

Precisietoepassingen van glas

Glas is meestal niet de eerste keus als materiaal voor een precisietechnologische toepassing. "Pas wanneer de specifieke eigenschappen als transparant, chemisch bestendig, isolerend, thermoshock-bestendig, lage uitzetting of bijzondere optische eigenschappen nodig zijn, wordt er aan gebruik van glas als constructiemateriaal gedacht." Dat schreef Mikrocentrum in de uitnodiging voor de themadag 'Precisietoepassingen van Glas' op 10 mei jl. Interessante inleidingen van diverse glasspecialisten maakten het ruimschoots de moeite waard die in Mikroniek samen te vatten.

• Frans Zuurveen •

Dagvoorzitter is Jaco Saurwalt, manager Technology Services & Consultancy van ECN in Petten. Na een korte inleiding geeft hij het woord aan Antoon Wesselink, directeur van Schott Benelux BV in Tiel, die ingaat op de belangrijke rol van Schott in de ontwikkeling van speciaalglas en bijbehorende technologieën.

Glas, een ongelooflijke vloeistof

Het oudste glasrecept, opgeschreven 700 jaar voor het begin van onze jaartelling: "Neem 60 delen zand, 180 delen as van zeeplanten, 5 delen krijt en je krijgt glas." Als je voor die as van zeeplanten 'soda' en voor krijt 'kalk' leest, kom je op een recept dat vandaag de dag nog geldig is. Zand oftewel siliciumdioxide is het basismateriaal, en soda oftewel natriumcarbonaat en calcium (benevens stoffen als loodoxide en kaliumcarbonaat) dienen als structuurveranderaars. En



Afbeelding 1. Diverse producten van het Schott-concern.

natuurlijk is een oven nodig om al die componenten samen te smelten.

In Jena legde Otto Schott vanaf 1884 samen met Ernst Abbe de theoretische en praktische fundamenten voor twee suc-

cesvolle concerns: Carl Zeiss voor optische instrumenten en Schott voor het daarvoor benodigde speciaalglas. Gedurende zijn bestaan ontwikkelde het Schott-concern niet alleen allerlei bijzondere optische glazen maar ook diverse technologieën voor de fabricage ervan. Dat zijn: blazen voor het maken van hol glas, persen voor (bijvoorbeeld) TV-glas, gieten voor grote producten, trekken voor glasbuizen of vlak glas, rollen voor (bijvoorbeeld) kookplaten, en floaten ('drijven' op een tinbad) voor LCD-glas. Naast deze 'warme' procédés ontwikkelde het bedrijf 'koude' bewerkingstechnologieën als zagen, slijpen en polijsten. Zie Afbeelding 1.

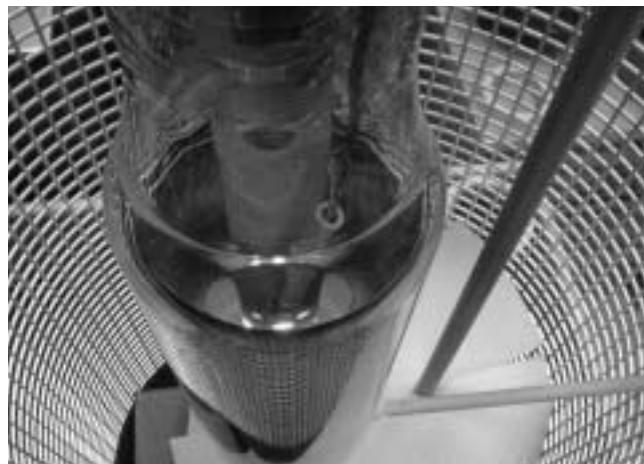
Van de technologische mijlpalen in de lange geschiedenis van Schott noemen we hier de uitvinding van borosilicaatglas (laboratoriumglas bestand tegen temperatuurwisselingen) in 1887, de ontwikkeling van Zerodur-glaskeramik (onder meer als drager voor telescoopspiegels) in 1968, de invoering van PICVD-coating (Plasma Impulse Chemical Vapour Deposition) in 1993 en de levering van een compleet programma van optische materialen voor de IC-industrie vanaf 1998. Op het ogenblik heeft Schott 18400 medewerkers in 37 landen en een omzet van twee miljard euro.

