

# **Konzeption, Entwicklung und Prozessierung nanoskaliger Dünnschichtverbunde mit integrierter Sensor- und Aktorfunktion**

Dissertation zur Erlangung des akademischen Grades eines  
Doktors der Ingenieurwissenschaften

von der Fakultät für Maschinenbau der Universität Karlsruhe (TH)

eingereichte Dissertation von

Marc Koltermann  
aus Rotenburg/ Wümme

Tag der mündlichen Prüfung: 4. Juli 2008

Hauptreferent: Prof. Dr. Helmut Holleck

Korreferent: Prof. Dr. Volker Saile

## Kurzfassung

Die vorliegende Arbeit beschreibt erstmals die Entwicklung, Charakterisierung und Prozessierung nanoskaliger Dünnschichtverbunde mit integrierter Sensor- und Aktorfunktion auf Basis des Formgedächtnisprinzips. Ziel ist es, Demonstratoren mit lateralen Substratabmessungen von einigen Millimetern zu entwickeln, die sich individuell ansteuern lassen und gleichzeitig ein Echtzeitsignal über die aktuelle Auslenkung des Schichtverbundes generieren. Um die Praxisrelevanz dieser Entwicklung zu unterstreichen werden Applikationen aufgezeigt, die auf der Funktionalität dieser Dünnschichtverbunde aufbauen. Dazu wird das Konzept eines Mikrofluidikmoduls vorgestellt, in dem die Schichtverbunde als Array von In-Situ Mikroventilen zur Regelung von Fluidströmen eingesetzt werden können. Neben der Konzeptphase werden dreidimensionale FEM<sup>1</sup>-Modelle zur Auslegung der Schichtdicken sowie zur Beschreibung der Strömungsverhältnisse des Kapillarsystems erläutert. Abschließend wird durch die Vorstellung der erforderlichen Prozesse zur Schichtabscheidung und Strukturierung die Machbarkeit der Skalierung der Funktionselemente auf Mikrometermaßstab beschrieben. Auf dieser Grundlage aufbauend werden Möglichkeiten zur Realisierung von Demonstratoren des Mikrofluidikmoduls beschrieben.

Als zentraler Bestandteil wird die Entwicklung eines funktionsoptimierten und biokompatiblen Dünnschichtverbundes mit integrierter  $\text{Al}_{99}\text{Si}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}$ -Sensor- und  $\text{Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}$ -Aktorfunktionsdünnschicht beschrieben. Bei der Einzelschichtauswahl werden mit  $\text{Cu}_{55}\text{Ni}_{45}$  als alternatives Sensormaterial sowie  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Si}_3\text{N}_4$  und  $\text{Al}_2\text{O}_3$  für die erforderlichen Isolationsdünnschichten unterschiedliche Materialien in Betracht gezogen, charakterisiert und ausgewählt.

Für die Aktorschicht wird eine Ti-Ni-Legierung verwendet, die auf dem Formgedächtnisprinzip beruht. Um den Wärmeeintrag an die Umgebung zu minimieren wird mit  $\text{Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}$  eine Legierungszusammensetzung betrachtet, deren Martensitphase bei Raumtemperatur vorliegt und deren Austenitstruktur bei einer Temperaturerhöhung von nur etwa 20°C ausgebildet ist. Bei lateralen Abmessungen von 70µm Breite und 170µm Länge kann die realisierte Kraft des Dünnschichtverbundes analytisch mit lokalen Maxima von bis zu 0,36mN pro 1µm<sup>2</sup> bestimmt werden. Mit makroskopischen Demonstratoren wird bei Raumtemperatur ohne Luftströmung eine Auslenkung von etwa 40° mit einer Schaltfrequenz von knapp 10Hz erzielt.

Zur Messung der Schichtverbundauslenkung wird die Änderung des elektrischen Widerstandes der Sensordünnschicht bestimmt. Als Material der Sensorschicht werden mit  $\text{Cu}_{55}\text{Ni}_{45}$  und  $\text{Al}_{99}\text{Si}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}$  zwei Metalllegierungen untersucht. Auf Grund der besseren Prozesskompatibilität sind die weiterverfolgten Dünnschichtverbunde mit  $\text{Al}_{99}\text{Si}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}$ -Sensordünnschichten prozessiert. Bei der Widerstandsänderung werden zwei sich ergänzende Mechanismen genutzt. Zum einen führt die durch die Aktorschicht hervorgerufene Längenausdehnung und Erwärmung des Schichtverbundes zur Änderung des elektrischen Widerstandes. Zum anderen verursachen die gewählten thermischen Ausdehnungskoeffizienten reversible Mikrorisse in der Sensorschicht, die deren elektrischen Widerstand mit zunehmender Auslenkung deutlich erhöhen und beim Zurückkehren in den Ruhezustand wieder auf den Ausgangswert verringern. Somit kann im Arbeitsbereich des Dünnschichtver-

---

<sup>1</sup> engl. Finite Element Methods

bundes eine reproduzierbare Erhöhung des elektrisches Widerstandes um den Faktor 40 auf etwa  $400\Omega$  realisiert werden.

Zur galvanischen Trennung der Sensor- und Aktordünnschicht, zum Schutz vor Umwelteinflüssen und als Diffusionssperrschicht kommen Isolationsdünnschichten zum Einsatz. Diese müssen ihre Funktionalität über Lebenszeit beibehalten und resistent gegenüber erforderlichen Temperprozessen während der Prozessierung des Schichtverbundes sein. Um die Erfüllung dieser Anforderungen zu belegen, werden Schichtverbunde mit  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Si}_3\text{N}_4$  und  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Dünnschichten prozessiert. Neben der Funktionsprüfung der Sensor- und Aktorschicht werden die Dünnschichtverbunde mittels Röntgendiffraktogrammen, Augertiefenprofilen sowie TEM-Beugungsbildern charakterisiert und ihre Wärmestabilität nachgewiesen. Auf dieser Grundlage kann  $\text{SiO}_2$  als geeignetes Material für die Isolationsdünnschichten identifiziert werden.

Eine weitere Anforderung an die entwickelten Dünnschichtverbunde ist die Skalierbarkeit der Funktionalität durch die geometrische Struktur der Einzelschichten. Hierzu werden Geometrievarianten von mittels Schattenmasken strukturierten Dünnschichten hergestellt, deren laterale Abmessungen  $7\text{mm} \times 12\text{mm}$  betragen. Aus der Schichtdickenanalyse kann durch Einsatz volumenmodellierter FEM-Modelle der Dünnschichtverbunde funktionsoptimierte Einzelschichtdicken von  $250\text{nm}$  für die  $\text{SiO}_2$ -Isolationsdünnschichten und jeweils  $2,5\mu\text{m}$  für die  $\text{Al}_{99}\text{Si}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}$ -Sensor- und  $\text{Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}$ -Aktordünnschicht abgeleitet werden. Aufbauend auf den entwickelten FEM-Modellen können diese als Grundlage zukünftiger Auslegungen des transienten thermischen und dynamischen Verhaltens von Dünnschichtverbunden verwendet werden.

Um Anwendungsgebiete der erarbeiteten Schichtverbunde aufzuzeigen, werden Prozesse zur Skalierung der Einzelschichten auf laterale Abmessungen von  $70\mu\text{m}$  Breite und  $170\mu\text{m}$  Länge entwickelt. Dazu wird das Konzept eines Mikrofluidikmoduls vorgestellt, in dem die Schichtverbunde zur Regelung von Fluidströmen eingesetzt werden kann. Als Nachweis der Skalierbarkeit der Funktionselemente werden die erforderlichen Arbeitsschritte zur Schichtabscheidung und Mikrostrukturierung erarbeitet. Neben den schon für die makroskopischen Schichtverbunde verwendeten PVD-Beschichtungsprozessen kommen zur Maskierung der Schichten fotolithografische Verfahren zum Einsatz. Für die Schichtstrukturierung werden entsprechend adaptierte Plasmastrahlätz- sowie nasschemische KOH- und HF-Ätzprozesse vorgestellt.

Neben den auf dem Si-Substrat des Fluidikmoduls integrierten Dünnschichtverbunden ist der zweite Modulbestandteil ein Silikondeckel, der das Kapillarsystem enthält. Dieser Deckel wird als dreidimensionales CAD-Modell entworfen und aus dessen Negativstruktur mittels Rapid-Prototyping die Epoxydharz-Vorlage zum Silikonabformen abgeleitet. Zur Analyse der Strömungsverhältnisse innerhalb der Kapillaren wird das System als volumenmodelliertes FEM-Modell abgebildet und mit Echtzeitaufnahmen abgeglichen.

# ***Conception, development and processing of nano scaled thin film compounds with integrated sensor and actor function***

## **Abstract**

This thesis focuses on the first time development, characterization and processing of nano scaled thin film compounds with integrated sensor and shape memory actor function. The aim is to build up demonstrators with lateral substrate dimensions of a few millimeters which can be individually deflected while generating derived real time signals depending on the degree of the compound's deflection. Underlining the relevance of this development, practical applications utilizing the introduced thin film compounds are pointed out. Therefore, the concept of a fluidic module is presented which uses the material compound as arrays of micro valves to control fluidic streams. In addition to this conception, 3D FEM<sup>2</sup> models for dimensioning the thin film thickness as well as for describing fluidic streams within capillary systems are developed. Finally, the required processes for thin film deposition and structuring of the functional elements with lateral dimensions of some micrometers are described. With this basis, possibilities for the realization of micro fluidic modules are pointed out.

Central part of this thesis is the development of functionally optimized and biocompatible compounds with integrated Al<sub>99</sub>Si<sub>0,5</sub>Cu<sub>0,5</sub> sensor- and Ti<sub>55</sub>Ni<sub>30</sub>Cu<sub>15</sub> actor thin films. The decisions on the applied material of each thin film are based on the characterization of Cu<sub>55</sub>Ni<sub>45</sub> as alternative sensor material as well as SiO<sub>2</sub>, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> for the required isolation thin films.

The chosen actor thin film consists of a Ti-Ni compound, which utilizes the shape memory effect. To minimize the heat flux to the environment, a Ti<sub>55</sub>Ni<sub>30</sub>Cu<sub>15</sub> compound is used. This compound has its martensite phase at room temperature and a fully developed austenitic structure at less than 45°C. With lateral dimensions of 70µm width and 170µm length, the resulting force of the material compound can be analytically determined with 0,36mN per 1µm<sup>2</sup>. Macroscopic demonstrators realize deflections of 40° and switching frequencies of about 10Hz at room temperature without air stream.

To measure the deflection of the thin film compounds, the change of electrical resistance is applied. For the sensor's thin film material Cu<sub>55</sub>Ni<sub>45</sub> and Al<sub>99</sub>Si<sub>0,5</sub>Cu<sub>0,5</sub> are taken into consideration. On account of its process compatibility, Al<sub>99</sub>Si<sub>0,5</sub>Cu<sub>0,5</sub> is used as sensor thin film for further considerations. The resistance change consists of two components. One part results from changing the length of the actor thin film. Additionally, the different thermal expansion coefficients of the sensor and actor thin film cause micro cracks in the sensor thin film which increase the electrical resistance by dimensions with the degree of the compounds deflection. By returning into the idle state the electrical resistance of the sensor layer reversibly recovers to the starting value. This effect is utilized for the measurement of the sensor signal. Basing on these principles, an increase by the factor of 40 to about 400Ω is realized within the specified operation range.

---

<sup>2</sup> Finite Element Methods

For the galvanic separation of the sensor and actor thin films, the protection against environmental influences and as diffusion barrier, isolation layers are integrated into the thin film compound. These films have to prove a stable functionality for life time and are required to be resistant to tempering during the production processes of the thin film compounds. In order to prove these abilities, compounds with isolation layers of  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Si}_3\text{N}_4$  and  $\text{Al}_2\text{O}_3$  are produced. Apart from functional testing of the sensor and actor thin films, several characterizations like X-ray diffraction, Auger profiles and TEM deflection pictures are carried out. In addition, the heat stability of the isolation thin films are proved. Basing of these results,  $\text{SiO}_2$  is used as material for isolation thin films for further developments.

An additional aspect during the development of the thin film compounds is the possibility to dimensionally scale the geometry of the functional elements. Therefore, variations of different geometries are structured by applying shadow masks with dimensions of 7mm x 12mm. The optimized thin film thickness is analyzed by carrying out transient thermal and mechanical 3D FEM simulations. As a result, the suitable thickness of the  $\text{SiO}_2$  isolation thin films is determined with 250nm. For the  $\text{Al}_{99}\text{Si}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}$  sensor and the  $\text{Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}$  actor thin films the optimized thickness are found at 2,5 $\mu\text{m}$ .

To demonstrate practical applications of the developed thin film compounds, the lateral geometry of the functional structures are scaled to dimensions of 70 $\mu\text{m}$  width and 170 $\mu\text{m}$  length. Therefore, this thesis introduce the concept of a micro fluidic module in which thin film compounds are applied to regulate fluidic streams. To underline the concept's feasibility the required production processes for thin film deposition and micro structuring are developed. Apart from the PVD deposition of thin films, which is also used for the macroscopic scaled thin films, photolithographic masking methodologies as well as adopted wet chemical KOH and HF plasma beam etching processes are applied.

Beside the functional thin film elements on Si substrate of the fluidic module, the capillary system is integrated into a silicone cover that is positioned on the substrate. This cover is developed as a 3D CAD model and its negative epoxide resin structure is produced by rapid prototyping processes. By molding, this structure is reproduced into a silicone rubber cover. To analyse the fluidic behavior within the capillary system a 3D FEM model is introduced and calibrated with microscopic video streams.

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b><i>Einleitung und Aufgabenstellung</i></b> .....	<b>1</b>
<b>2</b>	<b><i>Literaturübersicht</i></b> .....	<b>3</b>
<b>2.1</b>	<b>Aktorfunktionsprinzipien</b> .....	<b>3</b>
2.1.1	Thermisches Funktionsprinzip .....	3
2.1.2	Elektrostatisches Funktionsprinzip .....	10
2.1.3	Magnetisches Funktionsprinzip .....	15
2.1.4	Piezoelektrisches Funktionsprinzip .....	18
2.1.5	Eignung der Aktorprinzipien .....	19
<b>2.2</b>	<b>Sensorfunktionsprinzipien</b> .....	<b>20</b>
2.2.1	Piezoresistives Funktionsprinzip .....	23
2.2.2	Piezoelektrisches Funktionsprinzip .....	25
2.2.3	Elektrostatisches Funktionsprinzip .....	26
2.2.4	Eignung der Sensorprinzipien .....	27
<b>2.3</b>	<b>Funktionale Dünnschichtverbunde</b> .....	<b>28</b>
2.3.1	Schichtverbunde in der Mikrosystemtechnik .....	28
2.3.2	Eigenschaften funktionaler Dünnschichtverbunde .....	30
2.3.3	Abscheidung dünner Schichten .....	31
<b>2.4</b>	<b>Grundlagen der Fluidik</b> .....	<b>35</b>
2.4.1	Dynamisches Verhalten von Fluidströmen .....	35
2.4.2	Anwendung makroskopischer Methoden auf die Mikrofluidik .....	36
2.4.3	Steuerung von Fluidströmen in Mikrokanälen .....	40
2.4.4	Deckelung von Kapillarsystemen .....	42
<b>3</b>	<b><i>Experimentelle Methoden</i></b> .....	<b>45</b>
<b>3.1</b>	<b>Schichtherstellung</b> .....	<b>45</b>
3.1.1	Beschichtungsanlage .....	45
3.1.2	Targetmaterialien .....	47
3.1.3	Substratmaterialien .....	48
3.1.4	Wärmebehandlung .....	49
<b>3.2</b>	<b>Schichtstrukturierung</b> .....	<b>51</b>
3.2.1	Lackprozesse und Lithografie .....	51
3.2.2	Reaktives Ionenätzen (RIE) .....	54
3.2.3	Plasmastrahlätzen .....	55
3.2.4	Nasschemische Ätzverfahren .....	56
<b>3.3</b>	<b>Schichtcharakterisierung</b> .....	<b>58</b>
3.3.1	Kalorimetrische Bestimmung der Übergangstemperaturen .....	58
3.3.2	Schichtdicken- und Eigenspannungsbestimmung .....	58
3.3.3	Röntgendiffraktometrie zur Phasenanalyse (XRD) .....	59
3.3.4	Auger-Elektronenspektroskopie zur Tiefenprofilanalyse (AES) .....	59
3.3.5	Rasterelektronenmikroskopie (SEM, REM) .....	60
3.3.6	Untersuchungen mittels Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) .....	60

<b>3.4</b>	<b>Abformen von Mikrostrukturen .....</b>	<b>61</b>
<b>4</b>	<b>Ergebnisse .....</b>	<b>62</b>
<b>4.1</b>	<b>Dünnschichtverbunde mit Sensor- und Aktorfunktion .....</b>	<b>62</b>
4.1.1	Auswahl in Betracht kommender Schichtmaterialien .....	64
4.1.2	Darstellung Laser geschnittener Schattenmasken .....	67
4.1.3	Auslegung der Sensor- und Aktorschichtdicke mittels FEM-Simulation .....	74
4.1.4	Herstellung der Dünnschichtverbunde .....	88
<b>4.2</b>	<b>Charakterisierung der Isolationsdünnschichten .....</b>	<b>90</b>
4.2.1	Si-Substrat .....	90
4.2.2	Si-O-Isolationsschicht .....	91
4.2.3	Si-N-Isolationsschicht .....	92
4.2.4	Al-O-Isolationsschicht .....	94
<b>4.3</b>	<b>Charakterisierung der Aktordünnschichten .....</b>	<b>95</b>
4.3.1	Ti-Ni-Cu-Aktorschicht .....	95
<b>4.4</b>	<b>Charakterisierung der Sensordünnschichten .....</b>	<b>98</b>
4.4.1	Cu-Ni-Sensorschicht .....	99
4.4.2	Al-Si-Cu-Sensorschicht .....	100
<b>4.5</b>	<b>Charakterisierung der Opferdünnschichten .....</b>	<b>101</b>
4.5.1	Fe-Co-Opferschicht .....	101
<b>4.6</b>	<b>Diffusionsverhalten der Dünnschichtverbunde .....</b>	<b>102</b>
4.6.1	Schichtverbunde mit Si-O-Isolationsschichten .....	103
4.6.2	Schichtverbunde mit Si-N-Isolationsschichten .....	111
4.6.3	Schichtverbunde mit Al-O-Isolationsschichten .....	117
<b>4.7</b>	<b>Dünnschichtverbund mit integrierter Sensor- und Aktorfunktion .....</b>	<b>123</b>
4.7.1	Prozessierbarkeit der Einzelschichten und Materialauswahl .....	123
4.7.2	Aktorantwort des Biegebalkens .....	125
4.7.3	Sensorantwort des Biegebalkens .....	128
<b>4.8</b>	<b>Mikrofluidikmodulkonzept mit integriertem Dünnschichtverbund .....</b>	<b>130</b>
4.8.1	Konzept des Mikrofluidikmoduls .....	131
4.8.2	Ableitung fotolithografischer Masken .....	133
4.8.3	Strukturierung des Substrats .....	141
4.8.4	Strukturierung der Dünnschichten .....	143
4.8.5	Darstellung der Mikrobiegebalken .....	146
4.8.6	Temperung der Schichtverbunde .....	148
4.8.7	Herstellprozesse des Kapillarsystems .....	149
4.8.8	FEM-Simulation der Strömungsgeschwindigkeit .....	149
4.8.9	Herstellung der Negativform zur Deckelabformung .....	154
4.8.10	Darstellung des Deckels mit Kapillarsystem .....	155
4.8.11	Charakterisierung des Kapillarsystems .....	158
<b>5</b>	<b>Zusammenfassende Diskussion .....</b>	<b>160</b>
<b>5.1</b>	<b>Konzeption und Entwicklung der Dünnschichtverbunde .....</b>	<b>160</b>
<b>5.2</b>	<b>Skalierung der Schichtgeometrien .....</b>	<b>166</b>

<b>5.3</b>	<b>Herstellung der Kapillarsysteme.....</b>	<b>168</b>
<b>5.4</b>	<b>Analytische Auslegungen mittels FEM-Simulation.....</b>	<b>169</b>
<b>6</b>	<b><i>Ausblick</i>.....</b>	<b>171</b>
<b>7</b>	<b><i>Literatur</i>.....</b>	<b>172</b>
	<b><i>Verzeichnis verwendeter Symbole</i>.....</b>	<b>181</b>
	<b><i>Anhang</i>.....</b>	<b>184</b>
	<b><i>Danksagung</i>.....</b>	<b>186</b>

# 1 Einleitung und Aufgabenstellung

Die Miniaturisierung analytischer Instrumente, die sich der Verfahren der Mikrosystemtechnik bedienen, haben während des letzten Jahrzehntes ein weites Interesse in der analytischen Chemie und Mikrobiologie hervorgerufen. Die Antriebskraft hierfür ist die steigende Nachfrage für preiswerte Instrumente mit der Fähigkeit, Gemische in kleinsten Mengen mit einem hohen Automatisierungsgrad schnell analysieren zu können. Konzepte unter dem Begriff „Micro-Total Analysis Systems ( $\mu$ -TAS)“ oder synonym „Lab-On-Chip“ zielen auf die Entwicklung integrierter mikroanalytischer Systeme, die komplette Analysezyklen wie Probenvorbereitung, chemische Reaktion, analytische Separation, Detektion und Datenhandhabung auf einen einzigen Mikrobauteil vereinen [Bur98]. Neben der Funktionalität dieser Bauteile wird von analytischen Systemen, die mittels Verfahren der Mikrosystemtechnik hergestellt werden, eine gesteigerte Leistungsfähigkeit erwartet [Val03, Ber02]. Diese Erwartung beruht auf deren schneller Antwortzeit und gesteigener Analysegeschwindigkeit, da chemische Reaktionen bis auf Zellebene gesteuert werden können [And04, Rou06]. So können in Kapillarsystemen beispielsweise Reaktionen zur elektrophoretischen Trennung in Größenordnungen von Submillisekunden durchgeführt werden [Jac98]. Durch die Integration mehrerer paralleler Reaktions-, Separierungs- und Detektionseinheiten auf einem Chip, kann die im Vergleich zu makroskopischen Systemen erhöhte Reaktionsgeschwindigkeit weiter deutlich gesteigert werden [Cha05]. Dabei wird gleichzeitig der Verbrauch an Proben und Reagenzien reduziert, was wiederum zu einer Verminderung von Abfallprodukten führt. Auf Grund ihrer Zukunftsaussichten kann die Mikroverfahrenstechnik als Schlüsseldisziplin der Mikrosystemtechnik betrachtet werden [Scu01].

Eine große Zahl analytischer Mikrosysteme ist entwickelt worden, seit das  $\mu$ TAS-Konzept vorgestellt wurde [Man90, Jen01]. Typischerweise bestehen diese Systeme aus Glas-, Silizium- oder Polymerchips mit Gesamtabmessungen von einigen Millimetern bis zu einigen Zentimetern mit Strukturabmessungen im Mikrometermaßstab [Eri04, Gub04]. Im pharmazeutischen und bioanalytischen Bereich werden die mikrofluidischen Systeme überwiegend auf dem Gebiet der Proteomics, also der strukturellen und funktionellen Analyse von Proteinen, der Genetik, der klinischen Diagnose und der Wirkstoffdetektierung eingesetzt [Vin02, Bre04, Ruf06].

Bei der Anwendung von Mikrofluidikmodulen für chemische oder molekularbiologische Prozesse ist ein entscheidendes Ziel, in einem hochintegrierten Kapillarsystem den Durchfluss jeder einzelnen Kapillare gezielt steuern und über eine entsprechende Rückkopplung regeln zu können. Bei Kapillarweiten von  $1\mu\text{m}$  bis  $10\mu\text{m}$  wäre es somit möglich, chemische Reaktionen entsprechend ihrer Reaktionszeit auf Zellebene zu kontrollieren. Die Motivation für die Entwicklung solcher Module ist, dass durch das erreichbare Reaktionselement-Oberflächen-Verhältnis eine drastische Effektivitätssteigerung im Vergleich zu konventionell eingesetzten makroskopischen Verfahren realisiert werden kann. Neben dem eigentlichen Kapillarsystem, das heute beispielsweise mit den aus der Mikroelektronik bekannten Verfahren der Siliziumbearbeitung realisiert werden kann, stellen die zur Steuerung des Kapillardurchflusses erforderlichen Ventile das zweite zentrale Element dar. An diesem Punkt setzt diese Arbeit ein.

Ziel der vorliegenden Arbeit ist die Entwicklung eines biokompatiblen Dünnschichtverbundes mit integrierter Sensor- und Aktorfunktion in Form eines Biegebalkens, der im Ruhezustand eine gebogene Geometrie aufweist. Dieser soll eine individuelle Ansteuerung und Auslenkung ermöglichen. Außerdem soll die Auslenkung des Schichtverbundes mittels einer positionssensitiven Funktionsdünnschicht in Echtzeit auslesbar sein. Die erzielbare Energiedichte soll oberhalb  $1 \times 10^5 \text{ J/m}^3$  liegen, eine Schaltfrequenz von etwa 10Hz erreichbar und eine Auslenkung von der Hälfte der Biegebalkenlänge realisierbar sein. Zu berücksichtigen ist außerdem die Skalierbarkeit des Schichtverbundes, um eine hohe Integrationsdichte bei der Prozessierung von in den Mikrometermaßstab skalierten Funktionselementen erreichen zu können.

Ein weiterer Teil dieser Arbeit ist der Entwurf computergestützter Modelle, mit deren Hilfe fotolithografische Maskensätze zur Strukturierung des Schichtverbundes abgeleitet werden können. Hinzu kommen Modelle, mit denen das mechanische Verhalten des Schichtverbundes simuliert und die Schichtdicke der Funktionsdünnschichten ausgelegt werden kann.

Neben den eigentlichen Zielen der Arbeit wird ein Konzept entwickelt, das mögliche Anwendungsgebiete der miniaturisierten Biegebalken aufzeigt. Zu dieser Konzeption gehört auch die Auswahl und Anpassung der für die Miniaturisierung erforderlichen Prozesse.

## 2 Literaturübersicht

In den folgenden Abschnitten werden die theoretischen Grundlagen dieser Arbeit erläutert. Im Einzelnen wird Bezug genommen auf die Themenbereiche der Sensor- und Aktorfunktionsprinzipien, auf das Abscheiden dünner Schichten sowie das Verhalten von Fluidströmen in Kapillaren.

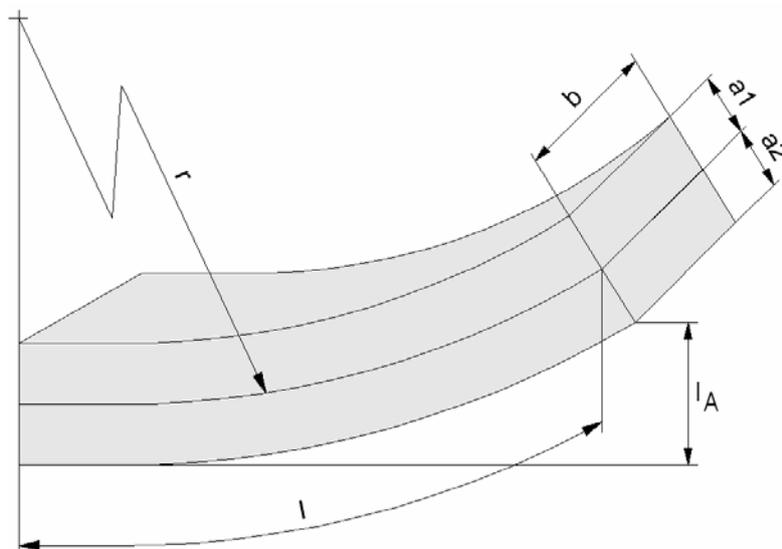
### 2.1 Aktorfunktionsprinzipien

Nachfolgend werden die jeweiligen physikalischen Prinzipien vorgestellt, die für die Verwendung von Aktordünnschichten bei der Realisierung dieser Arbeit berücksichtigt wurden.

#### 2.1.1 Thermisches Funktionsprinzip

Thermische Aktoren gehören zu der Klasse von Bauteilen, die Wärme nutzen und diese in Kraft und Auslenkung wandeln. Auf Grund der geringen Wärmekapazität in Mikrosystemen ist es möglich, Bauteile mit schnellem Ansprechverhalten zu realisieren, wobei der erforderliche Wärmetransport oftmals in Millisekunden stattfindet. Zwar ist der durch die Wärmewandlung implizierte Energieaufwand ein kritischer Aspekt von thermischen Aktoren, allerdings stellen sie eine weniger aufwändige Alternative zu elektrostatischen (Abschnitt 2.1.2) und magnetischen Mikroaktoren (Abschnitt 2.1.3) dar.

Die nachfolgenden Betrachtungen werden exemplarisch für einen Biegebalken durchgeführt, der in Abbildung 2.1 illustriert ist. Dabei wird unterstellt, dass der Aktor aus zwei Balken der Länge  $l$  besteht.



**Abbildung 2.1:** Skizze eines an der linken Seite eingespannten Bimetallbalkens, der durch thermische Spannung gebogen ist.

Ein Charakteristikum von thermischen Aktoren ist deren Schaltfrequenz. Die Aktorantwort ist bestimmt durch die benötigte Zeit, um die erforderliche Wärme in das Bauteil einzuleiten und für die Abkühlung wieder abzugeben. Die Abkühlzeit  $t$  eines Körpers kann durch die Summe

der Wärmequellen und deren Gegenüberstellung zu den auftretenden Wärmeverlusten modelliert werden.

Allgemein ergibt sich die Wärmeübertragung als Summe von Konvektion respektive Wärmeströmung, Wärmeleitung und Wärmestrahlung [Atk96]. Für das Beispiel senkrechter Wände gilt [Bei90]:

- Freie thermische Konvektion (Wärmeströmung) resultiert aus dem Teilchentransport ausschließlich durch Auswirkungen eines Temperaturgradienten:

$$\dot{Q} = \alpha_K * A * (T_2 - T_1) \quad \left| \begin{array}{l} \alpha_K : \text{Wärmeübergangskoeffizient für Konvektion} \\ A : \text{Fläche} \\ T_i : \text{Temperatur} \end{array} \right. \quad (2.1)$$

- Bei der Wärmeleitung bleibt der Unterschied zwischen ein- und austretendem Wärmestrom als innere Energie im Körper erhalten und beeinflusst dessen Temperatur über die Zeit. Sie lässt sich als Fouriersche Wärmeleitung beschreiben:

$$\dot{Q} = \frac{\lambda_L}{\delta} * A * (T_2 - T_1) \quad \left| \begin{array}{l} \lambda_L : \text{Wärmeleitkoeffizient} \\ \delta : \text{Wanddicke} \\ A : \text{Wärmeleitkoeffizient} \\ T_i : \text{Wärmeleitkoeffizient} \end{array} \right. \quad (2.2)$$

- Die emittierte Energie auf Grund von Wärmestrahlung lässt sich nach dem Kirchhoffschen Gesetz wie folgt beschreiben:

$$E_E = \varepsilon_S E_S = \varepsilon_S \sigma_S T^4 \quad \left| \begin{array}{l} \varepsilon_S : \text{Emissionszahl} \\ \sigma_S : \text{Strahlungskoeffizient} \\ E_S : \text{Emission} \\ T : \text{Temperatur} \end{array} \right. \quad (2.3)$$

Vereinfachend lässt sich die Wärmebilanz eines Körpers im Vakuum, der Wärme abstrahlt und keinen konvektiven Wärmetransport ausweist, mit folgender Gleichung beschreiben [For95]:

$$m c \frac{dT}{dt} = \sigma_b \varepsilon_m A (T^4 - T_0^4) \quad \left| \begin{array}{l} \sigma_b : \text{Stefan - Boltzmannkonstante} \\ \varepsilon_m : \text{Emissionsstärke des Materials} \\ c : \text{spezifische Wärmekapazität} \\ A : \text{Oberfläche des Materials} \\ m : \text{Masse} \\ T : \text{Temperatur} \\ T_0 : \text{Starttemperatur} \end{array} \right. \quad (2.4)$$

Durch Auflösen der Gleichung 2.4 ist es möglich, die minimale Abkühlzeit eines Wärme abstrahlenden Körpers zu ermitteln und somit die maximal erreichbare Frequenz eines thermischen Aktors im Vakuum zu bestimmen.

### Bimetallaktoren

Die vorherrschende Form thermischer Aktoren in der Mikrosystemtechnik besteht aus mehreren Materialschichten. Auf dem Bimetalleffekt basierende thermische Aktoren haben den Vorteil, dass ihre Auslenkung direkt an dem Energieaufwand der Wärmewandlung gekoppelt ist [Par90].

Bimetallaktoren bestehen aus zwei übereinander liegenden Materiallagen, bei Mikrosystemen häufig Si-SiO<sub>2</sub> oder Si-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>. Bei Erwärmung des Systems führen die unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten der verwendeten Materialien zu Spannungen an der Grenzfläche der Materialien, wodurch sich das System verbiegt (Abbildung 2.1).

Mit dem Verformungsfaktor  $\gamma$  und der Temperaturänderung  $\Delta T$  kann die Auslenkung  $l_A$  am Ende des Balkens beschrieben werden durch:

$$l_A = \gamma \Delta T \quad (2.5)$$

Bei gleichförmiger Wärmeverteilung und einem Krümmungsradius  $r$  der sehr viel größer ist als die Balkenlänge  $l$  kann der Umformungsfaktor folgendermaßen bestimmt werden:

$$\gamma = \frac{l^2}{2r \Delta T} \quad | \quad l \ll r \quad (2.6)$$

Mit dem Elastizitätsmodul  $E$  und dem linearen Ausdehnungskoeffizienten  $\alpha$  gilt für den Krümmungsradius:

$$r = \frac{2}{3} \frac{\frac{7(a_1 + a_2)^2}{4} - 2t_1 t_2 + \frac{E_1 b_1 a_1^3}{E_2 b_2 a_2} + \frac{E_2 b_2 a_2^3}{E_1 b_1 a_1}}{\Delta T (\alpha_1 - \alpha_2)(a_1 + a_2)} \quad \left| \begin{array}{l} a_1, a_2 : \text{Schichtdicke} \\ b_1, b_2 : \text{Schichtbreite} \\ t_1, t_2 : \text{Betrachteter Zeitpunkt} \end{array} \right. \quad (2.7)$$

Bei näherer mathematischer Betrachtung zeigt sich, dass die Gleichung 2.7 bei gleichen geometrischen Abmessungen der Materiallagen ( $a_1 = a_2$ ,  $b_1 = b_2$ ) ein Minimum aufweist. Für diesen Fall ergibt sich für den Krümmungsradius:

$$r = \frac{a}{3 \Delta T (\alpha_1 - \alpha_2)} \left( 5 + \frac{l + \chi^2}{\chi} \right) \quad \left| \quad \chi = \frac{E_1}{E_2} \quad (2.8)$$

Da die absolute Breite der Struktur keinen Einfluss auf die Biegung des Balkens hat, wird der kleinste Krümmungsradius und somit die größte Auslenkung auftreten, wenn  $|\alpha_1 - \alpha_2|$  und  $l$

maximal sowie  $a$  minimal ist. Da die Auswahl an Materialien mit unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten in der Mikrosystemtechnik begrenzt ist, bleibt in der Praxis als einfachste Möglichkeit zur Minimierung des Krümmungsradius die Änderung von  $l$  und  $a$  [Rie87].

Wie die Herleitung veranschaulicht, ist die Auslenkung des Aktors direkt an eine Temperaturänderung gekoppelt. Dabei gibt es mehrere Möglichkeiten, die erforderliche Wärme zu induzieren. Eine gebräuchliche Methode ist das Anlegen einer elektrischen Spannung an den Balken. Der Energieverlust, der bei Strom durchflossenen elektrischen Widerständen auftritt, wird in Form von Wärmeenergie freigesetzt und sorgt für die gewünschte Temperaturdifferenz  $\Delta T$ . Die erforderliche Energiemenge wird von der Wärmekapazität des Balkens bestimmt. Bei statischer Anwendung des Bimetallaktors folgt somit, dass die geometrischen Abmessungen möglichst klein gehalten werden sollten, um die thermischen Verluste zu reduzieren. Demgegenüber ist es für dynamische Anwendungen wie Hochfrequenzschalter sinnvoll, die Oberflächen und somit den Wärmeabfluss möglichst groß zu gestalten, wodurch eine höhere Schaltfrequenz realisiert werden kann [Rie87]. Zu berücksichtigen ist in diesem Zusammenhang auch das Resonanzverhalten des Aktors, das vorab beispielsweise durch FEM-Simulationen bestimmt werden kann [Ryu04].

Zur Vermeidung unerwünschter Verwindungen ist darauf zu achten, dass der verwendete Stoffverbund quer zur Auslenkungsachse eine hohe Torsionssteifigkeit aufweist. Der Effekt kann auch gemindert werden, indem die erwärmte Aktorschicht symmetrisch gestaltet ist und eine homogene Temperaturverteilung aufweist.

### **Formgedächtnisaktoren**

Formgedächtnisaktoren sind Varianten thermischer Aktoren, die den 1938 von A. Greninger und V. G. Mooradian entdeckten Formgedächtniseffekt nutzen [Tri89]. Dabei durchlaufen die Formgedächtnislegierungen diffusionslose, reversible Phasenumwandlungen. Unterhalb einer kritischen Temperatur liegt das Material in einer martensitischen Tieftemperaturphase vor und lässt sich leicht verformen. Oberhalb der kritischen Temperatur geht das Material in die austenitische Hochtemperaturphase über und entwickelt dabei starke Kräfte, um seine ursprüngliche geometrische Form wiederzuerlangen.

In den frühen 1960iger Jahren entdeckten Forscher des Naval Ordnance Laboratory, dass Nickel-Titanlegierungen eine Phasentransformation aufweisen können, die eine Funktion der Legierungszusammensetzung ist und die im Temperaturbereich zwischen  $-50^{\circ}\text{C}$  und  $166^{\circ}\text{C}$  variieren kann [Jac72]. Aus den Legierungsbestandteilen und den Anfangsbuchstaben des Institutnamens entstand die Bezeichnung *Nitinol*. Auf Grund seiner mechanischen Eigenschaften gibt es zahlreiche Anwendungen von Formgedächtnislegierungen, denen grundlegende Eigenschaften gemeinsam sind.

Typische Formgedächtnisanwendungen basieren auf Nitinolschichten, die auf Grund ihres Widerstandes durch einen angelegten Strom erwärmt werden. Die aus den Gefügeänderungen beim Wechsel von der Austenit- zur Martensitstruktur resultierenden Materialeigenschaften mit deren Temperaturabhängigkeiten sind beispielhaft in Tabelle 2.1 dargestellt.

<b>Eigenschaften</b>	<b>NiTi bei 20°C</b>	<b>NiTi bei 110°C</b>
E-Modul	30GPa	80GPa
Lineare Dehnung bei 10N	1,60%	1,56%
Duktile Verformbarkeit	20% - 30%	19% - 30%
Zugfestigkeit	0,95GPa	0,96GPa - 1,70GPa
Elektrischer Widerstand	4400Ω/cm	4400Ω/cm
Linearer Wärmeausdehnungskoeffizient	$8 \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$	$11 \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$

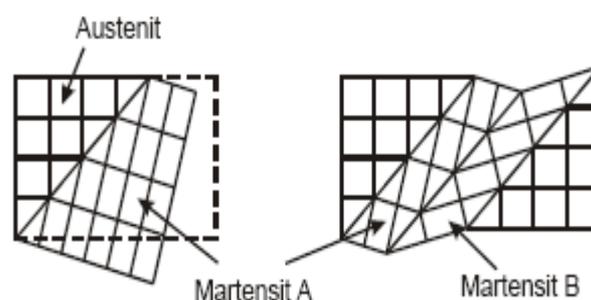
**Tabelle 2.1:** *Temperaturabhängige Materialeigenschaften von Nickel-Titan-Legierungen (Nitinol) [Neu90, Ryh99].*

## Gitterumwandlung

In Nickel-Titan-Formgedächtnislegierungen wandelt sich das kubisch-raumzentrierte Gitter des Austenits (B2) in ein monoklines Gitter der Martensitphase (B19') um [Hor86, Ots99]. Diese Umwandlung wird von Scherungen dominiert. Außerdem werden die Gitterebenen marginal gedehnt oder gestaucht. Dabei behalten die Atome bei einer rein martensitischen Umwandlung stets ihre nächsten Nachbarn.

Wird die martensitische Umwandlung durch eine hohe Defektdichte oder durch Nickelüberschuss zu niedrigeren Übergangstemperaturen verschoben, so kommt es zur Bildung einer rhomboedrischen R-Zwischenphase. Dadurch entsteht ein zweistufiger Übergang von B2 über die R-Phase zu B19'.

Beginnt mechanisch oder thermisch initiiert die Phasenumwandlung, so entstehen lokal große Verzerrungen und daraus resultierende innere Spannungen. Diese können ihrerseits zu Phasenumwandlungen im umliegenden Material führen. Dabei werden die entstehenden Varianten so gebildet, dass elastische Verzerrungsenergie minimiert wird. Somit passt sich die Gitterstruktur an die Verzerrung in der Umgebung an. Ein effektiver Mechanismus dazu ist die Zwillingsbildung (Abbildung 2.2).



**Abbildung 2.2:** *Schematische Darstellung von Zwillingsbildung einer Nickel-Titan-Formgedächtnislegierung bei Austenit-Martensit-Umwandlung von der kubisch-raumzentrierten zur monoklinen Gitterstruktur [Hor86].*

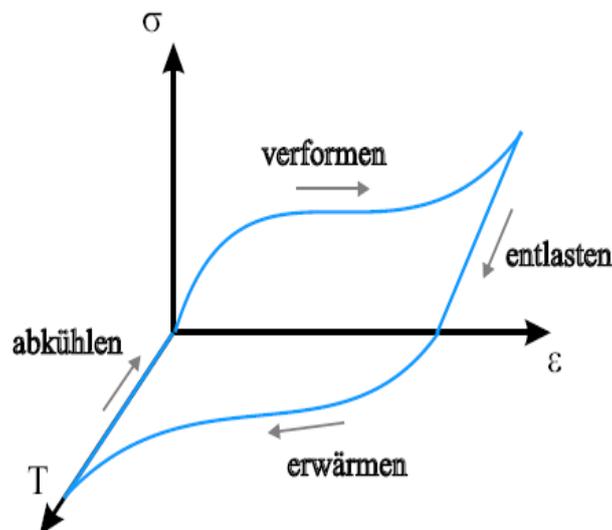
Die durch Bildung einer Martensitplatte „A“ entstandene Formänderung (Abbildung 2.2, links) wird durch Entstehung einer zweiten Martensitplatte „B“ mit gleicher Ausdehnung wieder zurückgestellt (Abbildung 2.2, rechts). Die benachbarten Martensitplatten haben dabei genau entgegengesetzte Scherwinkel gleicher Größe. Ein solches Zwillingspaar führt trotz großer Scherwinkel im Gitter zu relativ geringen Verzerrungen im umgebenden Material. Um diese abzubauen, können in der Nachbarschaft weitere Zwillinge geeigneter Varianten entstehen.

Die dabei auftretenden Grenzflächen zwischen Austenit und Martensit werden als Habitus-ebenen bezeichnet. Die hier gegebene Beschreibung ist ein vereinfachtes Modell zur Erläuterung des Prinzips der Zwillingsbildung.

Das Prinzip der Zwillingsbildung findet während der Martensitumwandlung auf mehreren Ebenen statt. Neben der Ausbildung von Varianten mit entgegengesetztem Scherwinkel sind diese auch in sich verzwilligt. Für eine detailliertere Beschreibung der Vorgänge sei an dieser Stelle auf [Liu99] verwiesen.

### Einweg-Formgedächtniseffekt

Beim Einwegeffekt wird eine definierte Form nur beim Erwärmen und Überschreiten der Austenit-Starttemperatur  $A_s$  eingenommen. Beim Abkühlen, wenn die Martensitstruktur gebildet wird, besteht keine durch die Umwandlung bevorzugte Form. Ohne äußere Krafteinwirkung bleibt die Form erhalten, die das Material in der Austenitphase eingenommen hatte. Durch die mit dem Einwegeffekt verbundene Temperaturerhöhung wird er auch als „thermischer Memory-Effekt“ bezeichnet.

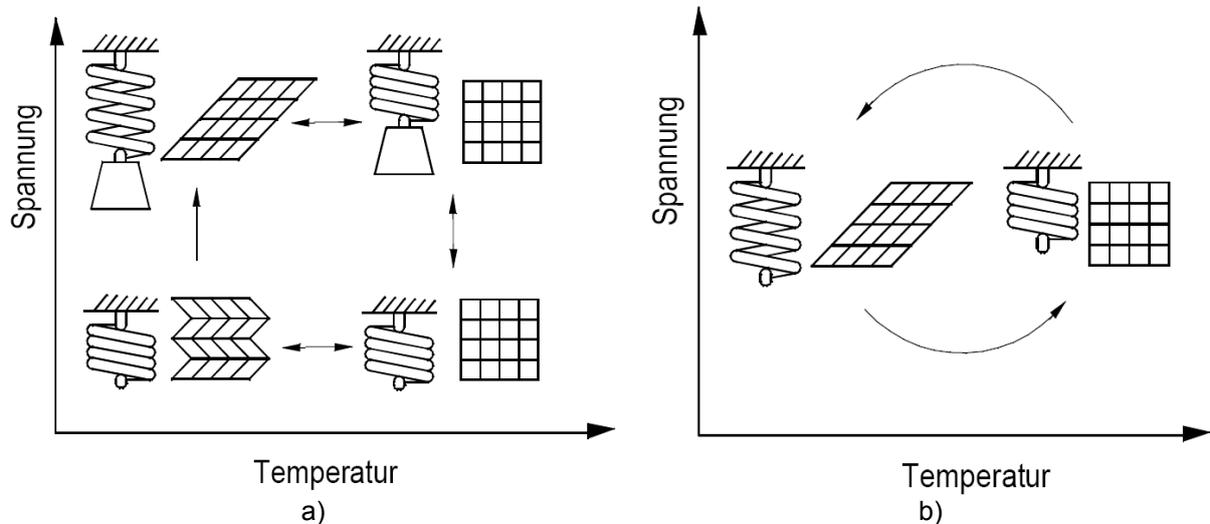


**Abbildung 2.3:** Illustration des Einweg-Formgedächtniseffektes im Spannungs-Dehnungsdiagramm: Dargestellt ist die Verformung mit Wiederherstellung der ursprünglichen Gestalt nach Erwärmung.

Bei Verformungen in der Martensitphase werden lediglich die hochbeweglichen Zwillingsgrenzen verschoben, was auch als Entzwilligung bezeichnet wird. Hierbei treten nur geringe elastische Spannungen auf, die keine irreversiblen plastischen Verformungen durch Versetzungen bewirken. Oft wird hierbei auch von Pseudoplastizität gesprochen. Das Bewegen der Zwillingsgrenzen ist energetisch erheblich günstiger als die Bildung und das Bewegen von Versetzungen. Bei Überschreitung einer kritischen Dehnung kommt es auch bei Formgedächtnislegierungen zur Versetzungsbildung und somit zur Bildung plastischer Anteile.

### Zweiwege-Formgedächtniseffekt

Zweiwege-Formgedächtnislegierungen zeichnen sich dadurch aus, dass sie sowohl beim Erwärmen als auch beim Abkühlen ihre Gestalt reversibel ändern können. Abbildung 2.4 zeigt eine Gegenüberstellung von Einweg- und Zweiwege-Formgedächtniseffekt.



**Abbildung 2.4:** Schematische Gegenüberstellung des a) Zweiwege- und b) Einweg-Formgedächtniseffektes [Skr98].

Beim Zweiwege-Effekt führen eingeprägte innere mechanische Spannungen beim Abkühlen von der Austenit- in die Martensitphase zur Bildung bevorzugter Martensitvarianten, die zur Ausbildung der ursprünglichen geometrischen Gestalt der Legierung führen [Skr98]. Dabei können die erforderlichen inneren Spannungen durch Versetzungen oder Ausscheidungen im Gefüge erzeugt werden.

Neben dem Ein- und Zweiwege-Effekt können Formgedächtnislegierungen auch einen als Superelastizität bezeichneten Effekt aufweisen. Dabei führen mechanische Spannungen in der Austenitphase zu reversiblen Formänderungen. Wegen der geringeren Bedeutung für Aktoranwendungen in der Mikrosystemtechnik wird dieser Effekt in der vorliegenden Arbeit nicht weiter betrachtet.

### Zuverlässigkeit thermischer Aktoren

Ein generelles Problem, das bei der Verwendung von thermischen Aktoren berücksichtigt werden muss, sind die hohen induzierten mechanischen Spannungen. Diese können das Risiko für Brüche an den beanspruchten Schnittstellen erhöhen und somit zur Trennung der beteiligten Schichten führen.

Ein weiterer Aspekt bezüglich der Langzeitbeständigkeit von Bimetall- und Formgedächtnisaktoren ist die thermische Ermüdung der Schichten. Einige dieser Bauteile werden in Zeitspannen von einigen Hundertstelsekunden auf über 800°C erhitzt und wieder auf Raumtemperatur abgekühlt, was zu signifikanten Ermüdungserscheinungen führen kann [Pan97]. Die Langzeiteffekte dieser zyklischen Beanspruchung sind ein Aspekt, der bei der Verwendung von Formgedächtnisaktoren berücksichtigt werden muss. Diesbezüglich ist auch die geometrische Gestaltung der Aktoren von Bedeutung [Col01].

Bezüglich der Herstellbarkeit von Formgedächtnisschichten ist das schmale Prozessfenster für die reproduzierbare Schichtabscheidung zu beachten. Diesbezüglich werden Ansätze verfolgt, mit denen die Echtzeitcharakterisierung abgeschiedener Dünnschichten möglich ist und somit die Prozessausbeute gesteigert werden kann [Mar05].

Ein immanentes Problem von Formgedächtnislegierungen liegt in ihrer Struktur. Da diese Legierungen aus duktilem Material hergestellt werden, treten Verschleiß- und Ermüdungserscheinungen schneller auf als bei sprödem Material. Zwar können Formgedächtnislegierungen Spannungen bis zu einer Größenordnung von 1GPa widerstehen. Allerdings erweisen sie sich durch die Reduzierung der Lebensdauer und der Zuverlässigkeit bei diesen Spannungen für Langzeiteinsätze als ungeeignet. Ist eine hohe Standfestigkeit der Aktoren über mehrere Millionen Temperaturzyklen erforderlich, sollten Aktoren aus Nitinol nur wenige Prozent über ihre Gedächtnisgestalt hinaus gedehnt und dabei lediglich Spannungen von einigen hundert MPa ausgesetzt werden [Tri97].

### 2.1.2 Elektrostatisches Funktionsprinzip

Nachfolgend werden die Grundlagen für die Anwendung des elektrostatischen Prinzips für Aktoranwendungen anhand eines Parallelplattenkondensators, eines Kammantriebes und eines Mikromotors erläutert. Für einen weiter reichenden Einblick in diese Thematik sei auf die Quelle [HuY03] verwiesen.

#### Parallelplattenkondensator

Aufbauend auf den Grundlagen, die für den Einsatz von Kondensatoren als Sensor beschrieben werden, können deren elektrostatische Eigenschaften als Aktor in Mikrosystemen genutzt werden. Dabei lässt sich die aufgebrachte Kraft  $F$  mit der potentiellen Energie  $W$  des Kondensators wie folgt in Beziehung setzen [Tri87]:

$$F = -\frac{\partial W}{\partial x} \quad (2.9)$$

Somit ergibt sich für den üblicherweise verwendeten Parallelplattenkondensator der folgende Zusammenhang:

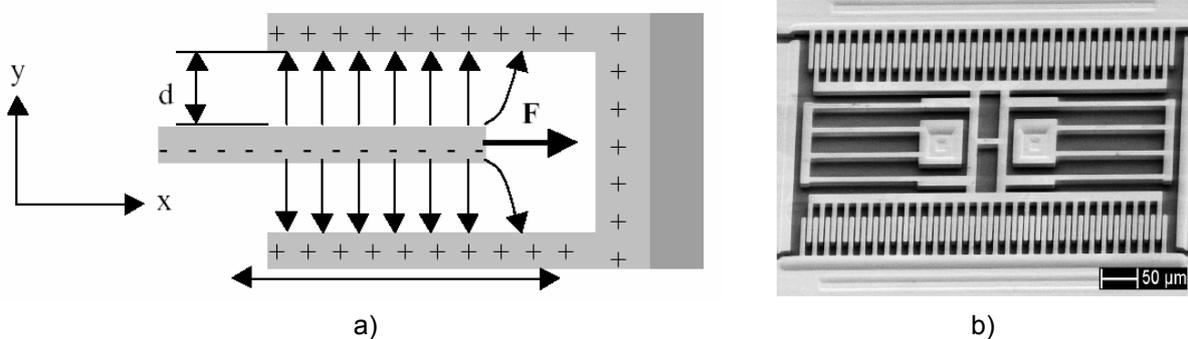
$$F = \frac{\varepsilon_0 A u^2}{2d^2 \left(1 - \frac{x}{d}\right)^2} \quad \left. \begin{array}{l} \varepsilon_0 : \text{absolute Dielektrizitätskonstante} \\ A : \text{Fläche} \\ u : \text{elektrische Spannung} \\ d : \text{Plattenabstand} \\ x : \text{Variabler Abstand der Kondensatorplatten} \end{array} \right\} \quad (2.10)$$

Daraus geht hervor, dass eine am Kondensator angelegte Spannung auf die Kondensatorplatten eine Kraft ausüben wird. Diese elektrostatische Kraft ermöglicht die Verwendung von Parallelplattenkondensatoren als Aktoren in Mikrosystemen. Bezüglich der Einsatzmöglichkeiten gelten für die als Aktor eingesetzten Kondensatoren dieselben Limitierungen wie sie auch bei deren Sensoreinsatz gelten.

## Kammantrieb

Aufbauend auf dem Parallelplattenkondensator wurden Bauteile entwickelt, die den elektrostatischen Effekt nutzen aber ohne nicht-lineare Eigenschaften auskommen. Weit verbreitet sind Kammantriebe, die nach ihrer kammartigen Erscheinung benannt wurden. Der Antrieb macht sich die an den jeweiligen Zähnen anliegenden Randfelder zunutze, wobei sich die ineinander liegenden Zähne je nach Schaltung entweder anziehen oder abstoßen [Tan90].

Grundlegenden Bestandteil eines Kammantriebes bilden Sätze ineinander greifender paralleler Balken, die als gegenpolige Elektroden geschaltet sind und zwischen denen eine elektrostatische Kraft wirkt (Abbildung 2.5). Dabei ist eine Reihe der Balken räumlich fixiert, während die andere beweglich ist.



**Abbildung 2.5:** Kammantrieb: a) Prinzipdarstellung nach [Tan90]: in der Mitte befindet sich die bewegliche Elektrode, die von der stationären Gegenelektrode umschlossen ist. b) REM-Aufnahme eines strukturierten Kammantriebs [Yal01]

Der Zusammenhang zwischen angelegter elektrischer Spannung  $U$  und hervorgerufener Kraft  $F$  wird beschrieben durch:

$$F = \frac{\varepsilon_0 b U^2}{d} \quad \left| \begin{array}{l} \varepsilon_0 : \text{absolute Dielektrizitätskonstante} \\ b : \text{vertikale Höhe der Elektrode} \\ U : \text{elektrische Spannung} \\ d : \text{Plattenabstand} \end{array} \right. \quad (2.11)$$

Diese Gleichung verdeutlicht, dass im Unterschied zum Parallelplattenkondensator die wirkende Kraft vom Abstand der mittleren Elektrode unabhängig ist. Ein weiterer Aspekt, der Kammantriebe für die Anwendung in der Mikrosystemtechnik attraktiv macht, ist die lineare Skalierbarkeit der wirkenden Kraft durch die Anzahl verwendeter Elektrodenpaare.

## Zuverlässigkeit von Kammantrieben

Ein hohes Fehlerpotenzial ist mit der mittleren Elektrode verbunden, die U-förmig von der gegenpoligen Elektrode umgeben ist. Liegt die umschlossene Elektrode nicht zentrisch zwischen den Schenkeln oder befindet sich zwischen den Elektroden eine Verunreinigung, tritt ein Kräfteungleichgewicht zwischen den Elektrodenschenkeln auf. Da eine völlig gleichmäßige Zentrierung von der Herstellungsseite auf Grund von Fertigungsungenauigkeiten prak-

tisch nicht realisiert werden kann, handelt es sich beim Kammantrieb von Natur aus um ein instabiles System. Eine Designregel zur Sicherstellung eines funktionierenden Kammantriebes besagt, dass die Energiespeicherung in Richtung der vorgesehenen Auslenkung  $x$  sehr viel höher ist als in Richtung des Elektrodenabstandes  $y$ . Dabei muss folgende Regel eingehalten werden:

$$k_y \gg \frac{l_p^2}{d^2} k_x \quad \left| \begin{array}{l} k_x : \text{Federkonstante in } x\text{-Richtung} \\ k_y : \text{Federkonstante in } y\text{-Richtung} \\ l_p : \text{Länge der Elektrode} \end{array} \right. \quad (2.12)$$

Für Anwendungen mit hohen Anforderungen an die Zuverlässigkeit sollte ein entsprechend hoher Sicherheitsfaktor verwendet werden, damit der Kammantrieb nicht auf Grund von Oberflächenkontakt der Elektroden versagt. An Stelle des kompletten Funktionsverlustes kann für ein nicht gänzlich stabiles System auch ein instabiler, chaotischer Schwingungszustand eintreten.

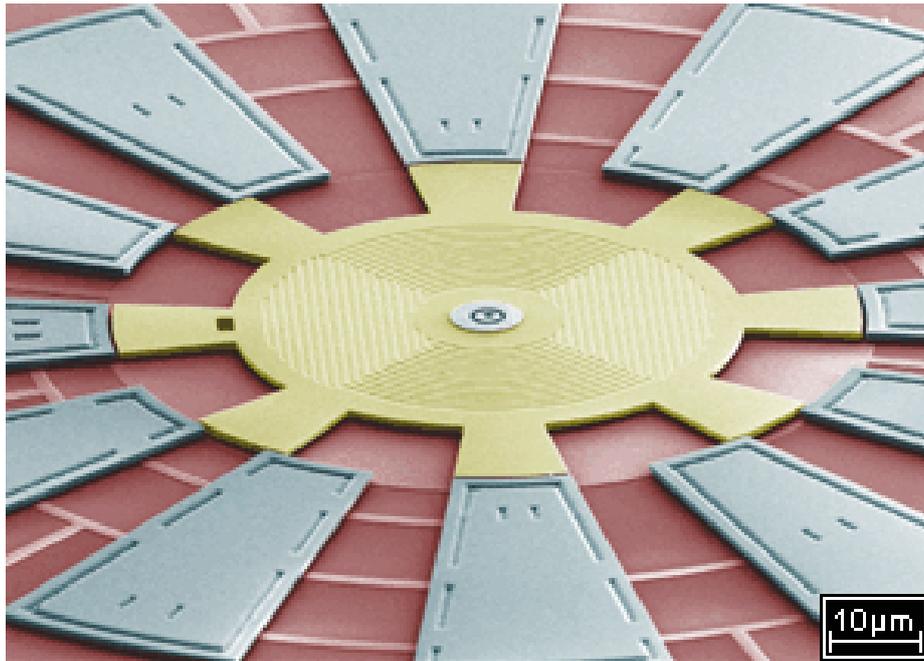
Eine weitere Einschränkung von Kammantrieben ist ihre begrenzte mögliche Auslenkung. Mit einer maximalen Verschiebung von  $l_p$ , wobei  $l_p$  nach der Gleichung 2.12 möglichst gering gehalten werden sollte, sind große Auslenkungen mit Kammantrieben nicht realisierbar. Zwar lässt sich dieses Problem durch entsprechende Designs entschärfen, bleibt aber trotz allem eine Einschränkung dieses Aktorprinzips.

Zu berücksichtigen ist bei Kammantrieben auch das Auftreten parasitärer Kapazitäten zwischen Bauteil und Substrat. Da die Oberfläche des Kammantriebs eine hohe Leitfähigkeit aufweist und in der Regel über einer ebenfalls leitfähigen Substratoberfläche aufgehängt ist, treten zwischen Substrat und Antrieb parasitäre Kapazitäten auf. Während dieser Effekt bei Aktoren mit torsionalen Bewegungen aus der Ebene genutzt werden kann, handelt es sich bei Kammantrieben um einen ungewollten Nebeneffekt. Die dabei auftretenden Bewegungen können so groß werden, dass der Antrieb das Substrat berührt, was zu Adhäsion und Kurzschluss führen kann.

Nicht zu vernachlässigen sind außerdem Probleme mit Verunreinigungen. Elektrisch leitende Partikel können Teile des Antriebes verbinden, Kurzschlüsse verursachen oder durch mechanisches Blockieren zu zerstörerischen Stromflüssen führen.

### **Elektrostatischer Mikromotor**

Ein weiteres Anwendungsgebiet des elektrostatischen Funktionsprinzips sind Mikromotoren. Aus der Fülle unterschiedlicher Designs soll an dieser Stelle exemplarisch der von Seitenelektroden angetriebene Mikromotor (Abbildung 2.6) vorgestellt werden. Allerdings beziehen sich die Aspekte der Zuverlässigkeit auch auf elektrostatische Mikromotoren anderer Bauart.



**Abbildung 2.6:** REM-Aufnahme eines elektrostatisch angetriebenen Mikromotors [Fan89]. In der Bildmitte ist der Rotor dargestellt, der konzentrisch von den Statorelektroden umgeben ist.

Elektrostatische Mikromotoren arbeiten nach dem eingangs dieses Abschnittes erläuterten elektrostatischen Funktionsprinzip. Allerdings werden Mikromotoren von mehreren Statorsätzen angetrieben, die durch gezieltes Ein- und Ausschalten das erforderliche Drehmoment erzeugen. Dieses Drehmoment ist eine Funktion des Rotationswinkels  $\theta$  und lässt sich wie folgt beschreiben [Fan89]:

$$T(\theta) = \frac{u^2}{2} \frac{\partial C(\theta)}{\partial \theta} \quad \left. \begin{array}{l} u : \text{Elektrische Spannung} \\ C : \text{Elektrische Kapazität} \\ \theta : \text{Rotationswinkel} \end{array} \right| \quad (2.13)$$

Mikromotoren haben eine systembedingte Betriebsfrequenz, die durch die Größe des wirkenden Drehmoments bestimmt wird. Für eine in Abbildung 2.6 dargestellte Motorbauart kann die Frequenz berechnet werden mit:

$$f_N(u_p) = 1,5 \left( \frac{u_p}{100} \right)^2 \text{ kHz} \quad \left| \begin{array}{l} u_p : \text{Phasenspannung am Stator} \end{array} \right. \quad (2.14)$$

Mit diesem Formalismus kann die bauartbedingte maximale Rotationsgeschwindigkeit des jeweiligen Mikromotors berechnet werden [Fan89]:

$$\omega_{\max} = 240 f_N \left( \frac{1}{n_s} - \frac{1}{n_r} \right) \text{ rpm} \quad \left. \begin{array}{l} n_s : \text{Anzahl der Statoren} \\ n_r : \text{Anzahl der Rotoren} \end{array} \right| \quad (2.15)$$

Dieser Motor kann entweder als kontinuierlich drehender Motor oder als Mikroschrittmotor eingesetzt werden. Während das Design von der jeweiligen Anwendung bestimmt wird, können elektrostatische Mikromotoren generell durch die dargestellten Gleichungen charakterisiert werden.

### **Zuverlässigkeit von Mikromotoren**

Der größte Unzuverlässigkeitsfaktor ist die Verbindung des Motors mit dem Substrat. Da der Rotor gelagert werden muss, werden entsprechend hohe Ansprüche an die Dauerhaltbarkeit der Lager gestellt. Dabei führt der durch Reibungskräfte verursachte Verschleiß der Lager zu noch höheren Reibungskräften, die wiederum zu gesteigerten Betriebsspannungen mit entsprechend höherem Verschleiß führen. Dieser bauteilbedingte Nachteil kann nur durch die passende Materialwahl der Reibpaarung verhindert werden.

Bei makroskopischen Motoren wird durch den Einsatz flüssiger Schmierstoffe der direkte Metallkontakt verhindert. Bei Mikrosystemen ist deren Einsatz aber weniger hilfreich, da unter anderem die Reibungskräfte von Flüssigkeiten im Verhältnis zu den übrigen Reibungskräften im Mikrometermaßstab zu groß sind [Bee94]. Auch die Möglichkeit, Gasphasenschmierstoffe einzusetzen erweist sich auf Grund der damit verbundenen hohen Arbeitstemperaturen als wenig praktikabel [Cho90]. Stattdessen werden die Lager üblicherweise trocken bei Umgebungstemperatur mit direktem Kontakt zwischen den Strukturen betrieben.

In mehreren Studien [Bee94, Bhu96] konnte gezeigt werden, dass monokristallines Silizium als Reibpartner bedingt geeignet ist. Während des ersten Betriebes brechen raue Stellen des Lagers heraus und die Reibfläche wird mit zunehmender Verwendung glatter. Als Ergebnis nimmt der Verschleiß des Siliziums im Laufe der Zeit ab. Auch polykristallines Silizium zeigt nur moderate Verschleißerscheinungen und ist deshalb für die Verwendung als Lagermaterial geeignet. Demgegenüber weisen  $\text{Si}_3\text{N}_4$  und  $\text{SiO}_2$  schlechte Eigenschaften für die Verwendung als Lagermaterial auf. Bei ihnen tritt ein linearer Verschleiß auf, der nach entsprechender Betriebszeit zum kompletten Funktionsverlust des Lagers führt. Als zuverlässiges Lagermaterial hat sich diamantartiger Kohlenstoff erwiesen, der als Oberflächenbeschichtung von mono- oder polykristallinen Siliziumbauteilen verwendet werden kann. Als dominierende Faktoren beim Lagerverschleiß ergeben sich die Materialwahl der verwendeten Reibpaarung sowie die konkrete Arbeitsumgebung. Als grobe Regel für die Verschleißminimierung ergibt sich somit für die Materialauswahl, dass die Reibpartner eine unterschiedliche Härte aufweisen müssen.

Ein weiteres Problem des Lagerverschleißes in elektrostatischen Mikrosystemen ist, dass die auftretenden Kräfte eine Funktion der Systemhöhe und somit der Lagerhöhe sind. In vielen Mikrosystemen wird der Rotor über dem Stator platziert, um mit der nicht planaren Kraftkomponente den Rotor teilweise anzuheben. Mit zunehmendem Verschleiß nimmt dadurch auch der Elektrodenabstand ab, wodurch die elektrostatischen Kräfte quadratisch zunehmen. Dies führt zu verstärktem Verschleiß und ändert die Systemleistung. Durch diese Charakteristik nimmt die Fehleranfälligkeit zu und kann bis zum kompletten Funktionsverlust führen. Somit stellt die Morphologie der Kontaktflächen von Mikrolagern den limitierenden Faktor bezüglich der Leistung und Zuverlässigkeit von elektrostatischen Mikromotoren dar.

