Sensoren (Druckkopf DMC-11610)
Tabelle 8	Temperaturkoeffizienten des elektrischen Widerstands
Tabelle 9	Berechnete K-Faktoren
Tabelle 10	Druckergebnisse für die T-Sensoren
Tabelle 11	Eigenschaften der siebgedruckten Leiterbahnen
Tabelle 12	Haftfestigkeit in N/mm ² auf verschiedenen Substraten

Autoren



Marcus Reichenberger
Prof. Dr.-Ing.
Labor für Aufbau- und Verbindungstechnik
Fakultät efi
Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm



Jens Helbig
Dr. sc.-techn.
Kompetenzzentrum Analytik, Nano- und Materialtechnik
(KAM)
Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm



Oleksandr Kravchuk
M.Eng
Labor für Aufbau- und Verbindungstechnik
Fakultät efi,
Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm

Ansprechpartner

Dirk Pollert

stv. Hauptgeschäftsführer

Telefon 089-551 78-314

Telefax 089-551 78-315

dirk.pollert@baymevbm.de

Dr. Georg Liedl

KME – Kompetenzzentrum Mittelstand GmbH

Telefon 089-54 84-21 40

Telefax 089-54 84-21 49

georg.liedl@kme-mittelstand.de

Impressum

Dieses Werk ist urheberrechtlich geschützt. Jede Nutzung außerhalb der engen Grenzen des Urheberrechtsgesetzes ist ohne Zustimmung der Rechteinhaber unzulässig und strafbar.

Durch die Verwendung geschützter Kennzeichen (z. B. Marken, geschäftliche Bezeichnungen, Werktitel) wird kein Recht eingeräumt, diese Kennzeichen zu nutzen. Für die Vollständigkeit, Aktualität und Richtigkeit der in dem Werk enthaltenen Inhalte sowie für Maßnahmen, die auf Grundlage der Inhalte durchgeführt werden, wird keine Haftung übernommen.

Sollte trotz aller Sorgfalt ein fremdes Urheber- oder sonstiges Recht verletzt worden sein, wird der Inhaber des Rechtes um Kontaktaufnahme an den Herausgeber gebeten.

Alle Angaben dieser Publikation beziehen sich grundsätzlich sowohl auf die weibliche als auch auf die männliche Form. Zur besseren Lesbarkeit wurde meist auf die zusätzliche Bezeichnung in weiblicher Form verzichtet.

Herausgeber:

bayme
Bayerischer Unternehmensverband
Metall und Elektro e. V.

vbm
Verband der Bayerischen Metall-
und Elektro-Industrie e. V.

Max-Joseph-Straße 5
80333 München

www.baymevbm.de

Verfasser:

Prof. Dr.-Ing. Marcus Reichenberger
Technische Hochschule Nürnberg
Labor für Aufbau- und Verbindungstechnik
Fakultät efi

Wassertorstraße 10
90489 Nürnberg

www.th-nuernberg.de