Schott is onder het motto "glass made of ideas" van de pure levering van producten overgestapt op het samen met klanten zoeken naar oplossingen van technische problemen. In dat kader wordt er fundamenteel onderzoek gedaan in drie platformen: lithografie, coatings en substraten. Voorbeelden van toepassingen daarvan zijn een airbagsensor met glas als isolator, inwendige SiO₂-coating van PET-flessen en glas als substraat voor dataopslag.

Technisch glas

De titel van de voordracht van Ardi Dortmans, programmeur Precision Ceramics bij TNO Industrie en Techniek in Eindhoven, luidt: "Materiaal performance van technisch glas". Hij vertelt dat voor optische precisietoepassingen een instantane geometrische stabiliteit van 10⁻⁹ en een stabiliteit van 10⁻⁶ over één jaar worden geëist. Vooral anisotropie en interne spanningen maken het halen van die maatvastheidseisen een zware opgave. Voor optische toepassingen wordt tegenwoordig – naast conventionele glassoorten, kwarts en Zerodur – ook SiC gebruikt. Voordelen van dat materiaal zijn onder meer dat het lichter en stijver is dan glas. Bij het ultraprecies bewerken – "craft or art?", vraagt Dortmans zich af – wordt vandaag de dag zelfs in picometers (10⁻¹² m) gedacht en gewerkt!

Mikrokrup en -plasticiteit spelen een rol als het gaat om de hoogste geometrische stabiliteit. Voor glas blijkt de blijven-



Afbeelding 2.
De door ECN ontwikkelde oven voor neutronendiffractie.

de (dus plastische) vervorming bij trekspanningen pas op te treden in de buurt van de treksterkte, bij compressie bij spanningen in de orde van grootte van de helft tot een derde van de hardheid. Dat laatste is relevant voor praktische toepassingen. Het slijpen en polijsten van glas leidt tot restspanningen en haarscheurtjes, waardoor vormveranderingen optreden. Dit staat bekend als het Twyman-effect.

De geometrische stabiliteit van glas is door TNO experimenteel onderzocht door dunne schijven te bewerken en de kromming ervoor en erna te meten. Dortmans toont enkele resultaten: de interferometrisch gemeten kromming van een proefstuk bedraagt 660 nm na een warmtebehandeling en 1400 nm na de daaropvolgende mechanische bewerking. Bewerken met fijne korrel blijkt als functie van de tijd minder vervorming op te leveren dan bewerken met grove korrel. Dit heeft te maken met een soort spanningsrelaxatie. Als de hoogste geometrische stabiliteit wordt verlangd, is daarom spanningsvrij etsen na het bewerken aan te raden.

Antiballistisch (kogelwerend) glas wordt toegepast in legervoertuigen, sensoren en persoonlijke beschermingsmiddelen. Tot nu toe wordt daar bijvoorbeeld floatglas voor gebruikt, maar TNO heeft gezocht naar alternatieve materialen. α -Al₂O₃, γ -AlON en MgAl₂O₃ zijn of lijken geschikt. In het Europese project TRAM (Transparent Armour Materials, 4 MEUR) wordt verder onderzoek gedaan, waarin ook oxinitride-glas (YSiAlON) wordt betrokken.

Technisch glas als constructiemateriaal

Vervolgens vertelt Jaco Saurwalt over een aantal toepassingen van glas in de ECN-praktijk. Voor het bepalen van ato-

maire materiaalstructuren met neutronendiffractie was het nodig proefstukken tot 1600 °C te verwarmen. Daarvoor is gekozen voor een kwartsglazen omhulling, die vacuüm wordt gepompt, zie Afbeelding 2. Het buisvormige proefstuk wordt van binnen aangestraald door een verwarmingselement van molybdeen, waarvan de oxidatie door een zuurstofgetter wordt voorkomen.

Een andere toepassing van glas is die in een simulator voor kolenvergassing (Pressurized Entrained-Flow Gasification). In een kwartsglazen buis van 3 m lengte wordt een laminaire stroming van gas met poederkool opgewekt. Over een aantal lengtesegmenten van de pijp wordt de temperatuur tot maximaal 1600 °C ingesteld met behulp van stralingsbranders aan de buitenzijde. Kwartsglas is ook gekozen bij de constructie van een pneumatische transportreactor voor de dehalogenering van stookgas met behulp van HCl.

Verzuring van omgevingslucht wordt gemeten met een dunne waterfilm in een roterende buis van borosilicaatglas, zie Afbeelding 3. Gassen als ammoniak lossen op in de waterfilm en zijn op ppb-niveau detecteerbaar door analyse van de vloeistof. Glas verdient hier de voorkeur omdat dit milieu-meetinstrument bij een seriegrootte van enkele tientallen stuks hiermee goedkoop realiseerbaar is.