### 2.1.3 Magnetisches Funktionsprinzip

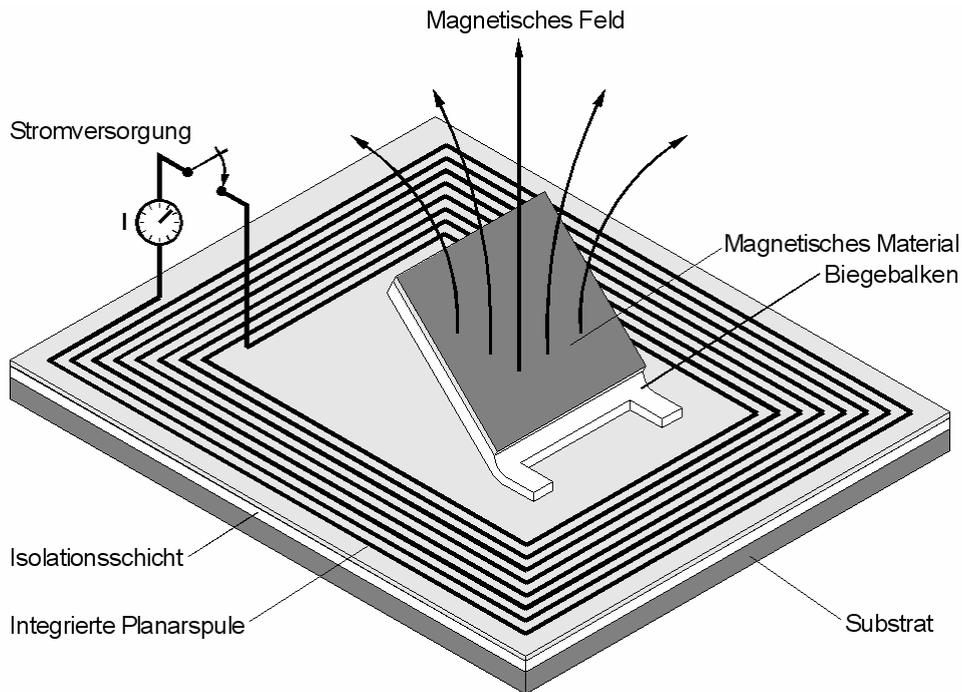
Magnetische Aktoren basieren auf Prinzipien zur Wandlung von Energie aus magnetischen Feldern in mechanische Bewegungsenergie. Zwar ist das Erzeugen von magnetischen Feldern in Halbleiterbauteilen aufwändiger als von elektrischen Feldern, dennoch hat das mögliche Potenzial von magnetischen Anwendungen die Entwicklung vorangetrieben. Ausgehend von den physikalischen Grundlagen des Magnetismus ist es mit magnetischen Bauteilen möglich, größere Kräfte zu erzeugen als mit solchen, die auf elektrostatischen Prinzipien beruhen. Zusammen mit der Möglichkeit, Kräfte durch ein leitendes Medium wie beispielsweise elektrolytische Flüssigkeiten zu erzeugen, eröffnet sich für magnetische Sensoren und Aktoren ein breites Anwendungsfeld in der Mikrosystemtechnik [Jud96].

Es gibt mehrere häufig angewendete Methoden, um magnetische Aktoren in Mikrosystemen zu realisieren. Zur physikalischen Beschreibung der dabei verwendeten magnetischen Felder kann die Maxwell-Gleichung herangezogen werden:

$$\nabla \times \mathbf{B} = \frac{4\pi}{c} \mathbf{j} + \frac{1}{c} \frac{\partial \mathbf{E}_F}{\partial t} \quad \left| \begin{array}{l} \mathbf{B} : \text{Magnetische Induktion} \\ c : \text{Lichtgeschwindigkeit} \\ \mathbf{E}_F : \text{Elektrisches Feld} \\ \mathbf{j} : \text{Stromdichte} \end{array} \right. \quad (2.16)$$

Aus dieser Gleichung wird deutlich, dass ein magnetisches Feld entweder durch einen konstanten Stromfluss oder durch ein sich zeitlich änderndes elektrisches Feld erzeugt werden kann. Die einfachste Möglichkeit diese Effekte umzusetzen ist die Erzeugung des elektrischen Feldes mittels einer Strom durchflossenen Leiterschleife. Zur Umsetzung der Feldenergie in mechanische Bewegung muss der Aktor eine Struktur aufweisen, die durch das magnetische Feld beeinflusst wird. Die gebräuchlichsten Strukturen, die von magnetischen Feldern angeregt werden, haben auf ihrer Oberfläche entweder einen Strom durchflossenen Leiter oder sind mit einem ferromagnetischen beziehungsweise diamagnetischen Material beschichtet. In beiden Fällen erzeugt die Interaktion der beiden magnetischen Felder eine resultierende Kraft, die in eine mechanische Bewegung des Bauteils umgesetzt wird.

Da magnetische Aktoren keine prinzipielle Bauform haben, sondern in zahlreichen Varianten realisiert werden, ist es schwierig den typischen magnetischen Aktor zu charakterisieren. Um eine Einschätzung über die wirkenden Kräfte in einem magnetischen Aktor zu bekommen, wird nachfolgend die grundlegende physikalische Wirkungsweise exemplarisch für den in Abbildung 2.7 dargestellten Aktor erläutert. Bei diesem Aktor wird der ferromagnetische Balken durch eine in das Substrat integrierte Leiterschleife beeinflusst.



**Abbildung 2.7:** *Prinzipische Skizze eines magnetischen Aktors [Jud96]. Der Biegebalken aus magnetischem Material wird durch Anlegen einer Spannung an der Planarspule und dem dadurch erzeugten Magnetfeld ausgelenkt.*

Für diesen nicht planaren magnetischen Mikroaktor wird die Rotationsauslenkung als Funktion des magnetischen Feldes  $H$  und der Steifheit des Torsionsbalkens  $k_\phi$  bestimmt. Unterstellt, dass das magnetische Feld senkrecht zur ursprünglichen Orientierung des Balkens bleibt, kann das vom magnetischen Feld verursachte Drehmoment beschrieben werden durch:

$$TM_{\text{Feld}} = V_{\text{mag}} M (B_{\text{dc}} + B_{\text{ac}} \sin(2\pi f t) \cos \Theta) \quad (2.17)$$

$M$  : Netzmagnetisierungsvektor

$V_{\text{mag}}$  : Magnetisches Volumen

$B_{\text{dc}}$  : Magnetische Induktion von Gleichstromquelle

$B_{\text{ac}}$  : Magnetische Induktion von Wechselstromquelle

$f$  : Frequenz des Wechselstroms

$\Theta$  : Rotationswinkel zum Substrat

$M$  : Netzmagnetisierungsvektor

$V_{\text{mag}}$  : Magnetisches Volumen

$B_{\text{dc}}$  : Magnetische Induktion von Gleichstromquelle

$B_{\text{ac}}$  : Magnetische Induktion von Wechselstromquelle

$f$  : Frequenz des Wechselstroms

$\Theta$  : Rotationswinkel zum Substrat

Dabei gilt für den Netzmagnetisierungsvektor  $M$ :

$$M = \frac{\mu_0 (\pm B_c + B_a)}{N_M} \quad (2.18)$$

$M$  : Netzmagnetisierungsvektor

$V_{\text{mag}}$  : Magnetisches Volumen

$B_{\text{dc}}$  : Magnetische Induktion von Gleichstromquelle

$B_{\text{ac}}$  : Magnetische Induktion von Wechselstromquelle

$f$  : Frequenz des Wechselstroms

$\Theta$  : Rotationswinkel zum Substrat

$B_c$  : Erzwungene Induktion des magnetischen Materials unter Drehmoment

$B_a$  : Wirkende Induktion

$N_M$  : Formanisotropie - Koeffizient des Balkens

$\mu_0$  : Permeabilität im Vakuum

Zur Bestimmung der tatsächlichen mechanische Torsion  $T$  des Balkens ist es notwendig, auf ein dynamisches Torsionsmodell zurückzugreifen:

$$TM_{\text{Feld}} = J_P \ddot{\phi} + C_\phi \dot{\phi} + k_\phi \phi \quad \left| \begin{array}{l} C_\phi : \text{Dämpfungskonstante } \sqrt{\frac{j k_\phi}{G}} \\ J_P : \text{Polares Massenträgheitsmoment des Balkens} \\ G : \text{Gütefaktor} \end{array} \right. \quad (2.19)$$

Um den Rotationswinkel  $\phi$  als Funktion über der Zeit  $t$  darzustellen, muss die Gleichung 2.19 gelöst werden. Dies kann analytisch oder numerisch erfolgen, geht aber in beiden Fällen über den hier diskutierten Rahmen hinaus. Die Konsequenz aus den hergeleiteten physikalischen Zusammenhängen ist, dass der Balken in einem sich zeitlich ändernden magnetischen Feld oszillieren wird. Während die aufgeführten Gleichungen eine exemplarische Beschreibung für die Bewegungen eines ferromagnetischen Balkens in einem magnetischen Feld gelten, weisen andere magnetische Materialien unter ähnlichen Bedingungen ein gänzlich anderes Verhalten auf. Für tiefer gehende Beschreibungen sei an dieser Stelle auf externe Referenzen verwiesen [Jud96].

### Zuverlässigkeit magnetischer Mikroaktoren

Bei der Verwendung magnetischer Mikroaktoren gibt es Kriterien, die bei deren Realisierung in der Mikrosystemtechnik in Betracht gezogen werden sollten. Ein immanenter Nachteil bei der Verwendung magnetischer Bauteile in Mikrosystemen ist die begrenzte Skalierbarkeit. Für eine effiziente Skalierung müssen charakteristische physikalische Größen konstant gehalten werden, während die geometrischen Abmessungen schrumpfen. Wenn die drei grundlegenden Parameter Stromdichte, Wärmefluss und Erwärmung trotz Miniaturisierung konstant gehalten werden sollen, ergeben sich mit den diskutierten physikalischen Zusammenhängen Einschränkungen bezüglich der minimalen Bauteilabmessungen.

Wird der Querschnitt des elektrischen Leiters um eine Größenordnung verringert, reduziert sich gleichzeitig auch der Strom um eine Größenordnung. Für ein Feld, das von einem elektrischen Leiter erzeugt wird und auf einem Permanentmagneten angeordnet ist, führt diese Skalierung zu einem konstanten Wärmefluss pro Volumeneinheit, während die erzeugte Kraft um die dreifache Größenordnung abnimmt. Zwar fällt dieser Verlust mit zunehmender Miniaturisierung wenig geringer aus, da sich die Wärmeleitung verbessert. Dennoch sinkt die Effizienz magnetischer Mikroaktoren mit abnehmender Bauteilabmessung.

Wird bei der Skalierung stattdessen der Wärmefluss pro Flächeneinheit des elektrischen Leiters konstant gehalten, ändert sich die Stromdichte entsprechend der umgekehrten Quadratwurzel zur Änderung des Wärmeflusses. Bei einer Reduzierung des Leiterquerschnitts um eine Größenordnung steigt die resultierende Kraft um die 2,5fache Größenordnung. Diese Skalierung ist zum einen beschränkt durch die maximal zulässige Temperatur des Bauteils und führt zum anderen zu einer Erhöhung der geometrischen Abmessungen. Wird das System bis zum Temperaturlimit skaliert, ist es möglich die erzeugte Kraft um zwei Größenordnungen zu erhöhen. Allerdings geht diese Erhöhung zu Lasten der Stromdichte, wodurch die Systemeffizienz sinkt und die Anwendungsmöglichkeiten eingeschränkt werden. Als gro-

ßer Nachteil folgt daraus, dass magnetische Bauteile nicht in Mikrosysteme integriert werden können, ohne gleichzeitig die erzeugte Kraft, die Arbeitstemperatur oder die Effizienz zu reduzieren [Trm87]. Somit muss beim Einsatz magnetischer Mikroaktoren für die jeweilige Anwendung überprüft werden, ob das gewählte Aktordesign die gewünschten Anforderungen erfüllt, ohne dass unakzeptable Verlustleistungen in Form von zu hohen Temperaturen oder Stromverlusten auftreten.

Ein weiterer zu berücksichtigender Aspekt bei der Verwendung magnetischer Aktoren ist der Einfluss parasitärer Magnetfelder von umgebenen elektrischen Systemen. Diese können unter Umständen ungewollte Auslenkungen der Aktoren verursachen.

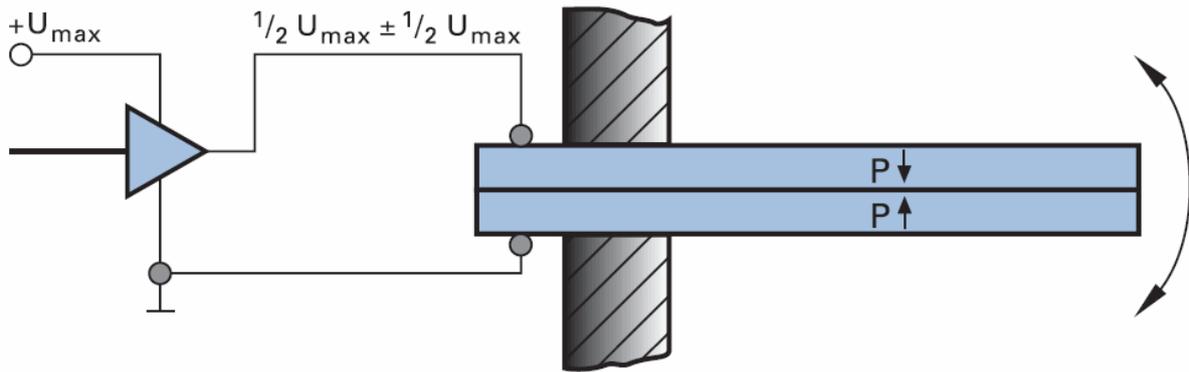
#### **2.1.4 Piezoelektrisches Funktionsprinzip**

Piezoelektrische Materialien zeigen eine geometrische Längenausdehnung durch Anlegen eines elektrischen Feldes. Diese Eigenschaft wird in der Mikrosystemtechnik für Aktoren genutzt, die bei kleinen Auslenkungen große Kräfte und schnelle Schaltzeiten erfordern.

Piezoelektrizität bestimmt die Verteilung der elektrischen Polarisierung und veranschaulicht, wie ein piezoelektrisches Feld auf eine elektrische Spannung durch Emittieren von Depolarisationswellen reagiert [Sze94]. Dieses Polarisationsfeld steht im linearen Zusammenhang mit der mechanischen Dehnung in bestimmten Kristalltypen wie beispielsweise Quarz. Ist ein solcher Kristall im Gleichgewicht, wird die Dehnung durch interne Polarisationskräfte ausgeglichen. Wird dieses Gleichgewicht durch äußere mechanische Spannungen oder elektrische Felder verschoben, erzeugt das emittierte Depolarisationsfeld Kräfte zur Wiederherstellung des inneren Gleichgewichts. Als Ergebnis führt ein externes elektrisches Feld zu einer mechanischen Ausdehnung und umgekehrt eine von außen einwirkende mechanische Kraft zu einem elektrischen Feld.

Da der piezoelektrische Effekt eine effiziente Kopplung von mechanischer Spannung und elektrischem Feld darstellt, wurde er in einer Vielzahl von Materialien untersucht. Voigt zeigte 1910, dass es 32 Kristallklassen gibt, die piezoelektrische Eigenschaften aufweisen und bestimmte deren Kopplungskoeffizienten. Darunter befinden sich die für die Mikrosystemtechnik gebräuchlichsten wie kristallines  $\text{SiO}_2$  (Quarz),  $\text{ZnO}$ ,  $\text{AlN}$  und  $\text{PZT}$ .

Piezoelektrische Aktoren werden in einer Vielzahl unterschiedlicher Bauformen realisiert. Abbildung 2.8 zeigt die Umsetzung eines piezoelektrischen Aktors in Form eines seriellbimorphen Biegeelementes, bei dem zwei Aktorschichten mit entgegengesetzter Polarität als Schichtverbund verwendet werden.



**Abbildung 2.8:** Skizze eines seriellbimorphen piezoelektrischen Aktors [Phy04]. Eine angelegte Spannung führt zur Expansion der entgegengesetzt polarisierten piezoelektrischen Materialien und somit zur Bewegung des Aktors.

Durch die Eigenschaft der elektrisch-mechanischen Kopplung wird der piezoelektrische Effekt auch für Sensoren eingesetzt. Die in beiden Fällen zugrunde liegenden Zusammenhänge werden in Abschnitt 2.2.1 näher erläutert.

### Piezoelektrische Grundsätze

Abschließend sollen noch zwei Eigenschaften des Piezoeffekts aufgezeigt werden, die für alle Piezokristalle gelten.

Durch die mechanische Verformung eines Kristalls entsteht ein elektrisches Feld. Dieses ruft eine sekundäre Verformung des Kristalls hervor. Die sekundäre Verformung wirkt der anfänglichen Beanspruchung entgegen. Der Einfluss der sekundären Effekte ist jedoch meist verschwindend gering.

Eine weitere Eigenschaft ist, dass die piezoelektrischen Effekte ihr Vorzeichen ändern, wenn die Ursache ihr Vorzeichen ändert. Geht beispielsweise eine Druck- in eine Zugbeanspruchung über, wechselt auch die Polarität der erzeugten elektrischen Ladungen.

### Zuverlässigkeit piezoelektrischer Aktoren

Piezoelektrische Bauteile entwickeln während ihrer Beanspruchung eine nicht zu vernachlässigende Wärmeenergie. Somit unterliegen sie nicht nur mechanischen Spannungen, sondern weisen auch deutliche elektrische Verluste auf. Zusätzlich findet ein Wärmetransport statt, der sich über das gesamte Bauteil erstreckt und proportional zur Frequenz zunimmt. Diese Wärmeproduktion beansprucht das Material und begrenzt auch die Leistung des Bauteils. Piezoelektrizität ist also genau wie die Piezoresistivität temperaturabhängig. Deshalb muss die Wärmeproduktion bei der Betrachtung der Zuverlässigkeit piezoelektrischer Bauteile berücksichtigt werden [Zhe96].

#### 2.1.5 Eignung der Aktorprinzipien

Für die geplante Anwendung ist es erforderlich, dass der Aktor individuell angesteuert große Auslenkungen mit hoher Energiedichte erreichen kann. Mit diesen Kriterien lässt sich eine Vorauswahl der zu betrachtenden Aktorprinzipien treffen.

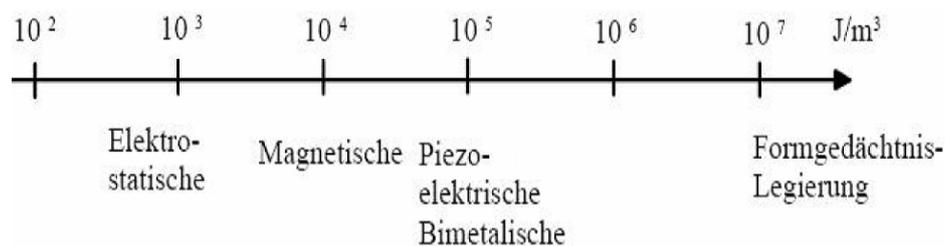
Die zu realisierenden großen Auslenkungen lassen sich mit dem piezoelektrischen Aktorprinzip nicht umsetzen. Bezüglich ihrer individuellen Auslenkbarkeit haben magnetische

Aktoren den Nachteil, dass für die Erzeugung des zur Ansteuerung erforderlichen Magnetfeldes ein großer Platzbedarf und hoher Prozessierungsaufwand [Ram04] nötig ist. Dies erweist sich bei lateralen Aktorgeometrien im Mikrometermaßstab als Nachteil.

Mit einer Aktorauslenkung  $Z^A$ , dessen erzeugbarer Kraft  $F^A$  und dem Aktorvolumen  $V$  lässt sich die Energiedichte  $E'_A$  eines Aktors bestimmen [Ngu02]:

$$E'_A = \frac{F^A * Z^A}{V} \quad (2.20)$$

Um eine Einschätzung der erreichbaren Energiedichte zu erhalten, sind die Aktorprinzipien in Abbildung 2.9 vergleichend gegenübergestellt.



**Abbildung 2.9:** Vergleich erreichbarer Energiedichten von in Mikroventilen verwendeter Aktoren nach [Kru96].

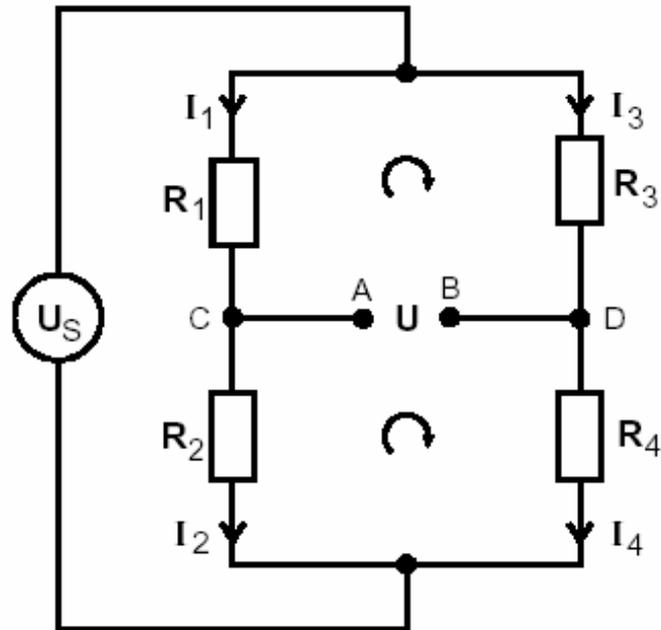
Auf Grundlage der möglichen Energiedichten sind Formgedächtnislegierungen das geeignetste Aktorprinzip. Hinzu kommt, dass sich mit Formgedächtnislegierungen große Auslenkungen realisieren lassen. Da die erforderliche Wärme elektrisch erzeugt werden kann, lassen sie sich außerdem individuell ansteuern.

## 2.2 Sensorfunktionsprinzipien

Um eine Klassifizierung von Sensoren vornehmen zu können, werden nachfolgend physikalische Funktionsprinzipien vorgestellt, deren Anwendung als Sensordünnschichten bei der Umsetzung dieser Arbeit in Betracht gezogen wurden. Übergreifend für Sensoren, deren Funktionsprinzip auf Änderungen ihres elektrischen Widerstandes beruht, wird einleitend der Aufbau einer Wheatstone'sche Brückenschaltung zur Erfassung dieser Widerstandsänderung beschrieben.

### Wheatstone'sche Brückenschaltung

Gewöhnlich werden elektrische Widerstände in einer Wheatstone'schen Brückenschaltung verwendet. Dabei wird die Potenzialdifferenz untersucht, die zwischen zwei Punkten auf zwei getrennten Strom durchflossenen Leitern entsteht, in Abhängigkeit von ihren Widerstandsverhältnissen [Tie93]. Eine Brückenschaltung hat daher grundsätzlich die in Abbildung 2.10 angegebene Gestalt.



**Abbildung 2.10:** Schaltbild einer Brückenschaltung mit vier elektrischen Widerständen  $R_1$  bis  $R_4$  und der resultierenden Brückenspannung  $U$ .

Die zwischen den Punkten  $A$  und  $B$  auftretende Spannung  $U$  bezeichnet man als Brückenspannung. Zu ihrer Berechnung benutzt man die beiden Kirchhoffschen Gesetze.

In einem Verzweigungspunkt von elektrischen Strömen ist die Summe der zufließenden Ströme ( $I > 0$ ) gleich der Summe der abfließenden Ströme ( $I < 0$ ).



**Abbildung 2.11:** Darstellung zum 1. Kirchhoffschen Gesetz: elektrische Ströme an einer Leiterverzweigung.

Formal ausgedrückt gilt nach dem 1. Kirchhoffschen Gesetz für die Leiterverzweigung in Abbildung 2.11:

$$\sum_k I_k = 0 \quad (2.21)$$

In jedem beliebig aus einem Leiternetzwerk herausgegriffenen, in sich geschlossenen Stromkreis (Masche) ist die Summe der elektromotorischen Kräfte gleich der Summe der Produkte aus den Stromstärken und den Widerständen (Abbildung 2.12):

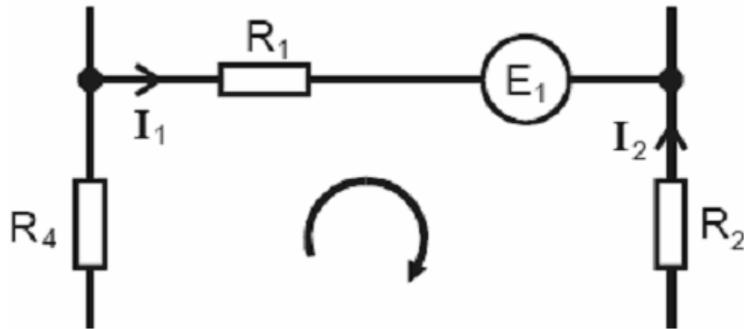


Abbildung 2.12: Darstellung zum 2. Kirchhoffschen Gesetz: eine Masche in einem Leiternetzwerk.

Damit lässt sich das 2. Kirchhoffsche Gesetz zusammenfassen mit:

$$\sum_k E_k = \sum_k I_k R_k \quad (2.22)$$

Das Vorzeichen der Produkte  $I_k R_k$  ist positiv zu rechnen, wenn der Strompfeil von  $I_k$  im Uhrzeigersinn läuft, andernfalls negativ.

Wendet man (2.21) auf die Verzweigungspunkte C und D der in Abbildung 2.10 dargestellten Schaltung an, so ergibt sich, da über die Brücke A - B kein Strom fließt:

$$I_1 = I_2 \quad (2.23)$$

und

$$I_3 = I_4 \quad (2.24)$$

Das 2. Kirchhoffsche Gesetz (2.22) liefert für die beiden durch den Umlaufpfeil gekennzeichneten Maschen in Abbildung 2.10.

$$U = -R_1 I_1 + R_3 I_3 \quad (2.25)$$

und

$$-U = -R_2 I_2 + R_4 I_4 \quad (2.26)$$

Man ersetzt in (2.26)  $I_2$  und  $I_4$  durch  $I_1$  und  $I_3$  und erhält:

$$-U = -R_2 I_1 + R_4 I_3 \quad (2.27)$$

Aus Gleichung (2.27) und (2.25) folgt:

$$U = \frac{R_2 R_3 - R_1 R_4}{R_3 + R_4} I_1 \quad (2.28)$$

Hierin lässt sich noch  $I_1$  durch die Speisespannung  $U_s$  der Brücke ausdrücken. Es gilt nach (2.22):

$$U_s = I_1 (R_1 + R_2) \quad (2.29)$$

Somit ergibt sich für die Brückenspannung  $U$ :

$$\Delta U = \frac{R_2 R_3 - R_1 R_4}{(R_3 + R_4)(R_1 + R_2)} U_s \quad \left| \begin{array}{l} U_s : \text{angelagete Versorgungsspannung} \\ R_i : \text{Brückenwiderstände} \end{array} \right. \quad (2.30)$$

Durch die Platzierung einer Wheatstone'schen Brückenschaltung auf einer Membran wird jede Abnahme des elektrischen Widerstandes durch Zugspannung mit einer entsprechenden Widerstandszunahme bei Druckspannung ausgeglichen. Dies führt zu komplementären Brückenspannungen (2.30), abhängig von der Brückenseite, an der gemessen wird [Unb94].

### 2.2.1 Piezoresistives Funktionsprinzip

Der piezoresistive Effekt eines Materials basiert auf der Eigenschaft, dass sich der spezifische Volumenwiderstand unter dem Einfluss mechanischer Spannung ändert. Während alle Materialien unterschiedliche Grade piezoresistiver Eigenschaften aufweisen, werden piezoresistive Widerstände gewöhnlich bei Halbleitersensoren angewendet, weil viele Halbleitermaterialien einen großen piezoresistiven Effekt zeigen. Nachfolgend werden die grundlegenden physikalischen Zusammenhänge erläutert, die für das Verständnis piezoresistiven Anwendungen erforderlich sind [Sze94].

Für einen dreidimensionalen anisotropen Kristall hängt das elektrische Feld von der mechanischen Spannung ab, die durch einen  $3 \times 3$ -Tensor wie folgt beschrieben werden kann:

$$\begin{bmatrix} \varepsilon_x \\ \varepsilon_y \\ \varepsilon_z \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \rho_1 & \rho_6 & \rho_5 \\ \rho_6 & \rho_2 & \rho_4 \\ \rho_5 & \rho_4 & \rho_3 \end{bmatrix} * \begin{bmatrix} i_x \\ i_y \\ i_z \end{bmatrix} \quad (2.31)$$

Für ein an der  $\langle 100 \rangle$ -Achse des Kristalls ausgerichtetes kartesisches Koordinatensystem korrelieren die  $\rho_4$ -,  $\rho_5$ -, und  $\rho_6$ -Koeffizienten, die das elektrische Feld in einer Achse mit der mechanischen Spannung in der senkrechten Richtung in Verbindung setzen. Dies führt in einem isotropen elektrischen Leiter, wie beispielsweise spannungsfreiem Silizium, dazu, dass  $\rho_1 = \rho_2 = \rho_3 = \rho$  und  $\rho_4 = \rho_5 = \rho_6 = 0$  sind. Zur Beschreibung der zunehmenden Änderung des spezifischen Widerstandes kann folgende Gleichung herangezogen werden:

$$\begin{bmatrix} \rho_1 \\ \rho_2 \\ \rho_3 \\ \rho_4 \\ \rho_5 \\ \rho_6 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \rho \\ \rho \\ \rho \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} \Delta\rho_1 \\ \Delta\rho_2 \\ \Delta\rho_3 \\ \Delta\rho_4 \\ \Delta\rho_5 \\ \Delta\rho_6 \end{bmatrix} \quad (2.32)$$

Um den piezoresistiven Widerstand zu definieren, müssen die fraktionalen Änderungen des spezifischen Widerstandes ( $\Delta\rho_i/\rho$ ) zur mechanischen Spannung im Kristall in Beziehung gesetzt werden. Hierfür ist eine 6 x 6-Matrix erforderlich, wobei für diese Matrix bei einem Kristall dieselben Symmetrien gelten wie für das Kristallgitter selbst. Dadurch entfallen viele Koeffizienten der Matrix. Werden die Koeffizienten als  $\pi_{ij}$  definiert, bleiben für einen kubischen Kristall drei Koeffizienten übrig. Dadurch ergibt sich für ein Siliziumgitter folgende Matrix:

$$\frac{1}{\rho} \begin{bmatrix} \Delta\rho_1 \\ \Delta\rho_2 \\ \Delta\rho_3 \\ \Delta\rho_4 \\ \Delta\rho_5 \\ \Delta\rho_6 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \pi_{11} & \pi_{12} & \pi_{12} & 0 & 0 & 0 \\ \pi_{12} & \pi_{11} & \pi_{12} & 0 & 0 & 0 \\ \pi_{12} & \pi_{12} & \pi_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \pi_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \pi_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \pi_{44} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \sigma_x \\ \sigma_y \\ \sigma_z \\ \tau_{xy} \\ \tau_{xz} \\ \tau_{yz} \end{bmatrix} \quad (2.33)$$

Durch Kombination der Gleichungen ist es möglich, einen funktionalen Zusammenhang zwischen elektrischem Feld und mechanischer Spannung herzustellen<sup>3</sup>:

$$P_x = \rho i_x + \rho \pi_{11} \sigma_x i_x + \rho \pi_{12} (\sigma_y + \sigma_z) i_x + \rho \pi_{44} (i_y \tau_{yz} + i_z \tau_{xz}) \quad (2.34)$$

$$P_y = \rho i_y + \rho \pi_{11} \sigma_y i_y + \rho \pi_{12} (\sigma_x + \sigma_z) i_y + \rho \pi_{44} (i_x \tau_{yz} + i_z \tau_{xy}) \quad (2.35)$$

$$P_z = \rho i_z + \rho \pi_{11} \sigma_z i_z + \rho \pi_{12} (\sigma_x + \sigma_y) i_z + \rho \pi_{44} (i_x \tau_{xz} + i_y \tau_{xy}) \quad (2.36)$$

Diese Gleichungen zeigen den direkten Zusammenhang zwischen mechanischer Spannung und dem spezifischen Widerstand. Außerdem ist festzuhalten, dass Materialien mit kleinen piezoresistiven Koeffizienten geringere Reaktionen auf Spannungseinwirkungen zeigen als solche mit großen Koeffizienten. Ein weiterer Aspekt ist die Ähnlichkeit der Gleichung 2.33 zum Hooke'schen Gesetz. Tatsächlich kann eine Orientierungsabhängigkeit zwischen piezoresistivem Koeffizienten und dem Elastizitätsmodul hergestellt werden [Sze94].

<sup>3</sup> Als Einschränkung wird eine unendliche Kristallausdehnung unterstellt. Für endliche Kristalle muss ein zusätzlicher Korrekturfaktor eingeführt werden.

Sensoren, die den piezoresistiven Effekt nutzen, werden so ausgelegt, dass die mechanische Spannung simultan mit einem zu messenden Ereignis auftritt und die Spannung proportional zur Größe des Ereignisses ist. Prinzipiell lassen sich zwei Arten von Sensoren unterscheiden. Während sich Membransensoren zum Messen von Flüssen und Drücken eignen [Tan01], werden freitragende Balkensensoren überwiegend zur Beschleunigungsmessung oder Oberflächenanalyse eingesetzt [Pru03].

Membransensoren werden gewöhnlich als dünne Schicht aus kristallinem Silizium hergestellt, die von einem dickeren Rand umgeben ist. Der piezoresistive Widerstand befindet sich auf der Membran, damit sich an der Membran anliegende mechanische Spannung auf den Widerstand überträgt. Aus demselben Grund befinden sich die Widerstände bei freitragenden Balken auf deren Oberfläche.

Liegt am elektrischen Widerstand eine konstante mechanische Spannung an, lässt sich die Widerstandsänderung folgendermaßen beschreiben:

$$\frac{\Delta R}{R} = \sigma_l \pi_t + \sigma_t \pi_l \quad \left| \begin{array}{l} \sigma_l, \sigma_t : \text{Longitudinale und transversale Spannung} \\ \pi_l, \pi_t : \text{Longitudinale und transversale piezoresistive Koeffizienten} \end{array} \right. \quad (2.37)$$

Als Annahme liegt der Gleichung 2.37 zugrunde, dass der mechanische Widerstand der Membran beziehungsweise des freitragenden Balkens viel größer als der des verwendeten elektrischen Widerstandes ist.

### Zuverlässigkeit piezoresistiver Sensoren

Ein zu berücksichtigender Aspekt bei der Verwendung piezoresistiver Widerstände ist deren Temperaturabhängigkeit. Werden die piezoresistiven Koeffizienten gegen die Temperatur grafisch aufgetragen, kann die nahezu lineare Abhängigkeit von  $\log(\pi)$  und  $\log(T)$  verdeutlicht werden. Für eine grobe Näherung kann der piezoresistive Koeffizient von Halbleitern als Funktion der Dotierungskonzentration  $N$  und der Temperatur  $T$  wie folgt bestimmt werden:

$$\pi(N, T) = \pi_0 P(N, T) \quad \left| \begin{array}{l} \pi_0 : \text{Niedrig dotierter piezoresistiver Koeffizient} \\ \text{bei Raumtemperatur} \end{array} \right. \quad (2.38)$$

Damit wird deutlich, dass für niedrige Dotierungskonzentrationen eine höhere Sensitivität bei einer gleichzeitig höheren Temperaturabhängigkeit besteht. Fällt die Dotierungskonzentration unter  $10^{20}$  Atome/cm<sup>3</sup>, dann wird die Temperaturabhängigkeit vernachlässigbar gering, während die Sensitivität deutlich nachlässt. Für Anwendungen, die einen hohen Temperaturbereich erfordern, muss deshalb ein individueller Kompromiss zwischen der erforderlichen Sensitivität und der hinnehmbaren Temperaturabhängigkeit des Sensorsignals gefunden werden.

### 2.2.2 Piezoelektrisches Funktionsprinzip

Piezoelektrische Kristalle können neben der Nutzung des direkten piezoelektrischen Effektes für Aktoranwendungen auch als Sensor verwendet werden. Dabei wird eine auf den Kristall

einwirkende Kraft in eine elektrische Spannung gewandelt. Da die theoretische Betrachtung der für Aktoranwendungen entspricht, sei an dieser Stelle auf Abschnitt 2.1.4 verwiesen.

### 2.2.3 Elektrostatisches Funktionsprinzip

Elektrostatische Kräfte können sowohl für Sensor- als auch für Aktorbauteile verwendet werden [Tri87]. Nachfolgend wird die Einsatzmöglichkeit des Sensorprinzips in Form von Parallelplattenkondensatoren erläutert. Die Betrachtung des Aktorprinzips findet im Abschnitt 2.1.2 statt.

Kondensatoren sind Bauelemente, die elektrische Ladungen respektive elektrische Energie speichern können. Die einfachste und überwiegend in Mikrosystemen verwendete Bauform von Kondensatoren besteht aus zwei gegenüberliegenden Metallplatten. Dazwischen befindet sich ein Dielektrikum, das keine elektrische Verbindung zwischen den Metallplatten zulässt. Wird an einem Kondensator eine Spannung angelegt, so entsteht zwischen den beiden metallischen Platten ein elektrisches Feld. Eine Platte nimmt positive, die andere Platte negative Ladungsträger auf. Die Verteilung der Ladungsträger ist auf beiden Seiten gleich groß. Dabei wird die Kapazität definiert als die Menge elektrischer Ladung, die pro Spannung gespeichert werden kann:

$$C = \frac{Q}{U} \quad \left| \begin{array}{l} Q: \text{Elektrische Ladung} \\ U: \text{Spannung} \\ C: \text{Kapazität} \end{array} \right. \quad (2.39)$$

$$W = \frac{C U^2}{2} \quad | \quad W : \text{Energie} \quad (2.40)$$

Für den Spezialfall des Parallelplattenkondensators gilt:

$$C = \varepsilon \frac{A}{d} \quad \left| \begin{array}{l} A : \text{Fläche einer Platte} \\ d : \text{Abstand zwischen den Platten} \\ \varepsilon : \text{Dielektrizitätskonstante des Materials zwischen den Platten} \end{array} \right. \quad (2.41)$$

Ein Grund für die weite Verbreitung des Kondensators in der Mikrosystemtechnik ist, dass die Kapazität einer Funktion des Abstandes folgt. Somit haben Abstandsänderungen auch eine Änderung der Kapazität zur Folge, was ein messbares Ereignis darstellt. Für einen mit Luft gefüllten Kondensator mit einer ortsfesten und einer beweglichen Platte, die den Abstand  $x$  zueinander haben, kann die Kapazität wie folgt berechnet werden:

$$C = \varepsilon_0 \frac{A}{d - x} \quad | \quad \varepsilon_0 : \text{Dielektrizitätskonstante im Vakuum} \quad (2.42)$$

Wird ein Sensor aus Parallelplattenkondensatoren hergestellt, kann die Änderung der Kapazität elektrisch gemessen werden. Zwischen der Stromstärke  $i$  und der Kondensatorladung  $Q$  besteht der Zusammenhang:

$$i_C = \frac{dQ_C}{dt} \quad (2.43)$$

Übertragen auf einen Kondensator mit einer vom variierenden Plattenabstand abhängigen Kapazität  $C(x)$  sowie einer Spannungsquelle mit  $u_c = u_s \cdot \sin(\omega_s t)$ , kann die Änderung der Stromstärke wie folgt angenähert werden<sup>4</sup>:

$$\Delta i_C(\Delta x) \approx \omega_s u_s C(d) \left[ \frac{\Delta x}{d} \right] \quad (2.44)$$

Basierend auf den wirkenden elektrostatischen Kräften eignet sich der Parallelplattenkondensator auch für den Einsatz als Aktor, auf den im Abschnitt 2.1.2 näher eingegangen wird.

### **Zuverlässigkeit des elektrostatischen Funktionsprinzips**

Bei der Verwendung von Kondensatoren als Sensor- oder Aktorkomponenten gibt es immanente Einschränkungen, die vor dem Einsatz berücksichtigt werden sollten. Eine Charakteristik von Parallelplattenkondensatoren ist, dass ihre elektrostatischen Eigenschaften nicht linear sind. Während bei kleinen Auslenkungen der Platten die formalen Zusammenhänge noch linear angenähert werden können, zeigen sich bei größeren Auslenkungen deutlich nichtlineare Eigenschaften [Hu04].

Eine Gefahr bei Kondensatoren bildet die Möglichkeit, dass sich die beiden Platten berühren. Neben den adhäsiven Kräften zweier sich berührender Metalle wirken die mit abnehmendem Abstand quadratisch ansteigenden elektrostatischen Kräfte, was in der Regel zum Funktionsverlust des Bauteils führt. Als Gestaltungsregel gilt, dass für  $\Delta x \geq 1/3 d$  genügend Kraft entwickelt werden kann, um den Abstand  $d$  zu überwinden. Um dies zu vermeiden, müssen Parallelplattenkondensatoren so gestaltet werden, dass die Auslenkung deutlich unterhalb dieses Betrages liegt.

Eine weitere Eigenschaft von Kondensatoren ist ihre elektrische Selbstentladung, was dieselbe Wirkung wie eine mechanische Abstandsänderung der Kondensatorplatten zur Folge hat. Dadurch können sich die Platten berühren und somit zum Funktionsverlust des Bauteils führen.

### **2.2.4 Eignung der Sensorprinzipien**

Bei der geplanten Anwendung sind wichtige Kriterien für die Wahl der Sensorschicht, dass sich der Effekt mit geringem Aufwand individuell bestimmen lässt. Da diese Schicht Bestandteil eines Dünnschichtverbundes sein wird ist es außerdem erforderlich, dass sie sich prozesskompatibel in den Verbund integrieren lässt.

---

<sup>4</sup> Das Ergebnis ist linearisiert und gilt für  $\Delta x \ll d$

Der Aufwand für das Auslesen elektrostatischer Sensoren ist für dieses Prinzip als Nachteil zu werten. Piezoelektrische Sensoren haben den Nachteil, dass der Prozessierungsaufwand wegen ihrer erforderlichen Reinheit und stöchiometrischen Zusammensetzung hoch ist. Wegen ihrer Prozesskompatibilität sind Sensoren, deren Antwort sich als elektrischer Widerstand auslesen lässt, für die zu realisierende Applikation am geeignetsten. Dies resultiert auch aus der Möglichkeit, aus einer Vielzahl möglicher Materialien ein für den Schichtverbund passendes Sensormaterial auswählen zu können.

## **2.3 Funktionale Dünnschichtverbunde**

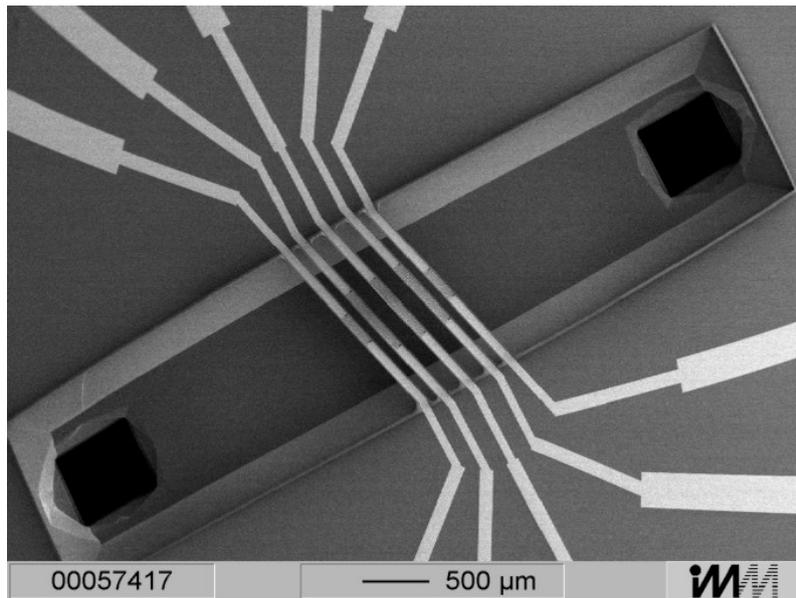
Mit zunehmender Anzahl zur Verfügung stehender Materialien und Prozessierungsalternativen ist in der Vergangenheit auch die Möglichkeit der signifikanten Effizienzsteigerung von Anwendungen gestiegen. Ein entscheidender Grund ist, dass gezielte Materialeigenschaften und Materialien zunehmend als Designparameter zur Verfügung stehen. Dabei haben wenige Aspekte eines Produktes mehr Einfluss auf Kosten, Herstellungsprozesse und Entwicklungsdauer als die Materialwahl und das genaue Wissen der Materialeigenschaften. Durch die Kombination unterschiedlicher Materialien in Dünnschichtverbunden können optische, thermische, chemische, mechanische oder elektrische Eigenschaften der Verbunde gezielt beeinflusst und zur Funktionssteigerung eingesetzt werden. Vor diesem Hintergrund werden Dünnschichtverbunde in der Mikrosystemtechnik zum Aufbau funktionsoptimierter Systemkomponenten eingesetzt.

### **2.3.1 Schichtverbunde in der Mikrosystemtechnik**

Materialeigenschaften spielen eine entscheidende Rolle bei der Auslegung und Entwicklung effizienter und profitabler Mikrosysteme, Sensoren und Aktoren. Auch die Adaption neuer Materialien beispielsweise an widrige Umweltbedingungen oder biokompatibler Anwendungen gewinnt zunehmend an Bedeutung. Dabei bleibt das Gesamtziel die funktionelle Steigerung und Erhöhung der Zuverlässigkeit mikrosystemtechnischer Komponenten durch besser kontrollierbare Materialeigenschaften. Ein Weg, diese Ziele zu erreichen, ist sowohl die Anpassung bekannter Materialien als auch die Entwicklung neuer Materialien und Materialverbunde. Dabei erfordern Produktionstechniken für die reproduzierbare Herstellung mit hohen Ausbeuten, die auf Abmessungen der Mikrosystemtechnik herunter gebrochen sind, ein detailliertes Wissen über die Eigenschaften der verwendeten Materialien sowie deren Wechselwirkungen in Schichtverbunden. Nachfolgend werden exemplarisch Beispiele für den Einsatz von Dünnschichtverbunden in der Mikrosystemtechnik aufgezeigt.

#### **Sensor**

Ein Beispiel für die Anwendung von Dünnschichtverbunden als Sensorkomponente in Mikrosystemen ist in Form eines Flusssensors in Abbildung 2.13 dargestellt.

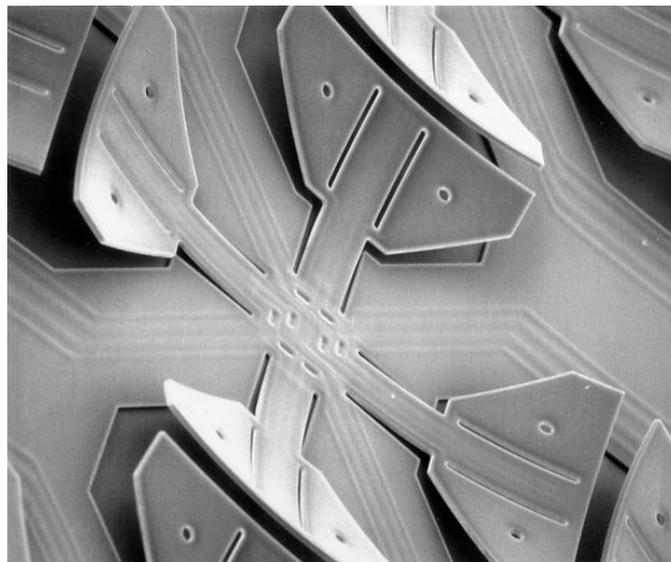


**Abbildung 2.13:** REM-Aufnahme eines Flusssensors aus einem Schichtverbund von  $\text{Si}_3\text{N}_4$  als Trägermaterial für die Brücken und Pt als Widerstandsmaterial [IMM06].

Durch Einsatz von Si-N können dessen Isolationseigenschaften sowie dessen mechanische Stabilität als Trägermaterial genutzt werden. In Verbindung mit einer beheizten, hochtemperaturbeständigen Pt-Schicht kann deren Widerstandsänderung bei Abkühlung durch Fluidströmung gemessen und somit der Medienfluss bestimmt werden.

### Aktor

Der Einsatz von Dünnschichtverbunden als Mikroaktor zeigt Abbildung 2.14 in Form eines bimorphen Spiegel-Arrays zur Pixeldarstellung.



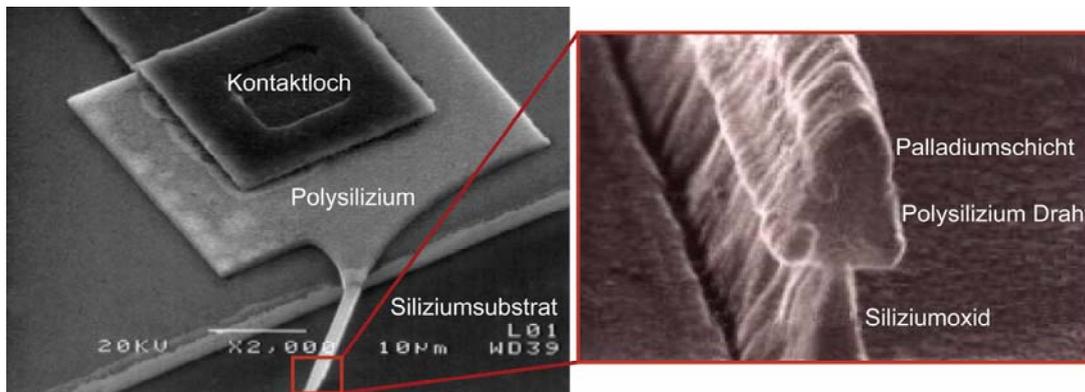
**Abbildung 2.14:** REM-Aufnahme eines bimorphen Mikroaktors zur optischen Pixeldarstellung, der aus einem Polyimiddünnschichtverbund mit integrierter Ti-W-Dünnschicht aufgebaut ist. Die Aktorfläche beträgt etwa  $1,1\text{mm}^2 \times 1,1\text{mm}^2$  [Suh97].

Durch Verwendung zweier Polyimiddünnschichten mit unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten kann die im Ruhezustand gebogene Form der Aktoren realisiert wer-

den. Mit Anlegen einer elektrischen Spannung an eine in den Aktor integrierte Ti-W-Metall dünnschicht erwärmt sich der Aktor und biegt sich.

### Isolationsdünnschicht

Abbildung 2.15 zeigt einen Dünnschichtverbund zur Anbindung von Funktionselementen, die eine Versorgung mit hohen elektrischen Strömen erfordern.



**Abbildung 2.15:** REM-Aufnahme einer Drahtanbindung aus einem Schichtverbund von  $\text{SiO}_2$  als Trägermaterial und polykristallinem Si mit Pd-Beschichtung als Leiter nach [Tib01].

Durch die Verwendung einer Si-O-Dünnschicht als isolierende Trägerschicht mit einem Polysilizium-Pd-Leiter ist es möglich, eine elektrische Verbindung von Funktionselementen zu realisieren. Mit der hochtemperaturstabilen Pd-Dünnschicht ist es möglich, auch die Leitung hoher elektrischer Ströme in Mikrosystemen zu ermöglichen.

### 2.3.2 Eigenschaften funktionaler Dünnschichtverbunde

Die Mehrzahl kommerziell verfügbarer Messausrüstung zur Bestimmung thermischer und mechanischer Materialeigenschaften benötigen verhältnismäßig große Materialmengen, die in der Mikrosystemtechnik nicht zur Verfügung stehen. Während in der Mikroelektronik Standardmaterialstrukturen zur geräteunabhängigen Prozesskontrolle im industriellen Maßstab etabliert sind, stehen diese in der Mikrosystemtechnik nur bedingt zur Verfügung. Insbesondere für Materialien, die in polykristalliner, nanokristalliner oder amorpher Struktur vorliegen, hängen deren Materialeigenschaften auch entscheidend von den Prozessierungsbedingungen ab. Durch die Beeinflussung charakteristischer Merkmale wie dem elektrischen, thermischen, mechanischen oder magnetischen Verhalten der Materialien ist auch deren Funktionalität entscheidend von dem Wissen der prozessbedingten Materialbeeinflussung abhängig.

Stoffdaten und Materialinformationen vieler Materialverbunde stehen in der Standardliteratur nur bedingt zur Verfügung. Erschwerend kommt hinzu, dass mechanische oder elektrische Eigenschaften wie Elastizität, Kriecheneigenschaften, Materialermüdung, Bruchzähigkeit durch Defekte wie Körnigkeit, Mischphasen oder Poren beeinflusst werden. Deshalb können thermomechanische Eigenschaften von Materialien im Mikrometermaßstab grundlegend davon abhängen, ob sie als kristalline, polykristalline, nanokristalline oder amorphe Dünnschichten vorliegen. Insbesondere bei Schichtverbunden kommt hinzu, dass sie oftmals nicht im ther-

modynamischen Gleichgewicht vorliegen und dazu tendieren, Mischphasen zu bilden die wiederum die Materialeigenschaften des Schichtverbundes beeinflussen können. Dies hat auch zur Folge, dass keine umfassenden Standarddatenbanken für Finite Element Simulationen erhältlich sind, die speziell für die Mikrosystemtechnik erforderliche Materialdaten beinhalten. Dies verhindert die exakte quantitative Auslegung funktionaler Mikrosysteme mittels üblichen Simulationswerkzeugen für makroskopische Bauelemente. Um diesen Umstand Rechnung zu tragen, versprechen Aktivitäten zum Aufbau von Werkstoffdatenbanken speziell für die Simulation mikrosystemtechnischer Komponenten eine deutliche Effizienzsteigerung bei der Auslegung und Funktionsoptimierung von Mikrosystemen [Mah00].

### 2.3.3 Abscheidung dünner Schichten

Vakuumbasierte Verfahren zur Erzeugung dünner Schichten lassen sich in physikalische (PVD<sup>5</sup>) und chemische (CVD<sup>6</sup>) Abscheideprozesse untergliedern.

Die zur Herstellung dünner Schichten vorwiegend eingesetzten PVD-Verfahren sind das Aufdampfen, Kathodenzerstäuben, Ionenstrahlputtern und die Laserablation (PLD<sup>7</sup>).

Ausgehend von den Randbedingungen im Rezipienten können CVD-Verfahren nach thermisch aktivierten, Plasma unterstützten (PECVD<sup>8</sup>) und Photonen aktivierten Prozessen unterschieden werden. Durch Variation der Abscheidparameter wie Plasmazusammensetzung, Substrattemperatur oder das Arbeitsvakuum können die Verfahren vielfältig für die industrielle Schichtherstellung eingesetzt werden [Wid96].

Neben der strikten Klassifizierung der Verfahren zur Schichtherstellung können auch Kombinationen von CVD- und PVD-Prozessen angewendet werden. Dies ist beispielsweise bei reaktiven PVD-Verfahren der Fall, bei denen neben der physikalischen Plasmaabscheidung auch chemische Reaktionen an der Bildung von Schichten beteiligt sind.

Da nicht alle Verfahren an dieser Stelle betrachtet werden können, beschränken sich die nachfolgenden Beschreibungen auf das PVD-Verfahren der Kathodenzerstäubung, das auch zur Herstellung der in dieser Arbeit verwendeten Schichten angewendet wurde.

#### Kathodenzerstäubung (Sputtering)

Durch den Beschuss von Festkörpern mit hochenergetischen Ionen in einem elektrischen Feld können Atome, Ionen oder Agglomerate emittiert werden. Dieser Vorgang wird als Kathodenzerstäubung bezeichnet. Stoßkaskaden der Ionen führen lokal zu einer partiellen Impulskehr, sodass Teilchen von der Oberfläche der Festkörper zerstäubt werden. Da dieser Prozess mit nahezu allen festen Beschichtungsmaterialien angewendet werden kann, findet er breite Anwendung in der Abscheidung dünner Schichten, besonders in der Mikroelektronik und Mikrosystemtechnik sowie der Oberflächenbehandlung von Verschleißteilen [Hol86, Sch90, Sch99].

---

<sup>5</sup> engl. Physical Vapor Deposition (physikalische Gasphasenabscheidung)

<sup>6</sup> engl. Chemical Vapor Deposition (chemische Gasphasenabscheidung)

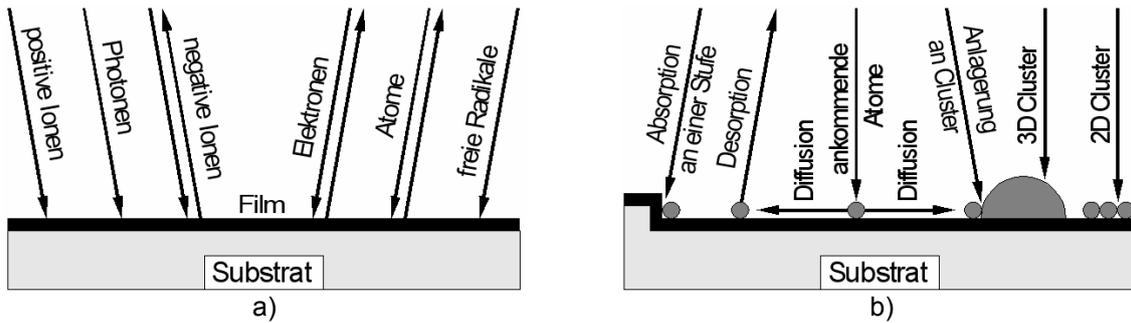
<sup>7</sup> engl. Pulsed Laser Deposition (Laserablation)

<sup>8</sup> engl. Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition

Bei der technischen Nutzung der Plasmazerstäubung wird in einem Vakuumrezipienten zwischen einer Kathode, dem Target, und einer Anode, dem Substrat, eine elektrische Spannung angelegt. Als Prozessgas wird bei der nichtreaktiven Abscheidung vorwiegend Argon, bei der reaktiven beispielsweise Argon-Sauerstoff als Prozessgasgemisch verwendet. Die Gasmoleküle werden durch Elektronenstöße ionisiert, durch das Spannunggefälle zwischen beiden Elektroden zur Kathode hin beschleunigt und treffen dort das Target mit genügend hoher Energie, um von der Oberfläche des Materials Teilchen zu zerstäuben. Diese Partikel kondensieren auf einem Substrat und bilden die Schicht. Durch Wechselwirkung können auf der Targetoberfläche aber auch Ionen reflektiert oder eingebettet, Photonen und Sekundärelektronen emittiert werden. In industriellen Anlagen zur Herstellung von Dünnschichten finden vorwiegend Magnetronkathoden Anwendung. Durch das Magnetron werden in einem zum elektrischen Feld transversalen Magnetfeld die Elektronen auf eine Spiralbahn gezwungen. Durch die längere Bahn der Elektronen im Plasma erhöht sich der Ionisierungsgrad und somit auch die Sputterrate. Das zur Zerstäubung erforderliche Plasma wird bei elektrisch leitenden Targetmaterialien durch Gleichspannung (DC), andernfalls mit Hochfrequenzwechselspannung (HF) erzeugt. Bei PVD-Beschichtungsanlagen, in denen an die Substrate eine HF- oder einer DC-Spannung angelegt werden kann, erhöht sich durch das anliegende negative Potenzial der Ionenfluss auf das Substrat und nimmt somit Einfluss auf den Schichtaufbau. Als gegenläufiger Effekt führt der höhere Ionenfluss zu einer zusätzlichen Erwärmung des Substrats. Dies hat zur Folge, dass bereits absorbierte Teilchen durch Ionenstöße wieder deabsorbieren können und so den Schichtaufbau mitbestimmen. Neben anderen Parametern ist es durch die Biasspannung möglich, die Eigenspannungen der aufwachsenden Schichten zu beeinflussen [Kie95].

### **Schichtbildung**

Abgesehen von der Zerstäubung des Targetmaterials durch Wechselwirkung mit ionisiertem Prozessgas, sind die Vorgänge der Schichtbildung auf der Substratoberfläche maßgebend für die aufwachsenden dünnen Schichten. Neben der Kondensation der vom Target ausgelösten Teilchen auf der Substratoberfläche können Partikel wieder desorbieren. Auch können Gasionen, Elektronen und Photonen auf das Wachstum der Schichten schädigend einwirken (Abbildung 2.16a). Die Absorption von Teilchen beispielsweise an Aufkantungen oder Atomagglomeraten bilden die Grundlage für das Schichtwachstum. Dabei sind die Energie der auftreffenden Teilchen und die Substrattemperatur entscheidend für Diffusionsprozesse an den Stellen der Oberfläche, die energetisch geeignete Anlagerungsmöglichkeiten darstellen (Abbildung 2.16b).



**Abbildung 2.16:** Mechanismen des Wachstums dünner Schichten auf der Substratoberfläche: a) Teilchenwechselwirkungen und b) Schichtwachstum auf der Substratoberfläche [Sch90]

Beim Auftreffen der Teilchen auf das Substrat wird deren Energie weitestgehend an die Substratoberfläche abgegeben. Danach beschränkt sich die Teilchenbewegung auf benachbarte Adsorptionsplätze, sofern die verbleibende Energie zur Überwindung der Potentialbarrieren des Oberflächenpotentials ausreicht. Dabei lassen sich die beiden Parameter Substrattemperatur  $T$  und Abscheiderate  $a_{rat}$  mit den Diffusionsstrecken  $x$  (in nm) korrelieren. Die Strecken, welche die abgeschiedenen Atome durch Diffusion durchschnittlich zurücklegen, können mit dem Diffusionskoeffizienten  $D$  und der Zeit  $t$  ermittelt werden [Can76]:

$$x = \sqrt{2Dt} \quad (2.45)$$

Für die Schichtbildung bei niedrigen Temperaturen überwiegt die Oberflächendiffusion, da deren Diffusionskoeffizienten um Größenordnungen über denen der Grenzflächen- und Volumendiffusion liegen. Die exponentielle Abhängigkeit des Diffusionskoeffizienten  $D$  von dem Quotienten der Aktivierungsenergie  $Q_d$  zum Produkt aus Temperatur  $T$  und Boltzmannkonstante  $k$  zeigt Gleichung 2.46:

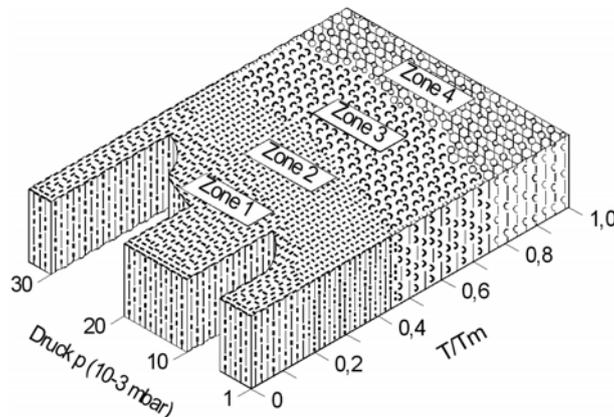
$$D \propto \exp\left(\frac{Q_d}{2kT}\right) \quad (2.46)$$

Für die Fall, dass die Aktivierungsenergie für die Oberflächendiffusion kleiner als die thermische Energie ist, kann sich das Absorbat frei auf der Substratoberfläche bewegen. Andernfalls findet die Bewegung der Adatome nur zwischen den jeweiligen Adsorptionsplätzen statt. Die Zeit  $t$ , in der adsorbierte Partikel die vorhandene Oberfläche mit Schichtmaterial bedecken, ergibt sich nach Gleichung 2.47 angenähert aus dem Quotienten des den Oberflächenbereich charakterisierenden Abstands von der Oberfläche  $a$  und der Abscheiderate  $a_{rat}$ :

$$t = \frac{a}{a_{rat}} \quad (2.47)$$

In metallischen Schichtsystemen ermöglichen Diffusionsstrecken von  $x > 100\text{nm}$  zweiphasige Gefüge, während sich für  $x < 10\text{nm}$  typischerweise amorphe Strukturen einstellen. Obwohl Diffusionswege im Nanometerbereich durch Wahl der entsprechenden Abscheideparameter erreichbar sind, kann nicht immer ein mehrphasiger Schichtaufbau realisiert werden.

Die Zusammenhänge zwischen Abscheidparameter und Mikrostruktur der Schichten sind anschaulich dargestellt in dem Strukturzonenmodell von Movchan und Demchishin [Mov69] in der modifizierten Form von Thornton [Tho74].



**Abbildung 2.17:** Modifiziertes Strukturzonenmodell nach Thornton. Bis zur 2. Zone findet ein feinkristalliner Schichtaufbau statt, der sich zur Zone 4 zu Kristalliten mit steigender Größe verschiebt [Tho74].

In diesem Modell lassen sich die entsprechenden Wachstumszonen identifizieren, die sich abhängig vom Verhältnis der Substrattemperatur  $T$  zur Schmelztemperatur  $T_m$  und dem Gasdruck  $p$  einstellen. Aus dem Modell ergibt sich, dass mit zunehmendem Verhältnis von  $T/T_m$  Volumendiffusion den entscheidenden Parameter für das Schichtwachstum darstellt, während das Wachstum bei niedrigen Temperaturen von unzureichender Diffusion an der Substratoberfläche und Abschattungseffekten determiniert ist. Neben der Volumendiffusion nimmt bei steigenden Temperaturen auch die Haftfestigkeit und die Schichtdichte zu. In den ersten beiden Modellzonen bestehen die Schichten aus feinkristallinem Gefüge mit entsprechend kleinen Korngrößen, das senkrecht zur Wachstumsrichtung orientiert ist. Beim Übergang zu höheren Zonen des Modells nimmt auch die Korngröße der Schichten zu. Dabei sinkt mit erhöhtem Arbeitsdruck, wegen der zunehmenden Kollisionswahrscheinlichkeit der Teilchen, auch die Energie der an der Schichtoberfläche auftreffenden Teile. Somit verschieben sich die Zonenübergänge entsprechend zu höheren Verhältnissen von  $T/T_m$ .

Zur Charakterisierung der Schichten ist ein weiterer zu betrachtender Parameter die Eigenspannung der Schichten, da die Schichteigenschaften von ihr entscheidend geprägt werden [Cho69]. Dabei entstehen die Eigenspannungen als intrinsische Spannungen  $\sigma_{int}$  während des Schichtwachstums und thermische Spannungen  $\sigma_{the}$  durch ungleiche thermische Ausdehnungskoeffizienten zwischen Schicht und Substrat. Formal lassen sich die Eigenspannungen folgendermaßen beschreiben:

$$\sigma = \sigma_{int} + \sigma_{the} \quad (2.48)$$

Insbesondere die Energie der Schicht aufbauenden Teilchen trägt bei der Entstehung intrinsischer Spannungen eine entscheidende Rolle. Dabei können diese Spannungen während des Schichtaufbaus durch die Wahl der Prozessparameter des Abscheidprozesses beeinflusst werden. Thermische Eigenspannungen entstehen während des sich an den Beschich-

tungsprozess oder einer nachfolgenden Glühphase mit der Temperatur  $T_h$  anschließenden Abkühlung auf Raumtemperatur  $T_r$ . Die Ursache sind unterschiedliche Ausdehnungskoeffizienten zwischen der abgeschiedenen Schicht  $\alpha_{sch}$  und dem Substrat  $\alpha_{sub}$ :

$$\sigma_{the} = (\alpha_{sch} - \alpha_{sub}) * (T_h - T_r) * E_{sch} \quad (2.49)$$

Dabei werden die thermischen Spannungen auch durch den E-Modul der abgeschiedenen Schichten  $E_{sch}$  beeinflusst.

## 2.4 Grundlagen der Fluidik

Zur Gestaltung von Mikrokanälen<sup>9</sup> ist es hilfreich, die auftretenden Strömungsverhältnisse durch geeignete Modellierung vorhersagen zu können. Um die Anzahl erforderlicher Tests zu reduzieren und die damit verbundene Entwicklungszeit einzusparen, können numerische Simulationen herangezogen werden. Voraussetzung für deren Einsatz ist die Berücksichtigung der im System vorherrschenden physikalischen Randbedingungen. Deshalb soll an dieser Stelle auf die Grundlagen eingegangen werden, die bei den in dieser Arbeit verwendeten FEM<sup>10</sup>-Simulationen als Basis dienen.

### 2.4.1 Dynamisches Verhalten von Fluidströmen

Für die dynamische Einschätzung des Fluidverhaltens werden in dieser Arbeit ideale Flüssigkeiten betrachtet, die inkompressibel und reibungsfrei sind. Somit ist der Druck an einem Fluidelement nach allen Richtungen gleich groß. Des Weiteren wird für Strömungen stationäres Verhalten unterstellt, wodurch Geschwindigkeit, Druck und Dichte ortsabhängig aber nicht zeitabhängig sind. Zusätzlich gelten folgende Definitionen: eine Stromlinie wird zu einem bestimmten Zeitpunkt an jeder Stelle von Geschwindigkeitsvektoren tangiert und ist somit bei stationären Flüssigkeiten eine ortsfeste Raumkurve. Außerdem ist sie mit der Bahnkurve eines einzelnen Teilchens identisch. Eine Stromröhre besteht aus einem Bündel von Stromlinien, das von einer geschlossenen Kurve umschlungen wird. Ein Stromfaden ist Teil der Stromröhre mit dem Querschnitt  $dA$ , bei dem der Druck  $p$  und die Strömungsgeschwindigkeit  $v$  konstant sind [Bei90]. Auf Grund der Kontinuitätsgleichung muss der Massestrom durch jeden Querschnitt für einen Stromfaden konstant sein (Gleichung 2.50).

$$d\dot{m} = \rho v dA = \rho_1 v_1 dA_1 = \rho_2 v_2 dA_2 \quad \left. \begin{array}{l} d\dot{m} : \text{Massestrom} \\ \rho : \text{Dichte} \\ v : \text{Strömungsgeschwindigkeit} \\ dA : \text{Teil des Stromfadens} \end{array} \right\} \quad (2.50)$$

Für inkompressible Fluide mit konstanter Dichte  $\rho$  gilt, dass der Volumenstrom konstant ist (Gleichung 2.51).

<sup>9</sup> Betrachtungen der Mikrokanäle gelten für Kanalweiten von 1µm bis 1000µm

<sup>10</sup> engl. Finite Element Methods

$$d\dot{V} = v dA = v_1 dA_1 = v_2 dA_2 \quad \left| \begin{array}{l} d\dot{V} : \text{Volumenstrom} \\ v : \text{Strömungsgeschwindigkeit} \\ dA : \text{Teil des Stromfadens} \end{array} \right. \quad (2.51)$$

Ist die mittlere Strömungsgeschwindigkeit über den Querschnitt  $A$  konstant, folgt aus den Gleichungen 2.50 und 2.51 für Stromröhren, dass auch der Masse- respektive Volumenstrom konstant ist.

## 2.4.2 Anwendung makroskopischer Methoden auf die Mikrofluidik

Für die Betrachtung von Strömungen in Strukturen mit Kapillarweiten zwischen  $1\mu\text{m}$  und  $1000\mu\text{m}$  ist zunächst die Anwendbarkeit der Grundgleichungen und Randbedingungen zu klären, wie sie aus der Kontinuumsmechanik für makroskopische Systeme bekannt sind. Dabei ist es erforderlich, zwischen Gasen und Flüssigkeiten zu unterscheiden [Gad99].

Für Gase lässt sich über die mittlere freie Weglänge ein Parameter definieren, der auf der Knudsenzahl basiert [Sch61]. Dabei bildet sich die Knudsenzahl ( $Kn$ ) aus dem Verhältnis zwischen mittlerer freier Weglänge und der Kapillarweite. Mit  $Kn \leq 10^{-3}$  gelten die aus der Kontinuumsmechanik bekannten Gleichungen. In einem Zwischenbereich von  $10^{-3} \leq Kn \leq 10^{-1}$  lässt sich die Kontinuumsmechanik anwenden, allerdings müssen die Randbedingungen modifiziert werden, wie es bei der Navier-Rutschbedingung geschieht [Sch61]. Da sich bei Raumtemperatur und Atmosphärendruck für Kapillarweiten von  $1\mu\text{m}$  eine Knudsenzahl von 0,065 ergibt, kann es in der Praxis vorkommen, dass die Kontinuumsmechanik zur Beschreibung des Gasverhaltens angepasst werden muss.

Weil die Molekülabstände in Flüssigkeiten um Größenordnungen kleiner sind als bei Gasen und es zu permanenten Wechselwirkungen zwischen den Molekülen kommt, kann die mittlere freie Weglänge nicht für die Gültigkeit der Kontinuumsmechanik herangezogen werden. Aus Versuchen lässt sich ableiten, dass Wasser bei Raumtemperatur und Atmosphärendruck bei einer Scherrate von  $\dot{\gamma}_S \geq 2,4 \cdot 10^{12} \text{s}^{-1}$  kein Newtonsches Verhalten aufweist. Als Grenze für die Gültigkeit der Navier-Rutschbedingung gilt unter denselben Bedingungen eine Scherrate von  $\dot{\gamma}_S \geq 1,2 \cdot 10^{11} \text{s}^{-1}$ . Empirisch lassen sich unter praktischen Bedingungen Scherraten von  $\dot{\gamma}_S > 10^6 \text{s}^{-1}$  kaum erreichen. Vor diesem Hintergrund lässt sich feststellen, dass auf Grund der Oberflächenspannung das Verhalten von Gasen in Mikrokapillaren bedingt und das von Flüssigkeiten ohne Einschränkung mit der Kontinuumsmechanik beschrieben werden kann [Loo89, Tho97].

Für das Fluidverhalten sind auf Oberflächen und Geometrien zurückzuführende Effekte von Bedeutung. Um zu klären, welche speziellen Randbedingungen Einfluss auf das Fluidverhalten nehmen und deshalb berücksichtigt werden müssen, ist eine nähere Analyse der auftretenden Dimensionen erforderlich. Dadurch wird es auch möglich, die Unterschiede im Vergleich zur Makroströmung zu verdeutlichen.

Typische Makroströmungen treten in Röhren oder Kanälen auf, deren innere Abmessungen bei Größenordnungen von einigen Zentimetern liegen. Dem gegenüber stehen Mikroströ-

mungen, die bei Kanalweiten von einigen Mikrometern oder Nanometern [Han06] auftreten. Im selben Verhältnis liegen die Längen bei Makroströmungen typischerweise bei einigen Metern, während sie bei Mikroströmungen in der Regel einige Zentimeter aufweisen. Dabei liegen die makroskopischen Strömungsgeschwindigkeiten bei Metern pro Sekunde. Im Gegensatz dazu treten in Mikrokanälen Strömungsgeschwindigkeiten von einigen Millimetern pro Sekunde auf. Auch wenn diese typischen Größenordnungen für Kanallängen ( $l$ ), Kanalweiten ( $d$ ) und Strömungsgeschwindigkeiten ( $v$ ) um einige Größenordnungen schwanken, behalten die im nachfolgenden Abschnitt festgehaltenen qualitativen Aussagen ihre Gültigkeit.

Basierend auf den beschriebenen Randbedingungen, die mit  $v$ ,  $l$  und  $d$  charakterisiert werden, können weitere Parameter abgeleitet werden, mit denen sich das Verhalten von Mikroströmungen abschätzen lässt. Zu diesen Parametern zählen der auftretende Druckabfall, die Kräfteverhältnisse, der Volumenstrom und der Massenstrom. Als Randbedingung bei den nachfolgenden Ausführungen wird stets angenommen, dass die Eigenschaften des betrachteten Fluids in mikroskopischen und makroskopischen Strömungen gleich sind beziehungsweise die gleiche Größenordnung aufweisen. Des Weiteren wird für die nachfolgende Betrachtung das Verhältnis der jeweiligen Parameter in Mikro- und Makroströmungen herangezogen.

Für den Druckabfall  $\Delta p$  in laminaren Strömungen gilt Gleichung 2.52, wonach die in Mikrokanälen auftretenden Druckabfälle höher sind als in makroskopischen Umgebungen.

$$\Delta p \propto \frac{v \cdot l}{d^2} \quad (2.52)$$

Der Volumen- und Massenstrom in den betrachteten Kanälen kann mit Gleichung 2.53 beschrieben werden. Damit wird deutlich, dass die in Mikrokanälen auftretenden Ströme deutlich geringer sind als in Makrokanälen.

$$\frac{dV}{dt} \propto v \cdot d^2 \quad \text{sowie} \quad \frac{dm}{dt} \propto v \cdot d^2 \quad (2.53)$$

Um eine Aussage über die auftretenden Kräfte treffen zu können, lassen sich die wirkenden Kräfteverhältnisse heranziehen. Dabei beschreibt die Reynoldszahl ( $Re$ ) das Verhältnis zwischen Trägheitskräften ( $F_T$ ) und Reibungskräften ( $F_R$ ):

$$Re = \frac{F_T}{F_R} \quad \text{mit} \quad Re \propto v \cdot d \quad (2.54)$$

Gleichung 2.54 veranschaulicht, dass die Reynoldszahl in mikroskopischen Kanälen deutlich abnimmt. Deshalb überwiegen in Mikrokanälen üblicherweise die Reibungskräfte. Auf Grund der sehr geringen Trägheitskräfte tritt in Mikrokanälen somit kein Übergang zu turbulenten Strömungen auf. Durch das im Vergleich zu Makrokanälen erheblich größere Oberfläche-Volumen-Verhältnis und dem damit gestiegenen Einfluss der Reibungskraft ist es auch für

weitere Kräfte sinnvoll, sie mit der Reibungskraft ins Verhältnis zu setzen. Die Stokeszahl ( $Sto$ ), die das Verhältnis von Druckkräften ( $F_D$ ) und Reibungskräften ( $F_R$ ) angibt (Gleichung 2.55), hat in mikroskopischen Kanälen etwa den Wert 1.

$$Sto = \frac{F_D}{F_R} \quad (2.55)$$

Die Froudezahl ( $Fr$ ) wird aus dem Verhältnis von Trägheitskraft ( $F_T$ ) und Schwerkraft ( $F_S$ ) bestimmt. Außerdem kann der Quotient aus Reynoldszahl und Froudezahl wie folgt ausgedrückt werden:

$$\begin{aligned} Fr &\propto \frac{F_T}{F_S} \\ \frac{Re}{Fr} &\propto \frac{d^2}{\nu} \end{aligned} \quad (2.56)$$

Damit wird deutlich, dass die Schwerkraft in mikroskopischen Kanälen einen erheblich geringeren Einfluss hat als in makroskopischen. Der Quotient aus Kapillarkräften, die synonym für Grenzflächenkräfte ( $F_G$ ) verwendet werden und Reibungskräften kann mit Hilfe der Weberzahl ( $We$ ) folgendermaßen ausgedrückt werden:

$$\begin{aligned} We &\propto \frac{F_T}{F_G} \\ \frac{Re}{We} &\propto \frac{1}{\nu} \end{aligned} \quad (2.57)$$

Somit haben Grenzflächenkräfte in Mikrokanälen eine deutlich höhere Bedeutung als in makroskopischen Strömungen. So treten bei einphasigen Strömungen nach anfänglicher Benetzung der Kapillaroberfläche keine Kapillarkräfte auf, da keine Fluid-Fluid-Grenzen vorhanden sind. Allerdings werden durch nichtisotherme Randbedingungen oder elektrische Felder an der Fluid-Wand-Grenzfläche wirkende Kräfte hervorgerufen. Dabei werden auch diese Einflüsse durch den Quotienten aus Reynoldszahl und Weberzahl berücksichtigt. Durch das im Vergleich zu makroskopischen Fluiden deutlich größere Oberflächen-Volumenverhältnis kommt Grenzflächenkräften in Mikrokanälen eine entsprechend höhere Bedeutung zu. Dasselbe gilt für Wärme- und Stoffübertragungen, da diese durch die große Übertragungsfläche erheblich effizienter ablaufen können als in Makrokanälen.

### Fluidmischung in Mikrokanälen

Bei vielen biologischen und verfahrenstechnischen Anwendungen ist es erforderlich, Fluidströme in Mikrokanälen zu mischen. Dabei lässt sich der Mischprozess in zwei Phasen unterteilen. Im ersten Schritt wird die Kontaktfläche zwischen den zu mischenden Fluiden erhöht und gleichzeitig die Dicke der Flüssigkeitslamellen minimiert. Anschließend kann die Mischung auf molekularer Ebene durch Diffusion stattfinden. Der Begriff „Kontaktfläche“ macht dabei deutlich, dass bei mischbaren Flüssigkeiten keine Grenzflächen auftreten.

Typischerweise hohe Trägheitskräfte mit entsprechend hohen Reynoldszahlen führen in Makrokanälen zu Instabilitäten in Fluidströmungen, welche zur Vergrößerung von Kontaktflächen und somit zur effizienten Durchmischung der Strömungen genutzt werden können. Niedrige Reynoldszahlen in mikroskopischen Kanälen führen zu laminaren Strömungen, wodurch eine Erhöhung der Kontaktfläche durch Turbulenzen nicht genutzt werden kann. Stattdessen werden Techniken wie Multilamination, also die Erzeugung mehrerer schmaler Fluidströmungen [Bla98, Wol03], serieller Segmentierung [Ngu06], oszillierende Seitenströmungen, durch Kanalgeometrien induzierte Sekundärströmungen oder Strömungsbeeinflussung mittels elektrischer Felder verwendet. Für eine nähere Betrachtung dieser Verfahren sei an dieser Stelle auf [Ehr00] verwiesen.

### **Betrachtung thermischer Vorgänge in Kapillaren**

Die nachfolgend aufgeführten Betrachtungen werden exemplarisch für den Wärmetransport in Mikrokanälen geführt. Diese können auf Grund ihrer Ähnlichkeit ebenso auf den Stofftransport übertragen werden.

Um einschätzen zu können, welche Aufheizspanne  $\Delta T$  ein Fluid beim Durchlauf durch ein Rohr oder Kanal braucht, dessen Wände eine höhere Temperatur aufweisen als das Fluid, kann die Gleichung 2.58 herangezogen werden.

$$\Delta T \propto \frac{l}{d * v} \quad (2.58)$$

Wegen des größeren Verhältnisses von der Kapillarlänge  $l$  zur Kapillarweite  $d$  wird deutlich, dass in mikroskopischen Kanälen die Aufheizrate typischerweise um Dimensionen größer ist als in makroskopischen. Um bei diesen hohen Aufheizraten einen effizienten Wärmetransport zu gewährleisten, muss sichergestellt sein, dass sich durch die schnelle Erwärmung des Fluids kein Wärmegleichgewicht einstellt. Hierzu ist in Mikrokanälen eine deutlich höhere Flussgeschwindigkeit zu realisieren. Allerdings erhöht sich mit der Strömungsgeschwindigkeit auch der Druckabfall in den Kanälen. Dabei bleiben die Aussagen zu den Trägheitskräften und zur Schwerkraft erhalten, während die Kapillarkräfte bei diesen Verhältnissen eine untergeordnete Rolle spielen.

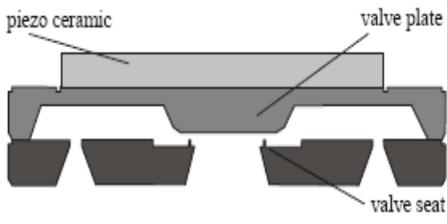
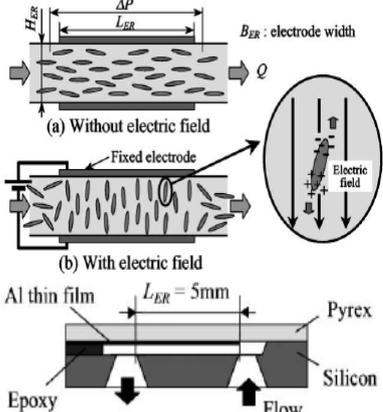
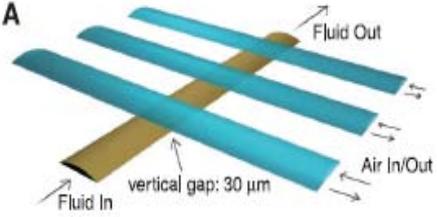
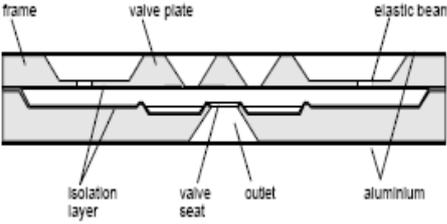
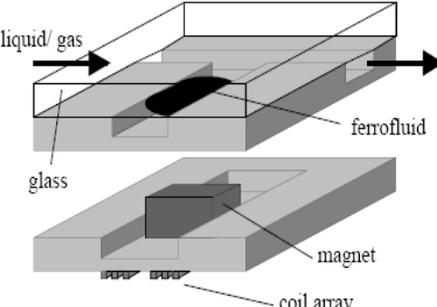
Zur Beschreibung des Wärmetransports lässt sich der Quotient aus diffusiver Wärmeleitung transportierter Wärme ( $q_{WL}$ ) und konvektiv transportierter Wärme ( $q_{kon}$ ) heranziehen:

$$\frac{q_{WL}}{q_{kon}} \propto \frac{1}{l * v} \quad (2.59)$$

Somit wird deutlich, dass die in Strömungsrichtung transportierte Wärme im mikroskopischen Kanälen eine höhere Bedeutung hat als in makroskopischen. Analog verhält es sich mit der axialen Wärmeleitung in der Kanalwand.

### **2.4.3 Steuerung von Fluidströmen in Mikrokanälen**

Für die Steuerung von Fluidströmen in Kapillaren sind Ventile erforderlich, die sich auf Mikrometermaßstab verkleinern lassen. Eine Übersicht von Konzepten mit der zugrunde liegenden Aktorik fasst Tabelle 2.2 zusammen.

Prinzipdarstellung	Aktorprinzip
	<p><b>Piezelektrisch</b> [Klu01]</p> <p>Piezelektrisch angeregte Kräfte führen zum Öffnen und Schließen des Ventils und steuern somit den Fluidstrom.</p> <p><i>Eigenschaft:</i> Die Auslenkung des Ventils ist beim piezoelektrischen Prinzip gering. Demgegenüber stehen das hohe Arbeitsvermögen und die günstige Skalierbarkeit dieser Ventile.</p>
	<p><b>Elektorrheologisch</b> [Yos02]</p> <p>Bei diesem Prinzip wird die Strömung durch ein elektro-rheologisches Fluid gesteuert, dessen Viskosität sich durch Anlegen einer Spannung an zwei das Element umschließende Elektroden verändert.</p> <p><i>Eigenschaft:</i> Die Umsetzung des Ventilprinzips ist mit einem hohen elektrischer Fluss durch das Fluid verbunden. Außerdem sind die erzielbare Auslenkung und der realisierbare Schließdruck gering.</p>
	<p><b>Pneumatisch</b> [Ung00, Tak01, Wan05]</p> <p>Bei pneumatisch angeregten Ventilen wird der erforderliche Druck entweder außerhalb des eigentlichen Moduls oder über thermische Elemente innerhalb der Steuerkanäle erzeugt und ins Innere des Bauteils geleitet. Durch den dortigen Druckaufbau werden die Kapillaren lokal verjüngt und der Fluidstrom gesteuert.</p> <p><i>Eigenschaft:</i> Die Ventildichte ist durch die aufwändige Kanalführung der Steuerleitungen beschränkt.</p>
	<p><b>Elektrostatistisch</b> [Sch01]</p> <p>Bei elektro-statischen Ventilen wird die erforderliche Auslenkung durch an zwei gegenüberliegenden Elektroden angelegte elektrische Spannung und den daraus resultierenden elektrostatischen Kräften erzeugt.</p> <p><i>Eigenschaft:</i> Das Prinzip erfordert hohe Spannungen und erzeugt geringe Auslenkungen bei großem Flächenbedarf. Demgegenüber stehen die Skalierbarkeit sowie die zur Mikroelektronik kompatible Prozessierbarkeit.</p>
	<p><b>Ferro-Fluid</b> [Per01]</p> <p>Ähnlich wie beim elektro-rheologischen Prinzip wird der Fluidstrom durch Änderung der Viskosität eines in die Kapillare eingebrachten Funktionselements gesteuert. Die Viskositätsänderung wird durch Anlegen eines magnetischen Feldes hervorgerufen.</p> <p><i>Eigenschaft:</i> Neben der Positionierung und Fixierung des Steuerelementes ist die individuelle Ansteuerung bei hoher Ventildichte nur bedingt realisierbar.</p>

**Tabelle 2.2:** Beschreibung von Ventilkonzepten zur Steuerung von Fluidströmen in Kapillaren.

Für die Realisierung von Ventilen in hochintegrierten Kapillarsystemen ist ein unabdingbares Kriterium, dass sie sich frei skalierbar herstellen lassen. Nur so ist gewährleistet, dass sich die flächeneffektive Nutzung des bei Mikrofluidiksystemen auftretenden günstigen Oberflächen-Volumen-Verhältnisses voll ausschöpfen lässt. Ein weiterer gewünschter Aspekt bei der Entwicklung von geregelten Mikrofluidiksystemen ist die individuelle Ansteuerbarkeit der einzelnen Ventile. Beide Kriterien lassen sich mit piezoelektrischen oder pneumatischen Konzepten prinzipiell realisieren. Da pneumatische Ventile von außen makroskopisch angesteuert werden, ist bei diesen Ventiltypen die erreichbare Integrationsdichte eingeschränkt und das damit verbundene Totvolumen entsprechend hoch. Zwar lassen sich die beiden eingangs erwähnten Kriterien mit piezoelektrischen Konzepten erfüllen. Allerdings erweist sich als Nachteil, dass die realisierbare Auslenkung piezoelektrischer Ventile eingeschränkt ist.

Ein Anforderungsprofil von in Kapillararrays integrierter Mikroventile mit hoher Integrationsdichte, erzielbaren Auslenkungen in der Größenordnung der Kapillarhöhe, individueller Ansteuerbarkeit, Energiedichten oberhalb  $1 \cdot 10^5 \text{ J/m}^3$ , sowie Schaltfrequenzen von bis zu 100Hz lässt sich bisher mit keinem der dargestellten Konzepte realisieren.

#### **2.4.4 Deckelung von Kapillarsystemen**

Für die Deckelung von Kapillarstrukturen in Silizium- oder Glassubstraten werden üblicherweise Verfahren angewendet, die sich in der Aufbau- und Verbindungstechnik bei der Prozessierung von Mikrosystemen bewährt haben. Ein Überblick dieser Verfahren zum Waferbonden ist in Tabelle 2.3 dargestellt.

<b>Methode</b>	<b>Material</b>	<b>Zwischen-schichten</b>	<b>Tempera-tur [°C]</b>	<b>Oberflächenbehand-lung</b>	<b>Selektives Bonden erreicht durch</b>
Anodisches Bonden	Glas-Si Si-Si Si-Metall/Glas	auf Pyrexglas abgeschiedenes Al, W, Ti, Cr	>250 > 300 300 - 500	Spannung 50-1000 V	Lithogra- phie, Ät- zen, Lift- Off
Silizium-Direktbon-den	Si-Si SiO <sub>2</sub> -SiO <sub>2</sub>	---	700 - 1000	Standard-Reinigung	Lithogra- phie, Ätzen
Glas-Frit-Bonden	Si-Si SiO <sub>2</sub> -SiO <sub>2</sub>	Na <sub>2</sub> O - SiO <sub>2</sub> und andere Sol-Gel- Materialien, Bor- Glas	400 - 600 > 450	Rotationsbeschich- tung, chemische Gasphasenabschei- dung, Dotierung	Siebdruck
Niedertem- peratur Sili- zium- Direktbon- den	Si-Si SiO <sub>2</sub> -SiO <sub>2</sub>	---	200 - 400	Plasmabehandlung, nasse Oberflächenak- tivierung (tauchen)	Lithogra- phie, Ät- zen, Lift- Off
Eutektisches Bonden	Si-Si	Au, Al	379, 580	Sputtern, Galvanisie- ren	Lift-Off, Ätzen
Schweiß- Bonden	Si-Si	Au, Pb-Sn	300	thermisches Ver- dampfen, Sputtern	Lift-Off, Ätzen
Adhäsives Bonden	Glas-Si Si-Si SiO <sub>2</sub> -Si <sub>2</sub> Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	Kleber, Fotolack	25 - 200	Rotationsbeschich- tung	Lithogra- phie

**Tabelle 2.3:** Vergleich typischer Verfahren zur Deckelung von Siliziumstrukturen nach [IMS06].

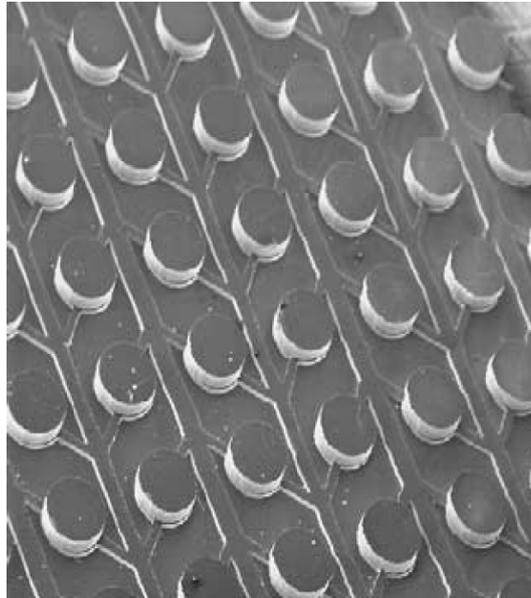
Allen aufgezeigten Verfahren des Waferbondens ist gemein, dass sie kovalente Si-O-Si- oder Si-Si-Bindungen über die Grenzfläche der Fügepartner ausbilden. Die Stärke der Adhäsion wird durch die spezifische Bondenergie beschrieben. Sie ist definiert als die Energie pro Fläche, die für das Trennen der Fügepartner aufgebracht werden muss.

Für die direkte Erzeugung kovalenter Siliziumverbindungen wie beim Silizium-Direktbonden werden hohe Temperaturen von 600°C bis 1000°C benötigt [Men97]. Bei anderen Verfahren werden Zwischenschichten aufgeschmolzen, die zur irreversiblen Verbindung der Siliziumfügepartner führen. Dadurch können die erforderlichen Prozesstemperaturen je nach Verfahren deutlich gesenkt werden (Tabelle 2.3).

Eine andere Möglichkeit zur Senkung der Temperaturen für das Erzeugen kovalenter Siliziumverbindungen ist das Bonden im Ultrahochvakuum. Dabei beträgt die maximale Temperaturbelastung während der Vorbehandlungen etwa 450°C [Goe95].

Zwei grundlegende Einschränkungen sind bei dem angesprochenen Verfahren zum Waferbonden zu berücksichtigen. Zum einen können bei Temperaturen oberhalb von 400°C Leiterbahnen von integrierten Schaltkreisen sowie Aktor- und Sensorelemente in ihrer Funktion

beeinflusst oder zerstört werden [Rez02]. Zum anderen sind Bondverfahren zum kovalenten und somit irreversiblen Verbinden der Fügepartner mit hohem apparativen Aufwand verbunden. Zur Vermeidung dieser Nachteile hat sich in der Mikroverfahrenstechnik als weiteres Verfahren das Deckeln softlithographisch strukturierter Elemente mit Glas- oder Siliziumsubstraten etabliert [Gri01,YuX03]. Abbildung 2.18 zeigt das Beispiel eines abgeformten und somit softlithographisch hergestellten Silikonelementes.



**Abbildung 2.18:** *Beispiel eines softlithographisch strukturierten Silikondeckels zur lösbaren Verbindung mit einem Glas- oder Siliziumsubstrat [YuX03].*

Beim Verbinden strukturierter Silikonelemente mit Glas- oder Siliziumsubstraten besteht die Möglichkeit, die Fügepartner durch Pressverbindungen oder Adhäsion unter Ausnutzung von van-der-Waals-Kräften reversibel miteinander zu verbinden. Dies hat den Vorteil, dass eines der Fügeelemente als Verschleißteil verwendet und nach Bedarf kostengünstig ausgetauscht werden kann.

### **3 Experimentelle Methoden**

Im nachfolgenden Kapitel werden die experimentellen Methoden vorgestellt, die in dieser Arbeit zur Herstellung, Strukturierung und Charakterisierung dünner Schichten angewendet wurden. Dabei kamen Standardverfahren zum Einsatz, die entsprechend den speziellen Anforderungen der jeweiligen Dünnschichten sowie deren geometrischer Struktur adaptiert und gegebenenfalls weiterentwickelt wurden.

#### **3.1 Schichtherstellung**

Die Abscheidung der Dünnschichten wurden mit einem PVD-Beschichtungsverfahren realisiert. Die dafür verwendete Anlage sowie die verwendeten Targetmaterialien werden nachfolgend vorgestellt. Außerdem wird auf die Wärmebehandlung eingegangen, die für die Behandlung der Aktorschicht erforderlich ist, damit diese den gewünschten Formgedächtniseffekt einstellt.

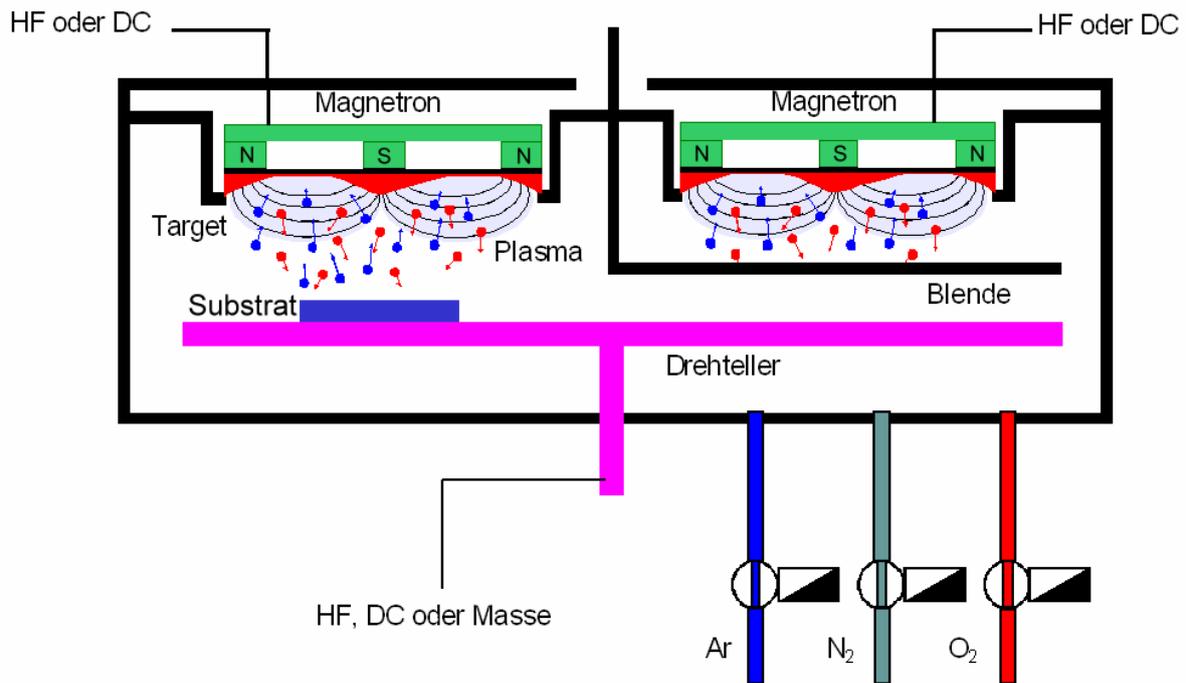
##### **3.1.1 Beschichtungsanlage**

Die Versuche zur Schichtherstellung wurden in einer Leybold-Heraeus Z550 Beschichtungsanlage durchgeführt (Abbildung 3.1).



**Abbildung 3.1:** *Abbildung der verwendeten Leybold-Heraeus Z550 PVD-Beschichtungsanlage mit deren Hauptbestandteilen.*

In der Anlage konnten bis zu vier Magnetron-Sputterkathoden eingesetzt werden, die entsprechend des abzuschneidenden Materials mit Gleich- oder Hochfrequenzwechselfspannung versorgt werden. Diese Spannungsversorgung wurde mit DC- und HF-Sendern der Firmen Elan und Hüttinger mit maximalen Leistungen von 1,0kW für Gleich- und 1,2kW für HF-Spannung realisiert. In Abbildung 3.2 ist die Prinzipskizze des Rezipienten der verwendeten Anlage dargestellt.



**Abbildung 3.2:** *Prinzipische Skizze des Rezipientenaufbaus der verwendeten PVD-Beschichtungsanlage.*

Für die Beschichtung wurden die verwendeten Substrate (Abschnitt 3.1.3) für 15min im Ultraschallbad mit Aceton gereinigt. Anschließend erfolgte die Positionierung der Substrate im Rezipienten und dessen Evakuierung bis zum Hochvakuum von  $2 \cdot 10^{-6}$  mbar. Als Prozessgas kam für alle in dieser Arbeit hergestellten Schichten Argon 6.0 zum Einsatz.

Zum Entfernen der Oxidationsschicht an der Targetoberfläche sind die Targets vor Beginn des Beschichtungsprozesses freigesputtert worden. Dies geschah bei vorgeschobener Blende mit einer Leistung von 500W und einem Arbeitsdruck von  $0,5 \cdot 10^{-3}$  mbar für 15min. Anschließend wurde das Substrat durch ein Ätzplasma bei gleich bleibendem Druck und einer Leistung von 500W für 10 Minuten gereinigt. Danach begann der Sputterprozess, nach dessen Ende die Proben in der Argonatmosphäre für etwa 30 Minuten abkühlten. Zur Minimierung der Durchmischungszone und Verringerung der Schichteigenspannungen wurde während der Schichtabscheidung keine Biasspannung verwendet.

### 3.1.2 Targetmaterialien

Als Targets standen zwei Typen von Magnetronkathoden der Firma Leybold-Heraeus mit 75mm und 150mm Kathodendurchmesser zur Verfügung. Die Targets sind mit Silberleitkleber an den wassergekühlten Kathoden befestigt worden.

Zur Abschätzung der Materialeigenschaften der abgeschiedenen Schichten wurden am Institut pulvermetallurgisch hergestellte Targets mit 75mm Durchmesser verwendet. Diese Targets sind in Tabelle 3.1 aufgeführt.

<b>Target</b>	<b>Durchmesser [mm]</b>	<b>Dicke [mm]</b>
Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	75	5
Ti <sub>55</sub> Ni <sub>30</sub> Cu <sub>15</sub>	75	5
Cu <sub>55</sub> Ni <sub>45</sub>	75	5

**Tabelle 3.1:** *Verwendete Targetmaterialien für die Abscheidung von Dünnschichten, die am Institut für Materialforschung pulvermetallurgisch hergestellt wurden.*

Abgeleitet von den Ergebnissen mit 75mm-Targets wurden für die homogene Beschichtung von 100mm-Siliziumwafer industriell hergestellte 152mm-Targets verwendet, die in Tabelle 3.2 aufgelistet sind.

<b>Target</b>	<b>Durchmesser [mm]</b>	<b>Dicke [mm]</b>
SiO <sub>2</sub>	152	3
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	152	3
Ti <sub>55</sub> Ni <sub>30</sub> Cu <sub>15</sub>	152	3
Al <sub>99</sub> Si <sub>0,5</sub> Cu <sub>0,5</sub>	152	3
Fe <sub>50</sub> Co <sub>50</sub>	152	3

**Tabelle 3.2:** *Verwendete Targetmaterialien für die Abscheidung von Dünnschichten, die industriell hergestellt wurden.*

### 3.1.3 Substratmaterialien

Als Substrat für die abgeschiedenen Schichten kam in den meisten Fällen Silizium in Form von Laser geschnittenen Balken oder 100mm-Si(100)-Wafern mit 1µm thermischem Oxid zum Einsatz. Zur Untersuchung der Formgedächtnisschichten wurde außerdem Mikroskopglas verwendet. Tabelle 3.3 gibt einen Überblick über die verwendeten Substrate und deren charakteristischen Materialeigenschaften.

<b>Substrat</b>	<b>E-Modul [GPa]</b>	<b>spez. Widerstand [<math>\Omega\text{m}</math>]</b>	<b>Dicke [<math>\mu\text{m}</math>]</b>	<b>Wärmeausdehn. [<math>10^{-6} \text{K}^{-1}</math>]</b>	<b>Lieferant</b>
Si (100)	169 (E <sub>&lt;110&gt;</sub> )	1-200*10 <sup>-3</sup> (c)	380	2,3 <sup>(a)</sup>	Sico
Si (100)/ 1µm Oxid	113 <sup>(b)</sup> (E <sub>&lt;110&gt;</sub> )	>100*10 <sup>3</sup> (c)	525	4,7 <sup>(b)</sup>	Crystec
Si (100)	63 <sup>(c)</sup>	>10 <sup>5</sup> (c)	140	3,3 <sup>(c)</sup>	diverse
Mikroskop- glas (SiO <sub>2</sub> )	65 - 75 <sup>(b)</sup>	10 <sup>16</sup> (b)	ca. 100	0,5 - 0,75 <sup>(b)</sup>	Goodfellow
Polyimid (Kapton)	2,5 <sup>(b)</sup>	10 <sup>16</sup> (b)	125	30-60 <sup>(b)</sup>	Goodfellow

**Tabelle 3.3:** *Verwendete Substrate und deren charakteristische Materialeigenschaften.*  
a) [Ger97], b) [Goo96], c) Herstellerangaben

Zur Charakterisierung der Materialeigenschaften wurden abhängig vom verwendeten Verfahren Substrate mit den folgenden Abmessungen eingesetzt:

- 10 x 10 mm<sup>2</sup> (100-Si): Röntgenbeugung, Mikrosonde
- 20 x 2 mm<sup>2</sup> (100-Si): Eigenspannungen
- 20 x 20 mm<sup>2</sup> (Mikroskopglas): kalorimetrische Messungen

Die Siliziumwafer wurden mit einem Nd:YAG-Laser auf die erforderlichen Abmessungen zugeschnitten, während die Glassubstrate mit einer Reißnadel vorgezeichnet und gebrochen wurden.

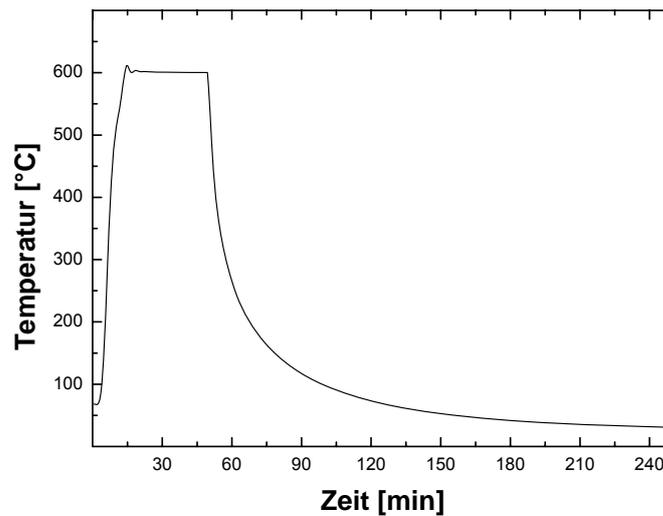
### **3.1.4 Wärmebehandlung**

Zur Einstellung des erforderlichen Formgedächtniseffektes wurden die Schichtsysteme im Vakuumofen in Argonatmosphäre wärmebehandelt. Dies geschah für kleinere Proben in einem Quarzrohrföfen [Win00] und für komplette Wafer in einem Rapid-Annealing-Ofen der Firma CreaTec. Der Aufbau des Rapid-Annealing-Ofens ist in Abbildung 3.3 dargestellt.



**Abbildung 3.3:** Aufbau des verwendeten Temperofens mit dessen Hauptbestandteilen.

Nach Einlegen des Substrats in die Ladekammer wurde es mit einem Transfersystem durch das Plattenventil in die Heizkammer übergeben. Dabei verfügten die beiden Kammern über separate Pumpenstände, um ein Vakuum bis  $10^{-8}$  mbar zu realisieren. Die erforderliche Heizstrahlung wurde durch zwölf Halogenstrahler mit insgesamt 14,4kW Leistung erzeugt, die über einen Regler der Firma Eurotherm kontrolliert wurde. Die Bestimmung der Temperatur geschah mit einem unter den Halogenstrahlern positionierten Ni-CrNi-Thermoelement und einem Pyrometer der Firma Mauerer. Bis zu einer Temperatur von  $250^{\circ}\text{C}$  konnte die Messung an der Unterseite der Proben mit dem Thermoelement durchgeführt werden, höhere Temperaturen wurden mit dem Pyrometer bestimmt. Zur Einschätzung der bei schnellen Aufheizzeiten von bis zu  $100^{\circ}\text{C}/\text{min}$  am Substrathalter wirkenden Temperatur wurden mit einem zusätzlichen Thermoelement Eichkurven ermittelt. Der Verlauf des verwendeten Temperaturprofils ist in Abbildung 3.4 dargestellt.



**Abbildung 3.4:** Zeitlicher Verlauf der Aufheiz- und Abkühlphasen des verwendeten Temperofens.

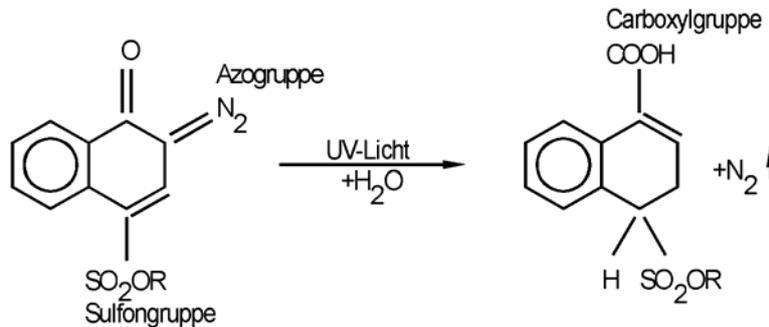
Für die durchgeführten Wärmebehandlungen wurde die Heizkammer mit den Substraten vor Beginn des Temperprozesses bis zum Hochvakuum von  $<1 \cdot 10^{-6}$  mbar evakuiert. Der Temperprozess wurde für 60 min zwischen 530°C und 600°C in Argon 6.0-Atmosphäre durchgeführt.

## 3.2 Schichtstrukturierung

Nachfolgend werden die Verfahren vorgestellt, die für die Herstellung der notwendigen Oberflächenstrukturen der Schichten und Substrate verwendet wurden.

### 3.2.1 Lackprozesse und Lithografie

Mit der Fotolithografie lässt sich eine in Lack vorgegebene Struktur auf eine Metall- oder Isolationsschicht übertragen. Die organischen Verbindungen der fotolithografischen Lacke können durch Licht, Elektronen oder andere Strahlungsarten belichtet werden. Vorwiegend werden Diazolacke positiv belichtet. Dabei werden die belichteten Stellen während der Entwicklung gelöst. Diazolacke beinhalten die Azogruppe, deren zwei Stickstoffatome über eine Doppelbindung miteinander verbunden sind ( $-N=N-$ ) und die einseitig einen Kohlenwasserstoffrest gebunden hält. Dieser Rest ist im einfachsten Fall ein Benzolring mit einem fehlenden Wasserstoffatom oder ein Molekül aus zwei kondensierten Benzolringen (Naphthalin-Doppelring) [Bey84]. Durch Austausch einer C-H Verbindung im Diazoring durch die Carbonylgruppe  $=C=O>$  wird bei Lichteinwirkung  $N_2$  freigesetzt und die zyklische Struktur der  $C_6$ -Anordnung in eine  $C_5$ -Anordnung umgestaltet. Zusammen mit der Gruppe  $=C=O>$  geht das sechste C-Atom eine Verbindung  $=C=C=O>$  ein, die unter Zugabe von  $H_2O$  die Carbonylgruppe  $-COOH$  bildet. Die Anlagerung des verbleibenden H-Atoms erfolgt an die Sulfongruppe  $-SO_2-$ . Dieser Vorgang ist in Abbildung 3.5 dargestellt [Dol94].



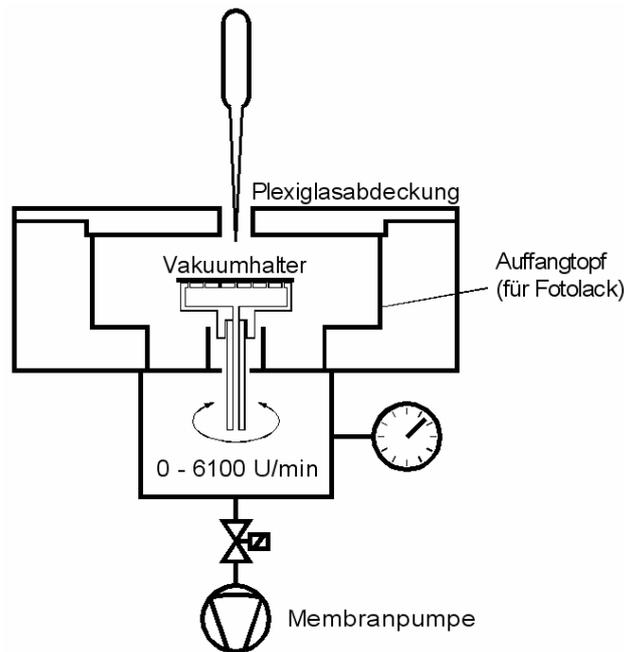
**Abbildung 3.5:** Darstellung der chemische Reaktion eines Diazolacks bei Bestrahlung mit UV-Licht (R: Kohlenwasserstoffrest).

Die Moleküle des Fotolacks werden an den belichteten Stellen polarisiert, sodass der Lack hydrophil wird und im wasserhaltigen Entwickler gelöst werden kann. Die unbelichteten Bereiche bleiben hydrophob und somit für den Entwickler unlöslich. In Aceton hingegen sind sowohl belichtete als auch unbelichtete Lacke löslich.

Eine weitere Variante zur Strukturierung dünner Schichten stellt Negativlack dar, bei dem nach der Entwicklung die belichteten Bereiche als Struktur erhalten bleiben. Da die meisten dieser Lacke giftige Lösungsmittel enthalten, werden Lacke mit Bildumkehrprozess bevorzugt, die wie positiv belichtete Diazolacke reagieren [Bol86, Reu89, Buh89]. Solche bezüglich ihres pH-Wertes sauren Lacke werden durch die Bindung eines H-Atoms an die Sulfongruppe gebildet. Sie aktivieren bei ca. 120°C einen Vernetzer, der die Polymerisation der fotoempfindlichen Moleküle im Kresolharz veranlasst und somit das Harz für den Entwickler unlöslich wird. Um die bisher unbelichteten Teile des Lacks wieder entwickeln zu können, werden diese einer vollflächigen UV-Flutbelichtung unterzogen. Für ein negatives Abbild der Maskenstruktur bleiben die zunächst belichteten und dann polymerisierten Bereiche erhalten, während die anfangs unbelichteten Bereiche aufgelöst werden.

An Substraten in Rechteckform kommt es beim Belacken an den Ecken zu Lackwulsten, die eine Kontaktbelichtung mit der Maske stören. Wird der Belichtungsvorgang durch diese Wulste behindert, besteht die Möglichkeit sie durch eine separate Randbelichtung zu entfernen.

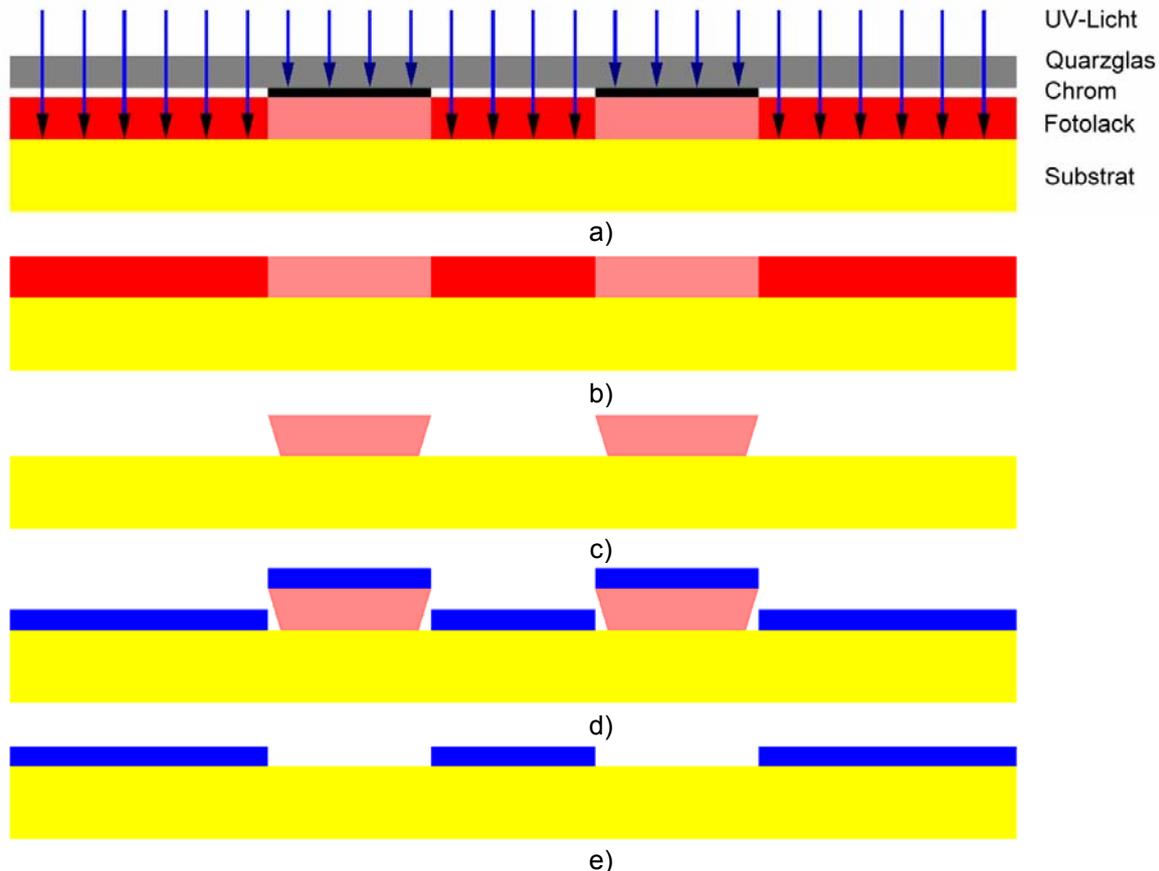
Für die fotolithografischen Prozesse, die in dieser Arbeit angewendet worden sind, erfolgte das Aufbringen der Lacke mit einer Lackschleuder (Spincoater), der in Abbildung 3.6 schematisch dargestellt ist. Verwendet wurden dabei der Positiv-Photoresist ma-P1225, der Entwickler ma-D331 sowie der Primer von der Firma micro resist technology.



**Abbildung 3.6:** *Prinzipskizze des verwendeten Spincoaters.*

Der auf einem Vakuumhalter fixierte Wafer wird in der Regel mit mehreren 1000U/ min rotiert, um durch die Öffnung der Abdeckung aufgetragenen Fotolack gleichmäßig auf der Waferoberfläche zu verteilen. Zur Haftverbesserung der Lacke wurde bei 5000U/ min ein Primer dispensiert, um der Substratoberfläche die Feuchtigkeit zu entziehen. Im Anschluss folgte mit einer Pipette der blasenfreie Auftrag des Fotolacks auf den Wafer, der durch Ansaugen mit einer Vakuumpumpe fixiert war. Die erforderliche Lackdicke auf der Waferoberfläche konnte in Abhängigkeit von der Viskosität des Fotolackes über die Drehzahl des Vakuumhalters eingestellt werden. Um im Versuch eine gleichmäßige Verteilung des Lackes zu erreichen, wurde die Drehzahl 30s lang bei 2500U/ min gehalten und anschließend plötzlich abgebremst. Es folgte der Trockenvorgang von 90s bei 100°C auf einer Bakeplate, gefolgt von der Belichtung und Entwicklung des Lackes.

Zum Strippen des Fotolacks nach der Strukturierung wurden die Substrate für 60s im Ultraschallbad mit Aceton gereinigt. Eine schematische Ablaufdarstellung des angewendeten Lift-off-Prozesses zeigt Abbildung 3.7.



**Abbildung 3.7:** *Prinzipdarstellung des Lift-off-Prozesses. a) Belichten des Fotolacks. b) Aushärten des Fotolacks. c) Entwickeln des Fotolacks. d) Schichtabscheidung. e) Ablösen des Fotolacks.*

Nachdem der Wafer mit Fotolack beschichtet wurde, wird er mit einer Quarzglasmaske abgedeckt und die nicht bedeckten Fotolackteile mit UV-Strahlung belichtet (Abbildung 3.7a). Nach dem Aushärten des Fotolacks (Abbildung 3.7b) wird dieser entwickelt und dabei die belichteten Teile des Lacks abgelöst (Abbildung 3.7c). Nach dem Beschichten der kompletten Substratoberfläche (Abbildung 3.7d) wird der noch vorhandene Fotolack mit der abgeschiedenen Dünnschicht durch Reinigen im Acetonbad entfernt (Abbildung 3.7e).

Weitere in dieser Arbeit angewendete Prozesse, die auch unter dem Begriff des Bulk Micromachining zusammengefasst werden [Zia03], stellen Verfahren zur Strukturierung von Substraten und Funktionsschichten dar. Von großer Bedeutung sind physikalische Ätzverfahren, die in den Abschnitten 3.2.2 bis 3.2.4 näher erläutert werden. Der Ablauf dieses Ätzprozesses wird in Abschnitt 4.8.4 näher beschrieben.

### 3.2.2 Reaktives Ionenätzen (RIE<sup>11</sup>)

Im Gegensatz zu den materialelektiven chemischen Ätzverfahren, die überwiegend isotrop ätzen und zur Unterätzung der Ätzmaske neigen, verhalten sich physikalische Plasmaätzverfahren beim Materialabtrag stärker anisotrop. Zwar liegen die Ätzraten bei Trockenätzverfahren

<sup>11</sup> engl. Reactive Ion Etching

ren in der Regel unterhalb derer von nasschemischen Ätzverfahren, dafür ist die Maßhaltigkeit beim Übertragen der Maskenstruktur höher und gleichmäßiger [Men97].

Bei physikalischen Ätzverfahren wird die zu ätzende Materialoberfläche mit gerichteten Ionen beschossen, die aus der Oberfläche Materialteile mechanisch herausschlagen.

Als Beispiel für die in dieser Arbeit verwendeten physikalischen Trockenätzverfahren wird nachfolgend das reaktive Ionenätzen und das Ionenstrahlätzen (Abschnitt 3.2.3) beschrieben.

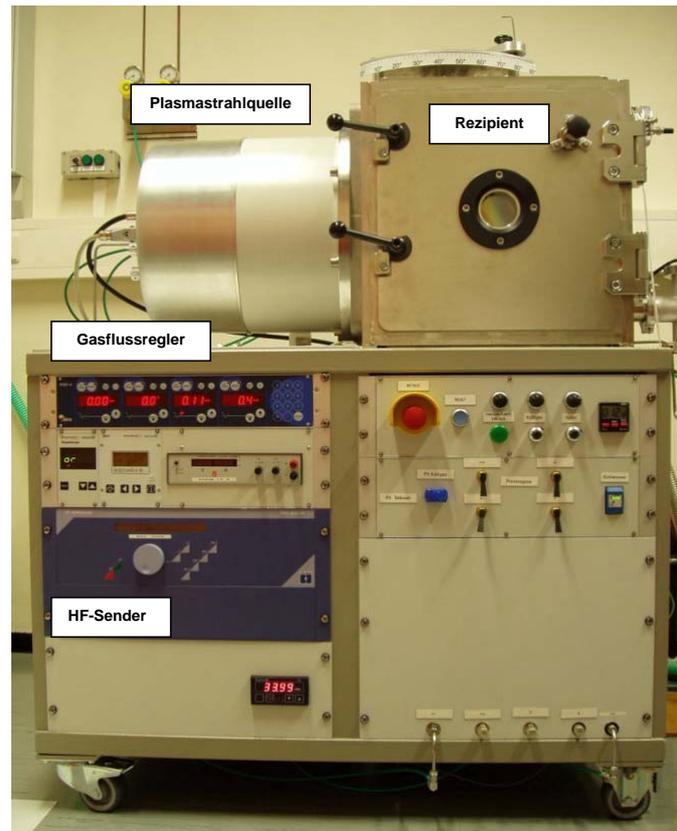
Reaktives Ionenätzen ist eine Kombination aus physikalischem Plasmaätzen und chemischem Ätzen. Dabei werden im Plasma Elektronen mit hoher Energie erzeugt. Diese trennen chemische Bindungen, bewirken die Anregung von Molekülen oder deren Ionisation und lösen diese aus dem Materialverbund. Durch die Doppelwirkung des Plasmas und des reaktiven Prozessgases, häufig  $\text{SF}_6$  oder  $\text{CHF}_3$ , finden die chemischen Reaktionen zwischen Substrat und Prozessgas nahe der Raumtemperatur statt, während andernfalls deutlich höhere Reaktionstemperaturen erforderlich wären [Dow81, Vos79]. Trotz des isotropen Ätzverhaltens des chemisch aktiven Prozessgases handelt es sich beim reaktiven Ionenätzen um ein anisotropes Ätzverfahren, weil der anisotrope Anteil des physikalischen Ionenbeschusses überwiegt. Durch Anpassung der Prozessparameter wie Prozesstemperatur, Elektrodenabstand, Zusammensetzung und Durchflussrate des Prozessgases oder Potenzialanlegung am Substrat kann der Ätzprozess variiert werden. Geräteseitig muss bei reaktiven Trockenätzverfahren sichergestellt sein, dass die verwendeten Vakuumpumpen gegen die abgesaugten Reaktionsprodukte resistent sind.

Für diese Arbeit wurden (100)-Siliziumwafer mit  $1\mu\text{m}$  thermischem Oxid geätzt. Dabei wurde eine Prozessgasmischung von 50sccm  $\text{CHF}_3$  und 2,5sccm  $\text{O}_2$  verwendet. Der Arbeitsdruck betrug 0,8Pa bei einer Leistung von 45W. Mit diesen Parametern wurden Ätzraten von etwa  $0,8\mu\text{m/h}$  erzielt.

Da es beim Ätzen der verwendeten Funktionsdünnschichten zu Ablagerungen von Ätzrückständen auf dem Substrat kam, wurde reaktives Ionenätzen für diese Schichten nicht weiter betrachtet.

### **3.2.3 Plasmastrahlätzen**

Beim Plasmastrahlätzen wird die Substratoberfläche mit inerten Edelgasionen aus einer Ionenquelle gezielt beschossen, wodurch Partikel aus der zu ätzenden Schicht herausgelöst werden. Der Verlauf des Ätzprozesses ist über die Fläche nahezu homogen und durch Redeposition werden auf der zu ätzenden Probe nur geringe Verunreinigungen hinterlassen. Weitere Vorzüge sind die hohe Anisotropie und genaue Übertragung der Konturen der Lackmaske in die Struktur sowie die auch bei größerem Aspektverhältnis von Strukturhöhe zu Strukturbreite realisierbare hohe Ätzselektivität zwischen Maske und Substrat. Mit einem zum Plasmastrahl drehbaren Substrathalter können die Seitenwände an Strukturen abgescrängt werden. Die durch Ionenbeschuss verursachte Aufheizung lässt sich über die Kühlung des Substrathalters kompensieren.



**Abbildung 3.8:** *Verwendete Plasmastrahlätzanlage zur mikromechanischen Schichtstrukturierung mit deren Hauptkomponenten.*

Über eine Gasregleinrichtung wird die Ionenquelle mit Argongas 5.0 versorgt und der Arbeitsdruck im Rezipienten eingestellt.

Die in dieser Arbeit durchgeführten Ätzprozesse fanden bei einem Arbeitsdruck im Rezipienten von etwa  $3 \cdot 10^{-4}$  mbar und bei einer elektrischen Leistung von 750W statt. Dabei betrug der Argonfluss des Prozessgases 2,6 sccm. Der Substrathalter hatte einen Winkel zum Plasmastrahl von  $30^\circ$ . Mit diesen Prozessparametern wurden materialabhängige Ätzraten von üblicherweise 200nm pro Stunde erreicht. Strukturiert wurden sowohl metallische Fe-Co-, Ti-Ni-Cu- und Al-Si-Cu-Schichten als auch nichtmetallische Si-O-Dünnschichten.

### 3.2.4 Nasschemische Ätzverfahren

Die grundlegende Anforderung an chemischen Ätzprozessen ist, dass sie eine hohe Selektivität zwischen unterschiedlichen Materialien aufweisen. Durch chemische Reaktionen verursachte Blasenbildung sollte beim Ätzen verhindert werden. Wenn erforderlich, ist der Ätzvorgang mittels Ultraschall zu beschleunigen. Die beim Ätzvorgang durch chemische Reaktion erzeugten Produkte dürfen nicht ausfallen, sondern müssen im Ätzmittel gut löslich sein. Wird das Ätzverfahren nicht zeitlich gesteuert, sollte durch Ionenimplantation ein Ätzstopp eingebracht werden oder eine separate Materialschicht als Begrenzung des Ätzvorgangs vorhanden sein.

Unabhängig vom Ätzverfahren wurden alle in der Arbeit verwendeten Substrate für 15min im Ultraschallbad mit Aceton gereinigt. Im Anschluss an den Ätzprozess wurden die Substrate

zwei Mal für 3min in deionisiertem Wasser neutralisiert und zum rückstandslosen Trocknen der Oberfläche mit Stickstoff trocken geblasen.

### **Nasschemisches Ätzen von Siliziumoxid (SiO<sub>2</sub>)**

Chemisch reagiert SiO<sub>2</sub> sehr gut mit Flusssäure<sup>12</sup> (HF<sub>aq</sub>), wie in der chemischen Gleichung 3.1 dargestellt ist.

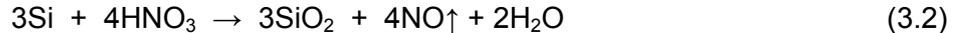


Zur Aufrechterhaltung einer über den Ätzprozess konstanten Ätzrate kann Flusssäure mit Ammoniumfluorid (NH<sub>4</sub>F) gepuffert werden.

Zum Entfernen der 1µm dicken thermischen Oxidschicht der in dieser Arbeit verwendeten Wafer wurde eine Ätzlösung angesetzt, bei der 880g NH<sub>4</sub>F und 400ml HF (40%) in 1760ml deionisiertem Wasser gelöst waren. Die Ätzzeit bis zum Erreichen des unter der Oxidschicht liegenden Siliziumätzstopps betrug 15min.

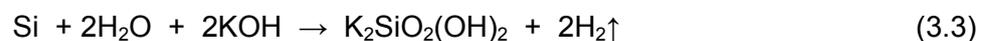
### **Nasschemisches Ätzen von Silizium**

Zum isotropen Ätzen von reinem Silizium kann ein Gemisch aus Flusssäure (HF) und Salpetersäure (HNO<sub>3</sub>) verwendet werden, die das Silizium zu Siliziumdioxid (SiO<sub>2</sub>) oxidiert [Köh99].



In einem zweiten Ätzprozess kann die SiO<sub>2</sub>-Schicht entfernt werden, indem es wie in Gleichung 3.1 beschrieben zu H<sub>2</sub>SiF<sub>6</sub> reagiert.

Auf Grund der einkristallinen Gitterstruktur kann Silizium mit Kalilauge (KOH) anisotrop geätzt werden [Hil99, Ang83, But91]. Entsprechend der geringeren Atomdichte und Bindungszahlen werden die (100)-Ebenen etwa 6mal schneller abgetragen als (110)-Kristallebenen. Das Anisotropieverhältnis von R<sub>(100)</sub> zu R<sub>(111)</sub> beträgt beim KOH-Ätzen etwa 400:1 [Pet82, Rei79, Bas78]. Der chemische Vorgang ist in Gleichung 3.3 dargestellt.



Bei der nasschemischen Siliziumstrukturierung wurde in dieser Arbeit eine Ätzlösung verwendet, für die 501g KOH in 1074ml deionisiertem Wasser gelöst waren. Der pH-Wert der Lösung lag bei etwa 13. Der Ätzprozess verlief bei 73°C mit Ätzraten von 48µm pro Stunde und erzielte arithmetische Mittenrauwerte R<sub>a</sub> von 200nm.

Um die in dieser Arbeit verwendeten Siliziumstrukturen zu erzeugen, waren Ätztiefen von 200µm mit Ätzzeiten von 4,5 Stunden erforderlich. Proben wurden zum Neutralisieren nach dem Ätzen 3 Mal mit deionisiertem Wasser gespült und für jeweils 5 Minuten im Ultraschallbad gereinigt.

---

<sup>12</sup> HF<sub>aq</sub>: Fluor-Wasserstoff in Wasser (aq) gelöst

### **Nasschemisches Ätzen von Fe<sub>50</sub>Co<sub>50</sub>-Schichten**

In dieser Arbeit wurden etwa 0,5µm dicke Fe-Co-Opferschichten verwendet, um die freitragenden Teile des Biegebalkens zu erzeugen. Zum Ätzen der im Sandwich vorliegenden Opferschichten wurden die beschichteten Substrate in eine Ätzlösung getaucht, die aus 4,5ml HNO<sub>3</sub> und 2000ml deionisiertem Wasser bestand. Da die Opferschichten nur lateral geätzt werden konnten, waren zum Entfernen der Schichten Ätzzeiten von etwa 12 Stunden bei Raumtemperatur erforderlich. Damit ergaben sich laterale Ätzraten von etwa 0,04µm pro Stunde.

## **3.3 Schichtcharakterisierung**

In den nachfolgenden Abschnitten werden die Verfahren erläutert, die zur Charakterisierung der Schichteigenschaften in dieser Arbeit verwendet wurden.

### **3.3.1 Kalorimetrische Bestimmung der Übergangstemperaturen**

Erkenntnisse zur Charakterisierung von Ti-Ni-Formgedächtnislegierungen mit deren Umwandlungstemperaturbereichen vom martensitischen zum austenitischen Gefüge und des dazu gehörigen Hysteresebereiches wurden mittels Wärmestrommessung bei gleich bleibender Wärmezufuhr oder Wärmeabfuhr durchgeführt. Durch kalorimetrische Messungen ließen sich aus dem Wärmestrom die Temperaturen der Phasenumwandlung der untersuchten Schichten ableiten. Die in den Versuchen vom Substrat abgetrennten, freitragenden Schichten mit einem Gewicht von etwa 2mg wurden im Tiegel fixiert und im Temperaturbereich von -20°C bis 80°C gemessen. Die Auswertung der Ergebnisse erfolgte mit der gerätspezifischen Software. Zur Durchführung der Messungen stand das Gerät DSC 204 der Firma Netzsch zur Verfügung.

### **3.3.2 Schichtdicken- und Eigenspannungsbestimmung**

Aus dem Höhenunterschied zwischen unbeschichteten und beschichteten Teilen eines Substrats kann die Schichtdicke ermittelt werden. Zur Herstellung dieser Stufe wurde während der Beschichtung ein Teil des Substrats zur Schichtdickenbestimmung mit Kaptonband abgedeckt. Mit einem Profilometer P-10 der Firma Tencor erfolgte die Abtastung der Stufe zwischen dem unbeschichteten und einem beschichteten Teil des Substrats. Aus der so erfassten Differenz beider Niveaus konnte mit dem Auswertprogramm des Profilometers die Schichtdicke ermittelt werden. Bei Schichtdicken bis 0,1µm beträgt die Messgenauigkeit etwa 10%, für dickere Schichten liegt der Fehler systembedingt zwischen 2% und 5%. Bis zu 10% kann der Messfehler auch für größere Schichtdicken ausmachen, wenn die Schichten unter hohen Eigenspannungen stehen.

Durch die in den aufgebrachtten Schichten vorhandenen Eigenspannungen werden die Substrate verformt. Die Charakteristik dieser Verformung wurde ebenfalls mit einem Profilometer an beschichteten Silizium (100)-Substraten mit den Abmessungen 20mm x 2mm und einer

Dicke von 180µm gemessen. Die Berechnung der Schichteigenspannungen zeigt Gleichung 3.4 nach Jaccodine [Jac66].

$$\sigma_{sch} = \frac{E_{sub}}{1-\nu_{sub}} \frac{4d_{sub}^2 h_{sub}}{3d_{sch} l_{sca}^2} \quad (3.4)$$

Die Eigenspannung  $\sigma_{sch}$  errechnet sich aus dem Elastizitätsmodul  $E_{sub}$  des Siliziumsubstrates von 98GPa sowie der Poissonzahl  $\nu_{sub}$  des Substrates von 0,45 und dessen Dicke  $d_{sub}$  mit 180µm. Zusammen mit der Dicke  $d_{sch}$  des etwa 6µm hohen Schichtverbundes, der auf 9mm Messlänge mit etwa 3µm bestimmten Auslenkung  $h_{sub}$  und der Bogenlänge  $l_{sca}$  von etwa 0,5mm bis 2,0mm wurde die Eigenspannung des Schichtverbundes bestimmt.