Andere toepassingen van glas die Saurwalt noemt, zijn die in zonnecellen (hard glas ter bescherming van de eigenlijke

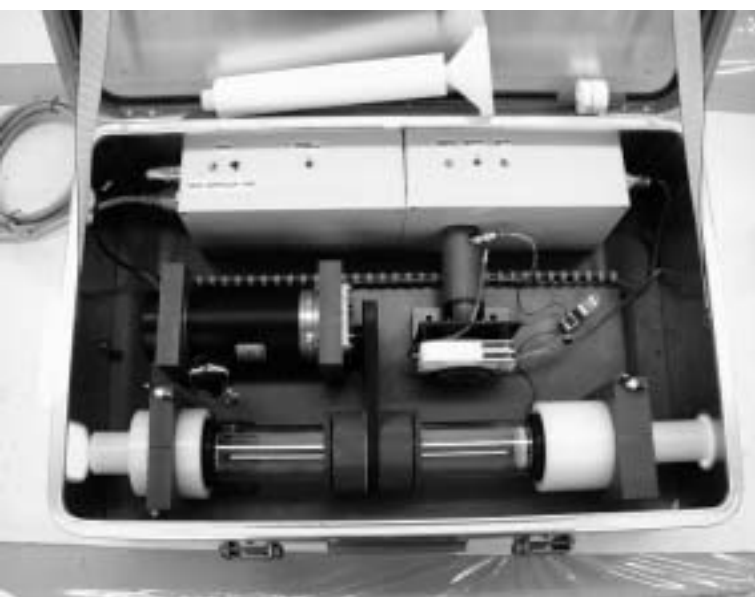


Afbeelding 4. Een conventionele opstelling in een chemisch laboratorium.

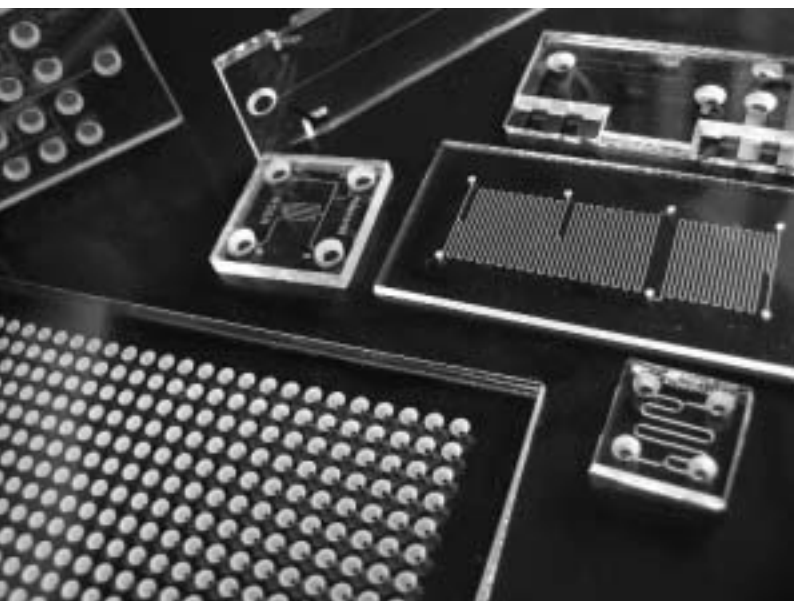
PV-cellen), in keramische membranen voor pervaporatie (coating van SiO₂ met poriën ter grootte van enkele tienden van een nanometer) en in nieuwe reactorconcepten (vanwege de transparantie van glas met creatie van diverse stromingsprofielen bij variërende temperatuur).

Laboratorium op glazen chip

Ronny van 't Oever is directeur van Micronit Microfluids BV in Enschede. Hij vertelt hoe dit innoverende bedrijf zich vanaf 1999 heeft toegelegd op de miniaturisatie van chemische en fysische laboratoria. In plaats van een omvangrijke labopstelling met retorten, kookvaten, pompen en leidingwerk, zie Afbeelding 4, realiseert Micronit zo'n compleet laboratorium op een glazen chip. Enkele dimensies: chips van 1 tot 10 cm², kanalen met een breedte van 10 tot 100 µm en volumes van 0,01 tot 10 µl. De lab-on-chip's van Micronit kunnen worden toegepast voor DNA- en proteïne-analyse, chemische reacties, screening, en analyses van ionen en deeltjes.