### 3.3.3 Röntgendiffraktometrie zur Phasenanalyse (XRD<sup>13</sup>)

Mit der Röntgendiffraktometrie in der Bragg-Brentano-Anordnung können in kristallinen Materialien die Phasenzusammensetzungen, Gitterkonstanten und der kristalline Charakter untersucht werden. In kristallinen Schichten lassen sich die Atome Netzebenen zuordnen, die den Netzebenenabstand  $d_{hkl}$  haben. Nach Bragg-Brentano treffen Röntgenstrahlen mit der Wellenlänge  $\lambda$  auf die Atome der Netzebenen und werden an diesen gebeugt. Die Lage, Anzahl und Intensität der sich bei den reflektierten Strahlen ergebenden Interferenzmaxima werden registriert und zur Auswertung mit den Daten in der ASTM-Kartei verglichen [Int95]. Die Braggsche Gleichung [Göp94] beschreibt diesen Zusammenhang bei Röntgeneinstrahlung mit der Wellenlänge  $\lambda$  und der Interferenzmaxima der reflektierten Strahlen an den Netzebenen mit dem Abstand  $d_{hkl}$ .

$$\frac{\lambda}{2d} = \sin(\theta) \quad (3.5)$$

Die Untersuchungen an den beschichteten Substraten wurden mit einem Röntgendiffraktometer nach Bragg-Brentano ( $\theta$ - $2\theta$ ) vom Typ PAD 2 der Firma Seifert durchgeführt. Als Primärstrahlung diente durch Nickelfilter geleitete Cu-K $_{\alpha}$ -Strahlung mit der Wellenlänge  $\lambda_{Cu} = 0,1540\text{nm}$ . In allen Versuchen wurden die Messungen im Winkelbereich  $2\theta$  von 20° bis 80° in Stufen von 0,05° und verschiedenen Haltezeiten durchgeführt.

### 3.3.4 Auger-Elektronenspektroskopie zur Tiefenprofilanalyse (AES)

Zur Ermittlung der chemischen Zusammensetzung eignet sich die Augerelektronenspektroskopie als oberflächensensitives Analyseverfahren mit einer Tiefenauflösung von etwa 1nm. Hierbei erfolgt die Anregung durch einfallende Elektronen, die mit den Atomen des zu untersuchenden Probenmaterials in Wechselwirkung treten. Dabei können Elektronen aus einer inneren Schale herausgelöst und der freigewordene Platz von einem Elektron aus einer weiter außen liegenden Schale besetzt werden. Die bei diesem Elektronenübergang

---

<sup>13</sup> engl. X-ray Diffraction (Röntgenbeugung)

freiwerdende Energie kann auch auf ein anderes Elektron übertragen werden, welches das Atom als so genanntes Augerelektron verlässt. Dabei entspricht die kinetische Energie des Augerelektrons der Differenz aus der übertragenen Energie und seiner Bindungsenergie an den Kern. Da ihre mittlere freie Weglänge begrenzt ist, können nur oberflächennahe Augerelektronen das Probenmaterial verlassen. Zur Ermittlung der Energieverteilung werden die pro Sekunde emittierten Elektronen gemessen. Aus den Energiespektren kann im Vergleich mit bekannten Referenzdaten die qualitative Elementanalyse des Probenmaterials bestimmt werden. Um auch Kenntnisse über tiefer liegende Materialzusammensetzungen zu erhalten, kann durch Beschuss mit Argonionen Material aus der Probe geätzt werden. In Abhängigkeit von Ätzeit und Schichtdicke kann die Elementverteilung im Tiefenprofil ermittelt und Oberflächenverunreinigungen auf den Schichten nachgewiesen werden. Durchgeführt wurden diese Versuche mit dem Gerät PHI 680 Field Emission Scanning Auger Nanoprobe der Firma Physical Electronics, dessen Messgenauigkeit bei etwa 2At.-% lag.

### **3.3.5 Rasterelektronenmikroskopie (SEM<sup>14</sup>, REM)**

Zur Analyse der Schichten hinsichtlich ihres Gefüges und Aufbaus wurde ein Rasterelektronenmikroskop der Firma Jeol vom Typ JSM 840 verwendet. Dabei wird ein Elektronenstrahl rasterförmig über die Schichtoberfläche geführt. Die von den einfallenden Elektronen in der Oberfläche ausgelösten Sekundärelektronen werden mit einem Detektor registriert und der Helligkeitssteuerung eines Monitors zur Bildaufzeichnung weiter geleitet. Auf Grund des hohen Widerstandes von isolierenden Schichten ist durch Aufladungseffekte kein brauchbares Ergebnis zu erzielen. Deshalb wurde auf nicht leitende Oberflächen vor der Untersuchung im Mikroskop eine dünne Goldschicht abgeschieden. Das eingesetzte Rasterelektronenmikroskop ermöglicht eine 10 bis 20.000-fache Vergrößerung bei einem theoretischen Auflösungsvermögen von 4nm. Zur weiteren Ausstattung des Mikroskops gehört eine EDX-Elementanalyse der Firma KeveX [Göp94].

### **3.3.6 Untersuchungen mittels Transmissionselektronenmikroskopie (TEM<sup>15</sup>)**

Für die detaillierte Untersuchung der Mikrostruktur durch Abbildung kleinster Bereiche von einigen Nanometern stand ein Transmissionselektronenmikroskop der Firma Siemens, Typ CM30 mit einer bis zu 500.000-fachen Vergrößerung zur Verfügung. Neben der bildlichen Darstellung mittels Hellfeld- und Dunkelfeld-Aufnahmen können auch Beugungsaufnahmen hergestellt werden. Bei kristallinen Materialien lassen sich Kontrasterscheinungen darstellen, die durch Elektronenbeugung an den Gitterebenen verursacht werden. Die Auswertung dieser Beugungsbilder liefert Informationen über die Gefügestruktur der Proben. Eine Analyse von TEM-Aufnahmen ist nur an sehr dünnen Schichten möglich, die von den Elektronen durchdrungen werden können. Dazu werden die Proben beispielsweise mittels Ionenstrahlätzen auf die erforderliche Dicke von einigen 10nm präpariert. Die Präparation von Proben zur Untersuchung von Querschliffen am Substrat-Schichtverbund erfolgt durch mechanisches Schleifen und anschließender Ionendünnung nach der Methode von Strecker [Str93].

---

<sup>14</sup> engl. Scanning Elektron Microscope (Rasterelektronenmikroskop)

<sup>15</sup> engl. Transmission Electron Microscope

### 3.4 Abformen von Mikrostrukturen

Eine gebräuchliche Möglichkeit zur Herstellung von Kapillarsystemen ist die Strukturierung von Glassubstraten mittels Ätzverfahren der Mikrosystemtechnik [Lee04]. Bei der praktischen Anwendung muss damit gerechnet werden, dass einzelne Kapillaren verstopfen und somit das gesamte Kapillarsystem ersetzt werden muss. Im Gegensatz zum irreversiblen Verbinden von Silizium- oder Glassubstraten (Abschnitt 2.4.4) ist es bei Anwendung der Mikroverfahrenstechnik häufig erwünscht, Hybridsysteme zu realisieren. Dabei kann das kostengünstig herstellbare Modulteil mit Kapillarsystem von einem aufwändig prozessierten Substrat getrennt und ausgetauscht werden. Eine Möglichkeit hierfür ist, die Kapillarstrukturen mittels entsprechender Negativstrukturen abzuformen. Dabei hat sich wegen der hohen Abformgenauigkeit bei gleichzeitig günstigen Herstellungskosten die Kombination von mittels Rapid Prototyping erzeugten Epoxydharznegativstrukturen und Silikon als Abformmasse bewährt [Bau02].

Basierend auf den CAD-Daten [Vog01] der Negativstruktur wurden diese auf einem Stereolithographiesystem FS-Realizer von Fockele & Schwarze erzeugt. Dabei fokussiert der verwendete UV-Laser entsprechend der vorgegebenen Geometrie- und Topologiedaten schichtweise in eine flüssige Harzoberfläche und härtet den Harz durch Fotopolymerisation punktuell aus. Der Fokus des Lasers hat einen Durchmesser von  $200\mu\text{m}$  bei einer Positioniergenauigkeit von etwa  $10\mu\text{m}^{16}$ .

Für die Abformung des Kapillarsystems wurde der Zweikomponenten-Silikonkautschuk Elastosil M4641 der Firma Wacker-Chemie verwendet. Neben der hohen Fließfähigkeit und der schrumpffreien Vulkanisation bei Raumtemperatur zeichnet sich dieses Material durch seine Beständigkeit gegen Epoxidharze aus.

---

<sup>16</sup> Die Herstellung des Rapid-Prototyping Modells wurde am IMVT des Forschungszentrum Kralruhe GmbH realisiert

## 4 Ergebnisse

In diesem Kapitel werden die erzielten Ergebnisse für die Entwicklung, Charakterisierung und Verifizierung eines aktiv auslenkbaren Biegebalkens mit Positionsrückmeldung sowie das Konzept einer möglichen Applikation vorgestellt. Ein wichtiger Aspekt bei der Auslegung der Schichtverbunde ist, dass diese im Ruhezustand mit etwa  $40^\circ$  gebogen sind. Dazu werden Dünnschichtverbunde beschrieben, die nach Abschluss der Prozessierung als individuell ansteuerbare Biegebalken mit integrierter Sensor- und Aktorfunktion für den Einsatz in Mikrosystemen verwendet werden können. Dabei wird das Vorgehen anhand der nachfolgenden chronologischen Arbeitsschritten beschrieben:

Zunächst wird das Konzept des Schichtverbundes mit dessen Einzelschichten und den in Betracht gezogenen Schichtgeometrien und Schichtmaterialien vorgestellt. Zur Auslegung der Einzelschichten und Überprüfung der Funktionalität der Dünnschichtverbunde werden makroskopische Demonstratoren im lateralen Millimetermaßstab beschrieben. Diese bieten den Vorteil, dass die Schichtstrukturierung mit geringem Prozessierungsaufwand durch Schattenmasken realisiert werden können (Abschnitt 4.1).

Unterstützend zur experimentellen Schichtauslegung werden die erarbeiteten numerische FEM-Simulationen zur Schichtdickenoptimierung der Sensor- und Aktorschichten dargestellt. Des Weiteren werden die Prozessschritte zur Herstellung der makroskopischen Biegebalken erläutert (Abschnitt 4.1).

Im nächsten Arbeitsschritt werden die Einzelschichten näher charakterisiert (Abschnitt 4.2 bis 4.5) sowie Diffusionsprozesse innerhalb der aus der Materialauswahl resultierenden Schichtverbunde näher untersucht (Abschnitt 4.6). Für die Umsetzung des Formgedächtniskonzeptes werden zunächst die Schicht abgeschieden und während eines Temperprozesses konditioniert. Anschließend wird der bewegliche Teil der Schicht freigeätzt, um somit die gebogene Ruhestellung des freien Schichtteils zu realisieren. Dabei liegt ein besonderer Fokus auf dem Einfluss des Temperprozesses, der zur Einprägung des Formgedächtniseffektes der Aktorschicht erforderlich ist.

Anschließend werden in Abschnitt 4.7 die hergestellten Biegebalken mit Sensor- und Aktorfunktion vorgestellt und eine Aussage über deren Prozessierbarkeit getroffen. Auf dieser Grundlage wird abschließend eine Auswahl der für die Einzelschichten weiter betrachteten Materialien vorgenommen.

Im Abschnitt 4.7 wird die Anwendung der mittels fotolithografischer Prozesse auf laterale Mikrometerabmessungen skalierten Biegebalken mit integrierter Sensor- und Aktorfunktion vorgestellt. Hierzu wird das Konzept eines Mikrofluidikmoduls aufgezeigt, in das die entwickelten Biegebalken zur Regelung von Fluidflüssen in Kapillaren eingesetzt werden können. Abschnitt 4.8 stellt das Konzept eines Deckels mit integriertem Kapillarsystem vor. Dies umfasst die Prozessentwicklung, die zur Herstellung des Teilmoduls erarbeitet wird.

### 4.1 Dünnschichtverbunde mit Sensor- und Aktorfunktion

Ziel der Arbeit ist es, einen aus mehreren Dünnschichten aufgebauten Biegebalken mit integrierter Sensor- und Aktorfunktion zu entwickeln. Im Hinblick auf mögliche Anwendungen sind

gemeinsam mit externen Partnern Anforderungen für analytische Mikrofluidiksysteme definiert worden, die als Randbedingungen für die Realisierung berücksichtigt sind.

Eine Anforderung an die Schichtverbunde ist, dass sie im Ruhezustand eine Biegung von mindestens  $40^\circ$  aufweisen. Beim In-Situ-Einsatz in Kapillarsystemen ist es dadurch möglich, den Biegebalken zum Öffnen und Schließen von Kapillaren zu verwenden. In dem betrachteten Konzept wird die Biegebalkenfläche entgegen der Strömung gegen den Ventilsitz der Kapillare gedrückt. Dabei wird die Abdichtung durch die wirkende Strömung im Ruhezustand verstärkt und somit die Leckrate des Ventils minimiert.

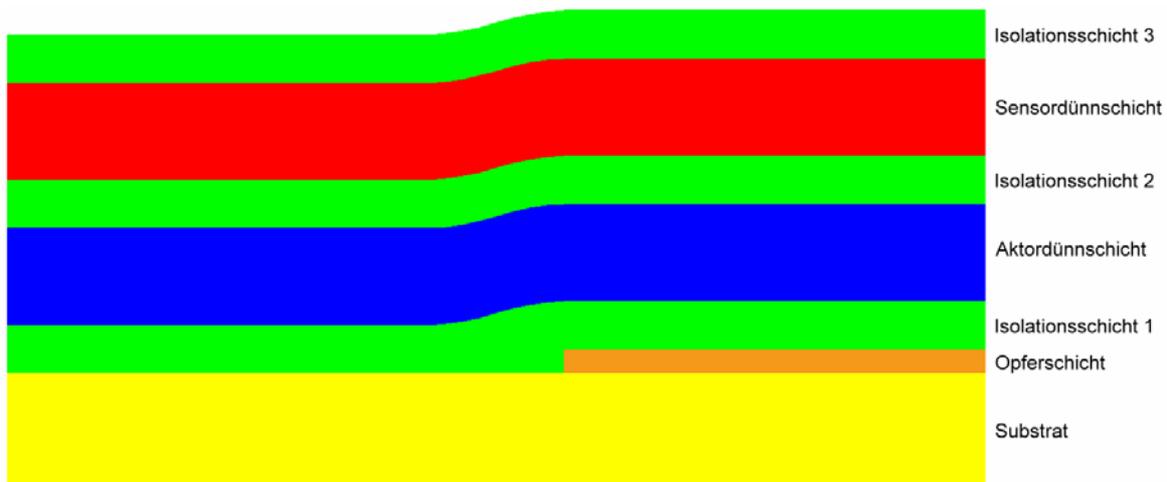
Durch Ansteuerung der Aktordünnschicht verringert sich die Krümmung des Biegebalkens bezogen auf die Substratoberfläche. Somit öffnet sich die Kapillare und das Fluid kann durch die Kapillare fließen. Da sich die Biegung und somit die Öffnung der Kapillare durch die Größe der Aktoranregung einstellen lässt, kann auf diese Weise auch die Strömungsgeschwindigkeit des Fluids kontrollierbar werden.

Um den Wärmeeintrag in das umgebene Fluid gering zu halten und außerdem die Fluidtemperatur zur Kühlung des Biegebalkens nutzen zu können, darf die maximale Kerntemperatur des Aktors  $45^\circ\text{C}$  nicht überschreiten. Durch die biokompatible Auslegung des Dünnschichtverbundes ist die Möglichkeit offen gehalten, die Biegebalken im Kontakt mit biologischen Zellen verwenden zu können.

Durch Integration einer Sensordünnschicht in den Schichtverbund ist es möglich, eine transiente Aussage über die Stellung des Biegebalkens zu treffen. Mit der Sensorantwort und der dazu gehörigen Aktoranregung sind die Voraussetzungen für einen Regelkreis zur Kontrolle von Fluidströmungen durch Kapillaren gegeben.

Das beschriebene Anforderungsprofil lässt sich mit einer Aktordünnschicht erreichen, deren thermische Aktivierung mittels elektrischer Widerstandswärme zu einer Ausdehnung der Dünnschicht führt. Damit diese Dehnung in eine Krümmung mit vorgegebener Richtung umgesetzt wird, ist eine zweite Schicht erforderlich, die einen unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten aufweist. Die Richtung der hervorgerufenen Biegung lässt sich wegen ihrer unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten durch die Lage der Sensorschicht oberhalb oder unterhalb der Aktorschicht einstellen. Da beide Schichten elektrisch angesteuert beziehungsweise ausgelesen werden, ist eine galvanische Trennung der Schichten erforderlich (Isolationsschicht 2). Da die Oberflächen der äußeren Dünnschichten nicht mit dem ihnen ausgesetzten wässrigen Fluidstrom chemisch reagieren dürfen, müssen sie mit einer chemisch passivierenden Schicht abgedeckt werden (Isolationsschicht 1 und 3).

Für die Prozessierung der Aktorschicht ist es erforderlich, dass der Schichtverbund bis zum Abschluss der thermischen Behandlung mit dem Substrat verbunden bleibt. Um einen freitragenden Biegebalken realisieren zu können, muss der bewegliche Teil des Schichtverbundes auf einer Opferschicht abgeschieden werden, die sich später ohne Beeinträchtigung der verbleibenden Dünnschichten lösen lässt. Der Aufbau dieses Schichtverbundes ist in Abbildung 4.1 dargestellt.



**Abbildung 4.1:** Schichtaufbau des Dünnschichtverbundes zur Realisierung des Biegebalkens mit integrierter Sensor- und Aktorfunktion.

Die Auswahl der im weiteren Verlauf der Arbeit betrachteten Schichtmaterialien wird im nachfolgenden Kapitel beschrieben.

#### 4.1.1 Auswahl in Betracht kommender Schichtmaterialien

Um den Entwicklungsaufwand in einem realisierbaren Rahmen zu halten, wird für die Betrachtung von Materialien bezüglich ihrer Eignung als Bestandteil im Schichtverbund eine Vorauswahl getroffen. Ausgewählt werden Materialien auf Grund ihrer Materialeigenschaften, der Prozessierbarkeit, ihrer Materialverträglichkeit untereinander sowie ihrer Verfügbarkeit. Unter Berücksichtigung dieser Kriterien werden für die nähere Untersuchung die aufgeführten Materialien weiter analysiert.

##### Substrat

Mit der Wahl von Silizium als Substratmaterial wird die Prozesskompatibilität zur Mikroelektronik gewährleistet. Um die Option zur Strukturierung des Substrats offen zu halten und dessen anisotrope Eigenschaften dafür nutzen zu können, wird Silizium (100) mit einer 1µm dicken thermischen Siliziumoxidschicht verwendet. Diese Oxidschicht wird bei der nasschemischen Prozessierung des Wafers als Ätzmaske verwendet (Abschnitt 4.8.3). Ein weiterer Grund für die Verwendung einer thermischen Siliziumoxidschicht ist, Reaktionen zwischen den abgeschiedenen Schichten, insbesondere der Opferschicht, mit dem Siliziumsubstrat zu minimieren.

Die Biegebalkensysteme mit lateralen Mikrometerabmessungen werden auf 100mm-Wafern prozessiert. Für die Herstellung der Biegebalken mit Abmessungen im Millimetermaßstab werden die Wafer vor der Prozessierung mittels Laser in Rechtecke mit Abmessungen von etwa 7mm x 12mm geschnitten.

##### Aktorschicht

Ausgehend von Ventilkonzepten (Abschnitt 2.4.3) und den in Abschnitt 2.1.5 vorgestellten Aktorprinzipien wird das Aktormaterial des Biegebalkenschichtverbundes ausgewählt. Neben der Skalierbarkeit der Ventilgeometrie und einer individuellen Ventilansteuerbarkeit ist von

Bedeutung, dass die Biegebalken zur Regelung von Fluidströmen einen Auslenkungswinkel von etwa  $40^\circ$  realisieren können. Ausgehend von einem Biegebalken im Mikrometermaßstab<sup>17</sup> mit  $29.750\mu\text{m}^3$  Aktorvolumen und  $0,12\text{mN}$  Mindestkraft<sup>18</sup> bei  $109\mu\text{m}$  Auslenkungsweg ergibt sich mit Gleichung 2.20 eine erforderliche Energiedichte des Aktor von mindestens  $4,4 \cdot 10^5 \text{J/m}^3$ . Als Entscheidungshilfe für die Auswahl des Aktorprinzips dient Abbildung 2.9. Neben der hohen Energiedichte sprechen die großen Auslenkwege sowie die individuelle elektrische Ansteuerbarkeit für Formgedächtnisaktoren. Hinzu kommt, dass sich die Funktionsdünnschichten mittels Plasmaätzprozessen kompatibel zu Verfahren der Mikroelektronik strukturieren lässt. Ein weiterer Aspekt sind die bei Formgedächtnisaktoren mit Abmessungen im Mikrometerbereich erreichbaren Zykluszeiten von wenigen Millisekunden [Koh00]. Bei der Auswahl der Formgedächtnislegierung hilft die Gegenüberstellung von Materialparametern der gebräuchlichen Legierungsgruppen (Tabelle 4.1).

<b>Eigenschaften</b>	<b>Legierungsgruppen</b>		
	<b>Ni-Ti(-Cu)</b>	<b>Cu-Zn-Al</b>	<b>Cu-Al-Ni</b>
Dichte [ $\text{g/cm}^3$ ]	6,4 - 6,5	7,8 - 8,0	7,1 - 7,2
Zugfestigkeit bei $25^\circ\text{C}$ [ $\text{N/mm}^2$ ]	800 - 1.000	400 - 700	700 - 800
Zulässige Spannung [ $\text{N/mm}^2$ ]	250	75	100
Bruchdehnung [%]	40 - 50	10 - 15	5 - 6
Wärmeausdehnungskoeffizient [ $10^{-6}/\text{K}$ ]	11	17	17
Maximale $A_s$ -Temperatur [ $^\circ\text{C}$ ]	120	120	170
Überhitzbarkeit [ $^\circ\text{C}$ ]	400	160	300
Max. Dehnung Einweg-Effekt [%]	8	4	5
Max. Dehnung Zweiwege-Effekt [%]	5	1	1,2
Zahl der Zyklen [n]	100.000	10.000	1.000
Verminderung der Effektgröße [%]	kein Abbau	ca. 10%	ca. 10%
Korrosionsbeständigkeit	++	o	+
Biokompatibilität	++	--	--

**Tabelle 4.1:** *Materialeigenschaften gebräuchlicher Formgedächtnismaterialien [Stö88].*

Auf Grund der Materialeigenschaften, insbesondere der realisierbaren Zyklenzahl und der Stabilität des Formgedächtniseffektes, wird eine mittels PVD-Prozess abgeschiedene Ni-Ti-Legierung [Qua96] gewählt. Vorteilhaft ist außerdem, dass die Legierung bei Raumtemperatur in ihrer Martensitphase vorliegt und die Austenitphase keine große Temperaturdifferenz zur Raumtemperatur aufweist. Erreicht wird dies durch die teilweise Substitution von Nickel durch Kupfer. Daraus ergibt sich als Zielmaterial für die Aktordünnschicht eine  $\text{Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}$ -Legierung, deren Gefüge bei Raumtemperatur in Martensitphase vorliegt und deren Austenitphase bei unter  $60^\circ\text{C}$  beginnt [Win00]. Zur Einprägung des Formgedächtniseffektes ist ein Tempervorgang für 60min zwischen  $530^\circ\text{C}$  und  $600^\circ\text{C}$  erforderlich.

<sup>17</sup> Unterstellt wird eine dreieckige Aktorgeometrie von  $70\mu\text{m}$  Breite und  $170\mu\text{m}$  Länge mit einer Schichtdicke von  $2,5\mu\text{m}$  (Abschnitt 4.8.1).

<sup>18</sup> Bei einer Aktorfläche von  $11.900\mu\text{m}^2$  und  $0,1\text{bar}$  Kapillardruck ist eine Mindestkraft von  $0,12\text{mN}$  erforderlich, um den durch das Fluid ausgeübten Druck zu überwinden.

## Sensorschicht

Für die Auswahl des Sensorprinzips (Abschnitt 2.2.4) und somit des Sensormaterials werden insbesondere zwei Schichteigenschaften bewertet. Zum Auslesen einer elektrischen Widerstandsänderung auf Grund von lateralen Dehnungen beziehungsweise Biegungen ist der elektrische spezifische Widerstand relevant. Zur Einstellung des Biegeverhaltens des Schichtverbundes ist der thermische Ausdehnungskoeffizient des Materials maßgeblich.

Wichtig für die Sensorantwort ist, dass sie elektrisch ausgelesen werden kann. Somit besteht die Möglichkeit, dass eine entsprechende Auswerteschaltung mit CMOS-Prozessen hergestellt werden kann. Durch den damit verbundenen einfachen Aufbau der Sensorauswertung entfällt die aufwändige Kalibrierung, die bei optischen Verfahren erforderlich ist. Hinzu kommt, dass die Ergebnisse optischer Messungen beispielsweise durch Änderung des Brechungsindexes medienabhängig sein können.

Ein in Betracht gezogenes Material ist wegen seiner elektrischen Eigenschaften und hohen Temperaturstabilität eine Kupfer-Nickel-Legierung, die auch als Konstantan in kommerziell erhältlichen Dehnungsmessstreifen eingesetzt wird [Nie01, Bro98]. Kritisch bei diesem Material ist seine Verträglichkeit zu Prozessen der Mikrostrukturierung.

Als weiteres Material wird eine Aluminiumlegierung verwendet. Zwar ist dessen elektrischer spezifischer Widerstand deutlich geringer als der von Konstantan. Dennoch findet diese Legierung wegen ihrer elektrischen Eigenschaften und guten Prozessierbarkeit als gebräuchliches Material in der Mikroelektronik Verwendung [Ber91]. Vorteilhaft ist der im Vergleich zum Konstantan deutlich größere thermische Ausdehnungskoeffizient, mit dem sich im Ti-Ni-Schichtverbund<sup>19</sup> geringere Biegegradienten realisieren lassen. Tabelle 4.2 fasst die Materialeigenschaften der beiden Legierungen zusammen.

<i>Eigenschaft</i>	<i>Al<sub>99</sub>Si<sub>0,5</sub>Cu<sub>0,5</sub></i> <sup>20</sup>	<i>Cu<sub>55</sub>Ni<sub>45</sub></i> <sup>21</sup>
Spezifischer elektrischer Widerstand	4*10 <sup>-6</sup> Ωcm	52*10 <sup>-6</sup> Ωcm
Linearer Wärmeausdehnungskoeffizient bei 20°C	24*10 <sup>-6</sup> K <sup>-1</sup>	15*10 <sup>-6</sup> K <sup>-1</sup>

**Tabelle 4.2:** *Materialeigenschaften der untersuchten Sensorschichten.*

Für die Biegung des Schichtverbundes ist die Lage der Sensorschicht relativ zur Aktorschicht ausschlaggebend. Der Schichtverbund wird am Ende der Prozessierung getempert, was einem Spannungsarmglühen gleichkommt. Wegen des, verglichen mit der Aktorschicht, größeren Wärmeausdehnungskoeffizienten der Sensorschichten müssen diese relativ zur Aktorschicht über dieser liegen, um eine gebogene Stellung des Beigebalkens im Ruhezustand zu erzielen.

Beide Varianten werden auf Ihre Eignung hinsichtlich Ihrer Sensorfunktion und Prozesskompatibilität im weiteren Verlauf der Arbeit untersucht.

<sup>19</sup> Linearer Wärmeausdehnungskoeffizient  $\alpha_{\text{Austenit}} = 11 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ,  $\alpha_{\text{Martensit}} = 6,6 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$

<sup>20</sup> Quelle: MatWeb (<http://www.matweb.com>)

<sup>21</sup> Quelle: Good Fellow (<http://www.goodfellow.com>)

### Opferschicht

Ausschlaggebend für die Materialwahl der Opferschicht ist, dass sie während der Herstellungsprozesse des Biegebalkens aus dem Schichtverbund entfernt werden kann. Um die übrigen Schichten in Ihren Eigenschaften nicht zu beeinträchtigen, muss ein Ätzmedium einsetzbar sein, das eine hohe Selektivität gegenüber den übrigen Schichten aufweist. Mit diesen Kriterien wird für den Schichtverbund eine Eisen-Kobalt-Legierung ( $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ ) als Opferschicht verwendet, die sich in schwach konzentrierter  $\text{HNO}_3$ -Säure bei Raumtemperatur lösen lässt [Win00].

### Isolationsschicht

Die Isolationsschichten haben die primäre Aufgabe, die Aktor- und Sensorschicht galvanisch voneinander zu trennen (Abbildung 4.1, Isolationsschicht 2). Eine weitere Funktion ist der Schutz des Schichtverbundes und somit die eigene Resistenz gegen das umgebende wässrige Fluid (Abbildung 4.1, Isolationsschicht 1 und 3). Um dabei die eigentliche Biegefunktion möglichst wenig zu beeinflussen, muss die Dicke der Isolationsschichten im Vergleich zur Sensor- und Aktorschicht deutlich dünner sein. Damit während der wechselnden thermischen Belastung die mechanische Spannung in den Grenzflächen der Schichten minimiert wird, ist ein im Vergleich zu den angrenzenden Schichten ähnlicher Wärmeausdehnungskoeffizient erforderlich.

Auf Grund ihrer Materialeigenschaften werden für die weitere Untersuchung Al-O, Si-N und Si-O als Material für die Isolationsschichten in Betracht gezogen. Tabelle 4.3 fasst ihre Eigenschaften zusammen.

<b>Eigenschaft</b>	<b><math>\text{Al}_2\text{O}_3</math><sup>22</sup></b>	<b><math>\text{Si}_3\text{N}_4</math><sup>23</sup></b>	<b><math>\text{SiO}_2</math><sup>24</sup></b>
Spezifischer elektrischer Widerstand (25°C)	$>10^{14} \Omega\text{cm}$	$>10^7 \Omega\text{cm}$	$10^{14} \Omega\text{cm}$
Linearer Wärmeausdehnungskoeffizient (20°C)	$8 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$	$3 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$	$1 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$
Chemische Beständigkeit gegen Säuren	gut	befriedigend	gut
Chemische Beständigkeit gegen Laugen	gut	befriedigend	befriedigend
Chemische Beständigkeit gegen Metalle	gut	befriedigend	befriedigend

**Tabelle 4.3:** *Materialeigenschaften der untersuchten Isolationsschichten.*

Eine weitere wichtige Eigenschaft der Isolationsschichten ist ihre Funktion als Diffusions-sperrschicht. Dieses Verhalten wird in Abschnitt 4.6 mittels Augertiefenprofilen experimentell untersucht.

#### 4.1.2 Darstellung Laser geschnittener Schattenmasken

Für die Schichtentwicklung des Dünnschichtverbundes (Abbildung 4.1) werden zunächst Biegebalken im lateralen Millimetermaßstab abgeschieden. Der Schichtverbund wird auf

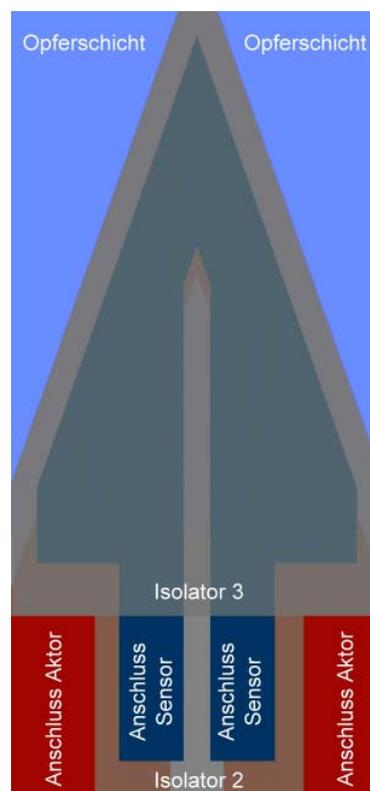
<sup>22</sup> Quelle: Good Fellow (<http://www.goodfellow.com>)

<sup>23</sup> Quelle: Good Fellow (<http://www.goodfellow.com>)

<sup>24</sup> Quelle: MatWeb (<http://www.matweb.com>)

rechteckigen (100)-Siliziumsubstraten mit Abmessungen von 7mm x 12mm und einer Dicke von 535µm abgeschieden. Um die Sensor- und Aktorschicht elektrisch zu kontaktieren und die Isolationsschichten in den Schichtverbund zu integrieren, werden die Einzelschichten mittels Schattenmasken strukturiert. Der dafür verwendete Maskenhalter bietet die Möglichkeit, sechs Substrate unter einer Schattenmaske zu fixieren.

Um eine Aussage über den Geometrieinfluss der Aktor- und Sensordünnschichten auf deren Funktion treffen zu können, werden die Aktor- und Sensorschichtgeometrien innerhalb eines Probensatzes variiert. Somit ist sichergestellt, dass eine Änderung der Schichteigenschaften auf Grund von Schwankungen während des Beschichtungsprozesses ausgeschlossen werden kann. Abbildung 4.2 zeigt die Prinzipdarstellung eines makroskopischen Biegebalkenschichtverbundes, der mittels Schattenmasken hergestellt wird.



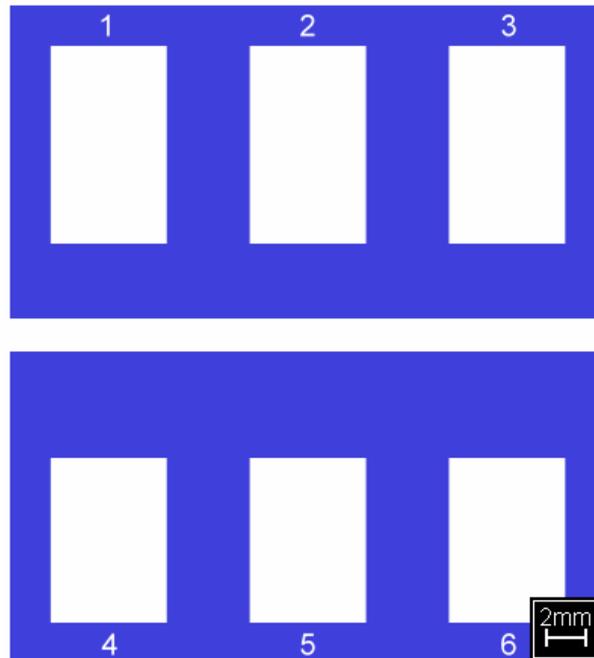
**Abbildung 4.2:** Prinzipdarstellung eines makroskopisch strukturierten Schichtverbundes mit einem beweglichen, dreiecksförmigen<sup>25</sup> Biegebalken. Die Isolationsschicht 2 und 3 sind transparent dargestellt.

Der nach dem Entfernen der Opferschicht bewegliche Teil des Schichtverbundes wird auf der Oberseite nach der Prozessierung vom Isolator 3 abgeschlossen. Auf dem in Abbildung 4.2 unten dargestellten Bereich des Biegebalkens sind die Anschlüsse der Sensor- und Aktorschicht zugänglich. Dabei werden diese Schichten durch den Isolator 2 galvanisch getrennt. Nachfolgend werden die Geometrien der einzelnen Schattenmasken vorgestellt.

<sup>25</sup> Durch die anisotropen Eigenschaften der Si-Kristallebenen können beim isotropen Si-Ätzen V-förmige Kapillare zwischen den <111>-Ebenen mit einem Winkel von etwa 70° erzeugt werden, die bei der Gestaltung des Biegebalkens als Option berücksichtigt wurde.

### Schattenmaske zur Strukturierung der Opferschicht

Die Opferschichten dienen zur Trennung der später frei beweglichen Teile der Schichtverbunde vom Substrat. Hierzu wird die Opferschicht als erste Schicht durch die Aussparungen der Schattenmaske (Abbildung 4.3) auf das Siliziumsubstrat abgeschieden.

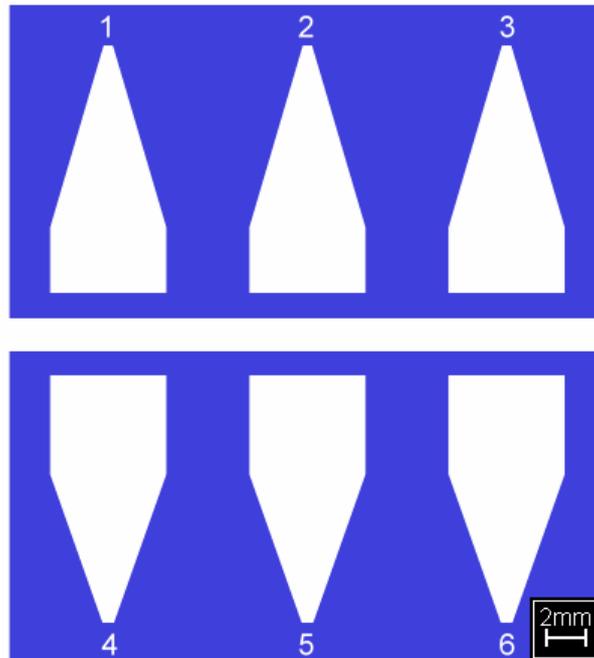


**Abbildung 4.3:** Draufsicht auf die Schattenmaske zur Herstellung der Opferschichten. Die Opferschicht wird am Ende der Prozesskette entfernt, um die frei beweglichen Teile der Biegebalken zu erzeugen.

Die Abmessungen der Opferschichten erstrecken sich im später beweglichen Bereich des Biegebalkens über die gesamte Substratfläche und ragen somit über die Masken der übrigen Schichten hinaus. Um dies zu gewährleisten haben die Opferschichten eine Breite von 7mm. Auf Grund der variierten Sensor- und Aktorgeometrien haben die in Abbildung 4.3 dargestellten Opferschichten 1 bis 3 eine Höhe von 12mm, die unteren Varianten 4 bis 6 sind 10mm hoch.

### Schattenmaske zur Strukturierung der Isolationsschicht 1

Abbildung 4.4 zeigt die Geometrien der für die erste Isolationsschicht verwendete Schattenmaske.



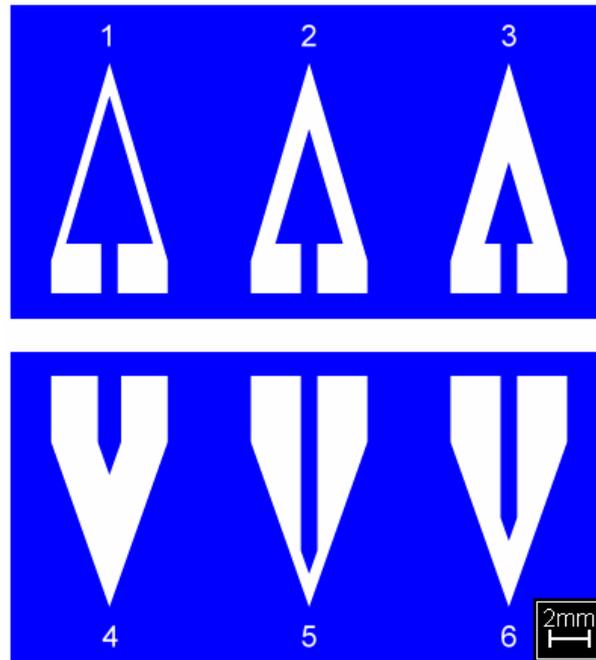
**Abbildung 4.4:** Draufsicht auf die Schattenmaske zur Herstellung der Isolationsschicht 1. Diese Schicht grenzt den unteren Bereich des Schichtverbundes gegen die Umgebung ab und passiviert somit die Aktorschicht gegen Umwelteinflüsse.

Aufgabe der Isolationsschichten ist zum einen, die Sensor- und Aktorschicht galvanisch voneinander zu trennen. Außerdem stellen sie einen Schutz gegen das umgebende wässrige Fluid dar, indem sie die Aktor- und Sensorfunktionsdünnschichten gegenüber der Umgebung versiegeln. Um diese Funktionen erfüllen zu können, ragen die Isolationsschichten bezüglich ihrer geometrischen Abmessungen über die Sensor- und Aktorschichten hinaus. Da die erste Isolationsschicht die unterste Dünnschicht des Schichtverbundes bildet, ist ihre primäre Aufgabe die Abgrenzung der Unterseite gegen die Umgebung.

Die Gesamtabmessungen aller in Abbildung 4.4 dargestellten Geometrien beträgt 7mm x 15mm. Zur Berücksichtigung der unterschiedlichen Sensor- und Aktorgeometrien variiert die Höhe der rechteckigen Sockel mit 4mm bei den Varianten 1 bis 3 und 6mm bei den Geometrien 4 bis 6.

#### **Schattenmaske zur Strukturierung der Aktorschicht**

Für die Strukturierung der Aktorschicht werden die in Abbildung 4.5 gezeigte Schattenmaske verwendet.

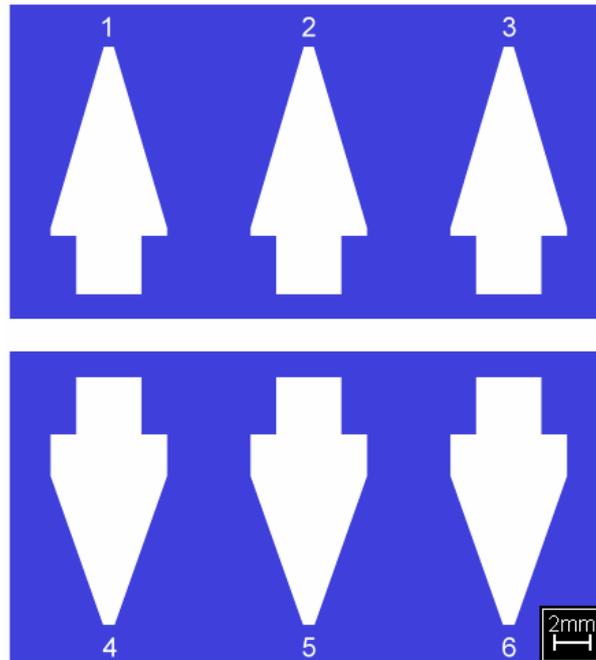


**Abbildung 4.5:** Draufsicht auf die Schattenmaske zur Herstellung der Aktorschicht. Über diese Schichtstruktur wird die Aktorfunktion mittels direktem Stromdurchfluss beheizten Aktor im Schichtverbund realisiert.

Zur Realisierung zweier galvanisch getrennter Anschlüsse wird die Aktorschicht durch einen Docht geteilt. Dadurch wird der Aktor beim Anlegen eines elektrischen Stroms direkt erwärmt. Um Untersuchungen zur Verteilung der Schichterwärmung in Abhängigkeit der Schichtgeometrie vornehmen zu können, variiert die Gestaltung des mittleren Dochtes. Während die Erwärmung bei den in Abbildung 4.5 dargestellten Geometrien 1 bis 3 im Randbereich des Aktors stattfindet, sinkt bei den Geometrien 4 bis 6 durch Vergrößerung der Fläche zwar der elektrische Widerstand und somit die hervorgerufene Erwärmung. Allerdings steigt durch die Gestaltung des mittleren Dochtes die erwärmte Gesamtfläche. Bei den einzelnen Varianten ändert sich der elektrische Widerstand der Aktorschicht, wovon auch die beim Anlegen eines elektrischen Stroms hervorgerufene Erwärmung des Aktors abhängt. Die Gesamtabmessung der Geometrien beträgt 7mm x 14mm.

### Schattenmaske zur Strukturierung der Isolationsschicht 2

Die zweite Isolationsschicht wird auf einer Schattenmaske abgeschieden, die in Abbildung 4.6 skizziert ist. Wie bereits bei der ersten Isolationsschicht ragt die Geometrie im später beweglichen Bereich des Schichtverbundes über die Abmessungen der Sensor- und Aktorschicht hinaus.

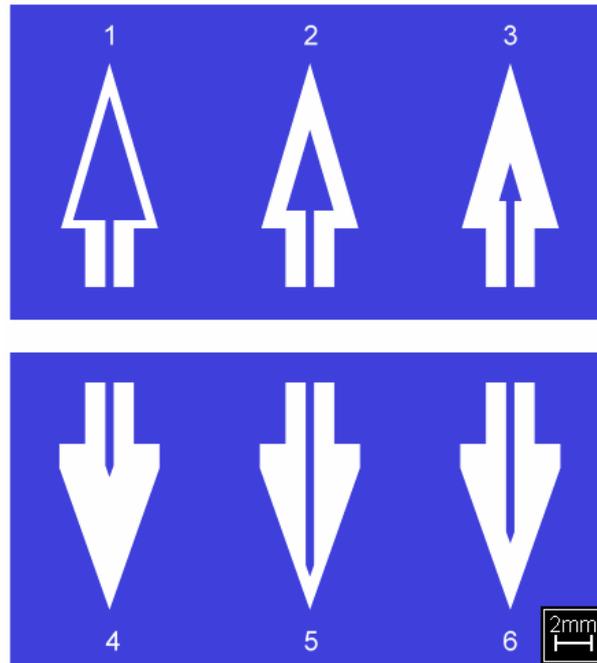


**Abbildung 4.6:** Draufsicht auf die Schattenmaske zur Herstellung der Isolationsschicht 2. Durch diese Schicht werden die Aktor- und die Sensorschicht galvanisch voneinander getrennt.

Die Aufgabe dieser Dünnschicht ist, die Sensor- und die Aktorschicht galvanisch voneinander zu trennen. Im Unterschied zur Isolationsschicht 1 ist der im mittleren Bereich der Abbildung 4.6 dargestellte Anschlussbereich schmaler gestaltet. Dadurch liegt ein Teil der unter dieser Isolationsschicht befindlichen Aktorschicht frei und kann elektrisch kontaktiert werden. Zur Berücksichtigung der unterschiedlichen Sensor- und Aktorgeometrien beginnt der dreiecksförmige bewegliche Teil des späteren Biegebalkens bei den Geometrien 1 bis 3 direkt oberhalb des rechteckigen Anschlussbereiches. Im Unterschied dazu ist bei den Varianten 4 bis 6 ein 2,5mm hoher und 7mm breiter Mittelteil zwischen dem Anschlussbereich und dem eigentlichen Biegebalken integriert. Dadurch wird die später bewegliche Fläche des Biegebalkens reduziert.

### Schattenmaske zur Strukturierung der Sensorschicht

Die zur Strukturierung der Sensorschicht verwendete Maske ist in Abbildung 4.7 dargestellt.

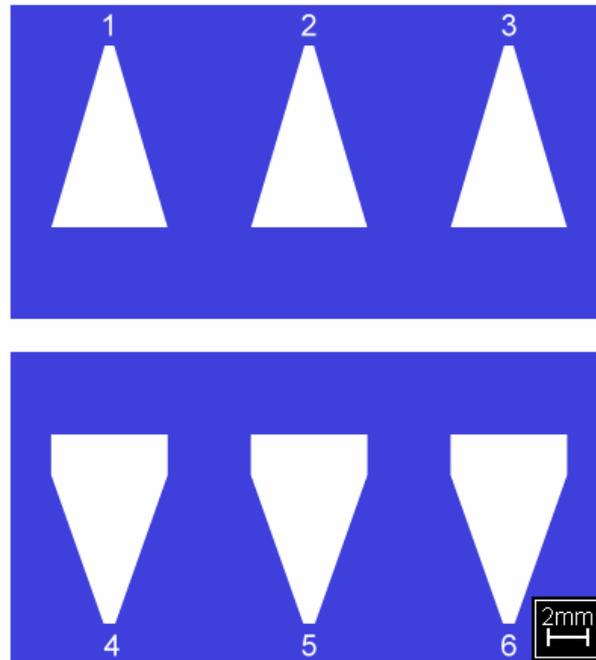


**Abbildung 4.7:** Draufsicht auf die Schattenmaske zur Herstellung der Sensorschicht. Über dieser Schichtstruktur wird die Sensorfunktion im Schichtverbund realisiert.

Bei dieser Maske werden die beiden Anschlussbereiche zur elektrischen Kontaktierung der Sensorschichten durch einen Docht galvanisch voneinander getrennt. Dadurch kann beim späteren Biegebalken der elektrische Widerstand der Schicht bestimmt und somit eine transiente Aussage über die Auslenkung des Schichtverbundes getroffen werden. Um den Einfluss der Schichtgeometrie auf die Sensorantwort beurteilen zu können, wird die Länge des Dochtes und somit der resultierende elektrische Widerstand variiert. Bei den in Abbildung 4.7 abgebildeten Geometrien 1 bis 3 findet die elektrische Widerstandsänderung über die Längenänderung im Randbereich der Schicht statt. Demgegenüber findet die Widerstandsänderungen der Sensorschichten bei den Schichtgeometrien 4 bis 6 über die gesamte Schichtfläche statt.

### Schattenmaske zur Strukturierung der Isolationsschicht 3

Den oberen Abschluss des Schichtverbundes bildet die Isolationsschicht 3, die auf der in Abbildung 4.8 gezeigten Schattenmaske abgeschlossen wird.



**Abbildung 4.8:** Draufsicht auf die Schattenmaske zur Herstellung der Isolationsschicht 3. Diese Schicht grenzt den oberen Bereich des Schichtverbundes gegen die Umgebung ab und passiviert somit die Sensorschicht gegen Umwelteinflüsse.

Als Pendant zur Isolationsschicht 1 (Abbildung 4.4) wird durch diese Dünnschicht die Oberfläche des Schichtverbundes zur Umgebung versiegelt. Durch die nicht vollflächige Abdeckung des am Substrat fixierten Anschlussbereichs wird sichergestellt, dass die unter der Isolationsschicht 3 liegende Sensorschicht elektrisch kontaktiert werden kann. Da der später bewegliche Teil des Biegebalkens unterschiedlich lang ist, haben die in Abbildung 4.8 dargestellten Geometrien 1 bis 3 Gesamtabmessungen von 7mm x 11mm. Die Varianten 4 bis 6 haben eine Abmessung von 7mm x 11,5mm und enthalten einen rechteckigen Bereich mit 2,5mm Höhe.

#### 4.1.3 Auslegung der Sensor- und Aktorschichtdicke mittels FEM-Simulation

Neben der geometrischen Gestaltung der Einzelschichten sind für das Auslenkungsverhalten des Schichtverbundes die einzelnen Schichtdicken von Bedeutung. Um den Einfluss vorab einschätzen und somit den entsprechenden experimentellen Aufwand einschränken zu können, wird das mechanische Verhalten des Verbundes mittels FEM-Simulation vorhergesagt. Dabei haben die Ergebnisse sowohl für die makroskopische als auch für die geometrische Gestaltung im lateralen Mikrometerbereich Gültigkeit. Für die Simulationen werden folgende Annahmen getroffen:

- Bei der Auslegung der Schichtdicken werden für die Sensor- und Aktorschicht gleiche Schichtdicken gewählt (Gleichung 2.8). Diese Schichtdicke wird nachfolgend mittels FEM-Simulation des Schichtverbundes zur Funktionsoptimierung bestimmt.
- Experimentell wird für die sichere Ausbildung der Isolationsfunktion eine Schichtdicke der drei Isolationsschichten von etwa 250nm ermittelt. Dabei bildet die mittlere Isolationsschicht bei identischer Schichtdicke der Isolationsschichten die neutrale Faser des Schichtverbundes. Zwar wird diese bei ähnlichen aber nicht identischen Ausdehnungs-

koeffizienten der Sensor- und Aktorschicht durch mechanische Scherkräfte der resultierenden Auslenkung belastet. Durch die gleiche Schichtdicke der Sensor- und Aktorschichten wird jedoch sichergestellt, dass weitere Grenzflächenspannungen an der mittleren Isolationsschicht minimiert werden.

- Als weitere Randbedingung wird festgelegt, dass Ungenauigkeiten wie beispielsweise Schichtverunreinigungen beim Abscheiden der realen Schichten nicht berücksichtigt werden.
- Die verwendeten Materialparameter sind Literaturwerte (Abschnitt 2.3.2). Für die Aktorschicht wird dabei auf die Austenitwerte von Titan-Nickel-Legierungen zurückgegriffen (Tabelle 4.4). Da für die Auslegung der Schichtdicken auf qualitative Simulationsergebnisse Bezug genommen wird, ist der Martensit-Austenit-Phasensprung der Formgedächtnislegierung nicht berücksichtigt.

<b>Schicht</b>	<b>E-Modul [Pa]</b>	<b>Wärmeaus- dehnungs- koeffizient [1/K]</b>	<b>Dichte [kg/m<sup>3</sup>]</b>	<b>Spez. Wärme [J/K kg]</b>	<b>Wärme- leitfä- higkeit [W/m K]</b>	<b>Spez. elektr. Wider- stand [Ohm m]</b>	<b>Pois- son- sche Zahl</b>
Aktorschicht (Ti <sub>55</sub> Ni <sub>45</sub> )	75*10 <sup>9</sup>	11*10 <sup>-6</sup>	6450	322	18	8*10 <sup>-7</sup>	0,30
Sensorschicht (Al <sub>99</sub> Si <sub>0,5</sub> Cu <sub>0,5</sub> )	69*10 <sup>9</sup>	24*10 <sup>-6</sup>	2730	907	160	4*10 <sup>-6</sup>	0,34
Isolationsschicht (SiO <sub>2</sub> )	70*10 <sup>9</sup>	1*10 <sup>-6</sup>	2180	750	1,3	1*10 <sup>12</sup>	0,24

**Tabelle 4.4:** Materialeigenschaften der Einzelschichten, die bei der Simulation der Schichtverbunde zugrunde gelegt wurden<sup>26</sup>.

Mit diesen getroffenen Randbedingungen ist die quantitative Vorhersage des tatsächlichen mechanischen Verhaltens des Biegebalkens nur bedingt möglich. Deshalb werden die Simulationsergebnisse qualitativ betrachtet und die Veränderung durch Variation der Schichtdicken als Tendenz beurteilt, die auf den realen Schichtverbund übertragbar ist.

Neben der Schichtdickenvariation von Sensor- und Aktorschicht werden die übrigen Parameter für alle Simulationen konstant gehalten. So beträgt die Schichtdicke der jeweiligen Isolationsschicht 250nm, die Breite des Biegebalkens 70µm bei einer Länge von 170µm. Das Abmessungsverhältnis der simulierten Biegebalken ist vergleichbar mit dem der hergestellten makroskopischen Biegebalken (Abschnitt 4.1.2). Somit lassen sich die qualitativen Ergebnisse als Tendenz sowohl auf die Biegebalken mit lateralen Abmessungen im Millimetermaßstab als auch für die im Mikrometermaßstab anwenden. Simuliert wird die nach Anlegen einer elektrischen Energie resultierende Wärmeverteilung über die Schichten und die damit korrelierende Auslenkung der Biegebalken.

<sup>26</sup> Quelle: Good Fellow (<http://www.goodfellow.com>)

## Modellbeschreibung

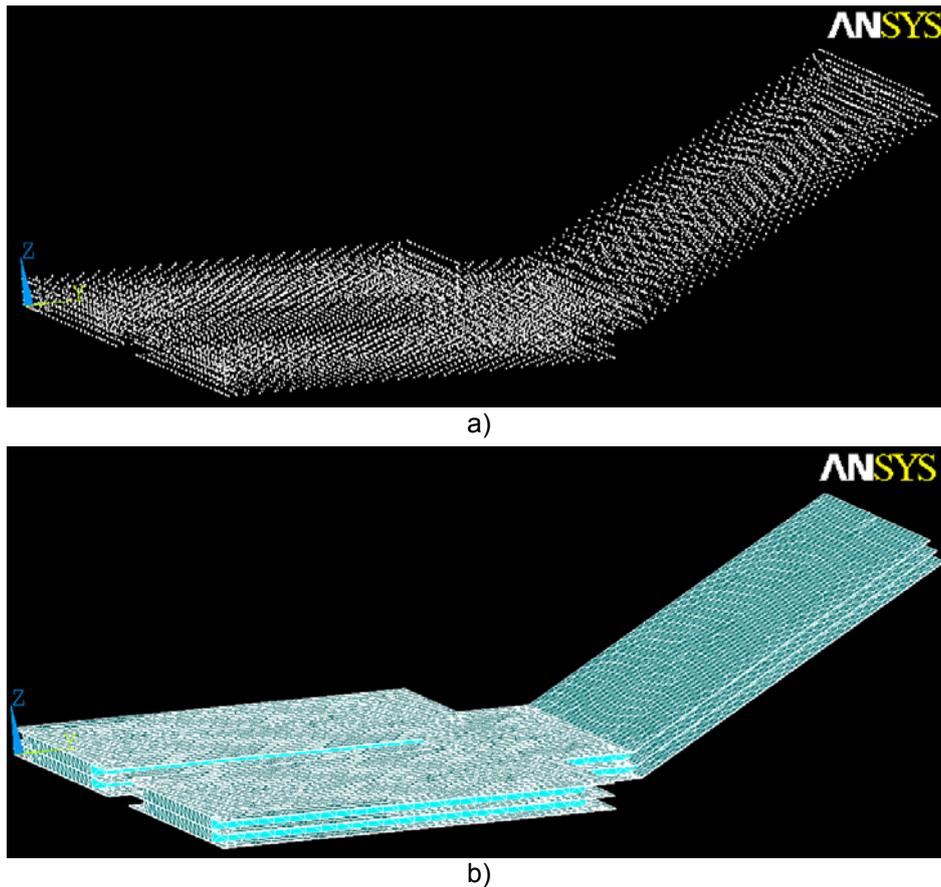
Der Schichtaufbau des Simulationsmodells ist dem Aufbau des geplanten Dünnschichtverbundes nachempfunden (Abbildung 4.1). Damit die Isolationsschichten die Auslenkung des Biegebalkens nur wenig beeinflussen, aber gleichzeitig die galvanische Trennung der Sensor- und Aktorschicht sichergestellt ist, wurde experimentell die minimal realisierbare Schichtdicke mit 250nm vorab bestimmt. Mit dieser Dicke konnten reproduzierbar homogene Schichten abgeschieden werden, die einen durchgehenden elektrischen Isolationswiderstand von  $>1M\Omega$  aufwiesen. Diese Schichtdicke wird für alle Simulationen verwendet. Zur Vereinfachung des Modells werden die Isolationsschichten als rechteckige Geometrien nachgebildet, deren Gesamtabmessungen lateral über die Sensor- und Aktorschichtgeometrien hinausragen.

Die Geometrie der Sensor- und Aktordünnschichten ist der Form nachempfunden, wie sie für die Schattenmasken beschrieben ist (Abschnitt 4.1). Dabei wird für die Aktorschicht die in Abbildung 4.5 dargestellte Variante 5 nachgebildet. Die Sensorschicht entspricht der Geometrievariante 5 (Abbildung 4.7).

Für die Simulation des Biegebalkens ist unterstellt, dass der Anschlussbereich eingespannt ist und an dieser Stelle somit keine Auslenkungen stattfinden. Das bedeutet nicht, dass der Anschlussbereich mit einem Substrat verbunden ist, über den ein Wärmübergang stattfinden könnte. Stattdessen ist der gesamte Schichtverbund von stehender Luft mit Raumtemperatur umgeben, in der zu Beginn der Simulation keine Wärmeströmung stattfindet. Diese wird bei der Erwärmung des Schichtverbundes berücksichtigt.

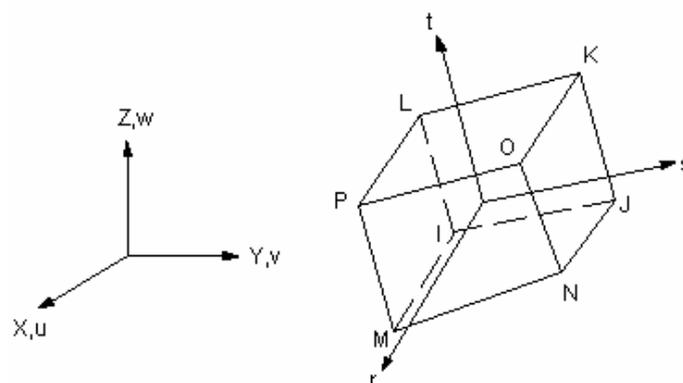
Als Ruhestellung des Biegebalkens wird vorgegeben, dass der Anschlussbereich eingespannt bleibt und der bewegliche Teil des Biegebalkens mit  $40^\circ$  ausgelenkt ist (Abschnitt 4.1). Dadurch entsteht am Übergang zum beweglichen Teil des Biegebalkens ein Knick in der Geometrie, der auch im Modell nachgebildet ist.

Zur transienten FEM-Simulation der thermischen und elektrischen Leitfähigkeit mit der daraus resultierenden Wärmeverteilung und Längenausdehnung der Einzelschichten des Verbundes werden gekoppelte thermisch-elektrische 3D-Elemente (Abbildung 4.10) verwendet. Dabei wird unterstellt, dass sich die Schichten bei  $20^\circ\text{C}$  in einer strömungsfreien Luftatmosphäre befinden. Für die Nachbildung der Schichtgeometrie werden 56.118 Elemente verwendet (Abbildung 4.9a), die linear miteinander vermascht sind (Abbildung 4.9b), um eine Aussage über das Auslenkungsverhalten des Schichtverbundes treffen zu können. Durch die enge Vermaschung ist sichergestellt, dass Inhomogenitäten bei der Wärmeverteilung und der damit verbundenen Auslenkung des Biegebalkens identifiziert werden. Eine weitere Erhöhung der Elementzahl führen zwar zu einer deutlichen Verlängerung der Rechenzeit, haben aber keinen Einfluss auf die Simulationsergebnisse.



**Abbildung 4.9:** Darstellung der Ruhestellung des verwendeten Volumenmodells vom Biegebalken zur Simulation dessen dynamischen Verhaltens. Der Biegebalken hat eine Breite von  $70\mu\text{m}$  und eine Länge von  $170\mu\text{m}$ . Die Modelle sind auf der Unterseite des nicht beweglichen Teils eingespannt und von stehender Luft mit Raumtemperatur umgeben. a) Darstellung der Elemente des Modells. b) Vermaschte Elemente der Einzelschichten.

Für die Vermaschung der Elemente wird bezüglich der Achsenbeschriftungen und Definition der Elementeckpunkte die Nomenklatur verwendet, die in Abbildung 4.10 dargestellt ist.



**Abbildung 4.10:** Darstellung der Nomenklatur des verwendeten 3D-Elementes zur FEM-Simulation des thermisch-elektrischen Verhaltens des Biegebalkenverbundes.

Zur Berechnung des elektrischen Verhaltens liegt den Elementen folgende Matrix zugrunde, mit der die thermischen Anteile an den jeweiligen Eckpunkten jedes einzelnen Elementes bestimmt wird [Koh76]:

$$T_{FEM} = \frac{1}{8} \begin{pmatrix} T_{FEM,I}(1-s)(1-t)(1-r) + T_{FEM,J}(1+s)(1-t)(1-r) + \\ T_{FEM,K}(1+s)(1+t)(1-r) + T_{FEM,L}(1-s)(1+t)(1-r) + \\ T_{FEM,M}(1-s)(1-t)(1+r) + T_{FEM,N}(1+s)(1-t)(1+r) + \\ T_{FEM,O}(1+s)(1+t)(1+r) + T_{FEM,P}(1-s)(1+t)(1+r) \end{pmatrix} \quad (4.1)$$

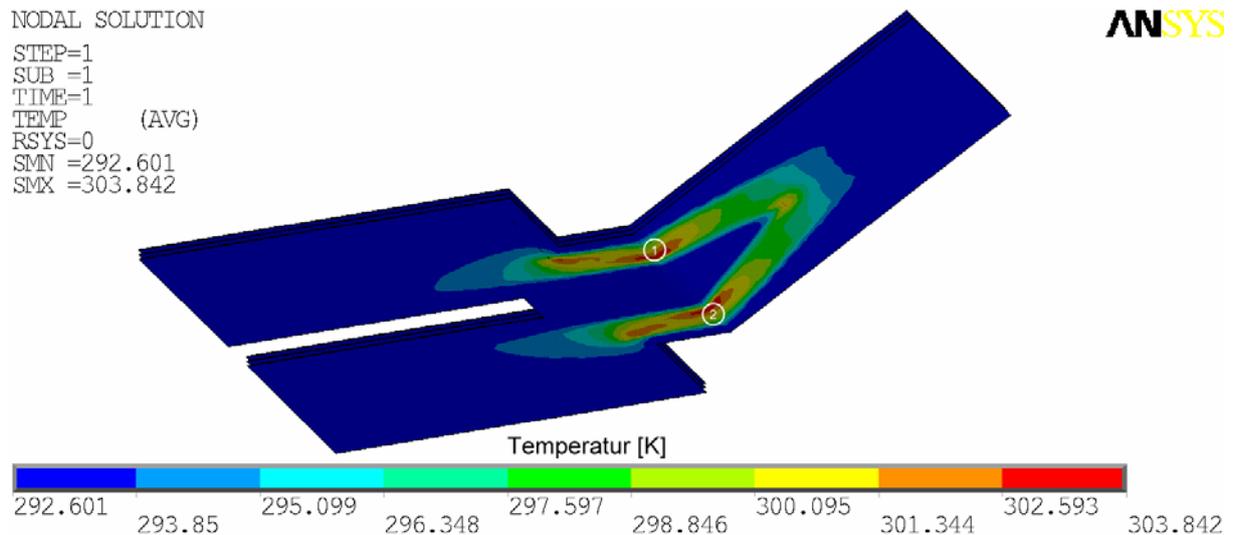
Analog zu den elektrischen Anteilen wird die gekoppelte Wärmeerzeugung unter Berücksichtigung der Wärmeleitfähigkeit anteilig für die einzelnen Ecken des FEM-Elementes bestimmt:

$$V_{FEM} = \frac{1}{8} \begin{pmatrix} V_{FEM,I}(1-s)(1-t)(1-r) + V_{FEM,J}(1+s)(1-t)(1-r) + \\ V_{FEM,K}(1+s)(1+t)(1-r) + V_{FEM,L}(1-s)(1+t)(1-r) + \\ V_{FEM,M}(1-s)(1-t)(1+r) + V_{FEM,N}(1+s)(1-t)(1+r) + \\ V_{FEM,O}(1+s)(1+t)(1+r) + V_{FEM,P}(1-s)(1+t)(1+r) \end{pmatrix} \quad (4.2)$$

Auf dieser Grundlage werden nachfolgend die Simulationsergebnisse vorgestellt, die das qualitative mechanische Verhalten des Schichtverbundes in Abhängigkeit der Dicke der Sensor- und Aktorschichten wiedergeben. Dabei ist das Ziel, durch Variation der Schichtdicke ein Maximum der Balkenauslenkung zu identifizieren.

### 1µm Sensor- und Aktorschichtdicke

Für die Sensor- und Aktorschichtdicke werden jeweils 1µm vorgegeben, während die Schichtdicke der einzelnen Isolationsschichten 0,25µm beträgt. Die daraus resultierende qualitative Temperaturverteilung zeigt Abbildung 4.11.



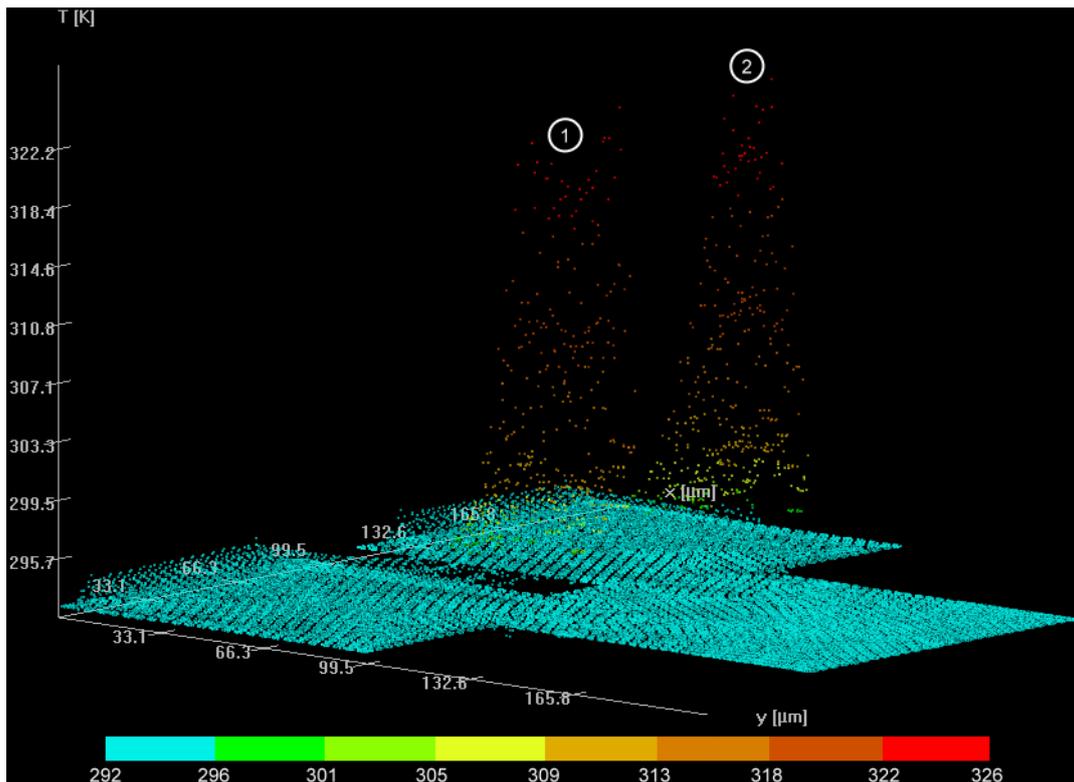
**Abbildung 4.11:** FEM-Simulation der Temperaturverteilung eines  $\text{SiO}_2\text{-Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}\text{-SiO}_2\text{-Al}_{99}\text{Si}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{-SiO}_2$ -Schichtsystems in dessen Ruhestellung nach Anlegen eines elektrischen Stroms an der Aktorschicht. Die Schichtdicke der Sensor- und Aktorschicht beträgt  $1\mu\text{m}$ . Das gesamte Modell ist von Luft umgeben. Die Positionen (1) und (2) kennzeichnen die Temperaturmaxima des Modells.

Als Ergebnis der Simulation erwärmt sich der Schichtverbund beim Anlegen einer elektrischen Spannung von  $1,0\text{V}$  an der Aktorschicht nach  $1\text{s}$  an der Unterseite im Maximum auf knapp  $340\text{K}$ . Dabei ist durch die unterste Isolationsschicht die Kontur der erwärmten Aktorschicht zu erkennen. Am Übergang zum beweglichen Teil des Biegebalkens ist der Krümmungsradius der Schichten (Gleichung 2.7) und somit deren Dehnung am größten. Daraus resultiert an dieser Stelle auch der geringste Schichtquerschnitt. Aus Gleichung 4.3 folgt, dass die Verringerung des Querschnitts gleichzeitig mit einer Erhöhung des elektrischen Widerstandes verbunden ist.

$$R = \rho \frac{l}{A} \quad \left| \begin{array}{l} \rho : \text{spezifischer Widerstand} \\ l : \text{Länge des elektrischen Leiters} \\ A : \text{Querschnitt des elektrischen Leiters} \end{array} \right. \quad (4.3)$$

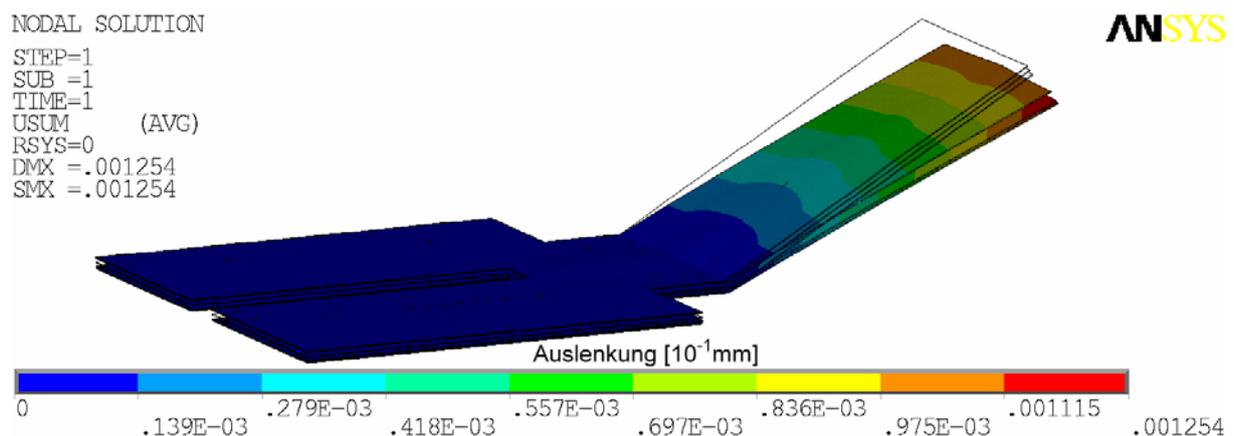
Somit ist plausibel, dass im Übergangsbereich zum freien Teil des Biegebalkens auch die Temperaturmaxima auftreten.

Die Darstellung der Wärmeverteilung über die laterale Geometrie des Schichtverbundes ist in Abbildung 4.12 dargestellt.



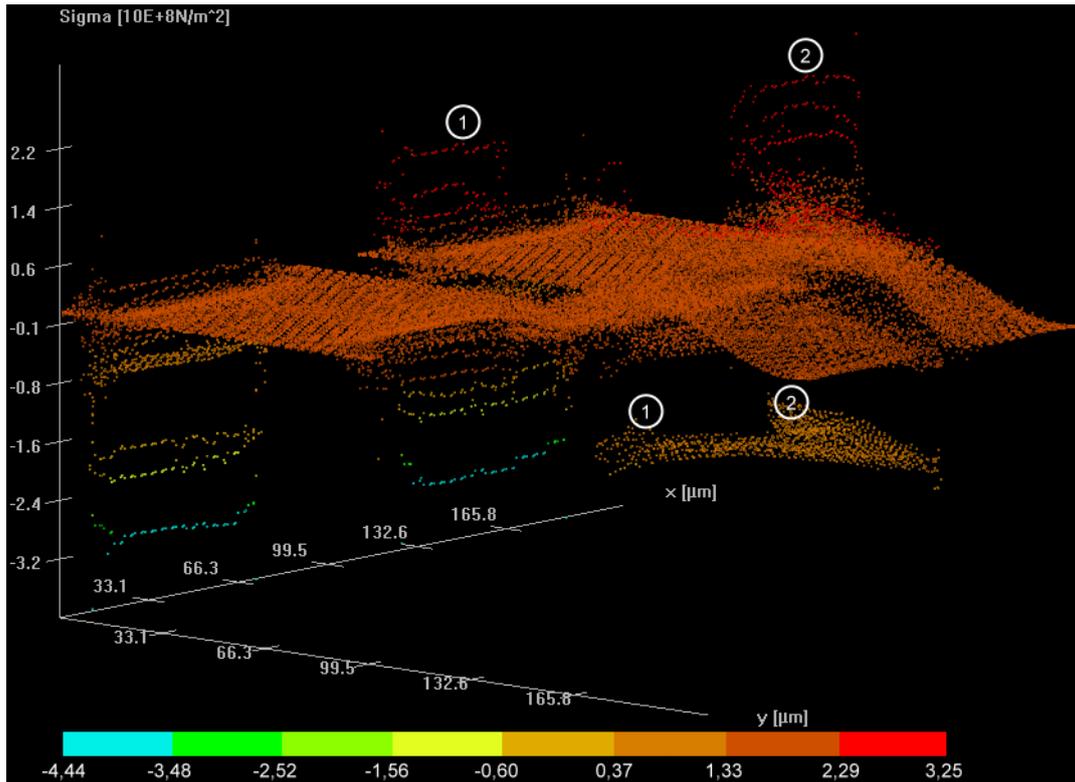
**Abbildung 4.12:** Räumliche Darstellung der im Volumen des Materialverbundes entstehenden Wärmeverteilung über die laterale Geometrie eines  $\text{SiO}_2\text{-Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}\text{-SiO}_2\text{-Al}_{99}\text{Si}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{-SiO}_2$ -Schichtverbundes. Die Schichtdicke der Sensor- und Aktorschicht beträgt  $1\mu\text{m}$ . Die Positionen (1) und (2) korrespondieren mit den Positionsangaben in Abbildung 4.11.

Abbildung 4.13 zeigt die aus der Wärmeverteilung resultierende Auslenkung des Schichtverbundes.



**Abbildung 4.13:** FEM-Simulation der Biegebalkenauslenkung eines  $\text{SiO}_2\text{-Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}\text{-SiO}_2\text{-Al}_{99}\text{Si}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{-SiO}_2$ -Schichtverbundes nach Anlegen eines elektrischen Stroms an der Aktorschicht. Zum Vergleich ist die Kontur der Ruhestellung dargestellt. Die Schichtdicke der Sensor- und Aktorschicht beträgt  $1\mu\text{m}$ . Das gesamte Modell ist von Luft umgeben.

Abbildung 4.14 zeigt die der Auslenkung zugrunde liegende mechanische Spannung über die laterale Geometrie des Schichtverbundes.



**Abbildung 4.14:** Räumliche Darstellung der im Volumen des Materialverbundes entstehenden mechanischen Spannung über die laterale Geometrie eines  $\text{SiO}_2\text{-Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}\text{-SiO}_2\text{-Al}_{99}\text{Si}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{-SiO}_2$ -Schichtverbundes. Die Schichtdicke der Sensor- und Aktorschicht beträgt  $1\mu\text{m}$ . Die Positionen (1) und (2) korrespondieren mit den Positionsangaben in Abbildung 4.11.

Resultierend aus der elektrisch erzeugten Wärmeverteilung ergibt sich eine Auslenkung der  $70\mu\text{m}$  langen Biegebalkenspitze von etwa  $13\mu\text{m}$ . Dies entspricht wegen des nicht berücksichtigten Martensit-Austenit-Phasensprungs zwar nicht den geforderten etwa  $110\mu\text{m}$  (Abschnitt 4.1.1). Allerdings kann dieses qualitative Ergebnis zum Vergleich des Schichtdickeneinflusses mit den nachfolgenden Simulationsergebnissen herangezogen werden.

### 2,5 $\mu\text{m}$ Sensor- und Aktorschichtdicke

Bei den nachfolgenden Simulationen wird für die Sensor- und Aktordünnschicht eine Schichtdicke von  $2,5\mu\text{m}$  angesetzt. Abbildung 4.15 zeigt die errechnete Temperaturverteilung des Dünnschichtverbundes.

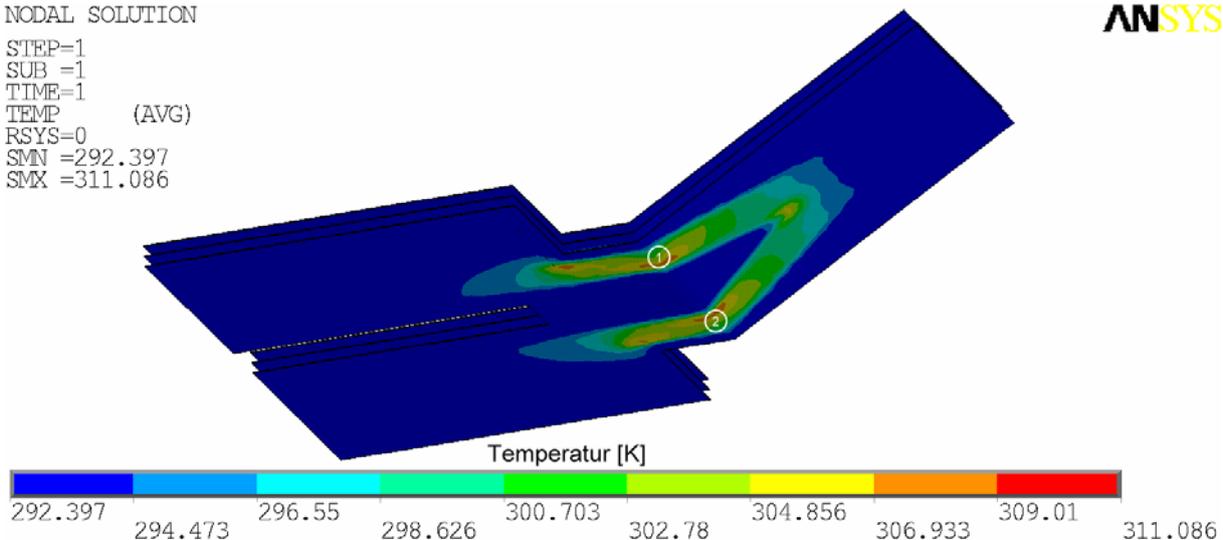
NODAL SOLUTION

```

STEP=1
SUB =1
TIME=1
TEMP      (AVG)
RSYS=0
SMN =292.397
SMX =311.086

```

ANSYS



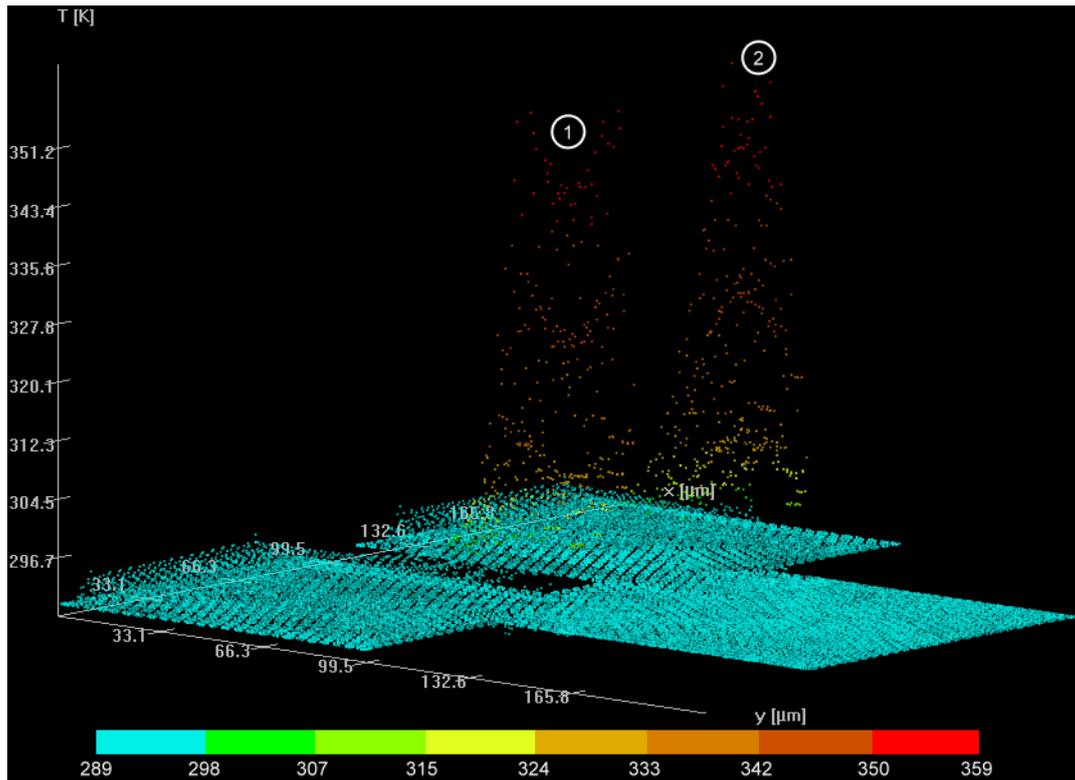
**Abbildung 4.15:** FEM-Simulation der Temperaturverteilung eines  $\text{SiO}_2\text{-Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}\text{-SiO}_2\text{-Al}_{99}\text{Si}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{-SiO}_2$ -Schichtsystems in dessen Ruhestellung nach Anlegen eines elektrischen Stroms an der Aktorschicht. Die Schichtdicke der Sensor- und Aktorschicht beträgt  $2,5\mu\text{m}$ . Das gesamte Modell ist von Luft umgeben. Die Positionen (1) und (2) kennzeichnen die Temperaturmaxima des Modells.

Eine Sekunde nach Anlegen einer elektrischen Spannung von 1,0V an der Aktorschicht resultiert in dem Schichtverbund eine maximale lokale Erwärmung von über 365K. Wie beim Schichtverbund mit  $1\mu\text{m}$  dicken Sensor- und Aktorschichten (Abbildung 4.11) liegen die Temperaturmaxima auf Grund der an dieser Stelle gedehnten Schichten am Übergangsbereich zum beweglichen Teil des Biegebalkens. Durch die Volumenvergrößerung verringert sich der elektrische Widerstand der Aktorschicht. Bei gleichzeitig konstanter Spannungsversorgung steigt nach Gleichung 4.4 die elektrische Leistung und somit die erzeugte Wärme.

$$P = U \cdot I = R \cdot I^2 = \frac{U^2}{R} \quad \begin{array}{l} P : \text{elektrische Leistung} \\ U : \text{elektrische Spannung} \\ I : \text{elektrische Stromstärke} \\ R : \text{elektrischer Widerstand} \end{array} \quad (4.4)$$

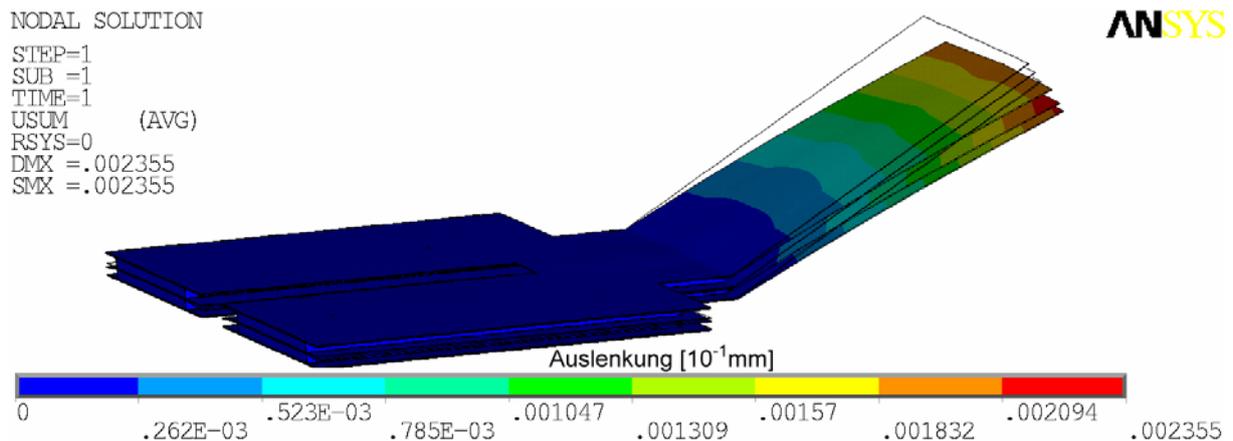
Die erhöhte Kerntemperatur der Aktorschicht kann durch gegenläufige Effekte nicht erkennbar verringert werden. So führt die größere Konvektion (Gleichung 2.1) und Wärmestrahlung (Gleichung 2.3) durch die 2,5fach größeren Aktorseitenflächen zu keinem signifikanten Einfluss auf die Schichttemperatur.

Abbildung 4.16 visualisiert die errechnete Wärmeverteilung über die laterale Gestalt des Dünnschichtverbundes.



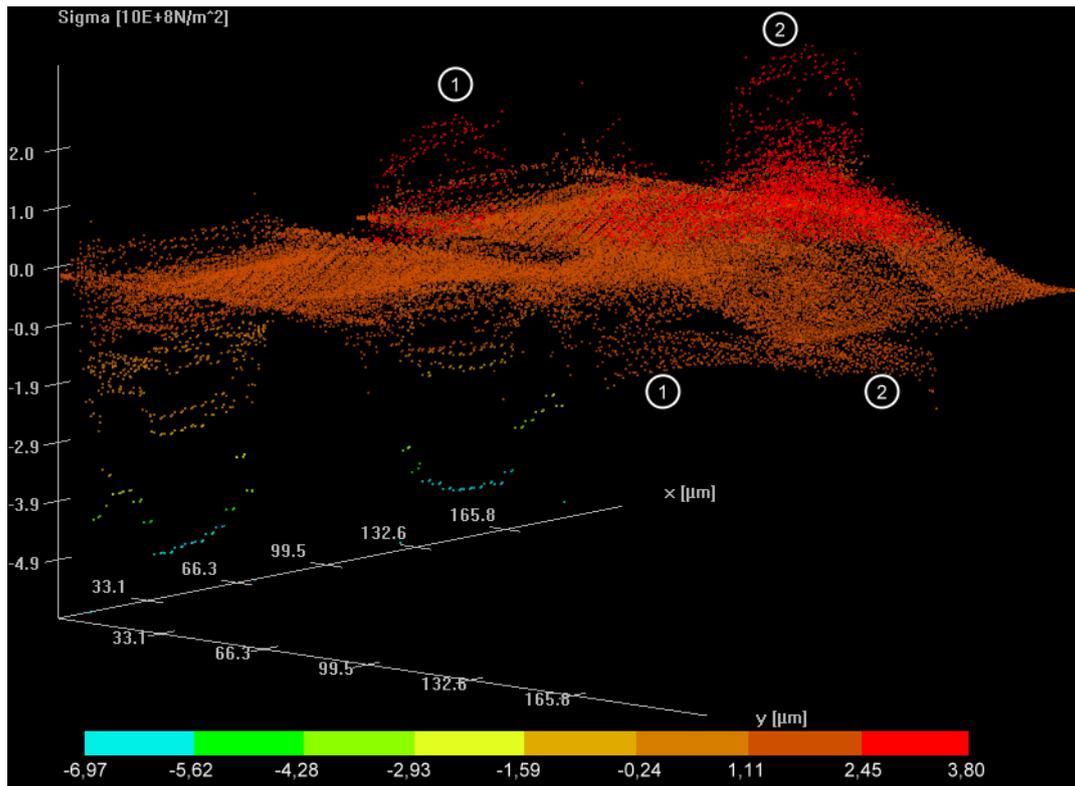
**Abbildung 4.16:** Räumliche Darstellung der im Volumen des Materialverbundes entstehenden Wärmeverteilung über die laterale Geometrie eines  $\text{SiO}_2\text{-Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}\text{-SiO}_2\text{-Al}_{99}\text{Si}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{-SiO}_2$ -Schichtverbundes. Die Schichtdicke der Sensor- und Aktorschicht beträgt  $2,5\mu\text{m}$ . Die Positionen (1) und (2) korrespondieren mit den Positionangaben in Abbildung 4.15.

Auf Grundlage der Wärmeverteilung zeigt Abbildung 4.17 die als Ergebnis der FEM-Simulation ermittelte Auslenkung des Schichtverbundes.



**Abbildung 4.17:** FEM-Simulation der Biegebalkenauslenkung eines  $\text{SiO}_2\text{-Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}\text{-SiO}_2\text{-Al}_{99}\text{Si}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{-SiO}_2$ -Schichtverbundes nach Anlegen eines elektrischen Stroms an der Aktorschicht. Zum Vergleich ist die Kontur der Ruhestellung dargestellt. Die Schichtdicke der Sensor- und Aktorschicht beträgt  $2,5\mu\text{m}$ . Das gesamte Modell ist von Luft umgeben.

In Abbildung 4.18 ist die mechanische Spannung über die laterale Geometrie des Dünnschichtverbundes dargestellt, aus der die Auslenkung des Schichtverbundes resultiert.

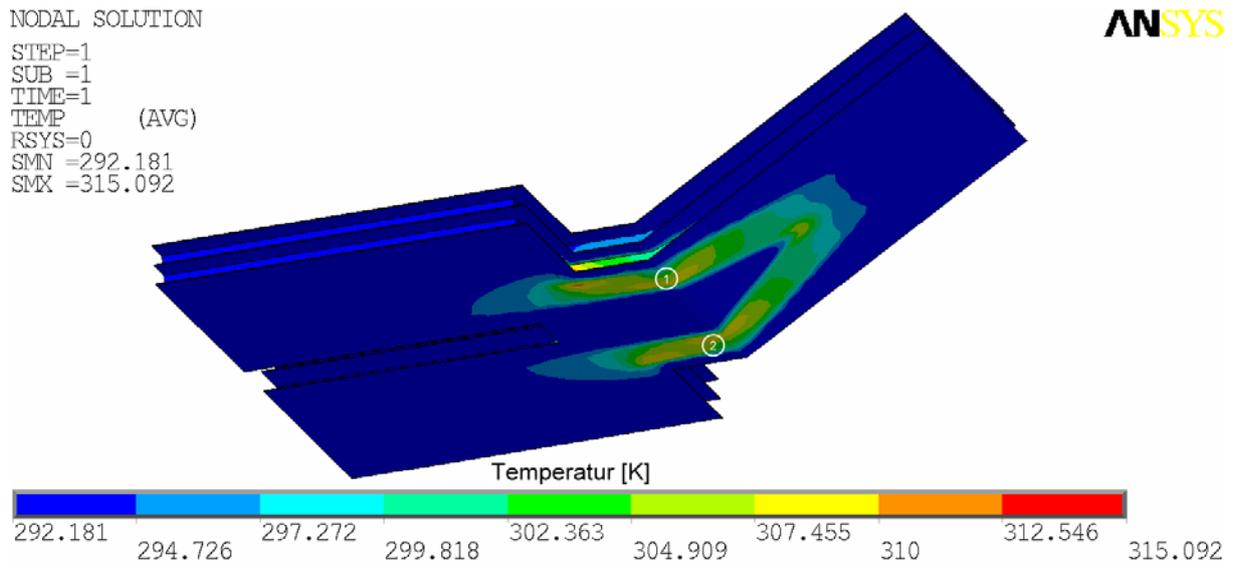


**Abbildung 4.18:** Räumliche Darstellung der im Volumen des Materialverbundes entstehenden mechanischen Spannung über die laterale Geometrie eines  $\text{SiO}_2\text{-Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}\text{-SiO}_2\text{-Al}_{99}\text{Si}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{-SiO}_2$ -Schichtverbundes. Die Schichtdicke der Sensor- und Aktorschicht beträgt  $2,5\mu\text{m}$ . Die Positionen (1) und (2) korrespondieren mit den Positionsangaben in Abbildung 4.15.

Gekoppelt mit der Erwärmung des Schichtverbundes ist eine Auslenkung der Biegebalkenspitze von etwa  $24\mu\text{m}$ . Diese fällt bei gleichen Randbedingungen etwa doppelt so hoch aus wie bei einer Schichtdicke der Sensor- und Aktorschicht von  $1\mu\text{m}$  (Abbildung 4.13). Somit hat die Erhöhung der Aktortemperatur einen größeren Einfluss auf die Auslenkung als die durch die Erhöhung des Schichtvolumens gegenläufige Schichtsteifigkeit.

### 5 $\mu\text{m}$ Sensor- und Aktorschichtdicke

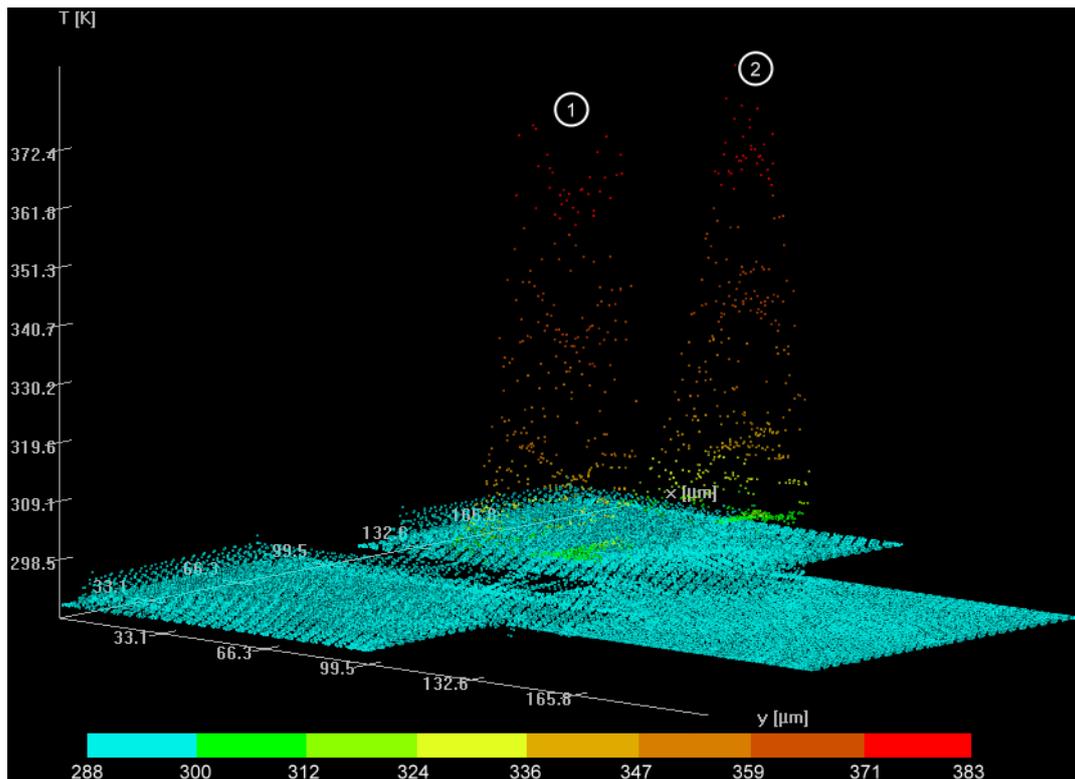
Als dritte Variante wird ein Schichtverbund betrachtet, dessen Sensor und Aktor eine Schichtdicke von  $5\mu\text{m}$  aufweist. In Abbildung 4.19 ist die simulierte Wärmeverteilung dargestellt, die sich nach Anlegen der elektrischen Leistung einstellt.



**Abbildung 4.19:** FEM-Simulation der Temperaturverteilung eines  $\text{SiO}_2\text{-Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}\text{-SiO}_2\text{-Al}_{99}\text{Si}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{-SiO}_2$ -Schichtsystems in dessen Ruhestellung nach Anlegen eines elektrischen Stroms an der Aktorschicht. Die Schichtdicke der Sensor- und Aktorschicht beträgt  $5\mu\text{m}$ . Das gesamte Modell ist von Luft umgeben. Die Positionen (1) und (2) kennzeichnen die Temperaturmaxima des Modells.

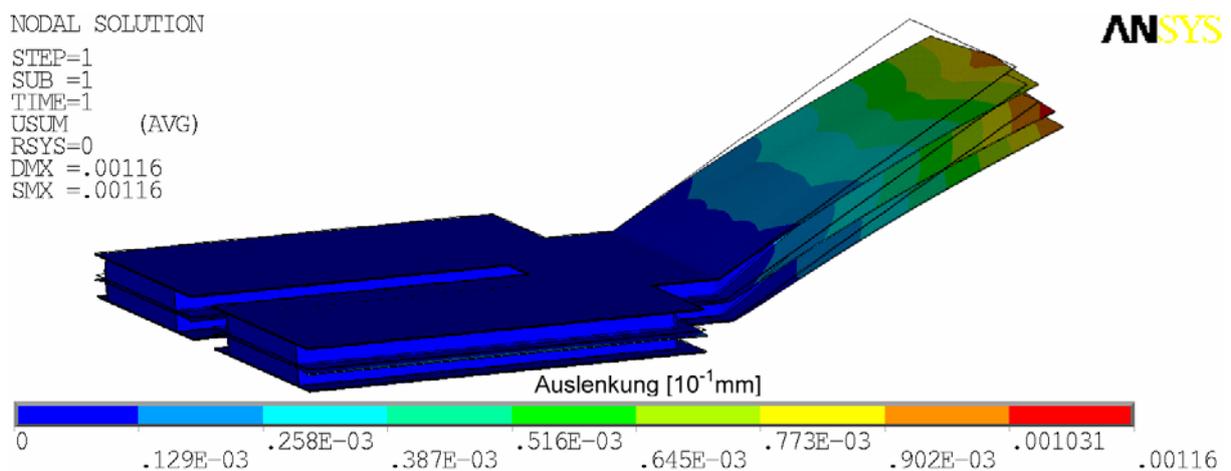
Bei diesem Schichtverbund erreicht die Aktorschicht 1s nach Anlegen einer elektrischen Spannung von 1,0V Temperaturen bis zu 385K. Auch hier führt der durch die erhöhte Aktorschichtdicke verringerte elektrische Schichtwiderstand bei gleich bleibender Spannung zu einer höheren elektrischen Leistung und somit gestiegenen Erwärmung der Aktorschicht (Gleichung 4.4).

In Abbildung 4.20 ist die aus der FEM-Simulation resultierende Wärmeverteilung über die laterale Geometrie des Dünnschichtverbundes wiedergegeben.



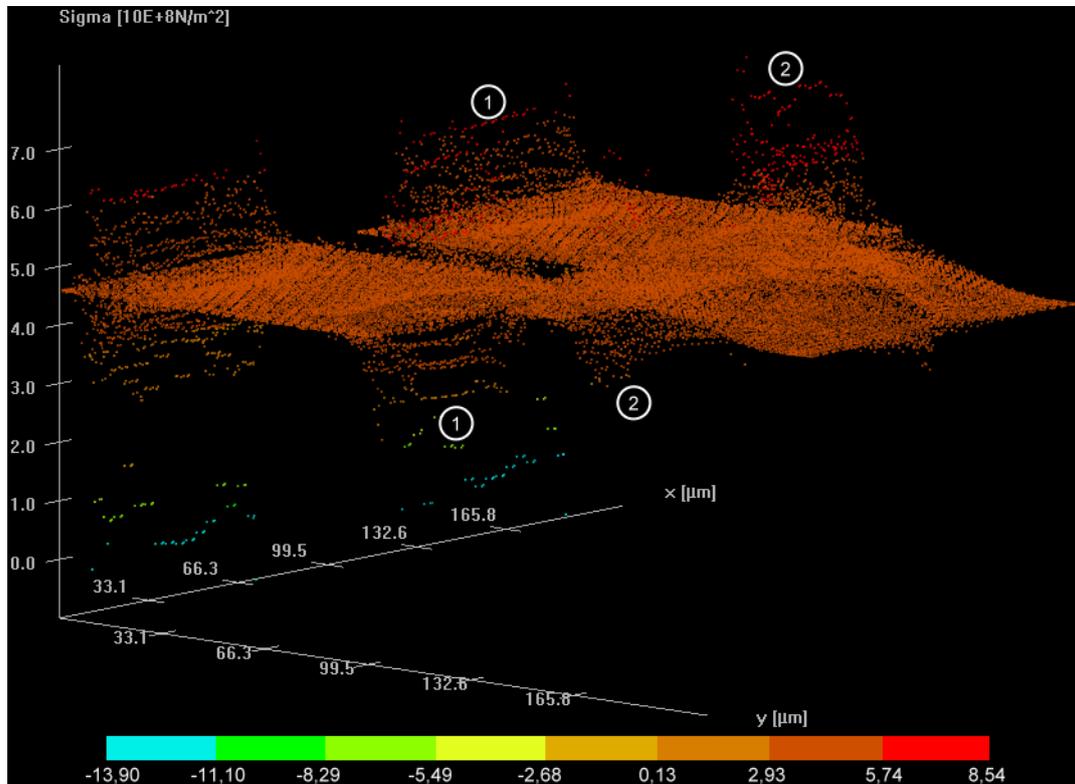
**Abbildung 4.20:** Räumlich Darstellung der im Volumen des Materialverbundes entstehenden Wärmeverteilung über die laterale Geometrie eines  $\text{SiO}_2\text{-Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}\text{-SiO}_2\text{-Al}_{99}\text{Si}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{-SiO}_2$ -Schichtverbundes. Die Schichtdicke der Sensor- und Aktorschicht beträgt  $5\mu\text{m}$ . Die Positionen (1) und (2) korrespondieren mit den Positionsangaben in Abbildung 4.19.

Abbildung 4.21 stellt die Auslenkung des Schichtverbundes dar, die sich als Simulationsergebnis aus der zuvor bestimmten Wärmeverteilung einstellt.



**Abbildung 4.21:** FEM-Simulation der Biegebalkenauslenkung eines  $\text{SiO}_2\text{-Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}\text{-SiO}_2\text{-Al}_{99}\text{Si}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{-SiO}_2$ -Schichtverbundes nach Anlegen eines elektrischen Stroms an der Aktorschicht. Zum Vergleich ist die Kontur der Ruhestellung dargestellt. Die Schichtdicke der Sensor- und Aktorschicht beträgt  $5\mu\text{m}$ . Das gesamte Modell ist von Luft umgeben.

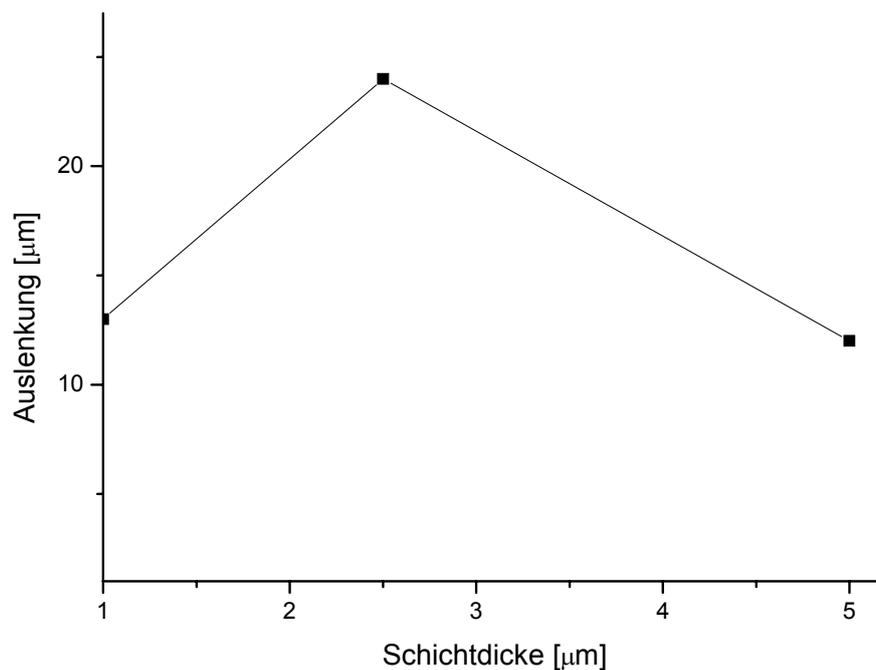
Die Darstellung der Simulationsergebnisse der die Auslenkung verursachenden mechanischen Spannung über die laterale Geometrie des Schichtverbundes ist in Abbildung 4.22 wiedergegeben.



**Abbildung 4.22:** Räumliche Darstellung der im Volumen des Materialverbundes entstehenden mechanischen Spannung über die laterale Geometrie eines  $\text{SiO}_2\text{-Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}\text{-SiO}_2\text{-Al}_{99}\text{Si}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{-SiO}_2$ -Schichtverbundes. Die Schichtdicke der Sensor- und Aktorschicht beträgt  $5\mu\text{m}$ . Die Positionen (1) und (2) korrespondieren mit den Positionsangaben in Abbildung 4.19.

Resultierend aus der Erwärmung der Einzelschichten ergibt sich für diesen Schichtverbund eine Auslenkung an der Biegebalkenspitze von etwa  $12\mu\text{m}$ . Im Gegensatz zu dem Biegebalken mit Sensor- und Aktorschichtdicken von  $2,5\mu\text{m}$  (Abbildung 4.17) hat die mit der Zunahme der Schichtvolumen verbundene Schichtsteifigkeit einen größeren Einfluss auf die Balkenauslenkung. Dieser Effekt ist somit größer als die mit der Temperaturerhöhung der Aktorschicht verbundene Schichtausdehnung.

Auf Basis der Simulationsergebnisse kann festgehalten werden, dass die Auslenkung unter gleichen Randbedingungen für Schichtdicken der Sensor- und Aktorschicht im Bereich um  $2,5\mu\text{m}$  ein Optimum erreicht (Abbildung 4.23).



**Abbildung 4.23:** Darstellung der simulierten Auslenkung in Abhängigkeit der Sensor- und Aktorschichtdicken.

Für dünnere Schichten ist die aus der Schichterwärmung resultierende Auslenkung vergleichsweise gering (Abbildung 4.13). Bei größeren Schichtdicken nimmt die Kerntemperatur des Schichtverbundes zwar weiter zu. Gleichzeitig sind für die Auslenkung des Biegebalkens aber größere mechanische Spannungen zur Überwindung der gestiegenen Steifigkeit des Schichtverbundes erforderlich (Abbildung 4.21).

Somit ergibt sich aus den FEM-Simulationen als Fazit für die Sensor- und Aktorschicht eine optimierte Sensor- und Aktorschichtdicke im Bereich von  $2,5\mu\text{m}$ . Aus der thermisch erzeugten mechanischen Spannung resultiert auf einer  $1\mu\text{m}^2$ -Fläche an der Biegeachse eine maximale Aktorkraft von  $0,36\text{mN}$  (Abbildung 4.18). Diese ist signifikant größer als die für den Aktor geforderte Gesamtkraft von  $0,12\text{mN}$  (Abschnitt 4.1.1).

Bei gleicher Geometrie und Spannungsversorgung hängt die Aktorerwärmung vom elektrischen Widerstand der Schicht und somit der Aktordicke ab. Da außerdem die mechanische Steifigkeit im makroskopischen Maßstab stärker zunimmt, lassen die Simulationsergebnisse bei Dünnschichtverbunden mit lateralen Millimeterabmessungen eine vergleichbare Tendenz erwarten.

#### 4.1.4 Herstellung der Dünnschichtverbunde

Die Herstellung der Dünnschichtverbunde, die am Ende der Prozessierung als Biegebalken mit Sensor- und Aktorfunktion betrieben werden können, gliedert sich in mehrere Prozessschritte.

Zunächst werden die einzelnen Dünnschichten in einer Leybold-Heraeus Z550 PVD-Beschichtungsanlage abgeschieden. Anschließend folgt ein Temperprozess, in dem der Aktorschicht der erforderliche Formgedächtniseffekt eingeprägt wird. Abschließend wird die

Opferschicht in einem nasschemischen Ätzprozess gelöst und somit der freitragende Teil des Biegebalkens erzeugt.

Für die Herstellung der Schichtverbunde mit lateralen Abmessungen von 7mm x 15mm werden die Schichten mit den in Abschnitt 4.1.2 beschriebenen Schattenmasken strukturiert. Die für die Beschichtung verwendeten Prozessparameter sind in Abschnitt 3.1.1 näher erläutert. Darüber hinaus gibt Tabelle 4.5 einen Überblick der verwendeten Beschichtungsparameter. Außerdem sind in der Tabelle die resultierenden Schichtdicken mit den Eigenspannungen der jeweiligen ungetemperten Schicht angegeben.

<b>Schicht</b>	<b>Leistung [W]</b>	<b>Druck [mbar]</b>	<b>Sputterdauer [min]</b>	<b>Schichtdicke [<math>\mu\text{m}</math>]</b>	<b>Eigenspannung [GPa]</b>
Fe <sub>50</sub> Co <sub>50</sub>	500	5,0*10 <sup>-3</sup>	10:00	0,57	0,43
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	500	5,0*10 <sup>-3</sup>	30:00	0,39	0,29
Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	300	5,0*10 <sup>-3</sup>	10:00	0,52	1,75
SiO <sub>2</sub>	280	5,0*10 <sup>-3</sup>	13:00	0,20	0,25
Ti <sub>55</sub> Ni <sub>30</sub> Cu <sub>15</sub>	500	4,0*10 <sup>-3</sup>	23:15	2,49	0,16
Al <sub>99</sub> Si <sub>0,5</sub> Cu <sub>0,5</sub>	250	5,0*10 <sup>-3</sup>	35:30	2,60	0,26
Cu <sub>55</sub> Ni <sub>45</sub>	300	5,0*10 <sup>-3</sup>	13:30	2,54	0,70

**Tabelle 4.5:** Beschichtungs- und Schichtparameter der ungetemperten Einzelschichten des Dünnschichtverbundes.

Da von den Eigenspannungen der Einzelschichten nicht ohne Weiteres auf die Eigenspannungen des gesamten Schichtverbundes geschlossen werden kann, sind diese in Tabelle 4.6 zusammengefasst. Außerdem führt die Tabelle die Gesamtdicken der Schichtverbunde auf und zeigt die Eigenspannungen nach dem erforderlichen Temperprozess (Abschnitt 4.1.1). Da für die Auswahl der endgültigen Sensorschicht zwei Materialien (Al<sub>99</sub>Si<sub>0,5</sub>Cu<sub>0,5</sub> und Cu<sub>55</sub>Ni<sub>45</sub>) und für die Isolationsschichten drei Materialien (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> und SiO<sub>2</sub>) zur Auswahl stehen, werden in der Tabelle die für die Schichtverbunde zur Wahl stehenden Materialkombinationen aufgeführt.

<b>Target</b>	<b>Schichtdicke [<math>\mu\text{m}</math>]</b>	<b>Eigenspannung [GPa]</b>	<b>Eigenspannung getempert [GPa]</b>
$\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-Al}_{99}\text{Si}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{-Al}_2\text{O}_3$	6,61	0,26	0,18
$\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}_{55}\text{Ni}_{45}\text{-Al}_2\text{O}_3$	6,87	0,39	0,28
$\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}\text{-Si}_3\text{N}_4\text{-Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}\text{-Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_{99}\text{Si}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{-Si}_3\text{N}_4$	7,66	0,13	0,07
$\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}\text{-Si}_3\text{N}_4\text{-Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}\text{-Si}_3\text{N}_4\text{-Cu}_{55}\text{Ni}_{45}\text{-Si}_3\text{N}_4$	6,88	0,01	0,20
$\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}\text{-SiO}_2\text{-Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}\text{-SiO}_2\text{-Al}_{99}\text{Si}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{-SiO}_2$	5,82	0,37	0,49
$\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}\text{-SiO}_2\text{-Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}\text{-SiO}_2\text{-Cu}_{55}\text{Ni}_{45}\text{-SiO}_2$	6,15	0,04	0,46

**Tabelle 4.6:** Schichtdicke und Eigenspannungen der verwendeten Dünnschichtverbunde. Die Eigenspannungen wurden nach dem letzten Beschichtungsprozess und nach einem Temperprozess für 60min bei 600°C bestimmt. Somit beinhalten die Eigenspannungen den überlagerten Formgedächtniseffekt der Ti-Ni-Cu-Schichten.

Nach dem Abscheiden der Dünnschichten werden die Schichtverbunde getempert, um den Formgedächtniseffekt in die Aktorschicht einzuprägen. Dieser Prozess wird für 60min bei Temperaturen zwischen 530°C und 600°C in einem Ofen der Firma CreaTec durchgeführt, der in Abschnitt 3.1.4 näher beschrieben ist.

Abschließend wird die Opferschicht entfernt, um den freitragenden Teil des Biegebalkens zu erzeugen. Hierfür wird eine Ätzlösung aus 4,5ml  $\text{HNO}_3$  und 2000ml deionisiertem Wasser angesetzt, in die der Dünnschichtverbund bei Raumtemperatur für etwa 12 Stunden getaucht wird (Abschnitt 3.2.4).

Nachfolgend werden die Einzelschichten des Dünnschichtverbundes näher charakterisiert und der Schichtverbund in Form von Biegebalken anschließend mit seinen Sensor- und Aktorfunktionen näher dargestellt.

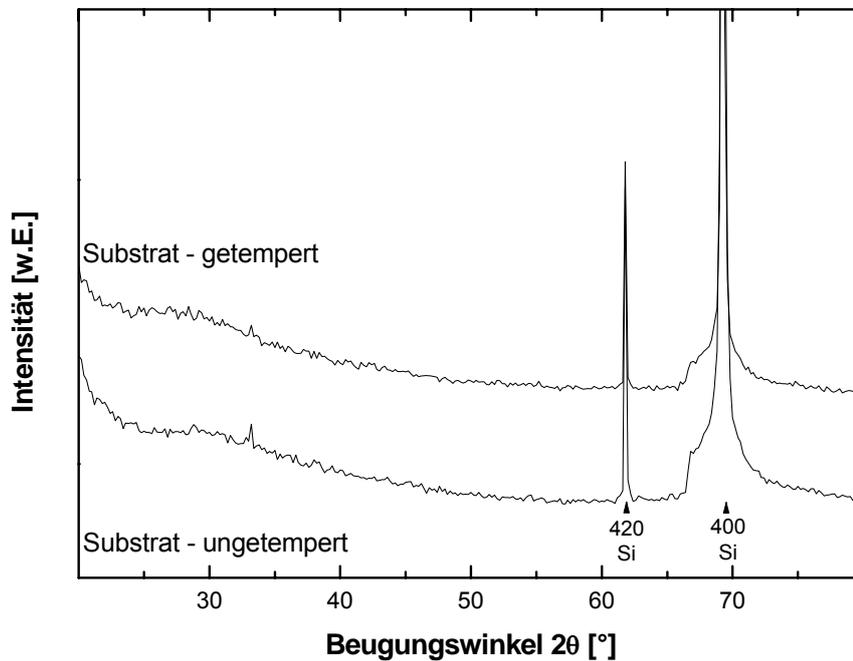
## 4.2 Charakterisierung der Isolationsdünnschichten

Nachfolgend werden die verwendeten Isolationsdünnschichten charakterisiert und ihre Beständigkeit gegen den für das Einprägen des Formgedächtniseffektes in die Aktorschicht erforderlichen Temperprozess zwischen 530°C und 600°C für 60min untersucht (Abschnitt 4.1.1). Dabei werden mögliche Gefügeänderungen insbesondere unter dem Gesichtspunkt der Prozesskompatibilität betrachtet.

### 4.2.1 Si-Substrat

Um bei den verwendeten Röntgendiffraktogrammen beurteilen zu können, welche Reflektionen von den Gitterebenen des Substrats stammen, ist in Abbildung 4.24 als Referenz das

Röntgendiffraktogramm eines getemperten und eines nicht getemperten Siliziumsubstrats zu sehen.



**Abbildung 4.24:** Röntgendiffraktogramme ( $\theta - 2\theta$ ) eines ungetemperten und eines bei 600°C für 60min getemperten Si-Substrats.

Zu erkennen sind die für Silizium charakteristischen Reflexe der (420)- und (400)-Ebene. Bei der Überlagerung der Diffraktogramme des bei 600°C für 60min getemperten mit dem ungetemperten Substrat zeigen sich keine Unterschiede in den Röntgendiffraktogrammen.

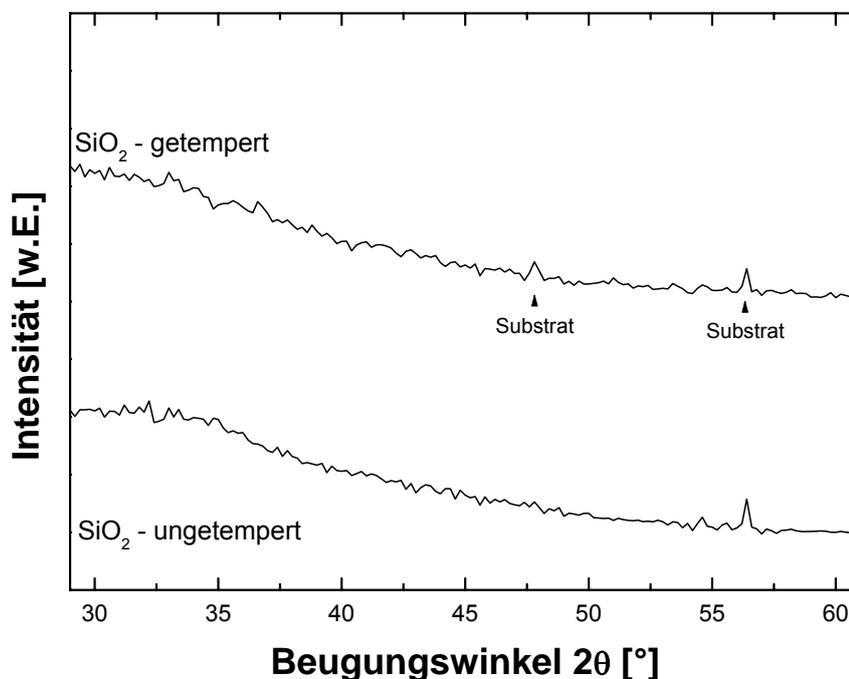
#### 4.2.2 Si-O-Isolationsschicht

Als ein mögliches Material für die Isolationsschichten wird im PVD-Prozess abgeschiedenes Siliziumoxid näher betrachtet. In Tabelle 4.7 ist die mittels Mikrosondenanalyse ermittelte Zusammensetzung einer abgeschiedenen Siliziumoxidschicht mit den angewendeten Beschichtungsparametern dargestellt. Dabei ergibt sich für die Schicht eine Zusammensetzung von 35 Atomprozent Silizium und 64 Atomprozent Sauerstoff.

Target	HF-Leistung [W]	Ar-Druck [Pa]	Schichtdicke [ $\mu\text{m}$ ]	Zusammensetzung [At.-%]
SiO <sub>2</sub>	300	0,5	1,53	Si <sub>35</sub> O <sub>64</sub> Ar <sub>0,5</sub>

**Tabelle 4.7:** Mikrosondenanalyse der chemischen Zusammensetzung einer zur Analyse abgeschiedenen Si-O-Dünnschicht mit den dazu gehörigen PVD-Prozessparametern.

Abbildung 4.25 zeigt die überlagerten Röntgendiffraktogramme einer bei 600°C für 60min getemperten gegenüber einer ungetemperten Siliziumoxidschicht. Dabei kann keine Veränderung festgestellt werden, die auf eine Gefügeänderung der Schichten schließen lässt.



**Abbildung 4.25:** Röntgendiffraktogramme ( $\theta - 2\theta$ ) einer ungetemperten und einer bei 600°C für 60min getemperten Si-O-Schicht mit einer Dicke von 0,22 $\mu$ m.

Die Reflektionen bei 47,8° und 56,4° können in der dargestellten Auflösung dem Substrat zugeordnet werden. Beide Röntgendiffraktogramme weisen keine Reflexe auf, die sich der abgeschiedenen Dünnschicht zuordnen lassen. Somit lässt sich die Schichtstruktur als röntgenamorph einstufen. Da außerdem die Oberflächenbeschaffenheit der transparenten Schicht nach der Temperung optisch glatt war und keine Risse aufwies, kann die Schicht für die geforderte Prozessierung als wärmostabil eingeordnet werden. Dies gilt auch für die experimentell ermittelte Eignung der Si-O-Dünnschicht als Diffusionsbarriere während des Temperprozesses (Abschnitt 4.6.1). Mit einem gemessenen homogenen elektrischen Widerstand von  $>1\text{M}\Omega$  erfüllen die Schichten auch die geforderte Isolationsfunktion.

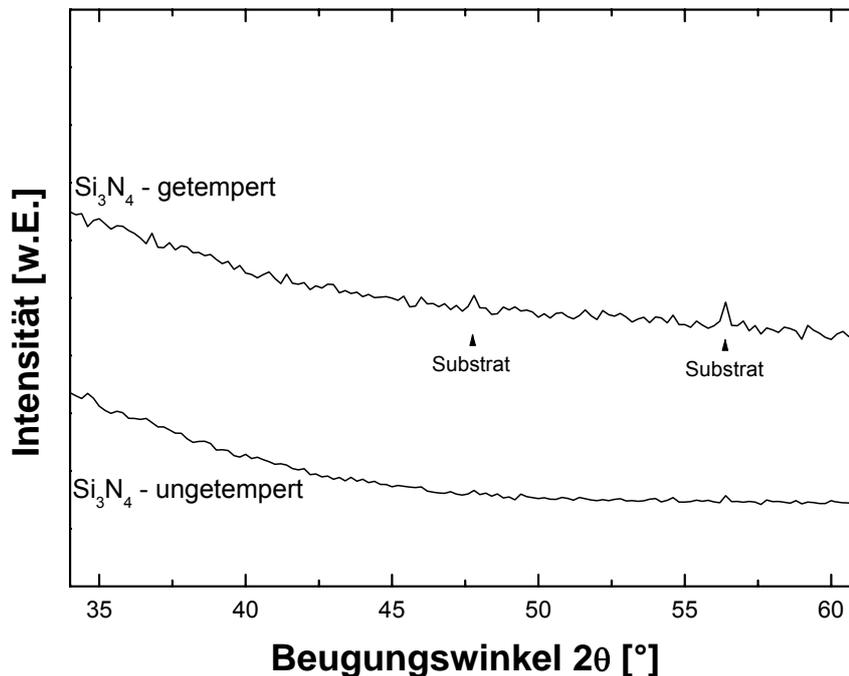
### 4.2.3 Si-N-Isolationsschicht

Als weiteres Material für die Isolationsdünnschichten wird Siliziumnitrid untersucht. Für eine Mikrosondenanalyse wird die Schicht abgeschieden und die ermittelten Werte in Tabelle 4.8 zusammengefasst. Demnach setzt sich die Dünnschicht auf dem Substrat aus 48 Atomprozent Silizium und 41 Atomprozent Stickstoff zusammen. Die übrigen 11 Atomprozent sind den Verunreinigungen der Schicht zuzuordnen, die zum Teil auf den pulvermetallurgischen Herstellprozess des Targets zurückzuführen sind.

Target	HF-Leistung [W]	Ar-Druck [Pa]	Schichtdicke [ $\mu\text{m}$ ]	Zusammensetzung [At.-%]
$\text{Si}_3\text{N}_4$	300	0,5	1,21	$\text{Si}_{48}\text{N}_{41}\text{C}_4\text{O}_4\text{Ar}_3$

**Tabelle 4.8:** Mikrosondenanalyse der chemischen Zusammensetzung einer zur Analyse abgetrennten Si-N-Dünnschicht mit den dazu gehörigen PVD-Prozessparametern.

In Abbildung 4.26 sind die Röntgendiffraktogramme einer getemperten und einer nicht getemperten Schicht überlagert.



**Abbildung 4.26:** Röntgendiffraktogramme ( $\theta - 2\theta$ ) einer ungetemperten und einer bei  $600^\circ\text{C}$  für 60min getemperten Si-N-Schicht mit einer Dicke von  $0,4\mu\text{m}$ .

Analog zu den Si-O-Schichten (Abschnitt 4.2.2) liegen auch die untersuchten Si-N-Schichten in einer röntgenamorphen Struktur vor. Allerdings zeigen sich bei der optischen Untersuchung der Schichten nach der Temperung für 60min bei  $600^\circ\text{C}$  Risse in der Schicht. Somit lassen sich die Si-N-Schichten im Vergleich zu den Si-O-Schichten als weniger wärmostabil einstufen. Das in Abschnitt 4.6.2 näher betrachtete prozesskompatible Verhalten der Si-N-Dünnschicht während der Temperung wird ebenfalls positiv beurteilt. Die Isolationseigenschaften sind mit einem elektrischen Widerstand der intakten Schichtbestandteile mit  $>1\text{M}\Omega$  erfüllt.

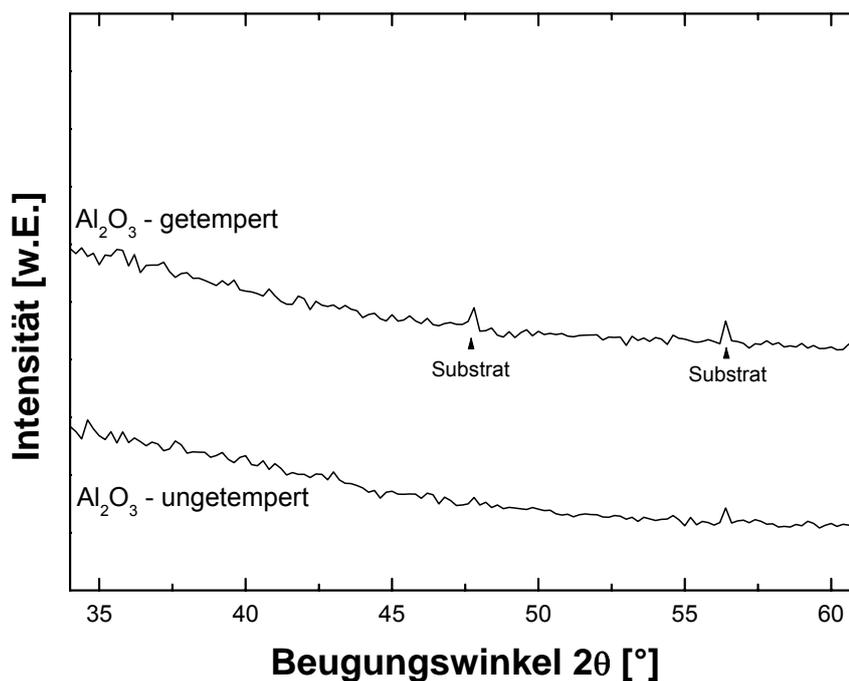
#### 4.2.4 Al-O-Isolationsschicht

Aluminiumoxid ist das dritte Material, das für die Isolationsschichten des Schichtverbundes in Betracht gezogen wird. Zunächst wird auch hier die Zusammensetzung der mittels PVD-Prozess abgeschiedenen Schicht bestimmt. Die Ergebnisse der Mikrosondenanalyse sowie die dazu gehörigen Beschichtungsparameter sind in Tabelle 4.9 zusammengestellt. Demnach ergibt sich eine Schichtzusammensetzung von 41 Atomprozent Aluminium und 59 Atomprozent Sauerstoff.

Target	HF-Leistung [W]	Ar-Druck [Pa]	Schichtdicke [ $\mu\text{m}$ ]	Zusammensetzung [At.-%]
$\text{Al}_2\text{O}_3$	500	0,5	1,04	$\text{Al}_{41}\text{O}_{59}$

**Tabelle 4.9:** Mikrosondenanalyse der chemischen Zusammensetzung einer zur Analyse abgeschiedenen Al-O-Dünnschicht mit den dazu gehörigen PVD-Prozessparametern.

Die überlagerten Röntgendiffraktogramme einer getemperten und einer ungetemperten Al-O-Schicht sind in Abbildung 4.27 dargestellt.



**Abbildung 4.27:** Röntgendiffraktogramme ( $\theta - 2\theta$ ) einer ungetemperten und einer bei  $600^\circ\text{C}$  für 60min getemperten Al-O-Schicht mit einer Dicke von  $0,39\mu\text{m}$ .

Bei den Aluminiumoxid dünnschichten sind weder vor noch nach dem Temperprozess kristalline Gefügeausbildungen zu erkennen. Die schwach ausgebildeten Reflexe lassen sich dem Substrat zuordnen. Somit lässt sich für die Gefügestruktur der Al-O-Schicht folgern, dass sie röntgenamorph ist. Bei der optischen Analyse der transparenten Al-O-Schicht zeigen sich nach der Schichtabscheidung keine Inhomogenitäten. Allerdings können nach der Wärme-

behandlung bei 600°C für 60min einzelne Risse in der Schicht festgestellt werden. Demgegenüber beweist die Al-O-Schicht ihre Eignung als Diffusionsbarriere während der Wärmebehandlung (Abschnitt 4.6.3). Die intakten Schichtbestandteile weisen einen elektrischen Widerstand von  $>1\text{M}\Omega$  auf und eignen sich somit als Isolationsschicht.

Als Fazit der für Isolationsschichten in Betracht gezogenen Materialien bleibt festzuhalten, dass keine Schicht in den Röntgendiffraktogrammen nachweisbare kristalline Gefügestrukturen aufwies. Allerdings zeigen sich bei der wegen des notwendigen Temperprozesses geforderten Wärmestabilität Unterschiede. So ist die Neigung zur Rissbildung während der Prozessierung bei den Si-N-Schichten am ausgeprägtesten. Als vollständig prozesskompatibel zeigen sich lediglich die Si-O-Schichten, bei denen nach den Verarbeitungsschritten keinerlei Veränderung zu erkennen sind.

### 4.3 Charakterisierung der Aktordünnschichten

Im nachfolgenden Abschnitt wird die Formgedächtnislegierung charakterisiert, die in dieser Arbeit als Aktordünnschicht eingesetzt wird (Abschnitt 4.1.1).

Neben Röntgendiffraktogrammen wird die Schichtausbildung mittels TEM-Aufnahmen näher analysiert. Außerdem wird das für die Aktorfunktion entscheidende Hystereseprofil aufgezeigt.

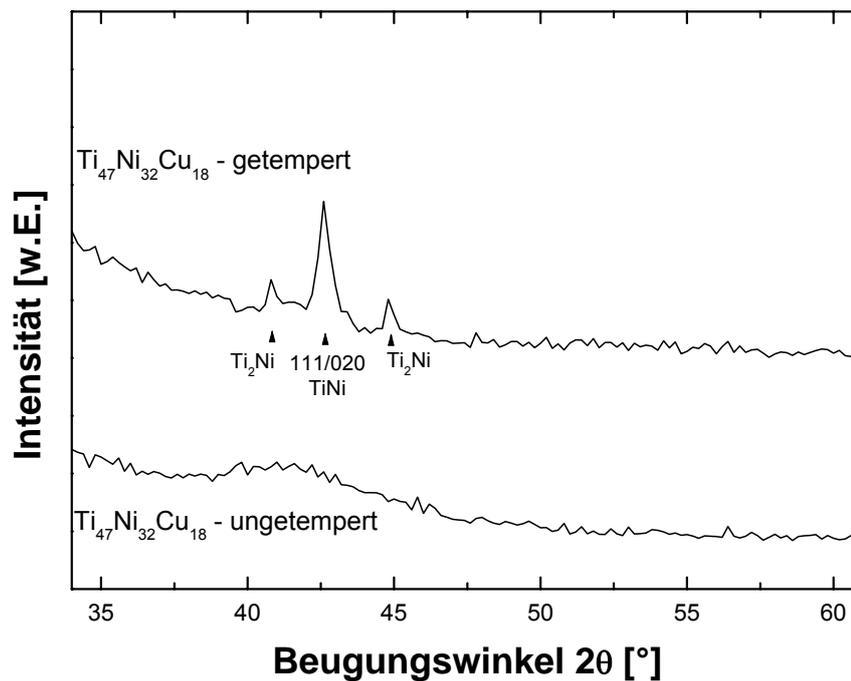
#### 4.3.1 Ti-Ni-Cu-Aktorschicht

Zur Bestimmung der Schichtzusammensetzung auf dem Substrat wird eine Mikrosondenanalyse der abgeschiedenen Aktordünnschicht durchgeführt. Die Ergebnisse sind in Tabelle 4.10 dargestellt. Demnach ergibt sich eine Schichtzusammensetzung von 47 Atomprozent Titan, 32 Atomprozent Nickel und 18 Atomprozent Kupfer.

<i>Target</i>	<i>DC-Leistung</i> [W]	<i>Ar-Druck</i> [Pa]	<i>Schichtdicke</i> [ $\mu\text{m}$ ]	<i>Zusammensetzung</i> [At.-%]
Ti <sub>55</sub> Ni <sub>30</sub> Cu <sub>15</sub>	500	0,4	1,69	Ti <sub>47</sub> Ni <sub>32</sub> Cu <sub>18</sub>

**Tabelle 4.10:** Mikrosondenanalyse der chemischen Zusammensetzung einer zur Analyse abgeschiedenen Ti-Ni-Cu-Dünnschicht mit den dazu gehörigen PVD-Prozessparametern.

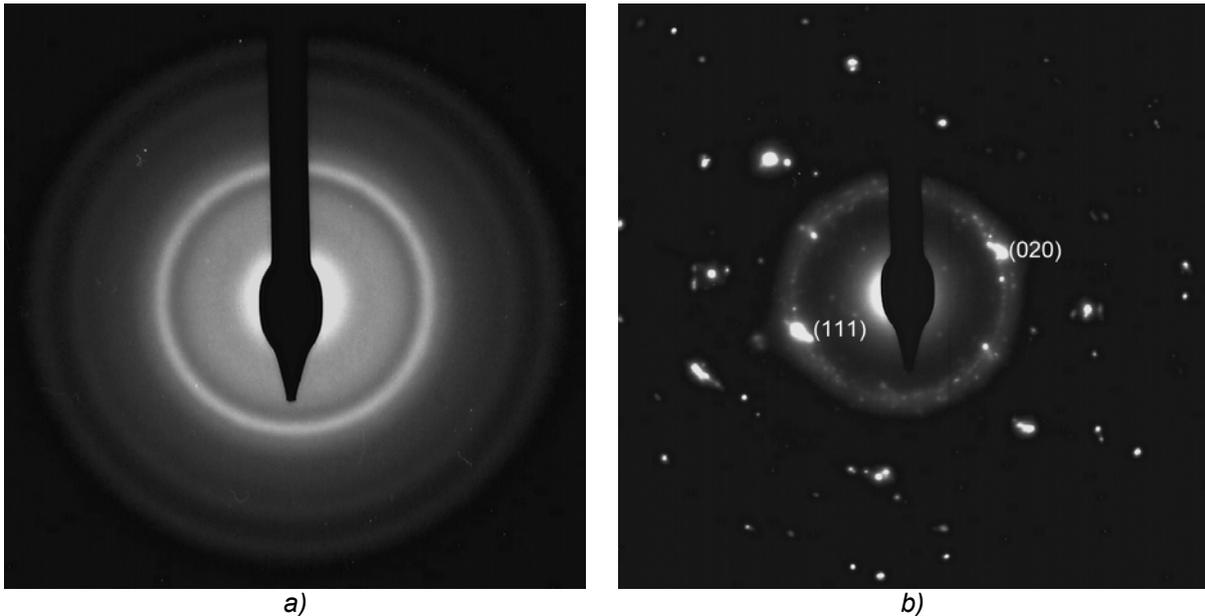
Abbildung 4.28 zeigt die überlagerten Röntgendiffraktogramme einer ungetemperten und einer bei 600°C für 60min getemperten Dünnschicht.