Afbeelding 3. Het ECN-instrument voor het meten van de concentratie van verzuringsgassen in lucht.



Afbeelding 5. Door Micronit bewerkte onderdelen van glas.

Als materialen worden, afhankelijk van de agressiviteit en viscositeit van de vloeistoffen, voornamelijk kwarts, borosilicaatglas en kalksodaglas toegepast. De bewerkingstechnologieën – vergelijkbaar met die uit de dunnefilm- en IC-techniek – zijn poederstralen, natchemisch en plasma-etsen, elektrodedepositie, bonden en zagen; zie Afbeelding 5. Poederstralen is relatief goedkoop maar levert altijd vrij ruwe V-vormige kanalen met een eenzijdige hoek van 70 tot 80°. Natchemisch etsen geeft gladdere oppervlakken en is nauwkeuriger. Met plasma-etsen zijn loodrechte wanden realiseerbaar en de kanalen kunnen dieper zijn dan hun breedte, bij een uitstekende maatbeheersing.

Elektroden worden op het glas aangebracht door opdampen of sputteren in combinatie met fotolithografisch etsen. Bonden is het verbinden van twee glassubstraten zonder lijm, puur op grond van de adhesie van de gladde en uiterst schone glasoppervlakken, zo ongeveer als het ‘aanspringen’ van eindmaten. Bonden kan ook plaatsvinden door de twee substraten een tegengestelde elektrische polariteit te geven: anodisch bonden. Zagen en breken zijn de laatste stappen in het fabricageproces.

Verpompen van geladen vloeistofdeeltjes gebeurt in de lab-on-chip met behulp van een elektrisch veld. Met zogeheten elektrokinetische injectie kunnen zeer kleine vloeistofvolumes nauwkeurig worden gedoseerd. Deze principes zijn door Micronit succesvol toegepast in chips voor elektroforese (scheiden van geladen deeltjes in een elektrolyt met

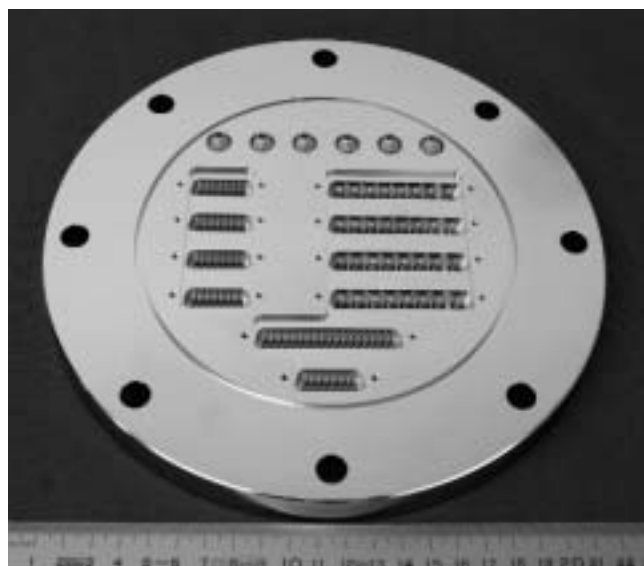
behulp van een elektrisch veld), voor geïntegreerde detectie (meten van geleidbaarheid met geïntegreerde elektroden), in microreactoren (mixen en laten reageren van diverse vloeistoffen) en wafers voor MEMS (Micro Electro Mechanical Systems, hier voor het inkapselen van sensoren op een siliciumsubstraat).

Glas aan metaal

Jan Vervest is technisch directeur van Louwers Glass and Ceramic Technologies in Hapert, gespecialiseerd in de ontwikkeling en productie van precisiecomponenten van glas en keramiek. Zijn voordracht gaat over glas-metaalverbindingen, waarvan de basisproblematiek al zo oud is als de ontwikkeling van de gloeilamp.

De verschillende glas-metaalverbindingstechnieken zijn – met afnemend temperatuurgebied – smelten, solderen, thermocompressie en anodisch verbinden. Belangrijke uitgangspunten bij de keuze van een techniek zijn de thermische uitzetting van de te verbinden materialen, de verbindingstemperatuur versus gebruikstemperatuur, de geometrie (streven naar rotatiegeometrie), de maattoleranties en de vacuümtechnische en elektrische eisen.