**Abbildung 4.28:** Röntgendiffraktogramme ( $\theta - 2\theta$ ) einer ungetemperten und einer bei  $600^\circ\text{C}$  für 60min getemperten Ti-Ni-Cu-Schicht mit einer Dicke von  $2,50\mu\text{m}$ .

In der ungetemperten Aktorschicht sind keine signifikanten Reflexe zu erkennen. Demgegenüber weist die getemperte Schicht einen Röntgenreflex auf, der sich sowohl der (111)- als auch der (020)-Ebene der kubisch raumzentrierten Titan-Nickel-Struktur zuordnen lässt. Außerdem sind in der bei Raumtemperatur gemessenen orthorhombischen Martensitstruktur der Formgedächtnislegierung zwei Reflexe von  $\text{Ti}_2\text{Ni}$ -Ausscheidungsphasen identifizierbar.

Die Wandlung von einer amorphen zu einer kristallinen Gefügestruktur zeigt sich auch in den TEM-Beugungsbildern (Abbildung 4.29).



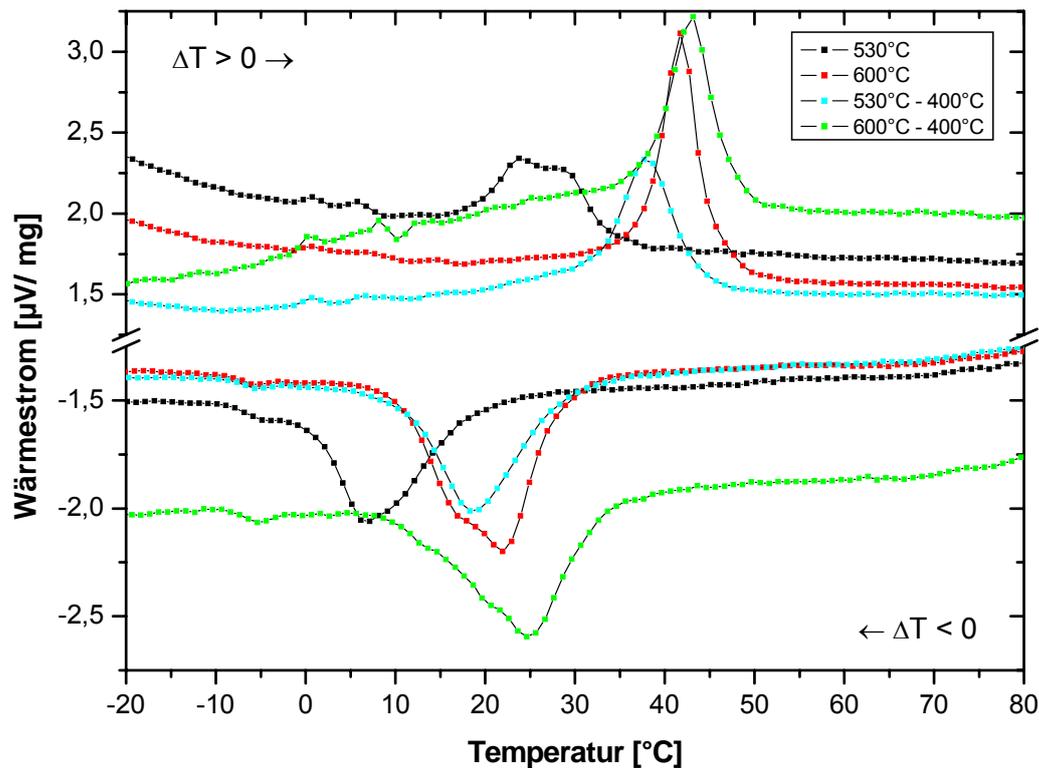
**Abbildung 4.29:** TEM-Beugungsbild einer  $Ti_{55}Ni_{30}Cu_{15}$ -Schicht, a) nicht getempert und b) getempert bei  $600^{\circ}C$  für 60min.

Durch den Übergang der diffusen konzentrischen Kreise hin zu diskreten Punkten als Merkmal der vorhandenen Gitterebenen bei der getemperten Schicht lässt sich die zunehmend kristalline Struktur und somit die Gefügeänderung erkennen. Diese kann nach folgendem Zusammenhang identifiziert werden:

$$\lambda L = r d_N \quad (4.5)$$

$\lambda$ : Wellenlänge des 300kV-Elektronenstrahls  
 $L$ : Beugungslänge  
 $r$ : Radius Nullstrahl-Ring  
 $d_N$ : Netzebenenabstand

Zur Einprägung des Formgedächtniseffektes werden die Ti-Ni-Cu-Schichten für 60min bei  $600^{\circ}C$  beziehungsweise bei  $530^{\circ}C$  getempert. Anschließend wird ein Teil der Schichten in einem zweiten Prozess bei  $400^{\circ}C$  für eine weitere Stunde wärmebehandelt. Die sich für eine Temperatur von  $-20^{\circ}C$  bis  $80^{\circ}C$  ergebenden Hysteresekurven sind in Abhängigkeit des durchgeführten Tempervorganges in Abbildung 4.30 wiedergegeben. Dabei ist in der oberen Hälfte der Abbildung der jeweils ansteigende, in der unteren Hälfte der dazu gehörige sinkende Temperaturverlauf dargestellt. Als maximaler Wärmestrom sind die Austenitendpunkte und als minimaler Wärmestrom der jeweiligen Messung der Martensitendpunkt zu erkennen.



**Abbildung 4.30:** Messungen des Wärmestroms zur Bestimmung der Übergangstemperaturen vom  $Ti_{55}Ni_{30}Cu_{15}$ -Target abgeschiedener Dünnschichten. Folgende 4 Temperprozesse wurden durchgeführt:

- 1) 530°C (60min), 2) 600°C (60min), 3) 530°C (60min) und anschließend 400°C (60min), 4) 600°C (60min) und anschließend 400°C (60min)

Für die mehrstufigen Temperprozesse ergeben sich keine relevanten Änderungen der Hysteresekurven. Die entscheidende Lage der Maxima und Minima der Austenit- sowie der Martensitphase wird überwiegend von dem ersten Tempervorgang bestimmt und lässt sich insbesondere bei Temperaturen von 600°C im ersten Prozess durch eine anschließende zweite Wärmebehandlung nur noch marginal beeinflussen. Dennoch kann festgestellt werden, dass sich die Endpunkte der Martensit- und Austenitumwandlung bei Temperungen mit 600°C deutlicher ausgeprägt. Außerdem verschieben sich die Endpunkte mit der Wärmebehandlung bei 600°C in den geforderten Temperaturbereich zwischen Raumtemperatur und 45°C (Abschnitt 4.1).

#### 4.4 Charakterisierung der Sensordünnschichten

In diesem Abschnitt werden die Materialien charakterisiert, die im Abschnitt 4.1.1 als Sensorschicht in Betracht gezogen wurden. Dabei liegt der Fokus zunächst auf der Beurteilung der Wärmebeständigkeit der Materialgefüge gegen den erforderlichen Temperprozess während der Prozessierung des Schichtverbundes (Abschnitt 4.1.1).

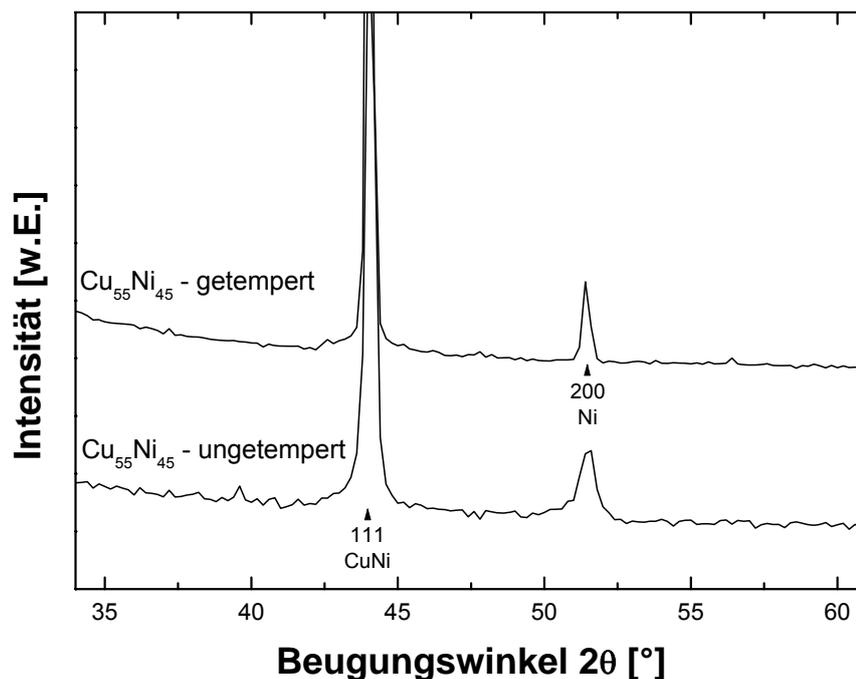
#### 4.4.1 Cu-Ni-Sensorschicht

Um die Zusammensetzung der abgeschiedenen Schicht beurteilen zu können, wird von ihr eine Mikrosondenanalyse erstellt. Die Ergebnisse der Analyse sowie die bei der Abscheidung verwendeten Prozessparameter sind in Tabelle 4.11 zusammengestellt. Demnach ergibt sich für die Schicht eine Zusammensetzung von 55 Atomprozent Kupfer und 45 Atomprozent Nickel, was auch der exakten Stoffzusammensetzung des Targets entspricht.

Target	DC-Leistung [W]	Ar-Druck [Pa]	Schichtdicke [ $\mu\text{m}$ ]	Zusammensetzung [At.-%]
Cu <sub>55</sub> Ni <sub>45</sub>	300	0,5	1,40	Cu <sub>55</sub> Ni <sub>45</sub>

**Tabelle 4.11:** Mikrosondenanalyse der chemischen Zusammensetzung einer zur Analyse abgeschiedenen Cu-Ni-Dünnschicht mit den dazu gehörigen PVD-Prozessparametern.

Das überlagerte Röntgendiffraktogramm einer für 60min bei 600°C getemperten und einer ungetemperten Dünnschicht ist in Abbildung 4.31 dargestellt.



**Abbildung 4.31:** Röntgendiffraktogramme ( $\theta - 2\theta$ ) einer ungetemperten und einer bei 600°C für 60min getemperten Cu-Ni-Schicht mit einer Dicke von 1,12 $\mu\text{m}$ .

Die diskreten Röntgenreflexe deuteten darauf hin, dass die Cu-Ni-Schicht kristallin abgeschieden wird. Da sich das Röntgendiffraktogramm nach dem Tempervorgang nicht verändert, lässt sich kein signifikantes Kornwachstum feststellen und diese Schicht als wärmostabil einstufen.

Während der erforderlichen Reinigungsschritte platzt die Cu-Ni-Dünnschicht beim Kontakt mit Aceton oder Isopropanol vom Si- und Si-O-Substrat ab. Dadurch ist die notwendige Pro-

zesskompatibilität nicht gegeben. Somit lässt sich auch kein experimentell ermittelter spezifischer elektrischer Widerstand der Cu-Ni-Schicht bestimmen.

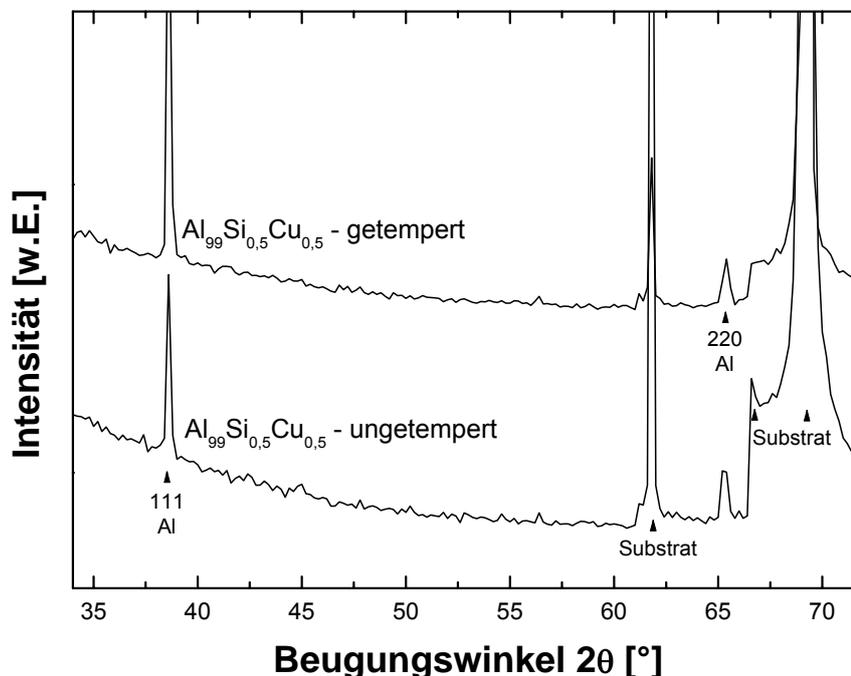
#### 4.4.2 Al-Si-Cu-Sensorschicht

Auch bei dieser Schicht wird die Schichtzusammensetzung auf dem Substrat nach dem PVD-Beschichtungsprozess mittels Mikrosondenanalyse bestimmt. Die Analyseergebnisse sowie die Beschichtungsparameter sind in Tabelle 4.12 aufgeführt. Demnach ergibt sich für die abgeschiedene Schicht eine Zusammensetzung von 96 Atomprozent Aluminium, 1,6 Atomprozent Silizium, 0,4 Atomprozent Kupfer und eine Sauerstoffeinlagerung von 2 Atomprozent.

Target	DC-Leistung [W]	Ar-Druck [Pa]	Schichtdicke [ $\mu\text{m}$ ]	Zusammensetzung [At.-%]
$\text{Al}_{99}\text{Si}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}$	250	0,5	1,69	$\text{Al}_{96}\text{Si}_{1,6}\text{Cu}_{0,4}\text{O}_2$

**Tabelle 4.12:** Mikrosondenanalyse der chemischen Zusammensetzung einer zur Analyse abgeschiedenen Al-Si-Cu-Dünnschicht mit den dazu gehörigen PVD-Prozessparametern.

Abbildung 4.32 zeigt die überlagerten Röntgendiffraktogramme einer ungetemperten und einer bei 600°C für 60min getemperten Schicht.



**Abbildung 4.32:** Röntgendiffraktogramme ( $\theta - 2\theta$ ) einer ungetemperten und einer bei 600°C für 60min getemperten Al-Si-Cu-Schicht mit einer Dicke von 1,24 $\mu\text{m}$ .

Die im Röntgendiffraktogramm gemessenen (111)- und (220)-Reflexe lassen darauf schließen, dass nach dem Abscheideprozess kristalline Al-Ausscheidungen vorliegen. Durch die Übereinstimmung der Röntgendiffraktogramme vor und nach dem Temperprozess kann ein signifikantes Kornwachstum ausgeschlossen werden. Somit zeigt die Al-Si-Cu-Schicht gegenüber der Temperbehandlung ein wärmostabiles Verhalten. Dies gilt auch für den konstanten Wert des elektrischen Widerstandes, der an der strukturierten Schicht im Ruhezustand vor und nach dem Tempervorgang mit  $10\Omega$  bestimmt wurde (Abschnitt 4.7.3).

Als Fazit bleibt festzuhalten, dass die Aluminiumlegierung sowohl auf Grund ihrer funktionalen Eigenschaften und Substrathftung als auch ihrer Unempfindlichkeit gegenüber erforderlichen Wärmebehandlungen, Reinigungs- und Beschichtungsprozessen im Vergleich zur Kupfer-Nickellegierung (Abschnitt 4.4.1) das bessere Anforderungsprofil aufweist.

## 4.5 Charakterisierung der Opferdünnsschichten

Nachfolgend wird die Schichtzusammensetzung der abgeschiedenen Opferschicht ermittelt. Außerdem wird die Wärmestabilität des Materialgefüges gegenüber des während der Prozessierung des Schichtverbundes auftretenden Tempervorganges (Abschnitt 4.1.1) betrachtet.

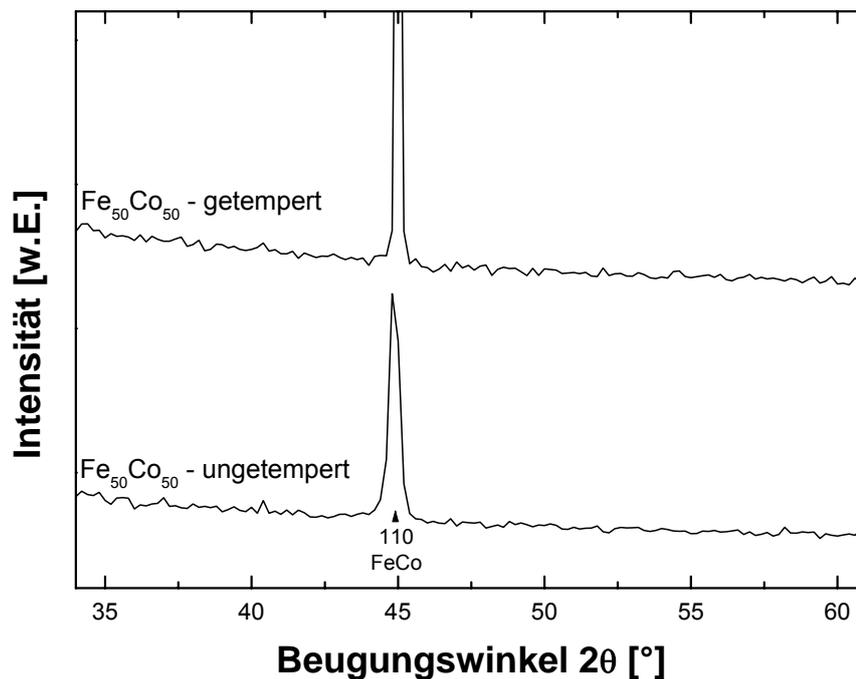
### 4.5.1 Fe-Co-Opferschicht

Die Zusammensetzung der Opferschicht nach dem Abscheidevorgang wird mithilfe einer Mikrosondenanalyse bestimmt. Deren Ergebnisse sowie die verwendeten Prozessparameter sind in Tabelle 4.13 aufgeführt. Für die abgeschiedene Schicht ergibt sich eine Zusammensetzung von 49 Atomprozent Eisen, 50 Atomprozent Kobalt und einer Sauerstoffverunreinigung von einem Atomprozent.

Target	HF-Leistung [W]	Ar-Druck [Pa]	Schichtdicke [ $\mu\text{m}$ ]	Zusammensetzung [At.-%]
Fe <sub>50</sub> Co <sub>50</sub>	470	0,5	1,85	Fe <sub>49</sub> Co <sub>50</sub> O <sub>1</sub>

**Tabelle 4.13:** Mikrosondenanalyse der chemischen Zusammensetzung einer zur Analyse abgeschiedenen Fe-Co-Dünnschicht mit den dazu gehörigen PVD-Prozessparametern.

Die beiden Röntgendiffraktogramme einer ungetemperten Schicht und einer überlagerten für 60min bei 600°C getemperten Schicht sind in Abbildung 4.33 dargestellt.



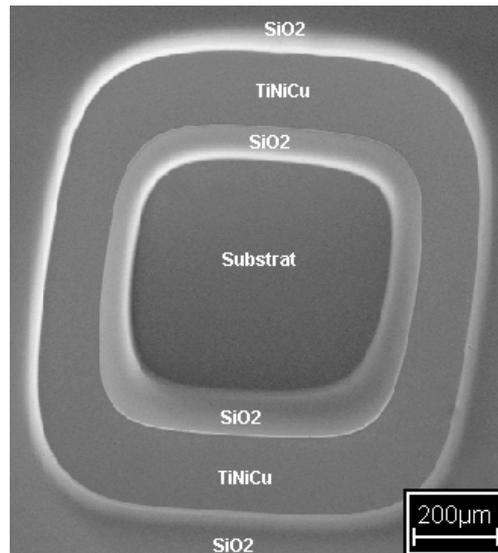
**Abbildung 4.33:** Röntgendiffraktogramme ( $\theta - 2\theta$ ) einer ungetemperten und einer zur Analyse bei  $600^\circ\text{C}$  für 60min getemperten Fe-Co-Schicht mit einer Dicke von  $0,46\mu\text{m}$ .

Der (110)-Reflex der Fe-Co-Schicht deutet darauf hin, dass die Schicht nach dem PVD-Prozess kristallin vorliegt. Mit dem Vergleich des Röntgendiffraktogrammes nach dem Tempervorgang ergibt sich für die betrachtete Dünnschicht kein Kornwachstum und kann somit als wärmestabil eingeschätzt werden. Dies gilt auch für die Reaktionsgeschwindigkeit des Lösungsvorgangs, der mit  $0,04\mu\text{m}$  pro Stunde konstant blieb (Abschnitt 3.2.4).

#### 4.6 Diffusionsverhalten der Dünnschichtverbunde

Neben der isolierten Betrachtung der Einzelschichten bezüglich ihrer Wärmestabilität gegenüber des erforderlichen Tempervorganges ist die Beurteilung der gesamten Schichtverbunde relevant. Um die Diffusionsvorgänge der Schichten beurteilen zu können, werden unter Berücksichtigung der in Abschnitt 4.1.1 ausgewählten Schichtmaterialien die möglichen Materialkombinationen als Schichtverbund hergestellt. Dazu werden die Einzelschichten mittels PVD-Verfahren und den in Abschnitt 4.1.4 vorgestellten Parametern auf ein Si-Substrat abgeschieden. Lediglich die Beschichtungszeit wird variiert, um die jeweiligen Schichtdicken herzustellen. Die Diffusionsvorgänge werden vor und nach der für die Aktorschicht erforderliche Wärmebehandlung (Abschnitt 4.1.4) mithilfe von Augertiefenprofilen experimentell ermittelt und in den nachfolgenden Abschnitten zusammengefasst.

Abbildung 4.34 zeigt am Beispiel eines  $\text{SiO}_2\text{-Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}\text{-SiO}_2$ -Schichtverbundes die REM-Aufnahme eines mittels Ionenstrahlabtrag erstellten Erosionsprofils, an dem Augertiefenprofile erstellt werden.



**Abbildung 4.34:** REM-Aufnahme eines durch Schichtabtrag mittels Ionenstrahl entstandenen Erosionsprofils, in dem an den nicht getemperten Einzelschichten des  $\text{SiO}_2\text{-Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}\text{-SiO}_2$ -Schichtverbundes Augertiefenprofilanalysen durchgeführt werden.

Zu erkennen sind, ausgehend von der Bildmitte, das Substrat mit der in  $\text{SiO}_2$ -Schichten eingeschlossenen  $\text{Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}$ -Aktorschicht. Auch in der dargestellten Auflösung zeigen sich diskrete Schichtübergänge, die schon in dieser optischen Darstellung auf geringe Diffusionsvorgänge hindeuten.

Ein weiterer Aspekt, der alle dargestellten Augertiefenprofile betrifft, ist die Bezeichnung von metallischem Silizium („Si-met.“), das in den folgenden Diagrammen synonym für elementares Silizium verwendet wird.

Die analysierten Schichtverbunde setzen sich aus Einzelschichten mit dicken von  $10\mu\text{m}$  bis  $20\mu\text{m}$  zusammen, die auf Si-Substrat abgeschieden sind. Aus der in den Diagrammen dargestellten Abtragszeit kann ein Rückschluss auf die Größe der Durchmischungszone geschlossen werden, die bei wärmostabilen Schichtübergängen etwa  $5\text{nm}$  beträgt. Für stärkere Durchmischungen bilden sich Diffusionsübergänge innerhalb der Übergangszonen von deutlich mehr als  $10\text{nm}$  aus.

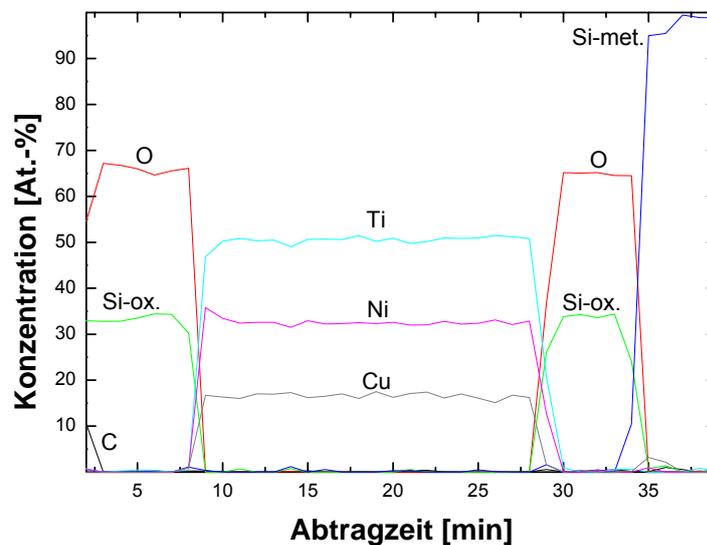
#### 4.6.1 Schichtverbunde mit Si-O-Isolationsschichten

Für die Zielvariante des Dünnschichtverbundes stehen mehrere Isolationsschichten zur Auswahl (Abschnitt 4.1.1). Um eine Aussage über deren Diffusionsverhalten treffen zu können, werden nachfolgend die möglichen Sensor- und Aktordünnschichten im Sandwich mit den möglichen Isolationsschichten untersucht. Hierzu werden für die Materialkombinationen entsprechende Augertiefenprofile mit ungetemperten und getemperten Schichtkombinationen (Abschnitt 4.1.1) analysiert.

##### **$\text{SiO}_2\text{-Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}\text{-SiO}_2$ -Schichtverbund**

Als eine mögliche Zielvariante wird ein  $\text{SiO}_2\text{-Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}\text{-SiO}_2$ -Schichtverbund betrachtet. Das Augertiefenprofil des ungetemperten Verbundes ist in Abbildung 4.35 dargestellt. Deut-

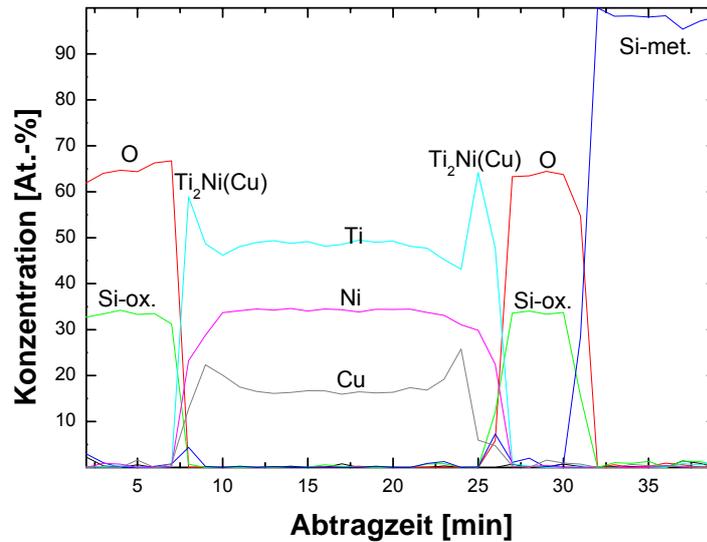
lich zu erkennen ist die klare Trennung der Schichten und somit die geringen Diffusionsvorgänge an den Grenzflächen der Schichten.



**Abbildung 4.35:** Augertiefenprofil der Elementzusammensetzung für einen ungetemperten  $\text{SiO}_2$ - $\text{Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}$ - $\text{SiO}_2$ -Schichtverbund ( $\text{SiO}_2$ :  $0,10\mu\text{m}$ ,  $\text{Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}$ :  $0,17\mu\text{m}$ ,  $\text{SiO}_2$ :  $0,10\mu\text{m}$ ).

Die Übergangsbreite zwischen Ti-Ni-Cu- und Si-O-Schicht sowie zwischen Si-O-Schicht und Si-Substrat tritt bei allen untersuchten Schichtverbunden auf und ist auf Rauigkeiten zurückzuführen, die während des Schichtabtrags mittels Ionenstrahls entstehen. Die scharfen Übergänge an den Grenzflächen zwischen den Schichten deuten darauf hin, dass keine Durchmischungen stattgefunden haben.

Abbildung 4.36 zeigt die Veränderung der Materialzusammensetzung des Schichtverbundes nach einem Tempervorgang bei  $530^\circ\text{C}$  für 60min.



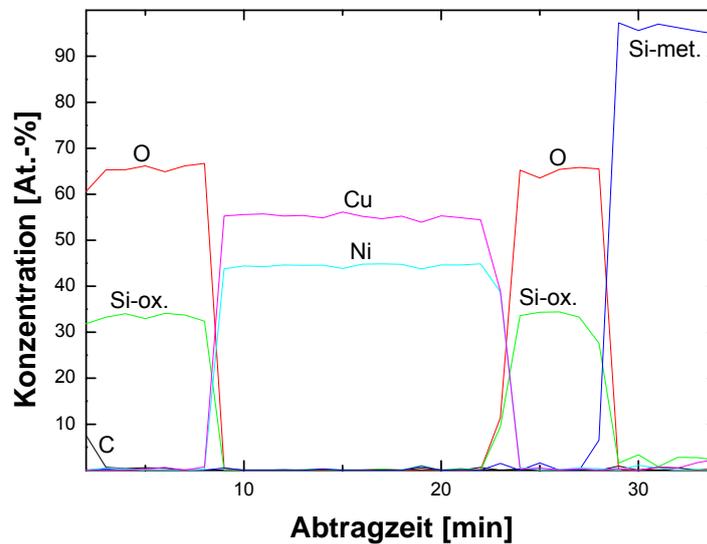
**Abbildung 4.36:** Augertiefenprofil der Elementzusammensetzung für einen bei 530°C für 60 Minuten getemperten  $\text{SiO}_2\text{-Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}\text{-SiO}_2$ -Schichtverbund ( $\text{SiO}_2$ : 0,10  $\mu\text{m}$ ,  $\text{Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}$ : 0,17  $\mu\text{m}$ ,  $\text{SiO}_2$ : 0,10  $\mu\text{m}$ ).

Nach Untersuchungen von Abermann et al. [Pop97] ist davon auszugehen, dass es bei der Deposition von Ti-Ni-Cu auf Si-O zu einer Reaktion zwischen Ti und dem Sauerstoff des Si-O kommt, in deren Verlauf sich eine dünne, im Tiefenprofil nicht sichtbare  $\text{TiO}_2$ -Schicht herausbildet und eine Unterlage für die  $\text{Ti}_2\text{Ni}(\text{Cu})$ -Phase bildet [Pop97, Obe99]. Diese zeigen sich im Augertiefenprofil in den Randbereichen der Ti-Ni-Cu-Schicht. Die Titananreicherung an den Grenzflächen zur  $\text{SiO}_2$ -Schicht führt an derselben Stelle gleichzeitig zu einer Nickelverarmung. Dieser Effekt kehrt sich in den zu den Schichtgrenzflächen weiter entfernten Bereichen um, in denen die Diffusion des Titans in die Randbereiche zu einer Titanverarmung und somit zum Ausgleich zu einer Nickel- und Kupferanreicherung führt. Demgegenüber bleibt die Schichtzusammensetzung im Kernbereich der Ti-Ni-Cu-Schicht im Vergleich zur ungetemperten Schicht unverändert.

Trotz der Diffusionsvorgänge in den Randbereichen der Ti-Ni-Cu-Schicht während des Tempervorganges führt dies nicht zum Funktionsverlust der Aktorschicht. Daher kann dieser Schichtverbund als prozesskompatibel eingestuft werden.

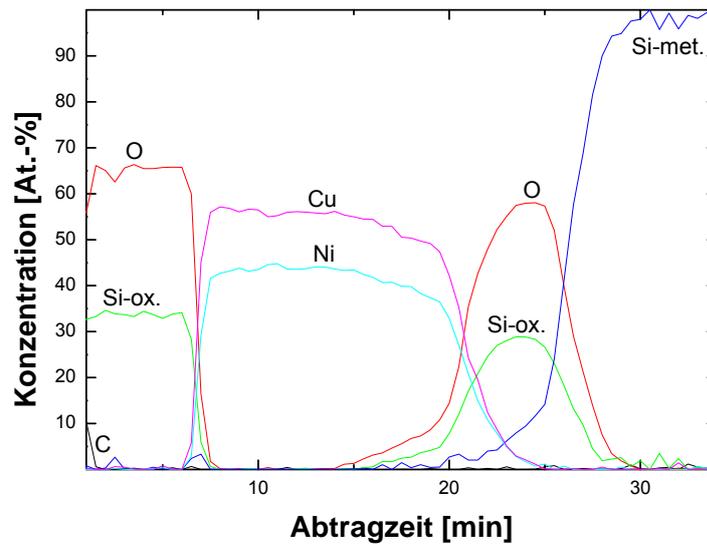
### SiO<sub>2</sub>-Cu<sub>55</sub>Ni<sub>45</sub>-SiO<sub>2</sub>-Schichtverbund

Auch der SiO<sub>2</sub>-Cu<sub>55</sub>Ni<sub>45</sub>-SiO<sub>2</sub>-Schichtverbund zeigt im ungetemperten Zustand diskrete Schichtübergänge, die keine auffälligen Durchmischungen der Schichten aufweisen. In Abbildung 4.37 ist das dazu gehörige Augertiefenprofil dargestellt.



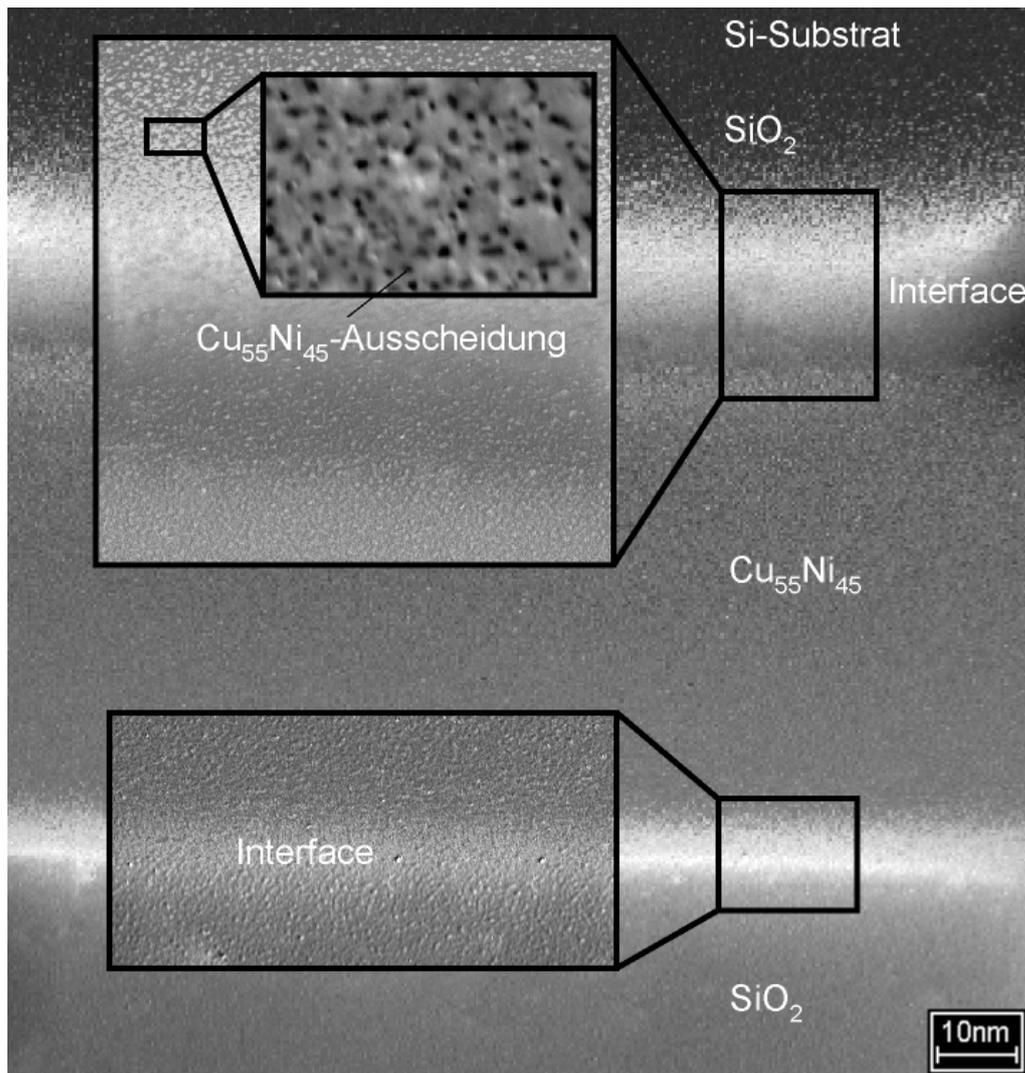
**Abbildung 4.37:** Augertiefenprofil der Elementzusammensetzung für einen ungetemperten SiO<sub>2</sub>-Cu<sub>55</sub>Ni<sub>45</sub>-SiO<sub>2</sub>-Schichtverbund (SiO<sub>2</sub>: 0,10μm, Cu<sub>55</sub>Ni<sub>45</sub>: 0,18μm, SiO<sub>2</sub>: 0,10μm).

Nach dem Tempervorgang bei 530°C für 60min zeigen sich deutliche Reaktionen in den Randbereichen der Schichten. Abbildung 4.38 zeigt das Augertiefenprofil des SiO<sub>2</sub>-Cu<sub>55</sub>Ni<sub>45</sub>-SiO<sub>2</sub>-Schichtverbundes.



**Abbildung 4.38:** Augertiefenprofil der Elementzusammensetzung für einen bei 530°C für 60 Minuten getemperten  $\text{SiO}_2\text{-Cu}_{55}\text{Ni}_{45}\text{-SiO}_2$ -Schichtverbund ( $\text{SiO}_2$ : 0,10  $\mu\text{m}$ ,  $\text{Cu}_{55}\text{Ni}_{45}$ : 0,18  $\mu\text{m}$ ,  $\text{SiO}_2$ : 0,10  $\mu\text{m}$ ).

Während die Grenzfläche zwischen der obersten  $\text{SiO}_2$ -Schicht und der Cu-Ni-Schicht nach dem Temperprozess nahezu unverändert bleibt, finden zwischen der unteren Si-O-Schicht und den angrenzenden Schichten starke Diffusionsvorgänge statt. Zur Verdeutlichung der unterschiedlichen Interfacebereiche zeigt Abbildung 4.39 REM-Aufnahmen von den Übergangsbereichen der an die Cu-Ni-Schicht angrenzenden Si-O-Schichten.



**Abbildung 4.39:** REM-Aufnahme eines Tiefenprofilgrabens. Dargestellt sind die Übergangsbereiche einer bei 530°C für 60min getemperten Erosionsprobe eines SiO<sub>2</sub>-Cu<sub>55</sub>Ni<sub>45</sub>-SiO<sub>2</sub>-Schichtverbundes. Vergrößert abgebildet sind die Interfacebereiche der Cu<sub>55</sub>Ni<sub>45</sub>-Schicht zu den angrenzenden SiO<sub>2</sub>-Schichten. Die oben dargestellte SiO<sub>2</sub>-Schicht ist die zum Si-Substrat angrenzende Schicht.

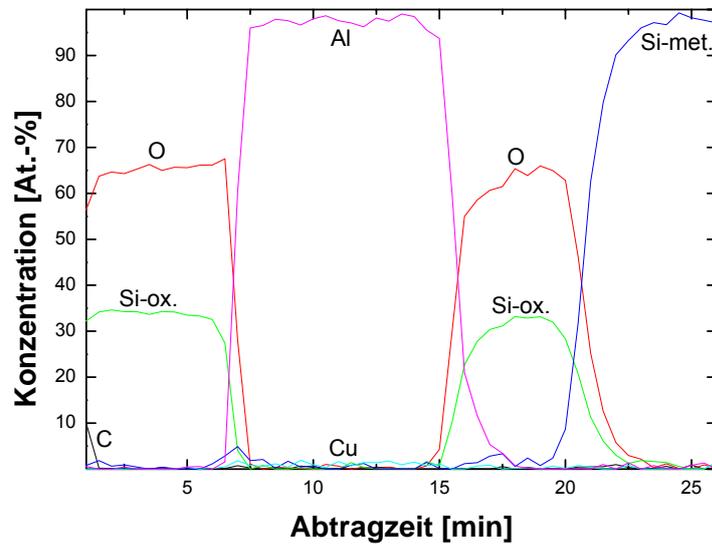
Die Verbundoberfläche des Schichtverbundes bildende Si-O-Schicht (in Abbildung 4.39 unten dargestellt), hat einen Übergangsbereich von wenigen Atomlagen zur Cu-Ni-Schicht. Demgegenüber ist der Übergangsbereich der dem Substrat zugewandten Si-O-Schicht (in Abbildung 4.39 oben dargestellt) deutlich breiter. In der Detailauflösung zeigt sich, dass in diesem Interface feinkörnige Cu-Ni-Ausscheidungen vorliegen. Als Grund für diese starke Durchmischung ist anzunehmen, dass die Neigung zur Bildung einer intermetallischen Phase zwischen metallischem Si-Substrat und der Cu-Ni-Schicht zur Verdrängung der Si-O-Schicht führt.

Das Ergebnis zeigt, dass in diesem Schichtverbund während des Temperprozesses Diffusionsvorgänge stattfinden und somit die Wärmestabilität des Verbundes nicht gegeben ist.

#### SiO<sub>2</sub>-Al<sub>99</sub>Si<sub>0,5</sub>Cu<sub>0,5</sub>-SiO<sub>2</sub>-Schichtverbund

Ein weiterer untersuchter Schichtverbund ist die Kombination von SiO<sub>2</sub>-Al<sub>99</sub>Si<sub>0,5</sub>Cu<sub>0,5</sub>-SiO<sub>2</sub> auf einem Si-Substrat. Da sich im Augertiefenprofil durch den Temperprozess bei 530°C für

60min keine Veränderungen zeigen, wird auf die Abbildung des nicht getemperten Profils verzichtet. Abbildung 4.40 zeigt das Tiefenprofil der Augeranalyse nach der Temperung.

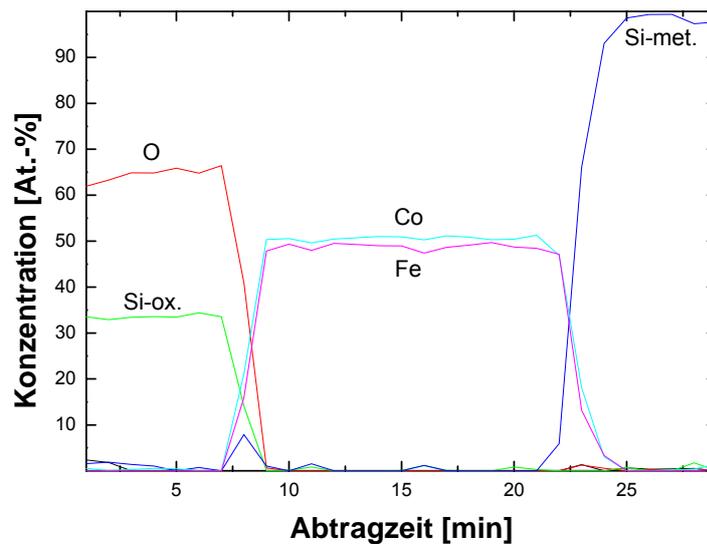


**Abbildung 4.40:** Augertiefenprofil der Elementzusammensetzung für einen bei 530°C für 60 Minuten getemperten  $\text{SiO}_2\text{-Al}_{99}\text{Si}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{-SiO}_2$ -Schichtverbund ( $\text{SiO}_2$ : 0,10 $\mu\text{m}$ ,  $\text{Al}_{99}\text{Si}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}$ : 0,15 $\mu\text{m}$ ,  $\text{SiO}_2$ : 0,10 $\mu\text{m}$ ).

Anhand des Tiefenprofils erweist sich diese Kombination von Einzelschichten als resistent gegenüber der während der Prozessierung erforderlichen Temperung des Schichtverbundes (Abschnitt 4.1.4).

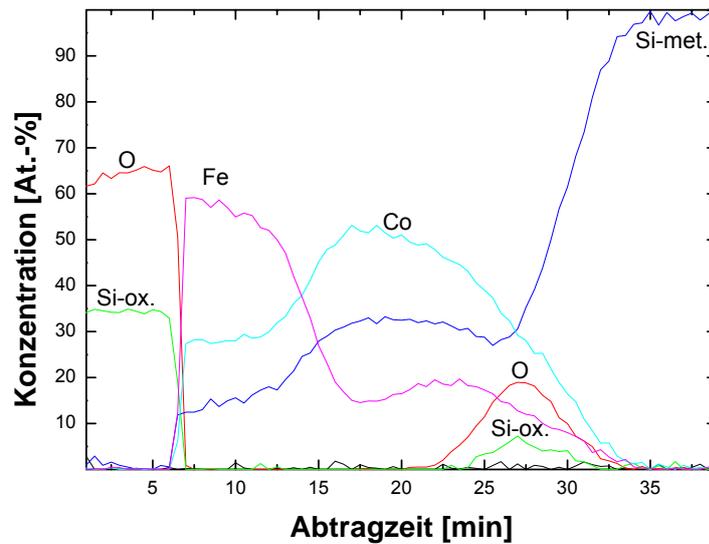
### SiO<sub>2</sub>-Fe<sub>50</sub>Co<sub>50</sub>-Schichtverbund

Auf Grundlage des geplanten Schichtverbundes, bei dem Fe-Co als Opferschicht auf dem Si-Substrat eingesetzt werden soll (Abbildung 4.1), zeigt Abbildung 4.41 das Augertiefenprofil der Schichtkombination einer Si-O-Schicht und einer Fe-Co-Schicht auf einem Si-Substrat. Auch in diesem Fall lassen sich die Interfacebereiche zwischen den Schichten auf analytische Effekte während der Probenaufbereitung und auf Grund des Probenwinkels während der Erstellung des Tiefenprofils zurückführen. Ansonsten weist dieser Schichtverbund im ungetemperten Zustand keine besonderen Diffusionsmerkmale auf.



**Abbildung 4.41:** Augertiefenprofil der Elementzusammensetzung für einen ungetemperten Fe<sub>50</sub>Co<sub>50</sub>-SiO<sub>2</sub>-Schichtverbund (Fe<sub>50</sub>Co<sub>50</sub>: 0,11 μm, SiO<sub>2</sub>: 0,10 μm).

Das Augertiefenprofil des bei 530°C für 60min getemperten Schichtverbundes ist in Abbildung 4.42 dargestellt.



**Abbildung 4.42:** Augertiefenprofil der Elementzusammensetzung für einen bei 530°C für 60 Minuten getemperten  $\text{SiO}_2\text{-Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ -Schichtverbund ( $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ : 0,11  $\mu\text{m}$ ,  $\text{SiO}_2$ : 0,10  $\mu\text{m}$ ).

Der Übergangsbereich zwischen der Si-O-Schicht und der Fe-Co-Schicht bleibt während des Tempervorganges unverändert. Allerdings findet bei der Grenzfläche zwischen der Fe-Co-Schicht und dem Si-Substrat eine Entmischung der Fe-Co-Legierung statt. So bildet sich eine  $\text{Fe}_x\text{Co}_y\text{Si}_z$ -Phase aus, in der sich das Si-Substrat mit dem Co verbindet.

Da die Si-O-Schicht nahezu unverändert bleibt ist zu vermuten, dass die O-Konzentration an der Grenzfläche zum Si-Substrat durch Diffusion von Sauerstoff aus der Umgebungsatmosphäre während des Temperprozesse zustande kommt.

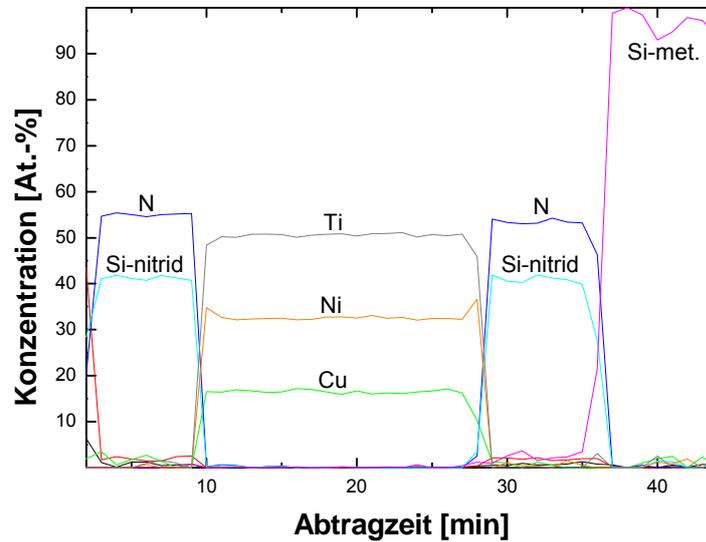
Vor dem Hintergrund, dass die  $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ -Schicht als Opferschicht vorgesehen ist und deshalb am Ende der Prozesskette wieder entfernt wird, ist eine Vermischung mit dem Substrat nicht gewünscht. Da die in Abbildung 4.42 links dargestellte Grenzfläche der Si-O-Schicht nach dem Tempervorgang unverändert bleibt, wird für die spätere Prozessierung eine zusätzliche Si-O-Schicht auf dem Si-Substrat zur Fe-Co-Grenzfläche vorgesehen (Abschnitt 4.1.1).

#### 4.6.2 Schichtverbunde mit Si-N-Isolationsschichten

Als weiteres Material für die Verwendung als Isolationsschicht wird  $\text{Si}_3\text{N}_4$  betrachtet. Um dessen Eignung für die Prozessierung der Schichtverbunde zu untersuchen, wird das Diffusionsverhalten der möglichen Materialkombinationen im nachfolgenden Abschnitt näher analysiert.

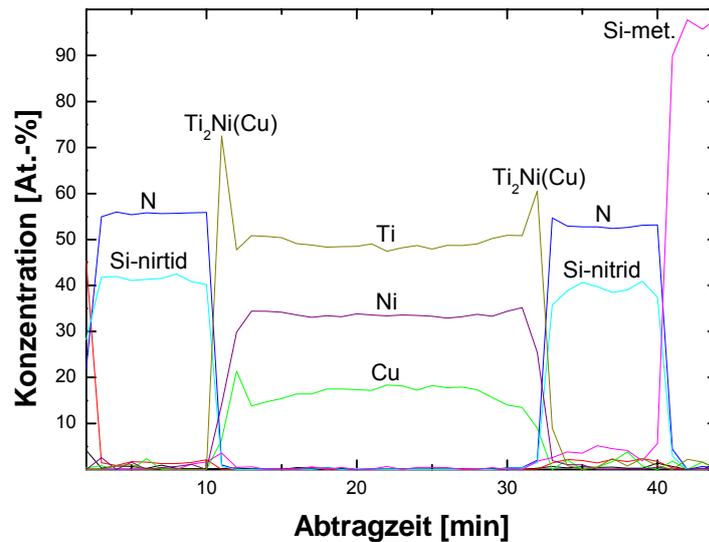
### $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}\text{-Si}_3\text{N}_4$ -Schichtverbund

Das Augertiefenprofil des ungetemperten  $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}\text{-Si}_3\text{N}_4$ -Schichtverbundes ist in Abbildung 4.43 dargestellt. Auch in diesem Schichtverbund finden ohne Wärmebehandlung keine auffälligen Diffusionsprozesse statt.



**Abbildung 4.43:** Augertiefenprofil der Elementzusammensetzung für einen ungetemperten  $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}\text{-Si}_3\text{N}_4$ -Schichtverbund ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ :  $0,10\mu\text{m}$ ,  $\text{Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}$ :  $0,20\mu\text{m}$ ,  $\text{Si}_3\text{N}_4$ :  $0,10\mu\text{m}$ ).

Das nach einem Tempervorgang bei  $530^\circ\text{C}$  für 60min erstellte Augertiefenprofil des Schichtverbundes ist in Abbildung 4.44 dargestellt.

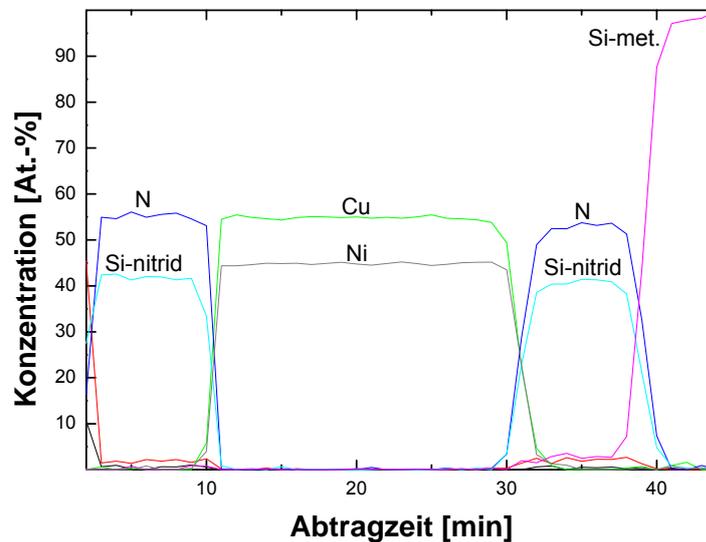


**Abbildung 4.44:** Augertiefenprofil der Elementzusammensetzung für einen bei 530°C für 60 Minuten getemperten  $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}\text{-Si}_3\text{N}_4$ -Schichtverbund ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ : 0,10  $\mu\text{m}$ ,  $\text{Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}$ : 0,20  $\mu\text{m}$ ,  $\text{Si}_3\text{N}_4$ : 0,10  $\mu\text{m}$ ).

Wie in Abschnitt 4.6.1 beschrieben kommt es nach der Temperung der Schichten an den Randbereichen der Ti-Ni-Cu-Schicht zur Ausbildung einer  $\text{Ti}_2\text{Ni}(\text{Cu})$ -Phase. Diese Titananreicherung an den Grenzflächen zur Si-N-Schicht führt gleichzeitig zu einer Nickelverarmung. Mit zunehmendem Abstand zu den Randbereichen führt die Diffusion des Titans zu einer Titanverarmung und somit zu einer Nickel- und Kupferanreicherung. Da die Schichtzusammensetzung im übrigen Bereich der Ti-Ni-Cu-Schicht unverändert bleibt, kann der Verbund für die betrachtete Wärmebehandlung als prozesskompatibel eingeordnet werden.

### $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Cu}_{55}\text{Ni}_{45}\text{-Si}_3\text{N}_4$ -Schichtverbund

Das Augertiefenprofil eines bei  $530^\circ\text{C}$  für 60min getemperten  $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Cu}_{55}\text{Ni}_{45}\text{-Si}_3\text{N}_4$ -Schichtverbundes zeigt Abbildung 4.45. Darin sind die Schichtgrenzen klar zu erkennen und in den Grenzbereichen keine nennenswerten Diffusionsvorgänge zu verzeichnen.



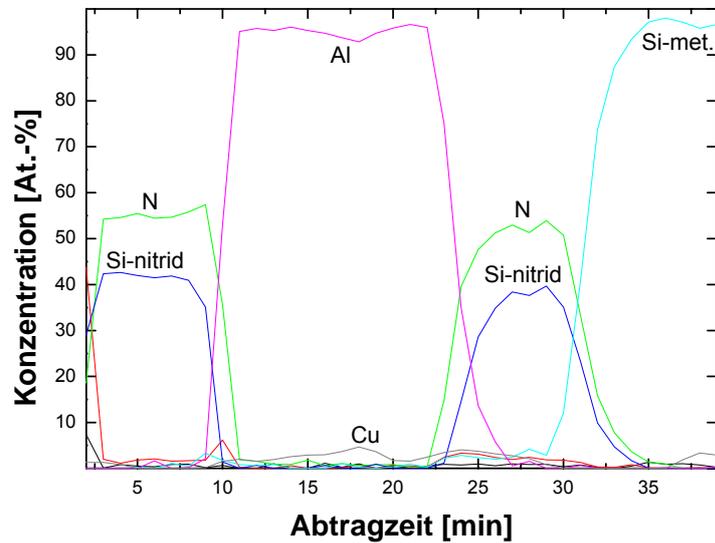
**Abbildung 4.45:** Augertiefenprofil der Elementzusammensetzung für einen bei  $530^\circ\text{C}$  für 60 Minuten getemperten  $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Cu}_{55}\text{Ni}_{45}\text{-Si}_3\text{N}_4$ -Schichtverbund ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ :  $0,10\mu\text{m}$ ,  $\text{Cu}_{55}\text{Ni}_{45}$ :  $0,21\mu\text{m}$ ,  $\text{Si}_3\text{N}_4$ :  $0,10\mu\text{m}$ ).

Da sich keine Veränderungen ergeben, wird auf die Darstellung des Augertiefenprofils des ungetemperten Schichtverbundes verzichtet. Die breiten Schichtübergänge der inneren Si-N-Schicht sind auf Meßartefakte während des Analyseprozesses zurückzuführen.

Weil nach dem Tempern keine weiteren Diffusionsvorgänge zu erkennen sind, kann dieser Schichtverbund bezüglich der durchgeführten Wärmebehandlung als wärmestabil beurteilt werden.

**$\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_{99}\text{Si}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{-Si}_3\text{N}_4$ -Schichtverbund**

Abbildung 4.46 zeigt das Augertiefenprofil eines  $\text{Al}_{99}\text{Si}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{-Si}_3\text{N}_4$ -Schichtverbundes auf Si-Substrat nach dem Tempervorgang bei  $530^\circ\text{C}$  für 60min.

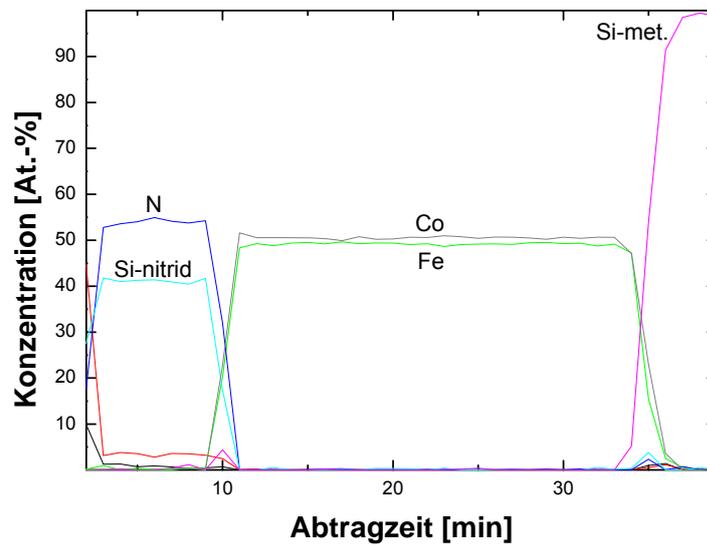


**Abbildung 4.46:** Augertiefenprofil der Elementzusammensetzung für einen bei  $530^\circ\text{C}$  für 60 Minuten getemperten  $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_{99}\text{Si}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{-Si}_3\text{N}_4$ -Schichtverbund ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ :  $0,10\mu\text{m}$ ,  $\text{Al}_{99}\text{Si}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}$ :  $0,22\mu\text{m}$ ,  $\text{Si}_3\text{N}_4$ :  $0,10\mu\text{m}$ ).

Weil sich die Augertiefenprofile gleichen, wird auf die Abbildung des Profils der ungetemperten Schichten verzichtet. Auf Grund der Gleichheit der Tiefenprofile ist dieser Schichtverbund bezüglich des Temperprozesses wärmostabil.

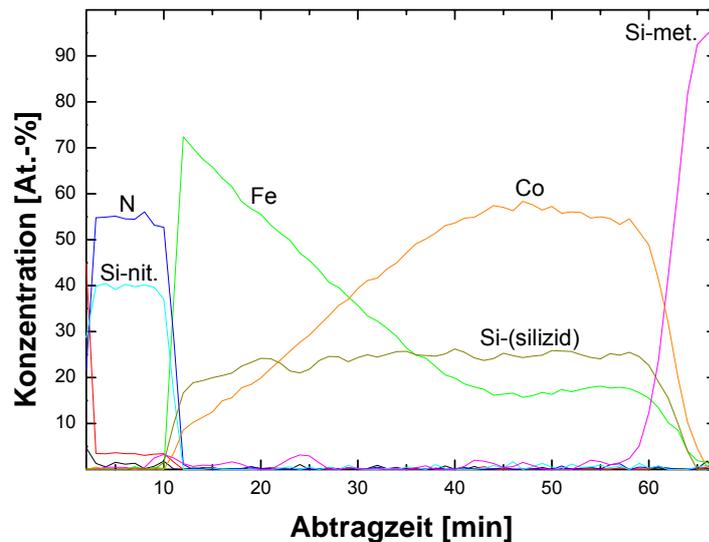
### $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ -Schichtverbund

Als abschließende Schichtkombination wird ein  $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ - Schichtverbund betrachtet, der auf einem Siliziumsubstrat abgeschieden wird. Abbildung 4.47 zeigt das Augertiefenprofil des ungetemperten Verbundes, in dem ohne Wärmebehandlung keine auffälligen Vermischungen in den Übergangsbereichen der Schichten vorkommen.



**Abbildung 4.47:** Augertiefenprofil der Elementzusammensetzung für einen ungetemperten  $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}\text{-Si}_3\text{N}_4$ -Schichtverbund ( $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ :  $0,20\mu\text{m}$ ,  $\text{Si}_3\text{N}_4$ :  $0,10\mu\text{m}$ ).

Das Augertiefenprofil nach einem Temperprozess bei  $530^\circ\text{C}$  für 60min ist in Abbildung 4.48 dargestellt.



**Abbildung 4.48:** Augertiefenprofil der Elementzusammensetzung für einen bei 530°C für 60 Minuten getemperten  $Fe_{50}Co_{50}$ - $Si_3N_4$ -Schichtverbund ( $Fe_{50}Co_{50}$ : 0,20 $\mu$ m,  $Si_3N_4$ : 0,10 $\mu$ m).

Das Augertiefenprofil des  $Fe_{50}Co_{50}$ - $Al_2O_3$ -Schichtverbundes zeigt eine Entmischung von Eisen und Kobalt innerhalb der Schicht. Eine mögliche Erklärung ist, dass sich eine  $Co_xFe_ySi_z$ -Phase ausbilden will. Durch die hohe Diffusionsgeschwindigkeit von Si wandert dies in die Fe-Co-Schicht. Gleichzeitig ist Co beweglich und diffundiert zur Si-Grenze. Der in Abbildung 4.48 dargestellte Co-Abfall und Fe-Anstieg deuten außerdem auf eine unvollständige Diffusion und Reaktion der Schichten hin.

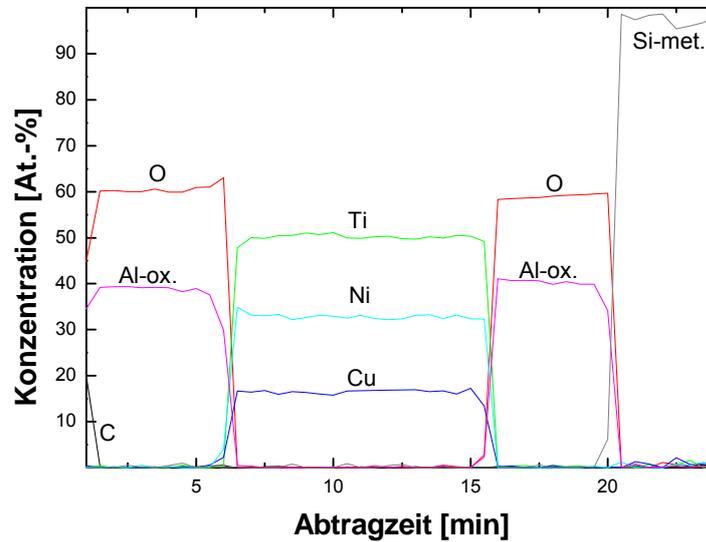
Im Augertiefenprofil wird deutlich, dass beim direkten Abscheiden der Fe-Co-Schicht auf Si-Substrat während der Temperung deutliche Reaktionen stattfinden. Um dies zu vermeiden und die Wärmestabilität von Fe-Co als Opferschicht bezüglich des erforderlichen Temperprozesses gewährleisten zu können, ist eine zusätzliche Diffusionsstoppschicht zwischen Fe-Co und dem Si-Substrat erforderlich.

#### 4.6.3 Schichtverbunde mit Al-O-Isolationsschichten

Als alternatives Material der Isolationsschichten werden im nachfolgenden Abschnitt Dünnschichtverbunde mit  $Al_2O_3$ -Isolationsschichten betrachtet. Da einige Diffusionsvorgänge ähnlich verlaufen wie bei den zuvor untersuchten  $SiO_2$ -Schichten, wird an gegebener Stelle auf die entsprechende Beschreibung des Augertiefenprofils verwiesen.

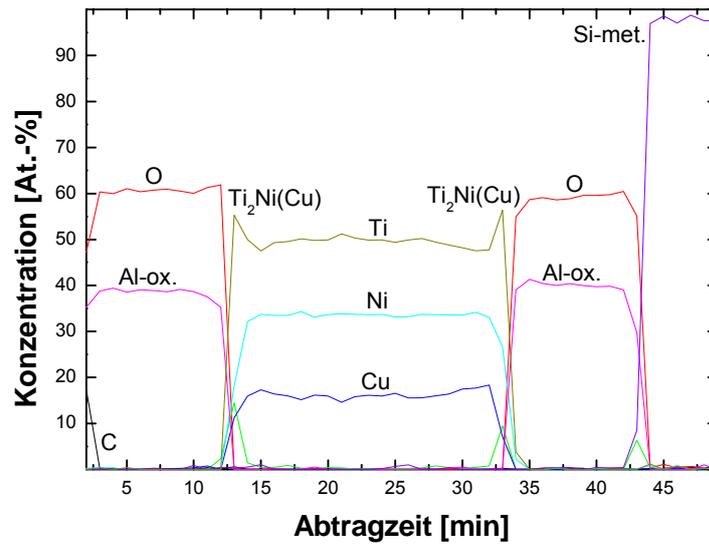
**$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}\text{-Al}_2\text{O}_3$ -Schichtverbund**

Abbildung 4.49 zeigt das Augertiefenprofil eines ungetemperten  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}\text{-Al}_2\text{O}_3$ -Schichtverbundes. In diesem Zustand sind keine bemerkenswerten Diffusionsvorgänge zu erwähnen.



**Abbildung 4.49:** Augertiefenprofil der Elementzusammensetzung für einen ungetemperten  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}\text{-Al}_2\text{O}_3$ -Schichtverbund ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ :  $0,10\mu\text{m}$ ,  $\text{Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}$ :  $0,17\mu\text{m}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ :  $0,08\mu\text{m}$ ).

Nach einem Glühvorgang bei  $530^\circ\text{C}$  für 60min kommt es zu Reaktionsvorgängen an den Schichtgrenzflächen, die im nachfolgend dargestellten Augertiefenprofil aufgezeigt werden (Abbildung 4.50).

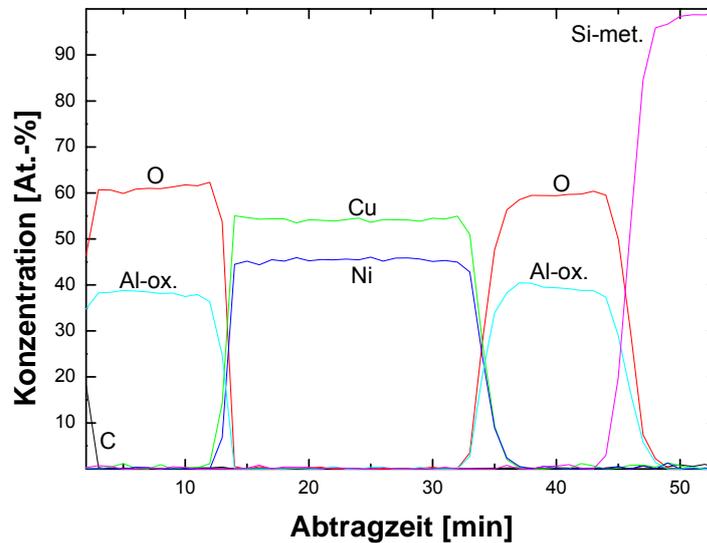


**Abbildung 4.50:** Augertiefenprofil der Elementzusammensetzung für einen bei 530°C für 60 Minuten getemperten  $Al_2O_3$ - $Ti_{55}Ni_{30}Cu_{15}$ - $Al_2O_3$ -Schichtverbund ( $Al_2O_3$ : 0,10  $\mu m$ ,  $Ti_{55}Ni_{30}Cu_{15}$ : 0,17  $\mu m$ ,  $Al_2O_3$ : 0,08  $\mu m$ ).

Wie in Abschnitt 4.6.1 erläutert, scheint sich an den Grenzflächen der Ti-Ni-Cu-Schicht eine  $Ti_2Ni(Cu)$ -Phase zu bilden. Da Reaktionen auf die Randbereiche dieser Dünnschicht lokal begrenzt sind, ist nicht mit einer Funktionsbeeinträchtigung der Aktorschicht zu rechnen. Daher können die Diffusionseigenschaften der Al-O-Schichten in dieser Schichtkombination als prozesskompatibel eingeschätzt werden.

### $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}_{55}\text{Ni}_{45}\text{-Al}_2\text{O}_3$ -Schichtverbund

Das Augertiefenprofil eines  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}_{55}\text{Ni}_{45}\text{-Al}_2\text{O}_3$ -Schichtverbundes nach einem Glühvorgang bei  $530^\circ\text{C}$  für 60min ist in Abbildung 4.51 dargestellt.

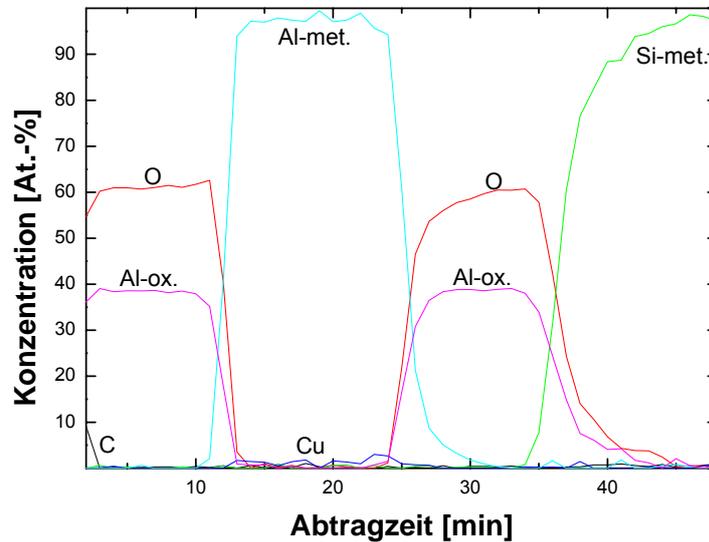


**Abbildung 4.51:** Augertiefenprofil der Elementzusammensetzung für einen bei  $530^\circ\text{C}$  für 60 Minuten getemperten  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cu}_{55}\text{Ni}_{45}\text{-Al}_2\text{O}_3$ -Schichtverbund ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ :  $0,08\mu\text{m}$ ,  $\text{Cu}_{55}\text{Ni}_{45}$ :  $0,20\mu\text{m}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ :  $0,09\mu\text{m}$ ).

Da sich durch die Temperung keine Veränderungen im Tiefenprofil ergeben, wird auf die Darstellung des Augertiefenprofils der ungetemperten Schichten an dieser Stelle verzichtet. Auch nach der Wärmebehandlung sind keine auffälligen Diffusionsvorgänge an den Schichtgrenzflächen zu erkennen. Die breiten Übergangsbereiche an den Grenzen der substratnahen Al-O-Schicht sind auf analytische Ungenauigkeiten während des Messvorganges und der Probenpräparation zurückzuführen. Somit kann dieser Schichtverbund als wärmostabil gegenüber der erforderlichen Wärmebehandlung eingeschätzt werden.

**$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Al}_{99}\text{Si}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{-Al}_2\text{O}_3$ -Schichtverbund**

Eine weitere betrachtete Schichtkombination ist ein auf Siliziumsubstrat abgeschiedener  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Al}_{99}\text{Si}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{-Al}_2\text{O}_3$ -Schichtverbund. Abbildung 4.52 zeigt das Augertiefenprofil des bei  $530^\circ\text{C}$  für 60min getemperten Schichtverbundes.

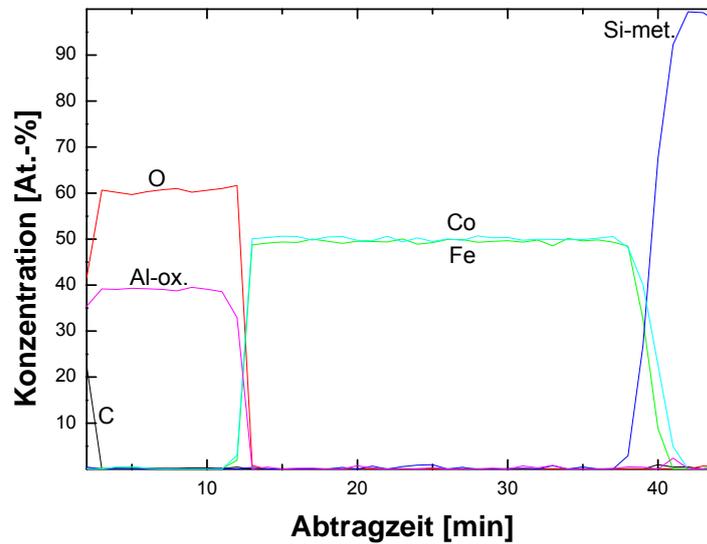


**Abbildung 4.52:** Augertiefenprofil der Elementzusammensetzung für einen bei  $530^\circ\text{C}$  für 60 Minuten getemperten  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Al}_{99}\text{Si}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{-Al}_2\text{O}_3$ -Schichtverbund ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ :  $0,07\mu\text{m}$ ,  $\text{Al}_{99}\text{Si}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}$ :  $0,22\mu\text{m}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ :  $0,10\mu\text{m}$ ).

Zwischen den Augertiefenprofilen des ungetemperten und des wärmebehandelten Schichtverbundes ergeben sich keine Änderungen. Deshalb wird auf die Abbildung des Profils der nicht getemperten Schichten verzichtet. Durch die Konstanz der Tiefenprofile kann dieser Schichtverbund für den betrachteten Tempervorgang als wärmostabil eingeordnet werden.

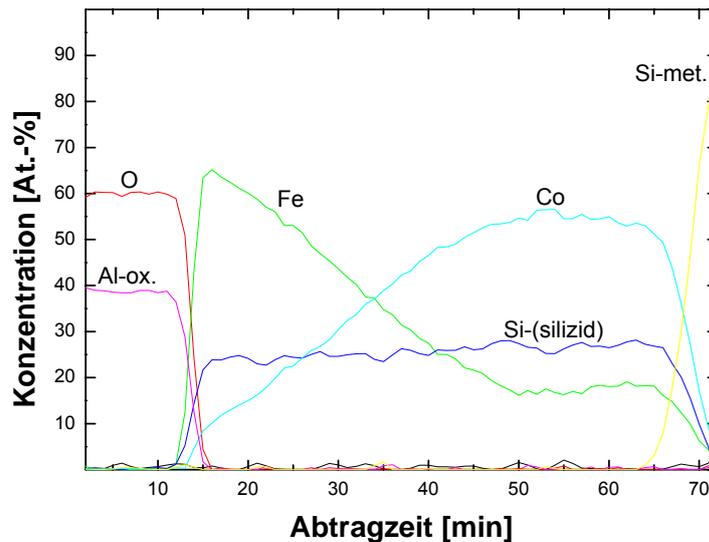
### $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ -Schichtverbund

Die Diffusionsvorgänge eines ungetemperten  $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Schichtverbundes werden im Augertiefenprofil untersucht, das in Abbildung 4.53 dargestellt ist. Die Darstellung zeigt, dass an den Grenzflächen keine nennenswerten Reaktionen während der Schichtabscheidung stattfinden.



**Abbildung 4.53:** Augertiefenprofil der Elementzusammensetzung für einen ungetemperten  $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Schichtverbund ( $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ :  $0,20\mu\text{m}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ :  $0,27\mu\text{m}$ ).

Das resultierende Augertiefenprofil nach einem Glühvorgang bei  $530^\circ\text{C}$  für 60min ist in Abbildung 4.54 wiedergegeben.



**Abbildung 4.54:** Augertiefenprofil der Elementzusammensetzung für einen bei 530°C für 60 Minuten getemperten  $Fe_{50}Co_{50}-Al_2O_3$ -Schichtverbund ( $Fe_{50}Co_{50}$ : 0,20  $\mu m$ ,  $Al_2O_3$ : 0,27  $\mu m$ ).

Die während des Tempervorganges stattfindenden Diffusionsvorgänge gleichen denen, die bereits für den  $Si_3N_4-Fe_{50}Co_{50}$ -Schichtverbund beschrieben sind (Abschnitt 4.6.2). Demnach kommt es zu einer Umverteilung der Fe-Co-Schicht, wobei Teile des Kobalts mit dem Substrat reagieren. In Richtung der anderen Grenzfläche der Fe-Co-Schicht verbinden sich Teile des entmischten Eisens mit dem Si des Substrates.

Bei direktem Kontakt mit dem Si-Substrat erweist sich die Fe-Co-Schicht nicht als wärmostabil. Demgegenüber finden während des Tempervorganges an der Grenzfläche zur Al-O-Schicht keine Diffusionsvorgänge statt. Um die Fe-Co-Schicht als Opferschicht einsetzen zu können, ist demnach eine Zwischenschicht zwischen Fe-Co und dem Si-Substrat erforderlich.

## 4.7 Dünnschichtverbund mit integrierter Sensor- und Aktorfunktion

In den folgenden Abschnitten wird die Prozessierbarkeit der Schichtverbunde (Abbildung 4.1) erläutert und die Zielvariante der Materialkombinationen abgeleitet. Dieser Biegebalken (Abbildung 4.2) wird im Anschluss bezüglich seiner Aktor- und Sensorantwort vorgestellt.

### 4.7.1 Prozessierbarkeit der Einzelschichten und Materialauswahl

Neben der Funktionalität der Einzelschichten ist von entscheidender Bedeutung, dass der Verbund mit allen erforderlichen Arbeitsschritten ohne Schädigung der Schichten prozessiert werden kann. Dabei ist für die Biegebalken mit lateralen Millimeterabmessungen insbesondere der Tempervorgang für die Einbringung des Formgedächtniseffektes relevant. Während dieser Wärmebehandlung wird der Schichtverbund für 60min zwischen 530°C und 600°C getempert (Abschnitt 4.1.1). Ein weiterer Prozess, der wiederkehrend durchgeführt werden

muss, ist die Reinigung der Schichten im Ultraschallbad mit Aceton. Insbesondere diese beiden Verarbeitungsschritte hatten einen Einfluss auf die Auswahl der weiter betrachteten Schichtmaterialien.

### **Isolationsschichten**

Für die Isolationsschichten ist neben der erwähnten Wärmestabilität insbesondere auch ihre Eigenschaft als Diffusionssperrschicht von Bedeutung. Bezüglich des letzteren Aspektes weisen alle Schichten ein positives Verhalten auf (Abschnitt 4.6).

Unterschiede ergeben sich bei der Betrachtung der Wärmestabilität (Abschnitt 4.2). Dabei zeigen sich bei den Al-O-Schichten nach der Temperung Risse, was mit dem Verlust der vorgesehenen Isolationsfunktion gleichzusetzen ist. Zwar treten bei den Si-N-Schichten deutlich weniger Risse auf, dennoch bleiben sie durch die Wärmebehandlung nicht unbeeinträchtigt. Lediglich die untersuchten Si-O-Dünnschichten weisen keinerlei Beeinträchtigung durch die Temperung auf. Vor diesem Hintergrund wird Si-O als Material für die Isolationsschichten bei der weiteren Entwicklung des Biegebalkenschichtverbundes verwendet.

### **Sensorschichten**

Die abgeschiedenen Cu-Ni-Schichten erweisen sich sowohl als Einzelschicht (Abschnitt 4.4) als auch im Schichtverbund (Abschnitt 4.6) als wärmestabil, sofern sie keinen direkten Kontakt mit einem reinen Si-Substrat haben. Auch die Eigenspannungen der 2,5µm dicken Schichten (Abschnitt 4.1.3) liegen mit 0,7GPa innerhalb des zu erwartenden Rahmens (Abschnitt 4.1.4). Allerdings platzen diese Schichten beim Kontakt der verwendeten Reinigungsmittel vom Substrat ab. Somit erweist sich dieses Schichtmaterial als prozessinkompatibel. Diese Problematik könnte nur durch den Einsatz einer Haftvermittlerschicht gelöst werden, wodurch die Systemkomplexität weiter steigt. Somit erhöht sich das Risiko von Wechselwirkungen der verwendeten Materialien, die das Verhalten des Schichtverbundes negativ beeinflussen können.

Da die alternativen Al-Si-Cu-Sensorschichten sowohl wärmestabil als auch prozesskompatibel sind, wird dieses Material bei der Herstellung des Biegebalkenschichtverbundes als Zielvariante weiter verwendet.

### **Opferschichten**

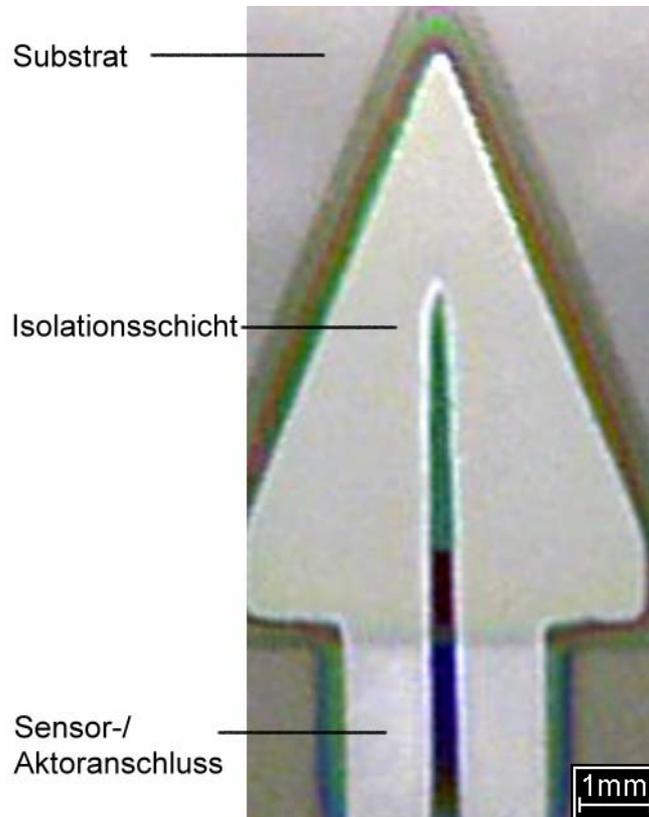
In Abschnitt 4.5 wird aufgezeigt, dass sich  $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$  als Einzelschicht wärmestabil verhält. Allerdings treten im Schichtverbund starke Diffusionsvorgänge während der Wärmebehandlung beim Kontakt mit dem Si-Substrat auf (Abschnitt 4.6). Zur Vermeidung dieser Wechselwirkungen wird für die Zielvariante Si-Substrat mit einer thermischen Si-O-Schicht als Diffusionsbarriere verwendet.

Auf Grund der Löslichkeit (Abschnitt 3.2.4) und der Verträglichkeit des Ätzprozesses gegenüber den übrigen Schichten wird Fe-Co für die Skalierung des Schichtverbundes im Mikrometermaßstab weiter verwendet.

### **Zielvariante**

Mit den erzielten Ergebnissen leitet sich als Zielvariante für die Materialkombination des Biegebalkens ein  $\text{SiO}_2\text{-Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}\text{-SiO}_2\text{-Al}_{99}\text{Si}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{-SiO}_2$ -Schichtverbund mit  $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$  als Material für die Opferschicht auf einem Si-Substrat mit  $\text{SiO}_2$ -Deckschicht ab. Dabei beträgt

die Schichtdicke der Sensor- und Aktorschicht jeweils  $2,5\mu\text{m}$  (Abschnitt 4.1.3), die Isolationsschichten werden bis zu einer Dicke von  $250\text{nm}$  abgeschieden (Abschnitt 4.1.3). In Abbildung 4.55 ist ein mittels den in Abschnitt 4.1.2 vorgestellten Schattenmasken strukturierter Schichtverbund abgebildet.



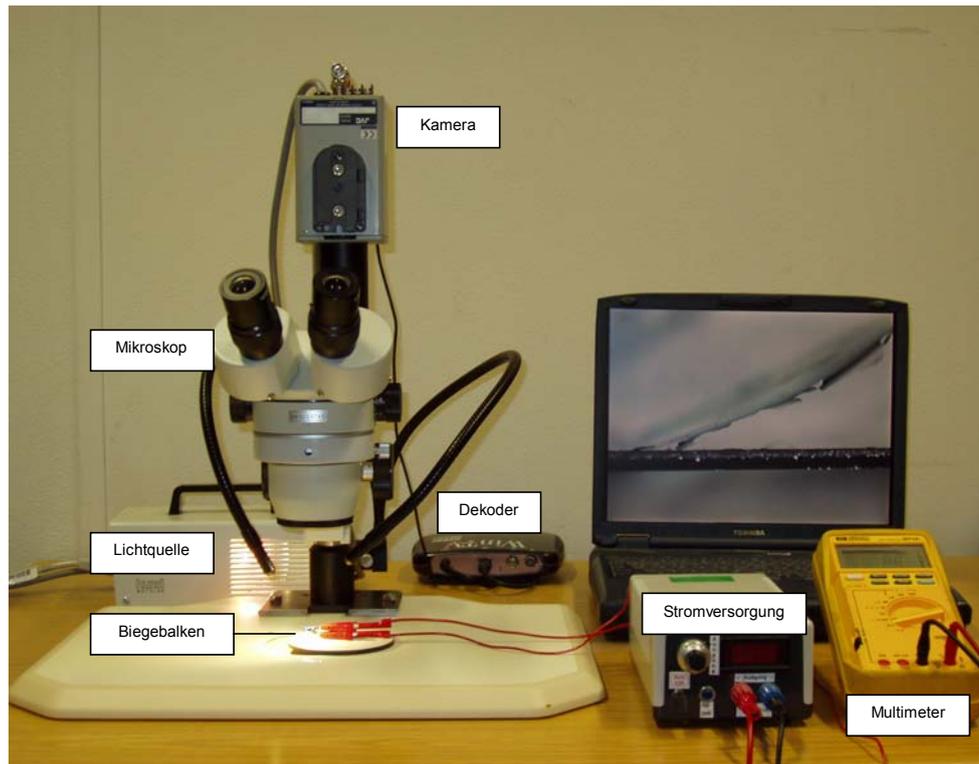
**Abbildung 4.55:** Darstellung der Zielvariante des mit Schattenmasken strukturierten  $\text{SiO}_2\text{-Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}\text{-SiO}_2\text{-Al}_{99}\text{Si}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{-SiO}_2$ -Schichtverbundes.

Die strukturierte dreieckige Geometrie der Biegebalken eignet sich beispielsweise für die Verwendung in mittels KOH-Ätzen (Abschnitt 3.2.4) in (100)-Silizium erzeugten V-förmigen Kanälen [Wac04].

Die Charakterisierung der Sensorantwort und das Aktorverhalten des Biegebalkens mit der ausgewählten Materialkombination wird in den beiden nachfolgenden Abschnitten näher behandelt.

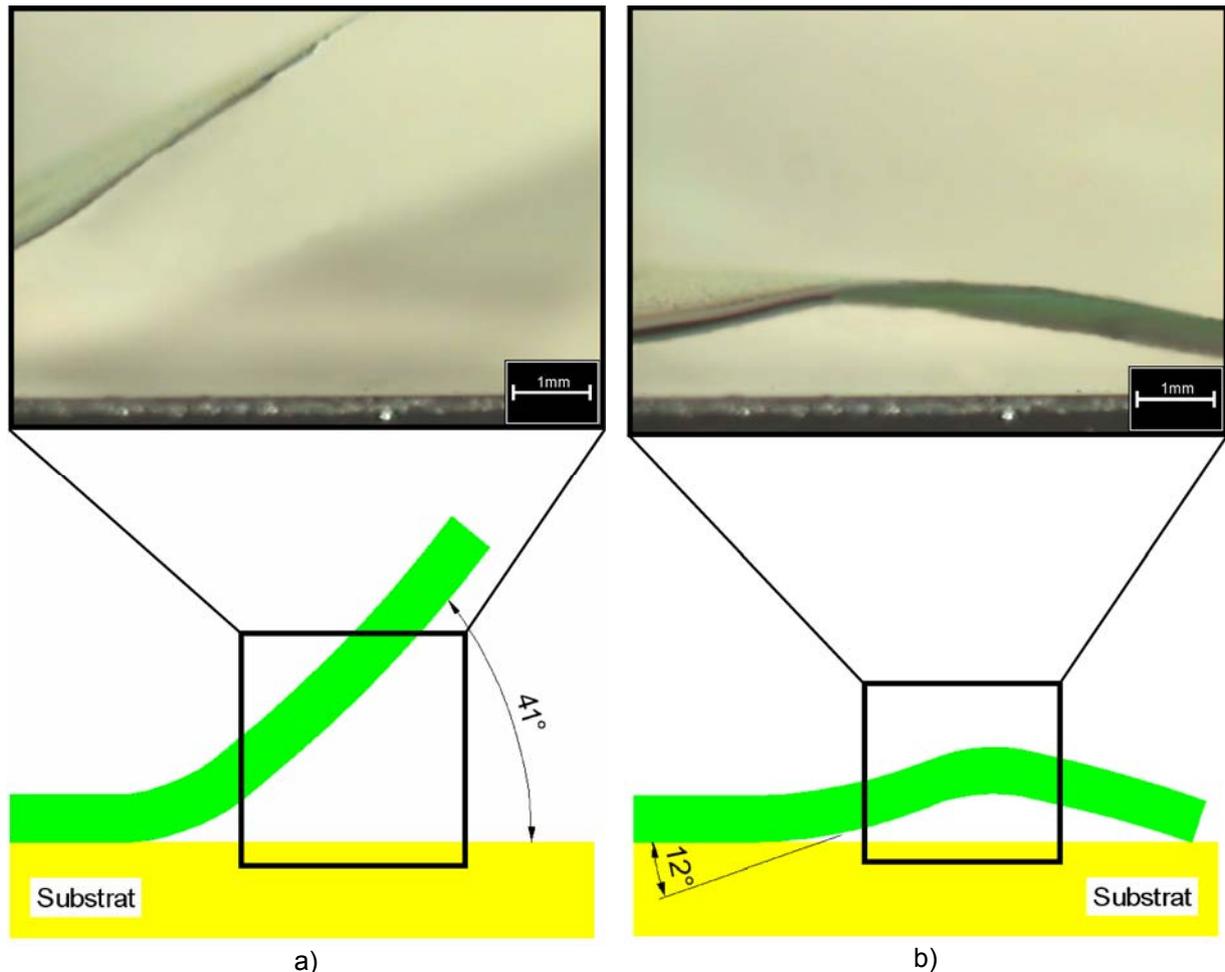
#### 4.7.2 Aktorantwort des Biegebalkens

Der zur optischen Erfassung der Aktorbewegung erforderliche Versuchsaufbau wird in Abbildung 4.56 gezeigt.



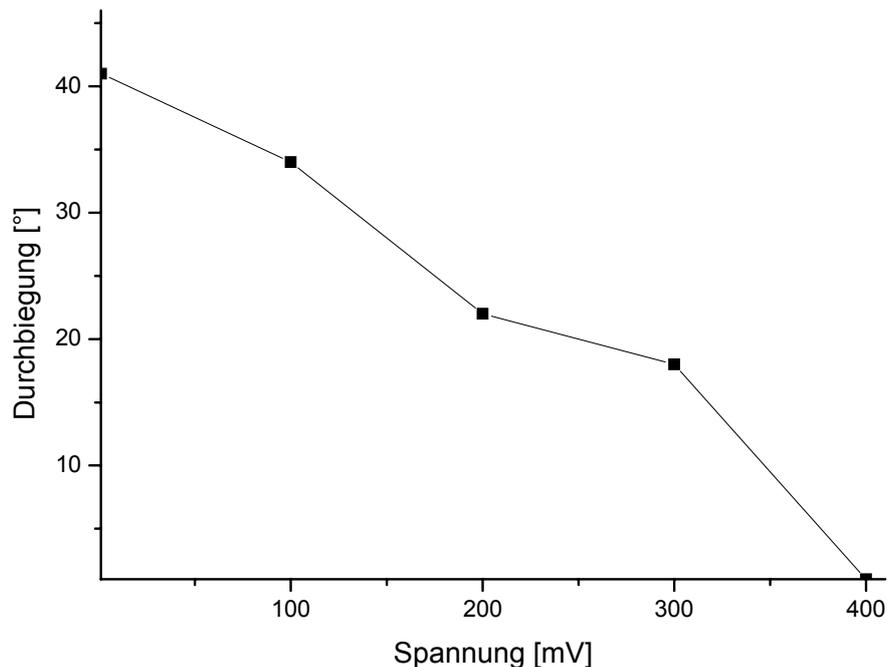
**Abbildung 4.56:** Versuchsaufbau zur Bestimmung der Bewegungsamplituden und der dynamischen Biegebalkeneigenschaften.

Im Wesentlichen besteht der Aufbau aus einem Lichtmikroskop mit Kamera, unter dem der Biegebalken angesteuert und das Videobild über einen entsprechenden Dekoder auf einem Computer aufgezeichnet wird. Somit kann sowohl die realisierbare Auslenkung als auch das dynamische Verhalten des Biegebalkens optisch dokumentiert und ausgewertet werden. Als Zielvariante (Abbildung 4.55) wird ein  $\text{SiO}_2\text{-Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}\text{-SiO}_2\text{-Al}_{99}\text{Si}_{10,5}\text{Cu}_{0,5}\text{-SiO}_2$ -Schichtverbund gewählt (Abschnitt 4.7.1). Dessen Sensor- und Aktordünnschicht hat eine Schichtdicke von  $2,5\mu\text{m}$ , die Dicke der Isolationsschichten beträgt  $250\text{nm}$  (Abschnitt 4.1.3). Abbildung 4.57 zeigt die Auslenkung des Dünnschichtverbundes in Abhängigkeit von der an die Aktorschicht angelegten elektrischen Spannung.



**Abbildung 4.57:** Mikroskopische Aufzeichnung des makroskopischen  $\text{SiO}_2\text{-Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}\text{-SiO}_2\text{-Al}_{99}\text{Si}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{-SiO}_2$ -Biegebalkens a) im Ruhezustand bei Raumtemperatur und b) nach knapp 1s bei 0,4V und 35mA.

Eine Anforderung an den Biegebalken ist, dass sich eine Ruheposition von etwa  $40^\circ$  einstellt (Abschnitt 4.1). Aus Abbildung 4.57a, die den Biegebalken im Ruhezustand bei Raumtemperatur zeigt, wird ersichtlich, dass diese Anforderung erfüllt wird. Abbildung 4.57b zeigt den Biegebalken eine Sekunde nachdem eine Spannung von 0,4V mit 35mA angelegt wird. Dabei stellt sich die maximale Auslenkung ein, wodurch der Biegebalken bis auf das Substrat gebogen wird. Die erzielte Auslenkung  $I_A$  (Abbildung 2.1) entspricht etwa 6mm. Diese optisch an der Spitze des Biegebalkens ermittelte Auslenkung in Abhängigkeit von der angelegten Spannung ist in Abbildung 4.58 dargestellt.



**Abbildung 4.58:** Auslenkung der Biegebalkenspitze in Abhängigkeit von der angelegten Spannung und der daraus resultierenden Temperatur.

Auffällig ist, dass im Diagramm der Aktorantwort (Abbildung 4.58) kein Martensit-Austenit-Phasensprung zu erkennen ist. Dies ist damit zu erklären, dass bereits nach Anlegen geringer elektrischer Spannungen Aktortemperaturen oberhalb der Austenit-Starttemperatur erreicht werden. Somit kann der Phasensprung mit der optisch bestimmten Balkenauslenkung nicht aufgelöst werden. Das dynamische Verhalten des Balkens wird durch die Zeit bestimmt, in der die für die Auslenkung erforderliche Wärme in den Balken eingebracht und wieder abgeführt werden kann. Dabei wird die Wärme über die Höhe des Ansteuerstroms deutlich schneller eingebracht als sie abgeführt werden kann. Konkret lässt sich an den untersuchten Biegebalken nach etwa 100 Zyklen eine Auslenkung von etwa 40° erreichen. Dabei wird zur Realisierung einer hohen Schaltfrequenz bei der Geometriegestaltung (Abschnitt 4.1) darauf geachtet, ein großes Verhältnis von Oberfläche zur Dicke der Einzelschichten zu realisieren (Gleichung 2.4). Dadurch ließen sich bei Raumtemperatur ohne Luftströmung maximale Schaltfrequenzen von knapp 10Hz erzielen.

Generell lassen sich mit Formgedächtnislegierungen Schaltzeiten von wenigen Millisekunden erreichen [Koh00]. Da diese Frequenz überwiegend vom Abkühlprozess der Aktorschicht abhängt und die Wärmeabfuhr durch ein flüssiges Fluid deutlich größer ist als bei Luft, lässt der Einsatz der verwendeten Aktordünnschicht in Kapillarsystemen Schaltzyklen von deutlich über 100Hz erwarten.

### 4.7.3 Sensorantwort des Biegebalkens

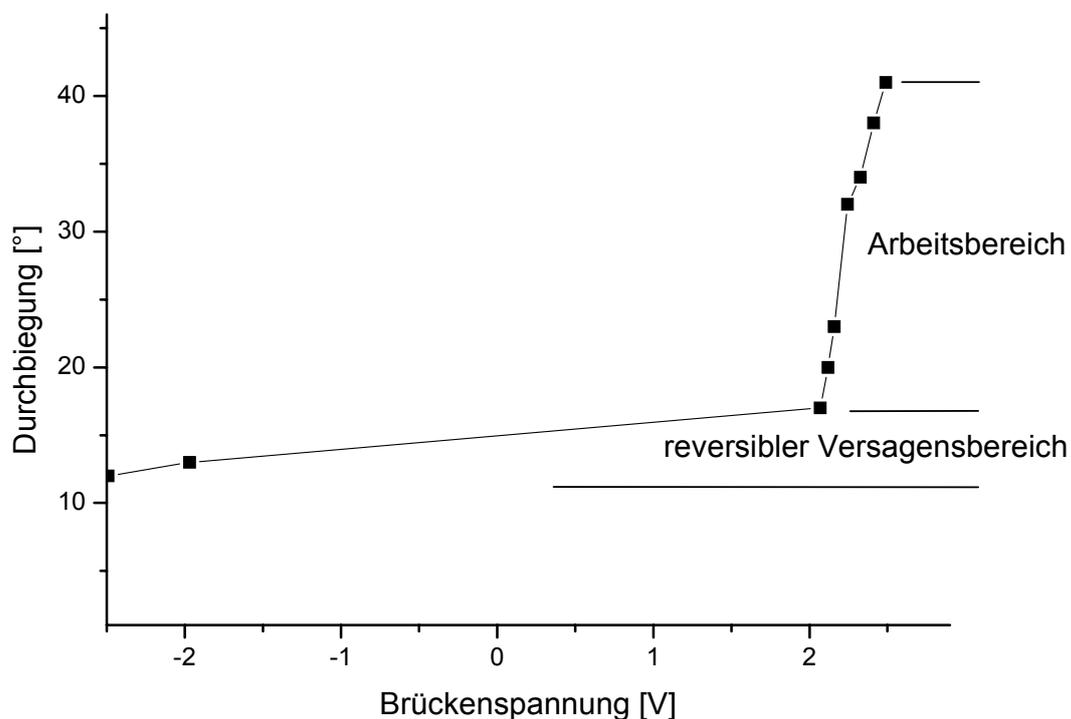
Die Sensorantwort des Biegebalkens wird über die Änderung des elektrischen Widerstandes der Sensordünnschicht bestimmt, die sich auf Grund der Auslenkung des Schichtverbundes

einstellt. Für die betrachteten Geometrievarianten der Sensorschichten (Abbildung 4.7) ergeben sich bezüglich ihrer Änderung des elektrischen Widerstandes in Abhängigkeit von der Auslenkung keine auffälligen Unterschiede. Als Zielvariante (Abbildung 4.55) wird ein  $\text{SiO}_2\text{-Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}\text{-SiO}_2\text{-Al}_{99}\text{Si}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{-SiO}_2$ -Schichtverbund betrachtet (Abschnitt 4.7.1). Dessen Sensor- und Aktordünnschicht haben eine Schichtdicke von  $2,5\mu\text{m}$ , die Dicke der Isolationschichten beträgt  $250\text{nm}$  (Abschnitt 4.1.3).

Ausgehend von der Widerstandsänderung kann die Brückenspannung einer Wheatstone'schen Brückenschaltung abgeleitet werden (Abbildung 2.10). Mit fixen Brückenwiderständen  $R_i$  von  $4,7\text{k}\Omega$  und einer Versorgungsspannung von  $5\text{V}$  wird die Brückenspannung mit folgender Gleichung bestimmt:

$$\Delta U = \frac{R_2 R_3 - R_S R_4}{(R_3 + R_4)(R_S + R_2)} U_S \quad \left| \begin{array}{l} U_S : \text{ angelegte Versorgungsspannung} \\ R_S : \text{ Variabler Sensorwiderstand} \\ R_i : \text{ Fixe Brückenwiderstände} \end{array} \right. \quad (4.6)$$

Aus Gleichung 4.6 folgt für die Extremfälle mit  $R_S = 0\Omega$  eine Brückenspannung von  $2,5\text{V}$  und für  $R_S > 1\text{M}\Omega$  resultiert eine Spannung von  $-2,5\text{V}$ . Dieser Spannungsbereich findet sich auch in der Darstellung der Brückenspannung über die optisch bestimmte Balkenauslenkung wieder (Abbildung 4.59).



**Abbildung 4.59:** Gemittelte Brückenspannung über der Auslenkung als Sensorantwort des Biegebalkens bei einer Brückenversorgungsspannung von  $U_s = 5\text{V}$  und drei fixen Widerständen von  $4,7\text{k}\Omega$ . Gemessen wurden knapp 100 Zyklen. Arbeitsbereich:  $17^\circ\text{-}42^\circ$ , reversibler Versagensbereich:  $12^\circ\text{-}17^\circ$ .

Zu erkennen ist, dass die Brückenspannung über den vorgesehenen Arbeitsbereich von 42° bis 17° linear verläuft. Bei darüber hinausgehenden Auslenkungen in den reversiblen Versagensbereich zwischen 12° und 17° nimmt der elektrische Widerstand der Sensorschicht schlagartig zu. Mit Gleichung 4.7 zur Berechnung des elektrisches Widerstandes lässt sich der sprunghafte Anstieg von  $R$  auf Grund des Temperaturanstieges der Sensorschicht nicht begründen.

$$R = \rho \frac{l}{A} (1 + \alpha \Delta T) \quad (4.7)$$

$R$ : elektrischer Widerstand
$\rho$ : spezifischer Widerstand
$l$ : Länge des elektrischen Leiters
$A$ : Fläche des elektrischen Leiters
$\alpha$ : Temperaturkoeffizient
$T$ : Temperatur

Eine mögliche Erklärung für den Widerstandsanstieg ist, dass sich durch die unterschiedliche Wärmeausdehnung der Einzelschichten des Verbundes reversible Mikrorisse bilden, die den elektrischen Widerstand der Sensorschicht bei großen Auslenkungen bis hin zur galvanischen Trennung der Schicht erhöhen. Damit lässt sich auch erklären, dass sich der elektrische Widerstand der Dünnschicht nicht, wie es auf Grund der Längenänderung zu erwarten wäre, nur marginal ändert. Statt dessen nimmt er innerhalb des Arbeitsbereiches linear um mehr als das 40fache auf etwa 400Ω zu. Innerhalb der untersuchten knapp 100 Zyklen zeigt sich kein Drift der Sensorantwort, die somit als reversibel anzusehen ist. Die Isolation zwischen Sensor- und Aktorschicht bleibt mit einem elektrischen Widerstand von >1MΩ konstant.

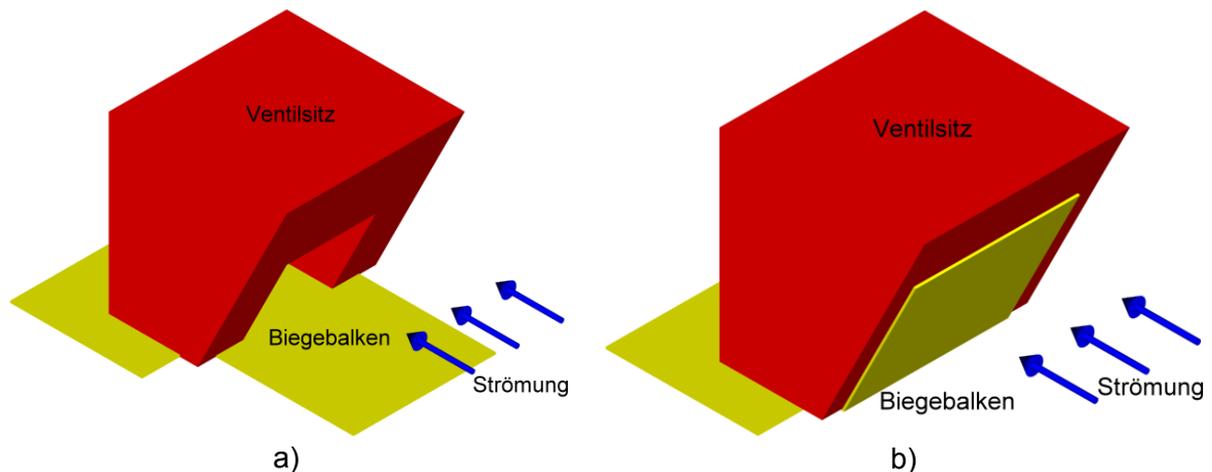
Durch den linearen Verlauf der Widerstandsänderung respektive der Brückenspannung im Arbeitsbereich des Biegebalkens lässt sich, wie im Anforderungsprofil gefordert (Abschnitt 4.1.1), ein direkter Bezug zwischen der Auslenkung des Biegebalkens und der Sensorantwort herstellen.

#### 4.8 Mikrofluidikmodulkonzept mit integriertem Dünnschichtverbund

Um das Anwendungspotenzial der entwickelten Biegebalken mit integrierter Sensorfunktion aufzuzeigen und deren Prozesskompatibilität zu Verfahren der Mikroelektronik und Mikrosystemtechnik zu überprüfen, wird in den nachfolgenden Abschnitten das Biegebalkenkonzept (Abbildung 4.1) mit identischen Einzelschichtdicken (Abschnitt 4.1.3) auf laterale Abmessungen im Mikrometermaßstab miniaturisiert. Hierzu wird nachfolgend das Konzept eines Mikrofluidikmoduls und dessen Prozessentwicklung vorgestellt, in dem die skalierten Biegebalken zur Regelung von Fluidströmen eingesetzt werden könnten. Dieses Fluidikmodul besteht aus einem Siliziumsubstrat, auf dem die erforderlichen Funktionsdünnschichten abgedruckt und strukturiert werden. Dieses Substrat wird mit einem Silikondeckel mit integriertem Kapillarsystem lösbar verbunden, so dass der Deckel als Verschleißelement ausgetauscht werden kann.

#### 4.8.1 Konzept des Mikrofluidikmoduls

Nachfolgend wird das Konzept eines Demonstrators beschrieben, das aufbauend auf den Ergebnissen der makroskopisch entwickelten Schichtverbunde diese als Ventilbaugruppen in ein Mikrofluidikmodul integriert. Abbildung 4.60 zeigt die Prinzipdarstellung des Biegebalkenventils.

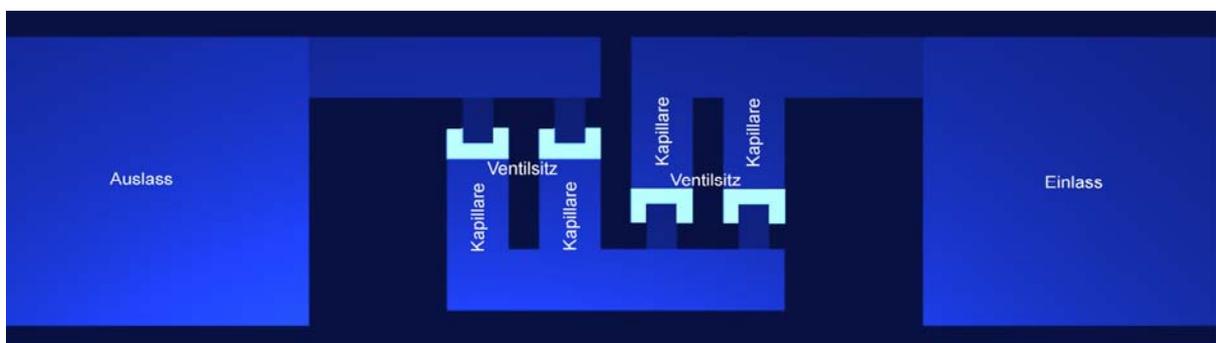


**Abbildung 4.60:** Prinzipdarstellung eines  $400\mu\text{m}$  breiten und  $400\mu\text{m}$  hohen Ventilsitzes sowie des Biegebalkenventils. a) Geöffneter Zustand, b) geschlossener Zustand.

Im geöffneten und somit aktiven Zustand des Ventils liegt der Schichtverbund entgegen der Strömungsrichtung auf dem Substrat und öffnet somit die Kapillare im Ventilsitz. Im Ruhezustand biegt sich der Schichtverbund gegen den Ventilsitz und verschließt die Kapillare. Unterstützt wird diese Dichtfunktion des Ventils durch die Fluidströmung, die den Schichtverbund zusätzlich auf den Ventilsitz drückt.

Bezüglich der geometrischen Gestalt ergibt sich bei den Biegebalken im lateralen Mikrometerraum ein Unterschied zu den makroskopisch hergestellten (Abschnitt 4.1). Das spätere Kapillarsystem wird mittels Silikonabformung hergestellt. Da die Grundform durch Rapid-Prototyping hergestellt wird, ist die geometrische Form der späteren Kapillaren rechteckig. Somit sind auch die Biegebalkenventile rechteckig ausgebildet.

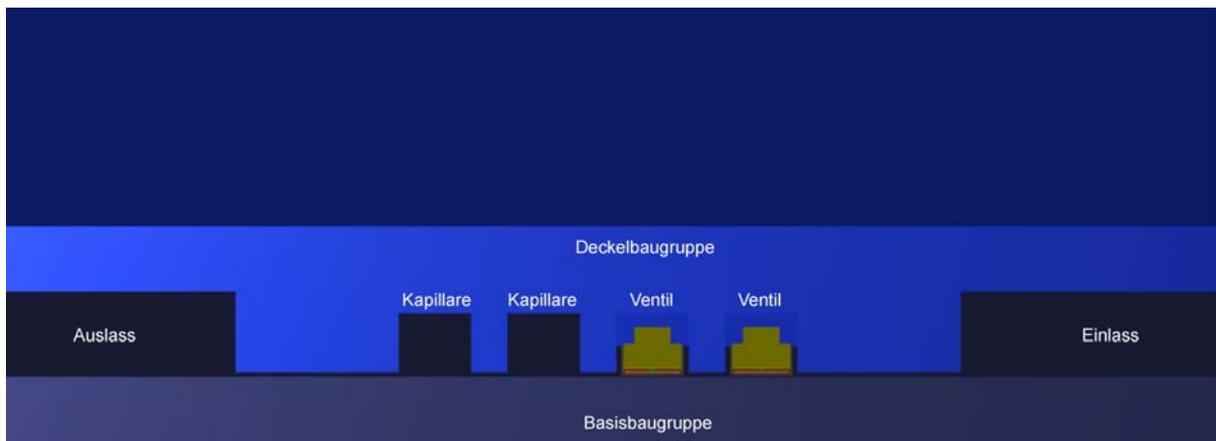
Um die Skalierbarkeit des Konzeptes zu unterstreichen, besteht das Fluidikmodul aus jeweils zwei parallelen Kapillaren am Einlass und am Auslass des Kapillarsystems (Abbildung 4.61).



**Abbildung 4.61:** Prinzipdarstellung des verwendeten Kapillarsystems und dessen Bestandteilen.

Die parallelen Kapillaren, die für eine spätere Realisierung als Mikroreaktoren verwendet werden können, sind durch eine gemeinsame Kapillare verbunden und werden am Kapillareingang durch jeweils ein separat ansteuerbares Biegebalkenventil geregelt.

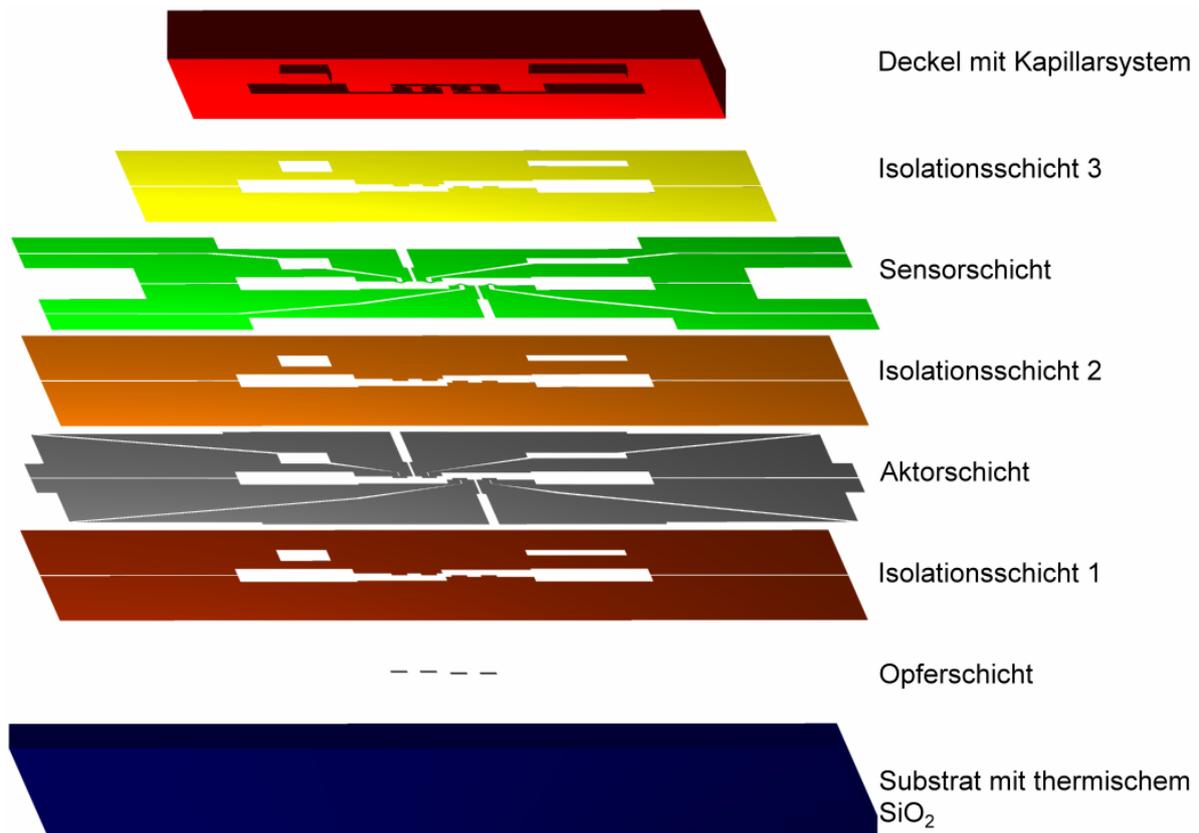
Das Konzept des Mikrofluidikmoduls ist als Hybridsystem aufgebaut. Die Basisbaugruppe besteht aus aufwändig prozessierten Funktionselementen in Form von Mikrobiegebalken. Demgegenüber wird das Kapillarsystem separat als Deckelbaugruppe entwickelt (Abbildung 4.62).



**Abbildung 4.62:** Schnitt durch die Prinzipskizze des Mikrofluidikmoduls und dessen Bestandteile.

Der Hybridbau hat im praktischen Einsatz den Vorteil, dass der kostengünstig durch Silikonabformung herstellbare Deckel beispielsweise im Falle von verstopften Kapillaren als Verschleißteil ausgetauscht werden kann. Dies führt zu deutlich reduzierten Betriebskosten und erweitert somit das Anwendungspotenzial des Fluidikmoduls. Um eine Beschädigung der Biegebalkenventile bei der Zusammenführung der Basisbaugruppe mit der Deckelbaugruppe zu vermeiden, können die Ventile durch Anlegen einer elektrischen Spannung während der Justage auf das Substrat gedrückt werden. Nach Rückkehr in ihren Ruhezustand liegen die Ventile wieder an den Ventilsitzen der Deckelbaugruppe an.

Den Gesamtaufbau des Mikrofluidikmoduls mit den Einzeldünnschichten der Basisbaugruppe sowie des Deckels mit integriertem Kapillarsystem zeigt die Explosionszeichnung in Abbildung 4.63.



**Abbildung 4.63:** Explosionsdarstellung des Mikrofluidikmoduls mit dessen Einzelschichten und des Deckels mit integriertem Kapillarsystem.

Die Basisbaugruppe umfasst das Substrat sowie die für den Aufbau der Biegebalken erforderlichen Dünnschichten. Dabei sind der Schichtaufbau und die dazu gehörigen Beschichtungsprozesse vergleichbar mit dem Aufbau und der Prozessierung der bereits vorgestellten Biegebalken (Abbildung 4.1). Erweitert wird die Herstellung um die Prozessentwicklung der notwendigen Mikrostrukturierung sowohl der Schichten als auch des Substrats. Die Deckelbaugruppe besteht aus einem Silikondeckel, in dem die Mikrostrukturen von Kapillaren integriert sind.

Im Gegensatz zur makroskopischen Strukturierung mittels Schattenmasken (Abschnitt 4.1.2) sind für die geometrische Gestaltung der Biegebalken mit lateralen Abmessungen im Mikrometermaßstab fotolithografische Strukturierungsprozesse erforderlich. Die dafür notwendigen Belichtungsmasken werden von maßstabsgetreuen CAD<sup>27</sup>-Modellen abgeleitet. Die damit erzeugten Schichtgeometrien und die daraus resultierenden Funktionen werden in den nachfolgenden Kapiteln näher erläutert.

#### 4.8.2 Ableitung fotolithografischer Masken

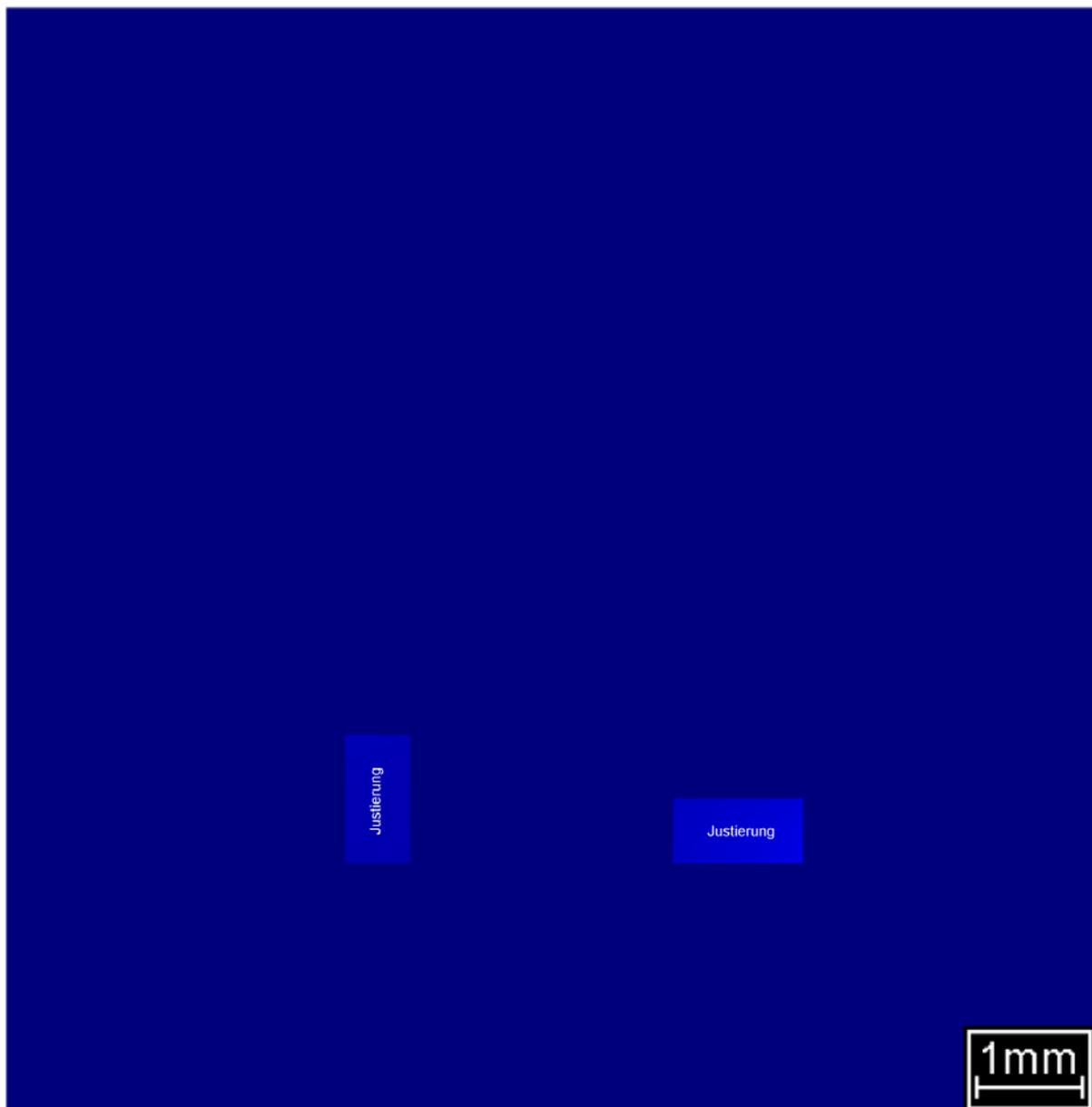
Ausgehend von der Explosionszeichnung in Abbildung 4.63 werden nachfolgend die Schichtgeometrien der aufzubauenden Mikrobiegebalken vorgestellt. Zur näheren Funktionsbeschreibung der Einzelschichten sei an dieser Stelle auf Abschnitt 4.1 verwiesen. Die Reihenfolge der Vorstellung entspricht der Abfolge der Prozessierung. Die lateralen Geometrien

<sup>27</sup> engl. Computer Aided Design

rien der Biegebalkenbereiche ergeben sich aus der rechteckigen Ventilgeometrie, die in Abschnitt 4.8.1 vorgestellt wird.

### Substrat

Das (100)-Siliziumsubstrat der Module hat eine Breite von 16,8mm und eine Länge von 17,2mm. Die Aufgabe des Substrats ist neben der Aufnahme der Dünnschichten die Abdichtung der in den Silikondeckel integrierten Kapillaren. Eine weitere Funktion ist die auf zehn Mikrometer genaue laterale Justierung des Deckelmoduls mit integriertem Kapillarsystem. Da die auf dem Substrat prozessierten Biegebalken für die spätere Funktionsfähigkeit des Moduls in den Ventilsitz des Deckels eingepasst sein müssen, enthält das Substrat Vertiefungen zur späteren Selbstjustage des Silikondeckels in den erforderlichen Toleranzen. Abbildung 4.64 zeigt die geometrische Gestalt des Substrats, auf dem im weiteren Verlauf die Dünnschichten abgeschieden und strukturiert werden.

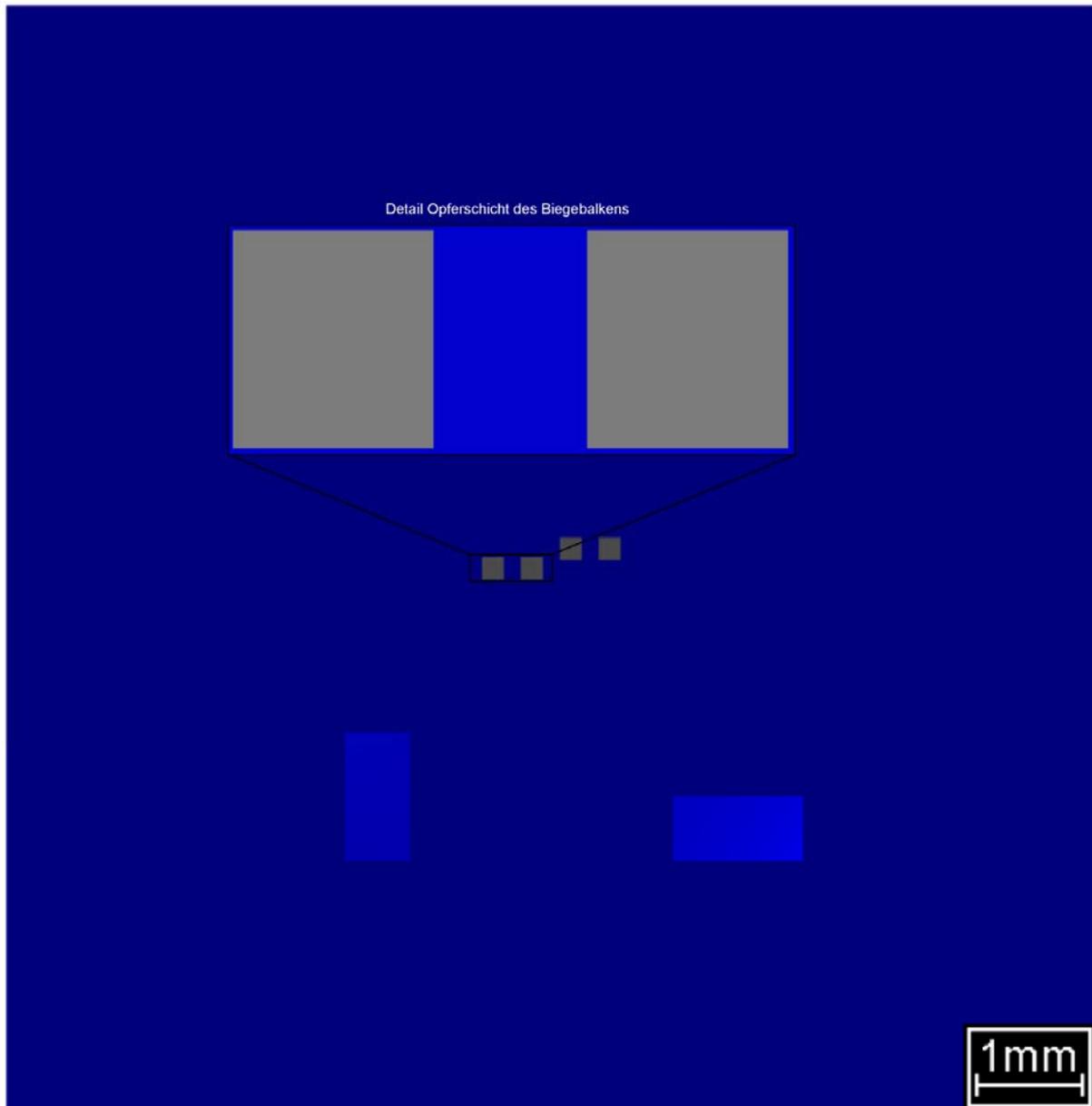


**Abbildung 4.64:** Darstellung der Substratgeometrie mit Vertiefungen zur Justierung des Deckels.

Die Justierungen werden mit einer Tiefe von  $200\mu\text{m}$  in das Substrat geätzt (Abschnitt 4.8.3). Versuche im Vorfeld haben gezeigt, dass bei entsprechender Gestaltung der im Deckel integrierten Gegengeometrien (Abschnitt 4.8.9) mit kleineren Abmessungen und entsprechend gestalteten Fasen an den Seitenflächen der zwei Justierungen die höchste Positioniergenauigkeit zwischen Deckel und Substrat erzielt werden. Um die Funktion der Vertiefungen nicht zu beeinflussen, wird deren Geometrie in den auf dem Substrat abgeschiedenen Schichten ausgespart. Die Geometrie ist experimentell auf die Gegenkontur der Justierung abgestimmt, die in das Deckelmodul integriert wird (Abschnitt 4.8.10). Dadurch wird die relative Positionierung zwischen dem Kapillarsystem sowie den Biegebalkenventilen untereinander realisiert.

### **Opferschicht**

Wie in Abschnitt 4.1.1 erläutert, ist die Fe-Co-Opferschicht kein fester Bestandteil des Schichtverbundes, sondern wird am Ende der Prozessierung entfernt und löst somit den beweglichen Teil des Biegebalkens vom Substrat. Mit einer Breite von  $340\mu\text{m}$  und einer Länge von  $350\mu\text{m}$  bei einer Dicke von  $200\text{nm}$  weist die Opferschicht keine aufwändige Geometrie auf, wie aus Abbildung 4.65 hervorgeht.

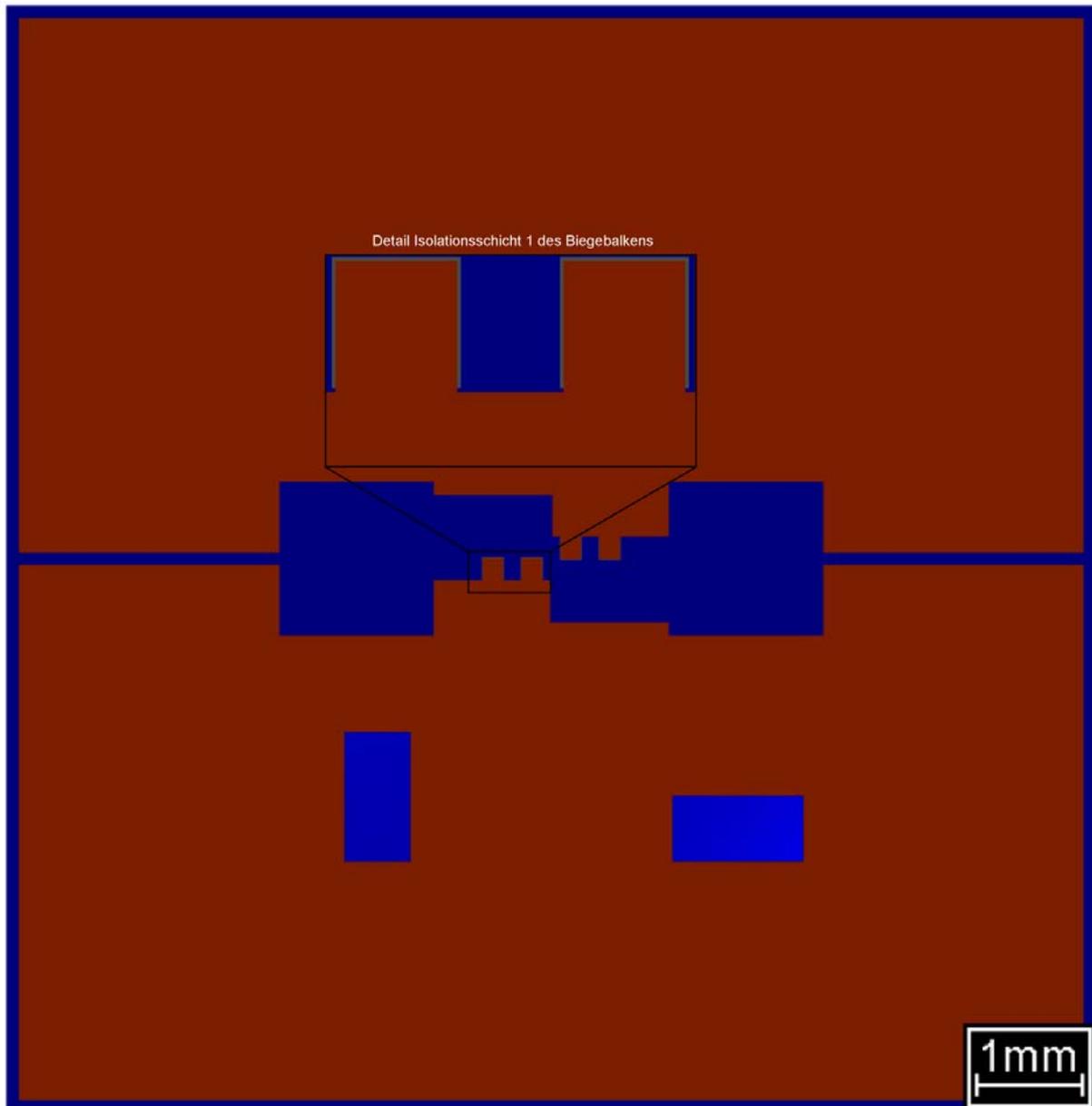


**Abbildung 4.65:** Geometrie der Fe-Co-Opferschicht.

Die lateralen Abmessungen der Opferschichten resultieren aus den Geometrien der später beweglichen Teile der Biegebalken. Somit fungieren sie als Trennschichten zwischen den Biegebalken und dem Substrat. Die seitlichen Abmessungen ragen über den Rand der übrigen Biegebalkengeometrien hinaus, um während des späteren Ätzprozesses sowohl im Randbereich als auch an den Seitenflächen eine Ätzangriff zu bieten.

### **Isolationsschicht 1**

Die Aufgabe der ersten 200nm dicken Si-O-Isolationsschicht ist, den übrigen Schichtverbund von der Unterseite gegen das umgebende wässrige Fluid zu schützen. Abbildung 4.66 stellt die Geometrie der Isolationsschicht mit einer Detailvergrößerung im Bereich der Biegebalkengeometrie dar.