Voorbeelden van smeltverbindingen zijn te vinden in buisvoeten voor helderheidsversterkers en zendbuizen, van soldeerverbindingen in elektrische doorvoeren voor procesvaten, van thermocompressie in hogedruk-kwiklampen en zonneboilersystemen, en van anodisch verbinden in microzeef-



Afbeelding 6. Een UHV-doorvoer als voorbeeld van de glas-metaalexpertise van Louwers.

elementen; zie Afbeelding 6. Heel belangrijk bij de keuze van de technologie is dat de thermische expansie van de verschillende materialen uitsluitend – zo klein mogelijke – drukspanningen veroorzaakt, en dus geen trekspanningen, die tot breuk kunnen leiden. Kennis van de thermische materiaaleigenschappen is daarvoor onontbeerlijk.

Aan het eind van zijn voordracht concludeert Jan Vervest dat er, afhankelijk van de toepassing, een veelheid aan materiaalcombinaties mogelijk is en dat de gekozen verbindings-techniek bepalend is voor de uiteindelijke maattoleranties. Veel van de glas-metaalverbindingen zijn daarbij uitstekend toepasbaar in het UHV-gebied (ultrahoogvacuüm). Hij beveelt klanten aan zoveel mogelijk te standaardiseren op één techniek en de kwaliteitsaspecten goed meetbaar te specificeren.

Metten van vrije vormen

Vision Dynamics in Eindhoven ontwikkelt processen en meettechnieken voor het op submicrometerniveau fabriceren van producten met een optische eindkwaliteit. Hugo de Haan is managing director van de Vision Dynamics Group en legt uit dat het veel efficiënter is gekromde oppervlakken rechtstreeks op de bewerkingsmachine te meten dan separaat op 'stand alone'-meetmachines.

De conventionele keten voor de bewerking van vrije precisievormen (bijvoorbeeld matrijzen voor multifocale brillenglazen) bestaat uit voorbereiden, meten, polijsten of diamantdraaien, meten, correctief polijsten of diamantdraaien, meten en coaten. Duidelijk is dat het vervangen van dit iteratieve proces door een 'first time right'-productieproces tijd en dus geld bespaart. De rol van Vision Dynamics daarin bestaat uit het ontwikkelen van technieken voor het meten tijdens het bewerken.

Een van de technieken is IIPM: Interferometric In Process Metrology. Die is alleen toepasbaar als de te meten oppervlakken spiegelend zijn door een voorgaande polijstbewerking. De techniek werkt contactloos en maakt het mogelijk afwijkingen tot 50 nm te detecteren. In het kader van een IOP-Senter-project is samen met TNO een FJP-robot (Fluid Jet Polishing) ontwikkeld die tijdens het bewerken meet met behulp van IIPM; zie ook het artikel in Mikroniek 2005, nr. 3. Het doel is vormafwijkingen tot 60 nm en rms-ruwheidsafwijkingen tot 1 nm te meten.

Een andere ontwikkeling van Vision Dynamics in samenwerking met Philips Electronics is deflectometrie; zie Afbeelding 7. Deze meettechniek is gebaseerd op een opti-

sche 'slope sensor', waarmee contactloos en met hoge snelheid de slope (helling) van een oppervlak gemeten kan worden. Dit gebeurt puntsgewijs en langs verschillende lijnen op het oppervlak. Vervolgens kan met behulp van een integratie-algoritme de 3D-topografie van het oppervlak worden gereconstrueerd. Deze meetmethode heeft als voordelen dat het meetproces op de machine kan worden uitgevoerd, en dat het snel, nauwkeurig ($\pm 0,5 \mu\text{m}$ over 200 mm, resolutie 200 nm) en heel flexibel is. Dat laatste omdat zowel sferische, asferische als vrije-vormoppervlakken met een grote variëteit in radii kunnen worden gemeten.

De Haan concludeert dat het begrijpen en transformeren van de bewerkings- en meetketen van vrije precisievormen leidt tot hogere nauwkeurigheid en lagere kostprijs. Succesvol meten tijdens het bewerkingsproces is alleen snel te bereiken als researchinstituten en de industrie marktgeoriënteerd samenwerken.

Informatie

saurwalt@ecn.nl
antoon.wesselink@schott.nl
ardi.dortmans@tno.nl
ronny.oever@micronit.nl

jan.vervest@louwers.nl
hugo.dehaan@
visiondynamics.nl



Afbeelding 7. De polijstrobot van Zeeko waarop TNO het 'fluid jet'-polijstproces heeft geïmplementeerd, samen met de deflectometer van Vision Dynamics.