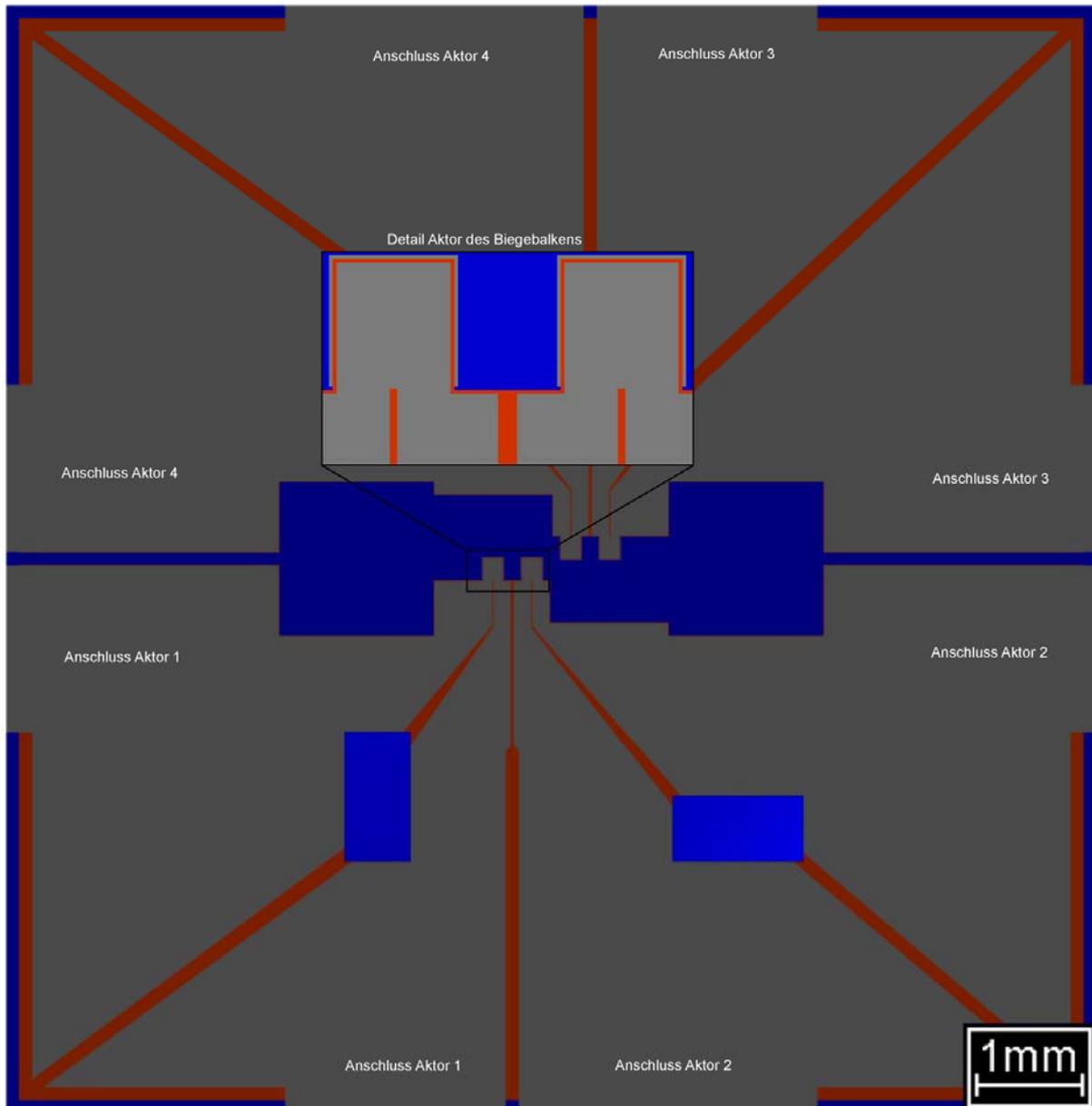


**Abbildung 4.66:** Geometrie der Si-O-Isolationsschicht 1.

Die Isolationsschichten haben im Bereich der Biegebalken laterale Abmessungen mit einer Breite von  $320\mu\text{m}$  und einer Länge von  $350\mu\text{m}$  (Detail Isolationsschicht 1, Abbildung 4.66) und sind somit größer als die der nachfolgenden Dünnschichten. Gleichzeitig passen diese Geometrien in das Kapillarsystem und schließen den im Ventilsitz integrierten Durchgang (Abbildung 4.60). Im Randbereich dieser Geometrie werden die Isolationsschichten von den Opferschichten überragt und ermöglichen somit einen späteren Ätzangriff der Opferschichten. Der untere Bereich der Isolationsschicht enthält Aussparungen für die im Substrat integrierten Justierungen.

#### **Aktorschicht**

In Abbildung 4.67 ist die Schichtgeometrie der Ti-Ni-Cu-Aktorschicht dargestellt. Die  $2,5\mu\text{m}$  dicke Schicht (Abschnitt 4.1.3) hat eine Breite von  $300\mu\text{m}$  und eine Länge von  $340\mu\text{m}$ .



**Abbildung 4.67:** Geometrie der Ti-Ni-Cu-Aktorschicht.

Die laterale Geometrie der Aktorschichten ist aus dem Ventilsitz abgeleitet, der durch den Biegebalken abgedichtet wird (Abbildung 4.60). Sie ist kleiner als die der sie umschließenden Isolationsschichten 1 und 2, damit sowohl der Schutz durch umgebendes Fluid von der Unterseite sowie eine galvanische Trennung zu der später abgeschiedenen Sensorschicht gewährleistet ist.

Im Gegensatz zu den Aktoren im lateralen Millimetermaßstab (Abschnitt 4.1.2) enden die Trennstege der Aktoren im Biegeradius der beweglichen Biegebalkenteile. Beim Anlegen eines elektrischen Stroms wird somit im Biegeradius die größte Temperatur erzeugt (Abbildung 4.11).

In den jeweiligen Anschlussbereichen weiteten sich die Aktorgeometrien auf eine Breite von 2,6mm und konnten somit zur makroskopischen elektrischen Kontaktierung verwendet werden. Auch in dieser Schicht sind Aussparungen für die Deckeljustierung enthalten.

### Isolationsschicht 2

Die zweite 200nm dicke Si-O-Isolationsschicht hat im Bereich der Biegebalkengeometrie eine Breite von 320 $\mu\text{m}$  und eine Länge von 350 $\mu\text{m}$  (Abbildung 4.68)

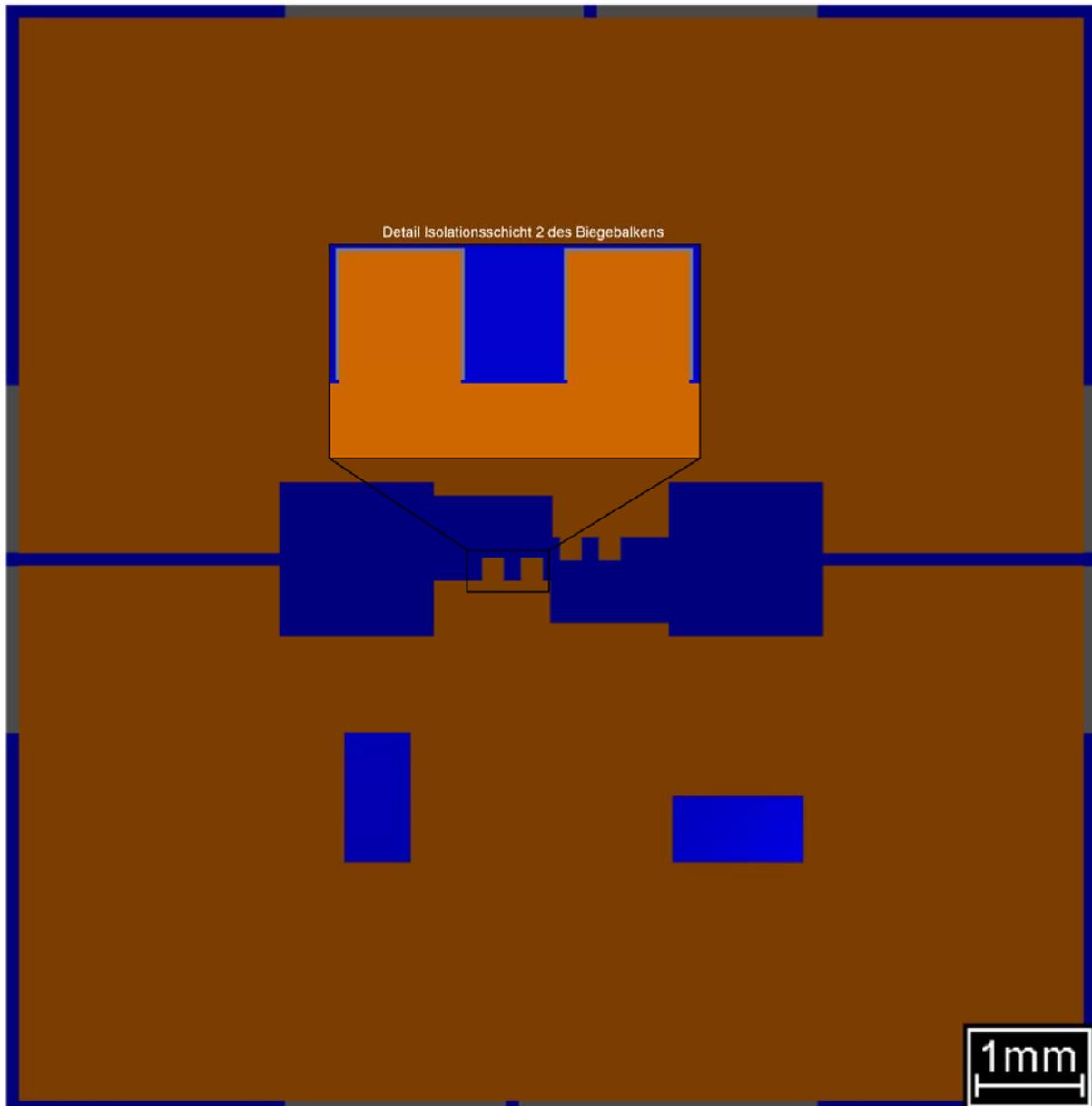


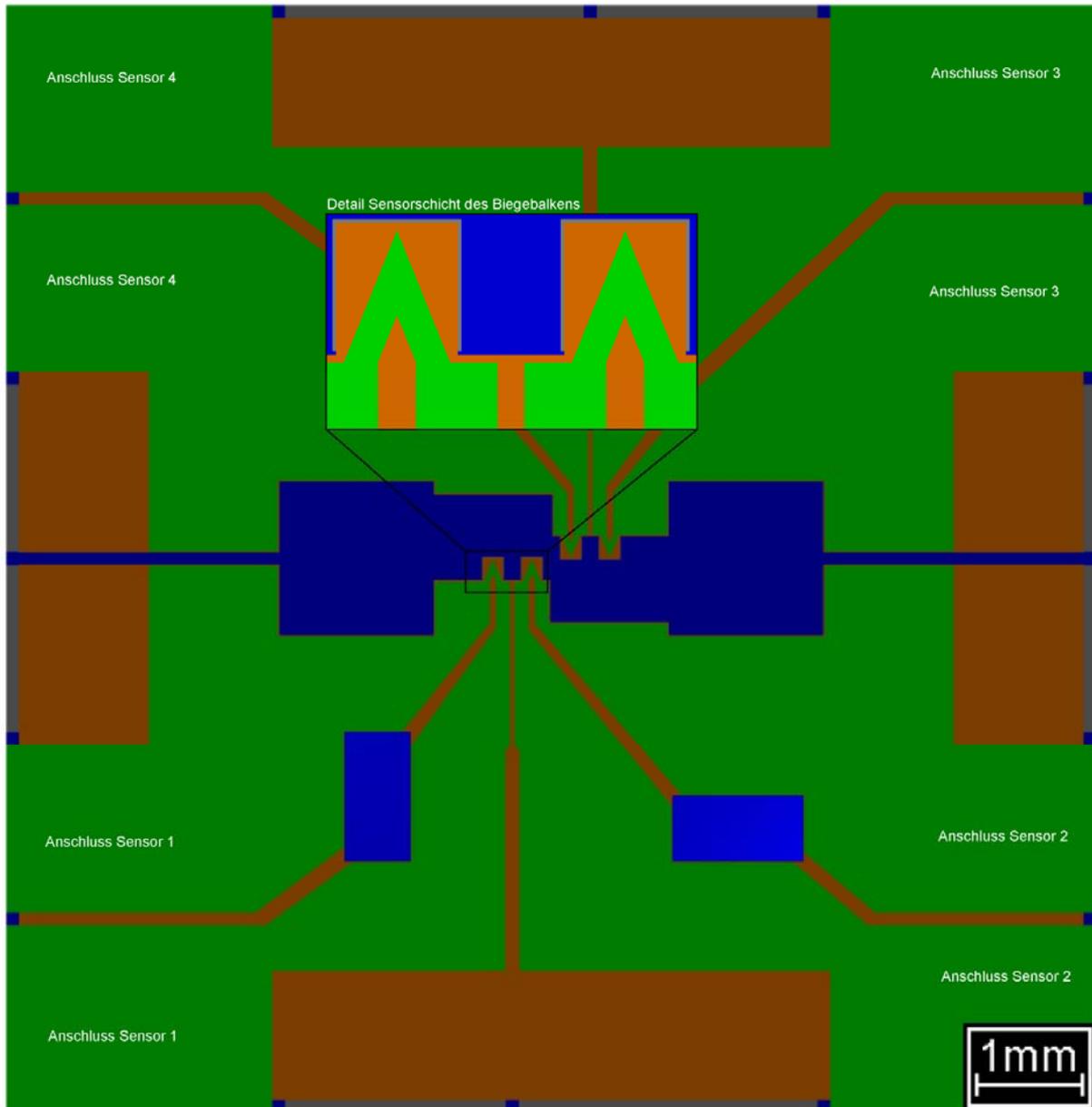
Abbildung 4.68: Geometrie der Si-O-Isolationsschicht 2.

Im später beweglichen Bereich der Biegebalken sind die Isolationsschichten 1 und 2 identisch (Detail Isolationsschicht 2, Abbildung 4.68). Der Unterschied ist die geringere Gesamtbreite der Isolationsschicht 2. Somit verbleibt im Randbereich des Substrates ein unbeschichteter Teil zur elektrischen Kontaktierung der Aktoren.

### Sensorschicht

Die Geometrie der Al-Si-Cu-Sensorschicht basiert auf den Erkenntnissen, die aus dem Aufbau der makroskopischen Biegebalken abgeleitet sind (Abschnitt 4.1.2). Die Sensorschicht hat eine Dicke von 2,5 $\mu\text{m}$  (Abschnitt 4.1.3). Mit ihrer Breite von 280 $\mu\text{m}$  und einer Länge von

340µm ist sie schmaler als die Aktorschicht und ragt in der Höhe nicht bis an den Rand der Isolationsschichten heran. Abbildung 4.69 zeigt die Geometrie der Sensorschicht.



**Abbildung 4.69:** Geometrie der Al-Si-Cu-Sensorschicht.

In den äußeren Seitenbereichen der Schicht sind Aussparungen vorgesehen, in denen die Anschlussbereiche der Aktorschicht liegen. Die Kontaktierung der einzelnen Biegebalken erfolgte über Anschlüsse, die im Randbereich der Schicht liegen und bis an die Außenkanten des Substrates reichen.

### Isolationsschicht 3

Der Schichtverbund wird von der oberen Seite durch die 200nm dicke Si-O-Isolationsschicht 3 begrenzt. Die Abmessungen im Bereich der Funktionsgeometrien haben eine Breite von 320µm und eine Länge von 350µm. In Abbildung 4.70 ist die Geometrie dieser Isolationsschicht dargestellt.

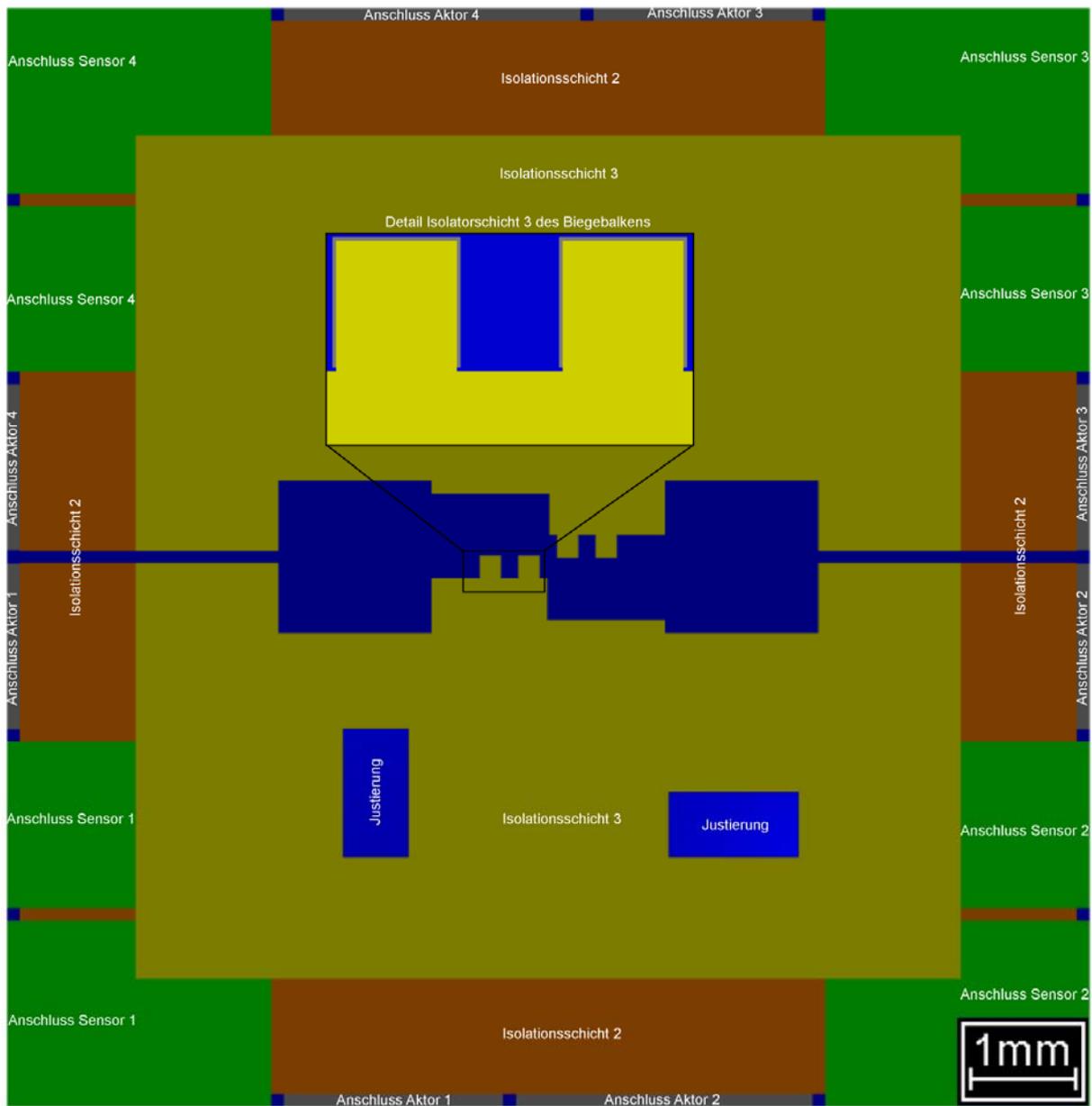


Abbildung 4.70: Geometrie der Si-O-Isolationsschicht 3.

Der Unterschied zu den übrigen Isolationsschichten ist die Gesamtabmessung der Dünnschicht. Dadurch, dass die dritte Isolationsschicht nicht bis an den Substratrand ragt, bleiben die Anschlussbereiche der Aktor- und Sensorschicht elektrisch kontaktierbar.

### 4.8.3 Strukturierung des Substrats

Als Substrat des Fluidikmoduls werden (100)-Siliziumwafer mit einem Durchmesser von 100mm und einer Dicke von 535 $\mu$ m verwendet. Auf der Waferoberfläche ist werksseitig eine 1 $\mu$ m dicke thermische SiO<sub>2</sub>-Schicht abgeschieden.

#### Ätzen der thermischen SiO<sub>2</sub>-Schicht

Zur Positionierung und Orientierung der fotolithografischen Belichtungsmasken auf dem Wafer werden Justierkreuze in die SiO<sub>2</sub>-Schicht geätzt (Abbildung 4.73). Damit die Justierkreuze

während der nachfolgenden Prozessschritte nicht angegriffen werden, sind sie während der nachfolgenden Beschichtungs- und Ätzprozesse mit Kaptonband geschützt.

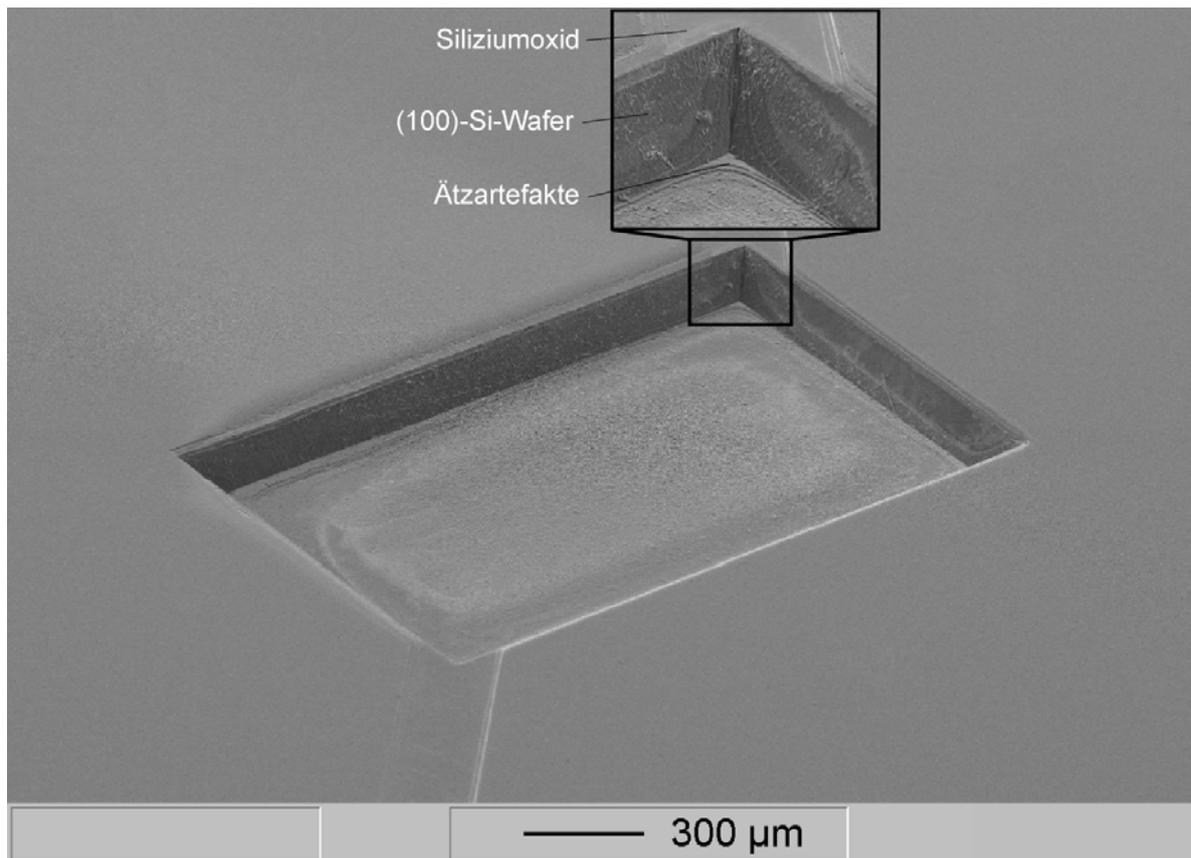
Die dreiecksförmigen Geometrien innerhalb der freien Flächen des Positionierkreuzes weisen mit ihrer Spitze zur Mitte des Fadenkreuzes. Dies erleichtert das Suchen der Mitte, wenn unter dem Mikroskop bei entsprechender Auflösung nur ein Teil der Geometrie zu sehen ist. Außerdem werden im Fadenkreuz zwei Querbalken integriert, mit denen das Justierkreuz unter dem Mikroskop eindeutig bestimmt werden kann.

Die zweite Funktion der Schicht ist ihre Verwendung als Ätzmaske, um die 1mm x 2mm großen Vertiefungen zur Deckeljustierung (Abbildung 4.64) in den Wafer zu ätzen.

Die Justierkreuze und die Ätzmaske für die Vertiefungen werden gemeinsam prozessiert. Dazu wird der Wafer zunächst belackt und belichtet (Abschnitt 3.2.1) und die  $\text{SiO}_2$ -Schicht anschließend nasschemisch geätzt. Dabei dient das Silizium unterhalb der thermischen Oxidschicht als Ätzstopp des mit Flusssäure durchgeführten Ätzprozesses (Abschnitt 3.2.4).

### **Ätzen des (100)-Siliziumssubstrats**

Die Vertiefungen zur Deckeljustierung (Abbildung 4.64) haben eine Tiefe von etwa  $200\mu\text{m}$ . Da sie tiefer sein müssen als die Gegengeometrien im Deckel, ist die durch das Ätzen entstehende Oberfläche am Grunde der Vertiefung von untergeordneter Bedeutung. Auch die Tiefe ist als Mindestmaß vorgegeben und die Ätzzeit entsprechend tolerant. Durch die hohe Selektivität von  $\text{SiO}_2$  zu (100)-Silizium von 1:100 wird das Substrat nasschemisch mit KOH geätzt [Kov98]. Die im Vergleich zu Trockenätzverfahren erreichbaren hohen Ätzraten von knapp  $50\mu\text{m/h}$  reduzieren die Prozesszeit auf etwa 4,5 Stunden (Abschnitt 3.2.4). In Abbildung 4.71 ist eine Vertiefung als Ergebnis des Ätzprozesses dargestellt. Toleranzen, wie beispielsweise der aus der Selektivität resultierende laterale Ätzangriff, werden bei der Geometrieabstimmung zwischen Deckel- und Substratjustierung mit  $\pm 10\mu\text{m}$  vorgehalten.

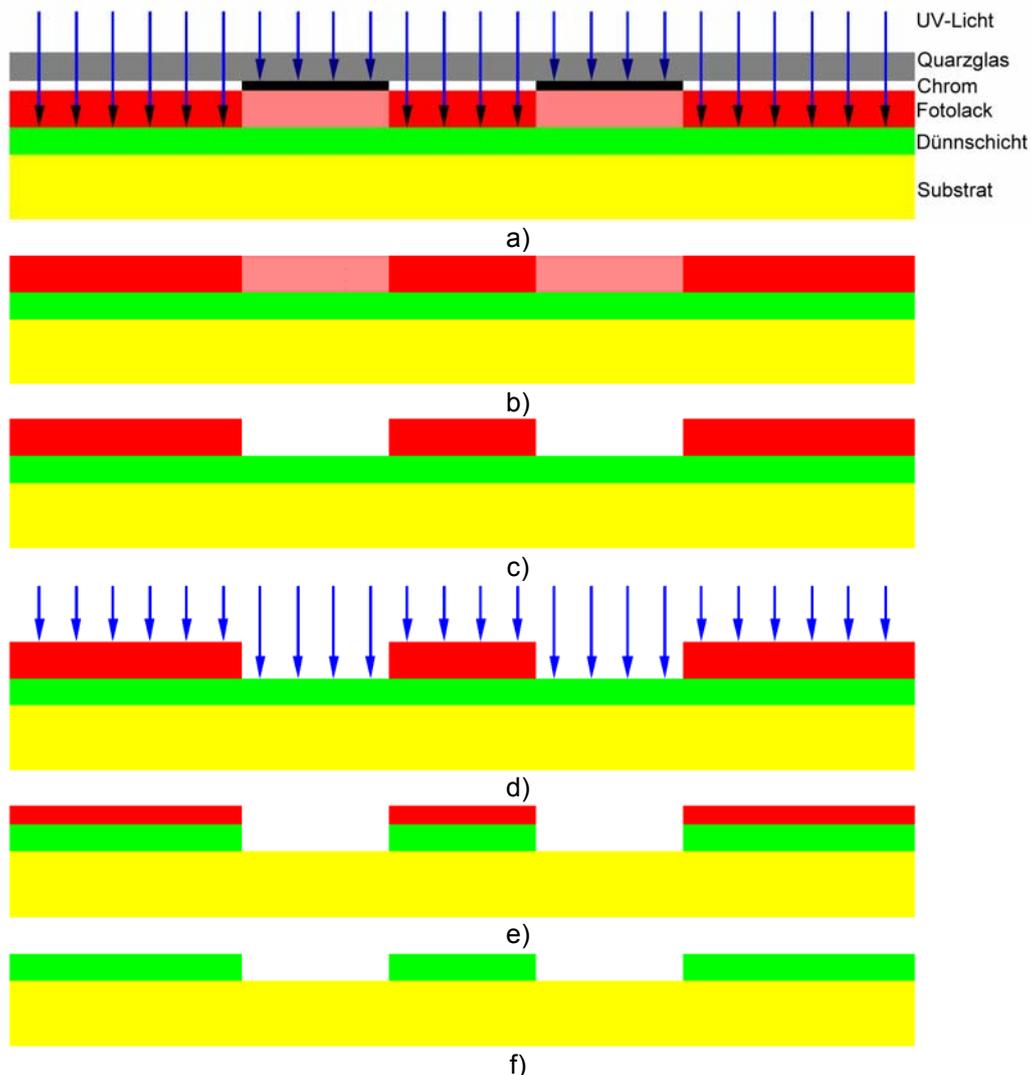


**Abbildung 4.71:** REM-Aufnahme einer durch eine SiO<sub>2</sub>-Ätzmaske mit KOH nasschemisch geätzten Vertiefung zur Deckeljustierung in einem Si-Wafer.

Zwar sind an den Seitenflächen und am Grund der Vertiefung inhomogene Stellen an den Oberflächen zu erkennen. Da die höchsten Maßhaltigkeitsforderungen aber an die Oberkanten der Vertiefungen gestellt werden, sind die Seitenflächen der Gegenkontur mit Fasen gestaltet und somit tolerant gegenüber der Oberflächenbeschaffenheit der Ätzflächen (Abbildung 4.71).

#### 4.8.4 Strukturierung der Dünnschichten

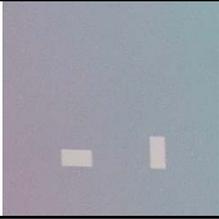
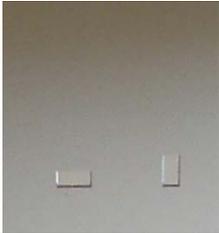
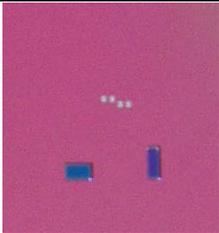
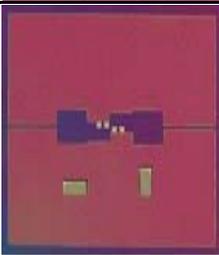
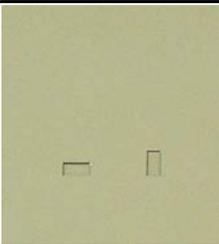
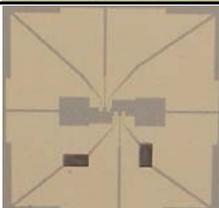
Die nächsten Prozessschritte bestehen aus abwechselndem Beschichten des als Substrat verwendeten Siliziumwafers und der anschließenden Strukturierung der Dünnschichten (Abbildung 4.1). Beim Abscheiden der Einzelschichten werden die bereits im Abschnitt 4.1.4 erarbeiteten Prozessparameter verwendet, die für die Herstellung des Schichtverbundes im lateralen Millimetermaßstab zur Anwendung kommen. Im nächsten Schritt wird auf die abgeschiedene Schicht fotolithografisch eine Ätzmaske aufgebracht, für deren Prozessierung die in Abschnitt 3.2.1 erläuterten Parameter verwendet werden. Im dritten Schritt wird jede Dünnschicht mittels Plasmastrahlätzen strukturiert. Der Ablauf dieses Ätzverfahrens ist in Abbildung 4.72 zu erkennen.



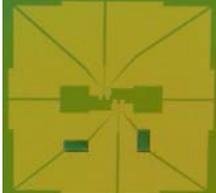
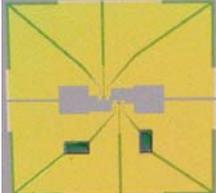
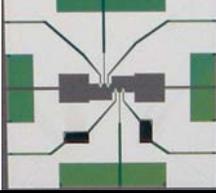
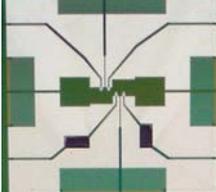
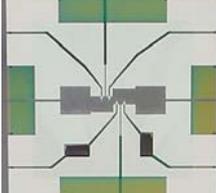
**Abbildung 4.72:** Ablaufdarstellung der Ätzprozesse zur Strukturierung der Dünnschichten. a) Belichten des Fotolacks. b) Aushärten des Fotolacks. c) Ablösen des unbelichteten Positiv-Fotolacks. d) Plasmastrahlätzen der Dünnschicht. e) Strukturierte Dünnschicht mit Fotolackresten. f) Entfernen der Fotolackreste.

Der mit Fotolack beschichtete Wafer wird mit einer Chrom bedampften Quarzglasmaske abgedeckt, welche die zu erzeugenden Strukturen enthält. Durch die Bestrahlung des Fotolacks mit UV-Licht werden die Teile des Fotolacks belichtet, die nicht durch Chrom abgedeckt sind (Abbildung 4.72a). Nach dem Aushärten des Fotolacks (Abbildung 4.72b) werden im darauf folgenden Entwicklungsprozess die Teile des Fotolacks gelöst, die unbelichtet geblieben sind (Abbildung 4.72c). Die so strukturierte Lackschicht dient im nächsten Prozessschritt als Ätzmaske. Mittels Plasmastrahlätzen werden die nicht von Fotolack beschichteten Teile der Dünnschicht entfernt (Abbildung 4.72d). Der letzte Prozessschritt besteht in der Entfernung der nach dem Ätzprozess verbliebenen Fotolackreste in Aceton (Abbildung 4.72e), bevor die Schicht mit der gewünschten Strukturierung prozessiert wird (Abbildung 4.72f).

Die Zwischenergebnisse des Schichtabscheidens und der Strukturierung werden in Tabelle 4.14 und Tabelle 4.15 exemplarisch anhand eines Ausschnitts des prozessierten Siliziumwafers zusammengefasst.

<b>Waferausschnitt</b>	<b>Beschreibung</b>
	<p><b>Substrat, strukturiert</b></p> <p>Durch nasschemisches Ätzen des Siliziumsubstrats sowie der thermischen Siliziumoxidschicht werden die Vertiefungen für die Deckeljustierung in den Siliziumwafer integriert.</p>
	<p><b>Opferschicht, abgeschieden</b></p> <p>Im nächsten Schritt wird die Opferschicht abgeschieden, durch deren spätere Auflösung sich der bewegliche Teil des Biegebalkens vom Substrat lösen soll.</p>
	<p><b>Opferschicht, strukturiert</b></p> <p>Nach Strukturierung der Opferschicht mittels Plasmastrahlätzen bleibt die Dünnschicht nur an Stellen erhalten, an denen die beweglichen Teile der Biegebalken entstehen werden.</p>
	<p><b>Isolationsschicht 1, abgeschieden</b></p> <p>Über der Opferschicht wird die erste Isolationsschicht abgeschieden, die den Schichtverbund von der Unterseite gegen Umgebungseinflüsse abdeckt.</p>
	<p><b>Isolationsschicht 1, strukturiert</b></p> <p>Die mittels Plasmastrahlätzen strukturierte Isolationsschicht bildet die Grundlage für die weiteren Funktionsdünnschichten.</p>
	<p><b>Aktorschicht, abgeschieden</b></p> <p>Über der untersten Isolationsschicht wird im nächsten Arbeitsschritt die Aktorschicht abgeschieden.</p>
	<p><b>Aktorschicht, strukturiert</b></p> <p>Nach Strukturierung der Aktorschicht mittels Plasmastrahlätzen ist das Design der Aktorschicht zu erkennen.</p>

**Tabelle 4.14:** 1. Teildarstellung des Biegebalkenverbundes eines Fluidikmoduls als Ausschnitt des Wafers am Ende des jeweiligen Bearbeitungsschrittes. Die lateralen Abmessungen der dargestellten Ausschnitte betragen etwa 1,6cm x 1,6cm.

<b>Waferausschnitt</b>	<b>Beschreibung</b>
	<p><b>Isolationsschicht 2, abgeschieden</b></p> <p>Zur galvanischen Trennung von Aktor- und Sensorschicht wird die zweite Isolationsschicht abgeschieden.</p>
	<p><b>Isolationsschicht 2, strukturiert</b></p> <p>Nach dem Plasmastrahlätzen werden die übrigen Teile des Schichtverbundes durch die Isolationsschicht abgedeckt. Lediglich die äußeren Bereiche der darunterliegenden Aktorschicht bleiben zur späteren elektrischen Kontaktierung unbedeckt.</p>
	<p><b>Sensorschicht, abgeschieden</b></p> <p>Im nächsten Prozessschritt wird die Sensorschicht abgeschieden.</p>
	<p><b>Sensorschicht, strukturiert</b></p> <p>Nach dem Strukturieren der Sensorschicht bildet diese im mittleren Bereich des Ausschnitts dreiecksförmige Strukturen zum Messen der Balkenbiegung. Im äußeren Teil der Schicht entstehen Flächen für den elektrischen Anschluss der Schicht.</p>
	<p><b>Isolationsschicht 3, abgeschieden</b></p> <p>Als oberste Schicht des Verbundes wird die dritte Isolationsschicht abgeschieden. Diese schützt die Oberseite des Schichtverbundes gegen äußere Einflüsse.</p>
	<p><b>Isolationsschicht 3, strukturiert</b></p> <p>Nach dem Strukturieren werden die äußeren Anschlussbereiche der Aktor- und Sensorschicht wieder frei geätzt, damit diese elektrisch kontaktiert werden können.</p>

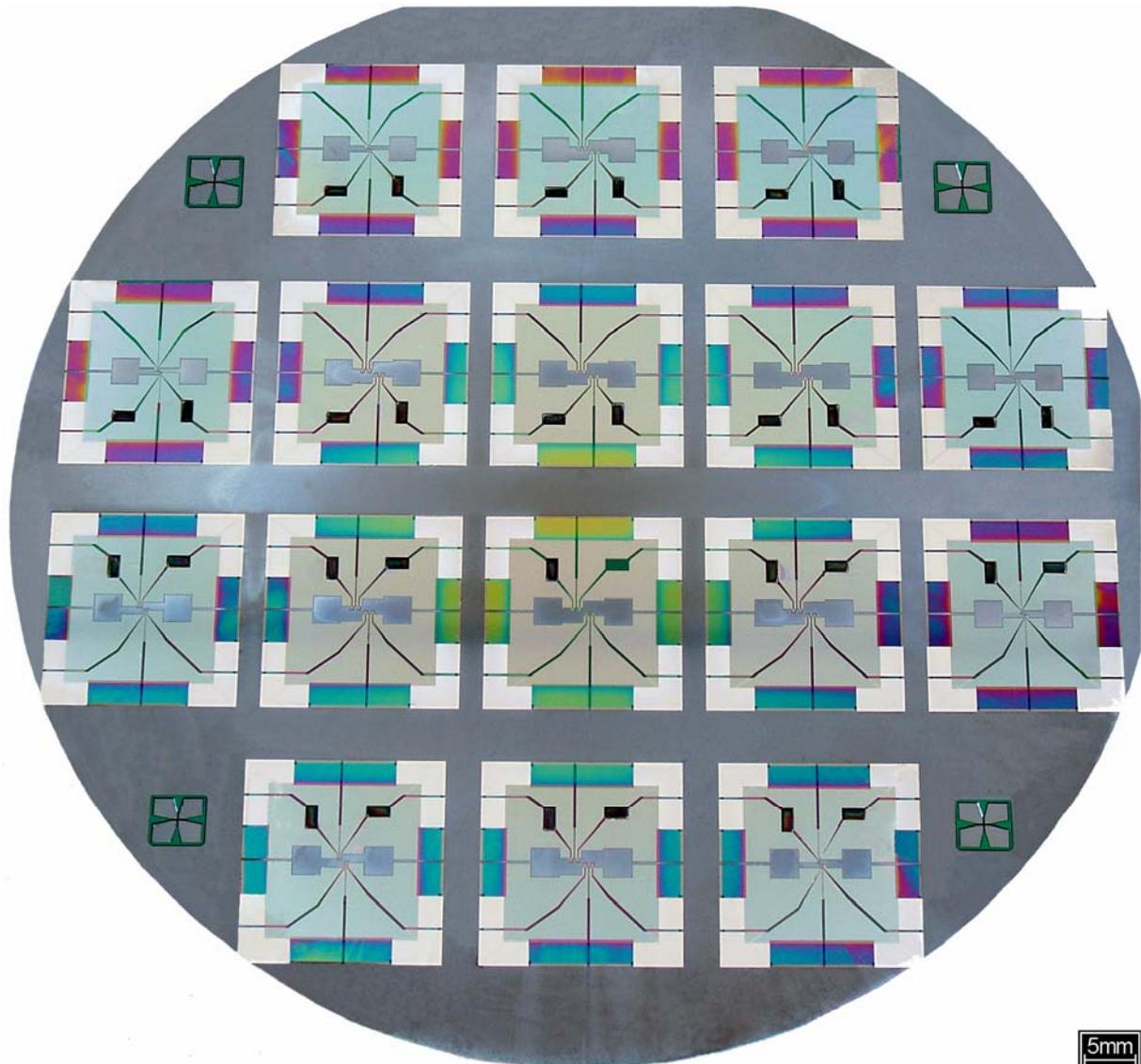
**Tabelle 4.15:** 2. Teildarstellung des Biegebalkenverbundes eines Fluidikmoduls als Ausschnitt des Wafers am Ende des jeweiligen Bearbeitungsschrittes. Die lateralen Abmessungen der dargestellten Ausschnitte betragen etwa 1,6cm x 1,6cm.

Die dargestellten Ausschnitte stellen jeweils nur einen Ausschnitt des prozessierten Wafers dar, auf dem mehrere dieser Module untergebracht sind.

#### 4.8.5 Darstellung der Mikrobiegebalken

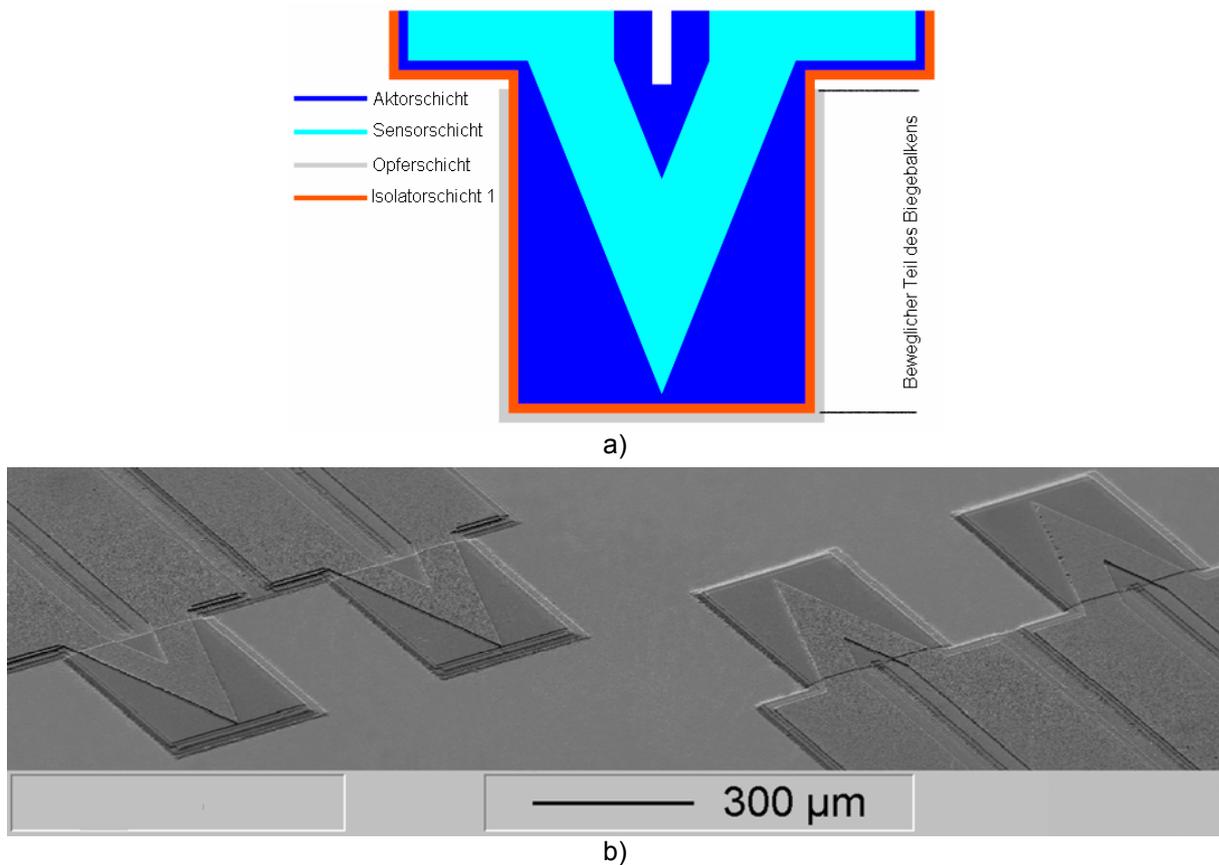
Abbildung 4.73 zeigt beispielhaft einen vollständig strukturierten Siliziumwafer mit insgesamt 16 Basisbaugruppen des konzipierten Mikrofluidikmoduls (Abschnitt 4.8.1). Zu erkennen sind die Justierkreuze in den jeweiligen Ecken des Wafers, mit deren Hilfe die Einzelschichten zueinander positioniert werden.

Im mittleren Bereich der Basisbaugruppen sind vier Biegebalkenelemente strukturiert, die für die Regelung von Fluidströmen in den Kapillaren des Deckels ausgelegt sind. Dabei werden die lateralen Abmessungen der Biegebalken variiert. In den Modulen im mittleren Waferbereich haben die Balken Abmessungen von etwa  $300\mu\text{m} \times 300\mu\text{m}$ , in den äußeren Modulen liegen die Abmessungen bei zirka  $100\mu\text{m} \times 100\mu\text{m}$ .



**Abbildung 4.73:** Foto eines 100mm-Siliziumwafers mit 16 fertig beschichteten und strukturierten Basisbaugruppen für das konzipierte Mikrofluidikmodul.

Anhand der hergestellten  $300\mu\text{m}$ -Biegebalkenelemente wird in Abbildung 4.74 deren Detaildarstellung und Aufbau gezeigt. Zur besseren Verdeutlichung wird bei der Darstellung des zugrunde liegenden fotolithografischen Maskenausschnitts nur der für die 1. Isolationschicht abgebildet, da die übrigen Dünnschichten andernfalls durch die 2. und 3. Isolationschicht verdeckt wären.



**Abbildung 4.74:** Auf Siliziumsubstrat strukturierte Einzelschichten des Biegebalkenschichtverbundes. a) grafische Überlagerung der fotolithografischen Masken. Die Geometrien der drei Isolatorschichten sind an der gezeigten Stelle identisch, deshalb ist nur die Isolatorschicht 1 dargestellt. b) REM-Aufnahme der mit aus a) abgeleiteten Maskensätze erzeugten Geometrien.

In der REM-Aufnahme ist die Abbildung der Maskengeometrien in der geometrischen Gestalt der Biegebalkenelemente zu erkennen.

#### 4.8.6 Temperung der Schichtverbunde

Nach der Strukturierung der einzelnen Dünnschichten werden die Wafer in einem Rapid-Annealing-Ofen (Abschnitt 3.1.4) für 60min bei 600°C in Argon 6.0-Atmosphäre getempert. Dies geschieht, um der  $Ti_{55}Ni_{30}Cu_{15}$ -Aktorschicht ihren Formgedächtniseffekt einzuprägen (Abschnitt 4.1.1).

Im letzten Prozessschritt wird die Opferschicht entfernt, um die freitragenden Teile des Biegebalkens zu erzeugen. Hierzu werden die Wafer analog zu den Biegebalken im lateralen Millimetermaßstab in eine Ätzlösung getaucht, die aus 4,5ml  $HNO_3$  und 2000ml deionisiertem Wasser angesetzt werden.

Im Unterschied zu den makroskopischen Schichtverbunden sind die Biegebalken im Mikrometermaßstab nach 12 Stunden Ätzzeit nicht vollständig vom Substrat gelöst. Dieser Zustand ändert sich auch nach deutlicher Verlängerung der Ätzdauer nicht. Eine nähere Betrachtung der nur teilweise gelösten Biegebalken erfolgt im Abschnitt 5.1.

#### **4.8.7 Herstellprozesse des Kapillarsystems**

Neben der Basisbaugruppe mit den auf ihr befindlichen Biegebalken besteht die zweite Komponente des Mikrofluidikmoduls aus einer Deckelbaugruppe (Abschnitt 4.8.1), in der die Kapillaren integriert sind. Durch die Auslenkung der Biegebalken wird die Öffnung der Ventilsitze (Abbildung 4.60) und somit der Fluidstrom am Eingang der Kapillaren gesteuert.

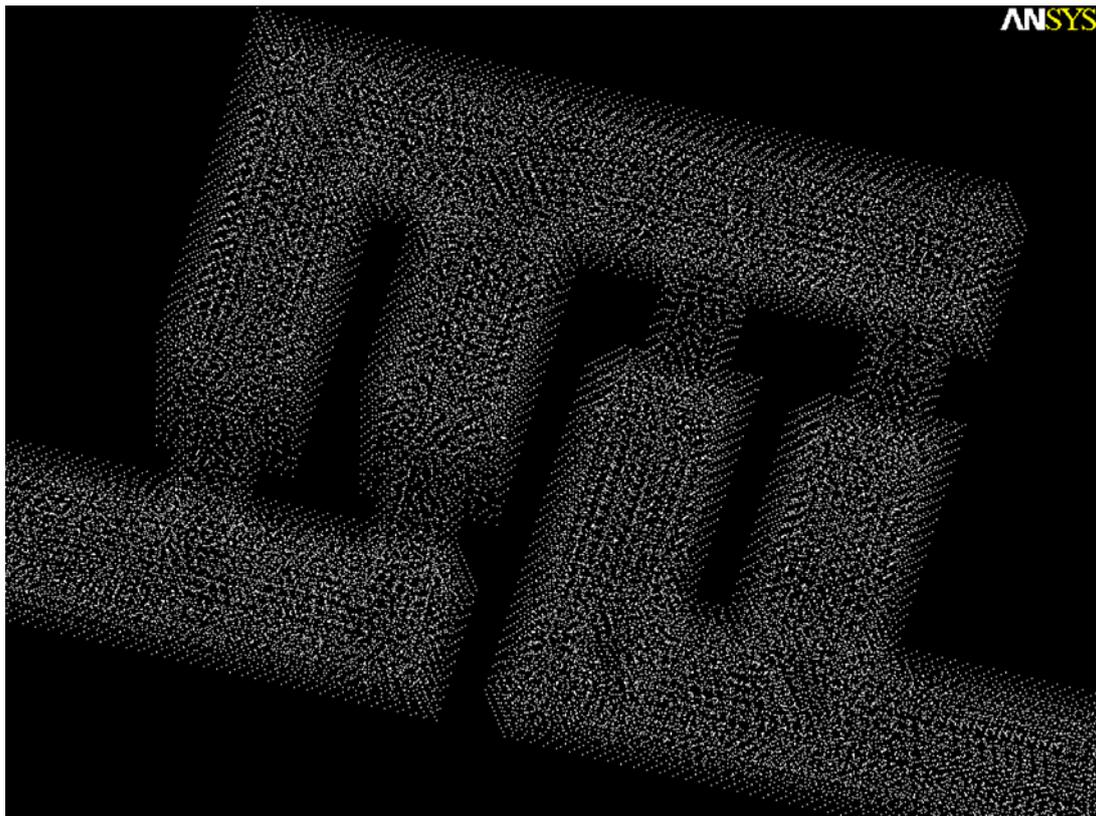
Aufbauend auf der Dimensionierung des Kapillarsystems mittels FEM-Simulation (Abschnitt 4.8.8) wird nachfolgend die Herstellung des Deckels beschrieben (Abschnitte 4.8.9 und 4.8.10) und das Kapillarsystem abschließend charakterisiert (Abschnitt 4.8.11).

#### **4.8.8 FEM-Simulation der Strömungsgeschwindigkeit**

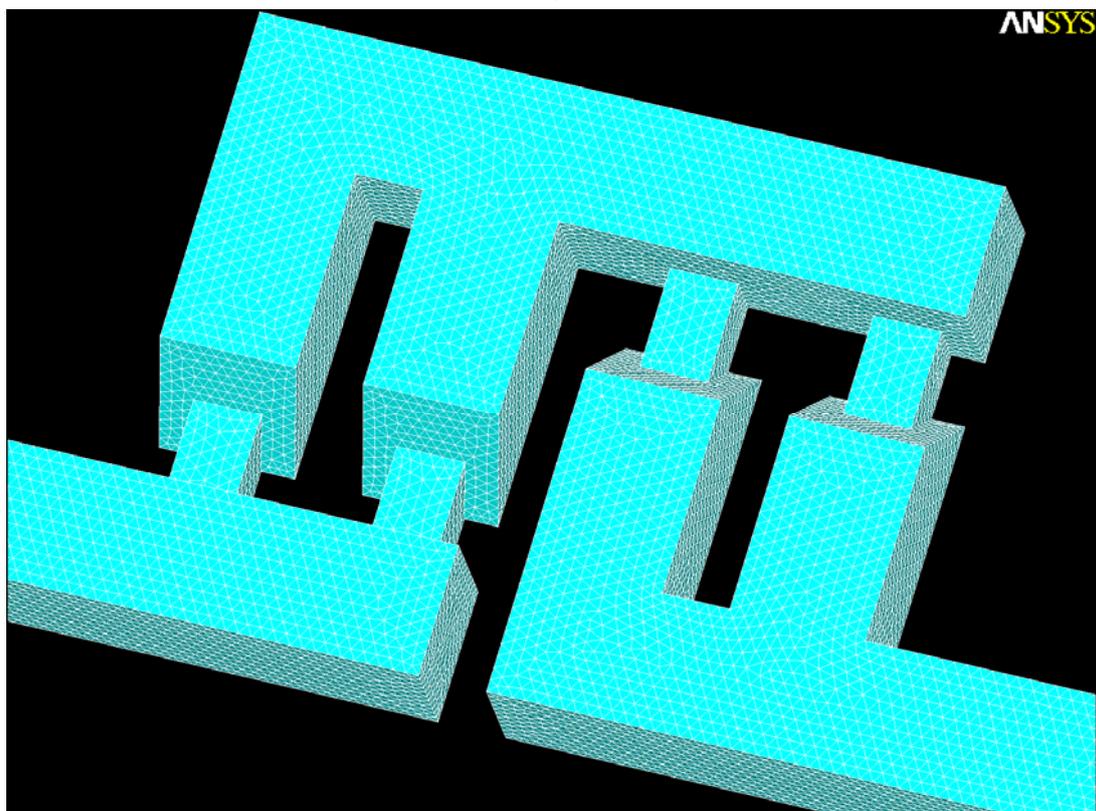
Zur Einschätzung der Strömungsgeschwindigkeiten eines wässrigen Fluids durch das Kapillarsystem wird dies dreidimensional modelliert. Von besonderem Interesse sind die Querschnittseinengungen an den Ventilsitzen (Abbildung 4.60), also die Flächen, an denen die auf der Basisbaugruppe strukturierten Biegebalken anliegen und die Kapillaren flüssigkeitsdicht verschließen. Als Dichttheit steigernder Effekt wird ausgenutzt, dass die Biegebalken im Ruhezustand (Abschnitt 4.1.3) an der Dichtfläche anliegen und darüber hinaus durch die Strömung des Fluids gegen den Ventilsitz gedrückt werden.

##### **Modellbeschreibung**

Für die transiente FEM-Simulation des Strömungsverhaltens eines wässrigen Fluids kommen 3D-Fluidelemente zum Einsatz (Abbildung 4.75a). Dabei wird mit 223.185 Elementen die zu untersuchende Kapillargeometrie nachgebildet (Abbildung 4.75b). Durch die enge Vermaschung ist sichergestellt, dass auch kleine lokal begrenzte Inhomogenitäten der Strömungsgeschwindigkeit identifiziert werden. Eine weitere Verfeinerung der Vermaschung führt zwar zu einer Erhöhung der Rechenzeit, verändert aber die Simulationsergebnisse nicht.



a)



b)

**Abbildung 4.75:** Darstellung des verwendeten Volumenmodells vom Kapillarsystem zur Simulation von Strömungsgeschwindigkeiten innerhalb der Kapillaren. a) Darstellung der Elemente des Modells. b) Vermaschte Elemente des Kapillarsystems.

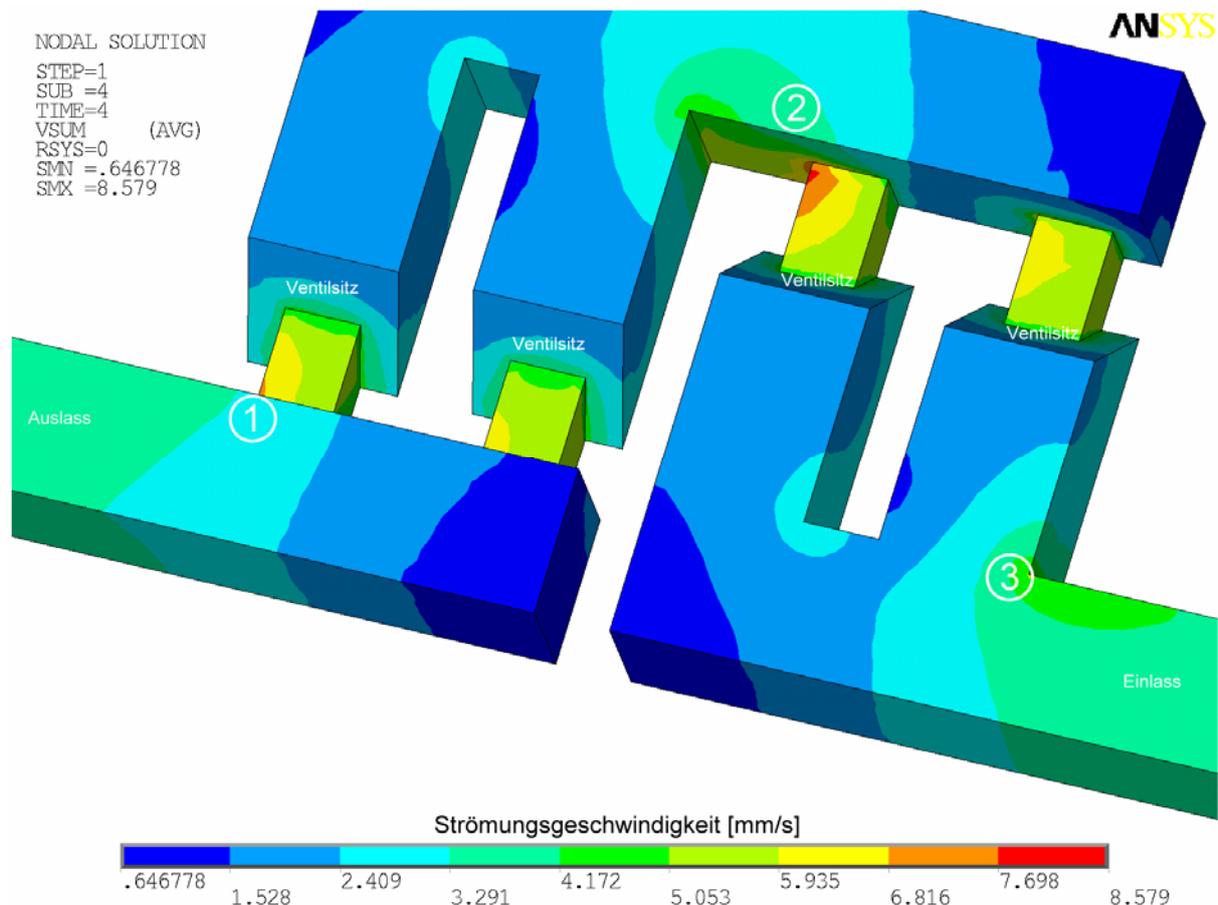
Aufbauend auf einer kritischen Reynoldszahl für gerade Röhren von etwa 2100, oberhalb der turbulente Strömungen wahrscheinlich sind und einer tatsächlichen Reynoldszahl von unter 200 [Sie03], wird bei den FEM-Simulationen ein laminarer Fluss unterstellt (Abschnitt 2.4.2). Nach dem Gesetz der Masseerhaltung und der Tatsache, dass die zeitliche Dichteänderung mit der Dichteänderung über dem Druck sowie der zeitlichen Druckänderung beschrieben werden kann, ergibt sich im Kapillarsystem folgende Gleichgewichtsbedingung:

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} \frac{\partial P}{\partial t} + \frac{\partial(\rho v_x)}{\partial x} + \frac{\partial(\rho v_y)}{\partial y} + \frac{\partial(\rho v_z)}{\partial z} = 0 \quad \left\{ \begin{array}{l} \rho : \text{Dichte} \\ v_i : \text{Komponente des Geschwindigkeitsvektors} \\ x, y, z : \text{Kartesische Koordinaten} \\ t : \text{Zeit} \end{array} \right. \quad (4.8)$$

Zur Beschreibung dynamischer Effekte durch von außen aufgebraachte Kräfte und intrinsische Spannungen Newtonischer Flüssigkeiten werden Navier-Stokes-Gleichungen verwendet. Mit Gleichung 4.8 und den Impulsgleichungen gilt für jedes einzelne FEM-Element [Don03]:

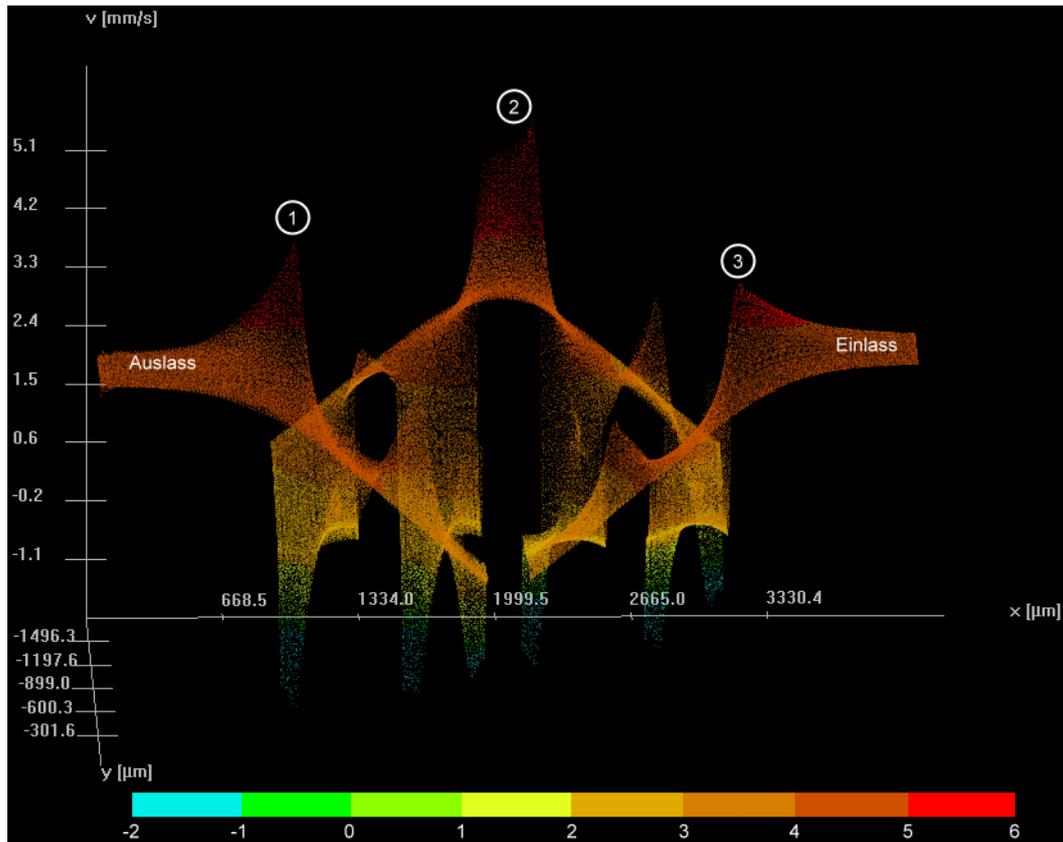
$$\begin{aligned} & \frac{\partial \rho v_x}{\partial t} + \frac{\partial(\rho v_x v_x)}{\partial x} + \frac{\partial(\rho v_y v_x)}{\partial y} + \frac{\partial(\rho v_z v_x)}{\partial z} = \\ & \rho g_x - \frac{\partial P}{\partial x} + R_x + \frac{\partial}{\partial x} \left( \mu_e \frac{\partial v_x}{\partial x} \right) + \frac{\partial}{\partial y} \left( \mu_e \frac{\partial v_x}{\partial y} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left( \mu_e \frac{\partial v_x}{\partial z} \right) + T_x \\ & \frac{\partial \rho v_y}{\partial t} + \frac{\partial(\rho v_x v_y)}{\partial x} + \frac{\partial(\rho v_y v_y)}{\partial y} + \frac{\partial(\rho v_z v_y)}{\partial z} = \\ & \rho g_y - \frac{\partial P}{\partial y} + R_y + \frac{\partial}{\partial x} \left( \mu_e \frac{\partial v_y}{\partial x} \right) + \frac{\partial}{\partial y} \left( \mu_e \frac{\partial v_y}{\partial y} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left( \mu_e \frac{\partial v_y}{\partial z} \right) + T_y \\ & \frac{\partial \rho v_z}{\partial t} + \frac{\partial(\rho v_x v_z)}{\partial x} + \frac{\partial(\rho v_y v_z)}{\partial y} + \frac{\partial(\rho v_z v_z)}{\partial z} = \\ & \rho g_z - \frac{\partial P}{\partial z} + R_z + \frac{\partial}{\partial x} \left( \mu_e \frac{\partial v_z}{\partial x} \right) + \frac{\partial}{\partial y} \left( \mu_e \frac{\partial v_z}{\partial y} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left( \mu_e \frac{\partial v_z}{\partial z} \right) + T_z \end{aligned} \quad \left\{ \begin{array}{l} \rho : \text{Dichte} \\ g_i : \text{Komponente Erdbeschleunigung} \\ \mu_e : \text{Effektive Viskosität} \\ R_i : \text{Geometrisch bedingter Strömungswiderstand} \\ T_i : \text{Anteiliger Viskositätsverlust} \end{array} \right. \quad (4.9)$$

Auf dieser Grundlage werden nachfolgende Simulationsergebnisse zur Bestimmung der Strömungsverhältnisse im stationären Zustand berechnet (Abbildung 4.76).



**Abbildung 4.76:** FEM-Simulation der Strömungsgeschwindigkeit eines wässrigen Fluids im Kapillarsystem. Am Einlass wird eine Druck von  $p_{amb}+10\text{kPa}$  vorgegeben. Laterale Abmessungen an den eingengten Stellen des Ventilsitzes:  $300\mu\text{m}$ . Die Positionen (1) bis (3) kennzeichnen die Strömungsmaxima des Modells.

Um für die praktische Anwendung eine einfach zu realisierende und dabei stetige Flüssigkeitsversorgung des Kapillarsystems zu gewährleisten, wird bei geöffnetem Auslass am Eingang ein Druck von  $p_{amb}+10\text{kPa}$  angenommen. Dieser kann praktisch von einer Wassersäule mit einem Höhenunterschied von einem Meter bezogen auf den Eingang des Fluidikmoduls verwirklicht werden. Die Strömungsgeschwindigkeit über die laterale Geometrie des Kapillarsystems ist in Abbildung 4.77 dargestellt.



**Abbildung 4.77:** Räumliche Darstellung der im Volumen der Kapillaren auftretenden Strömungsgeschwindigkeit über die laterale Geometrie des Kapillarsystems. Die Positionen (1) bis (3) korrespondieren mit den Positionsangaben in Abbildung 4.76.

Als Simulationsergebnis für ein wässriges Fluid ergeben sich bei lateralen Abmessungen des Ventilsitzes von  $300\mu\text{m}$  und Kapillaroberflächen mit üblichen Rauigkeiten durchschnittliche Strömungsgeschwindigkeiten von  $4\text{mm/s}$  bis  $6\text{mm/s}$ . Die Ergebnisse zeigen auch, dass die Energieumwandlung von Strömungsenergie durch Reibung in Wärmeenergie bei der dargestellten Genauigkeit der Simulationsergebnisse vernachlässigbar klein ist.

Bei der Simulation des Strömungsverhaltens wird das große Oberflächen-Volumen-Verhältnis des Fluids im Kapillarsystem berücksichtigt. Wie in Abschnitt 2.4.2 erläutert, gelten trotz dieses Unterschiedes zu makroskopischen Systemen bei den betrachteten Kapillaren die Gesetzmäßigkeiten der Kontinuumsmechanik (Abschnitt 2.4.1).

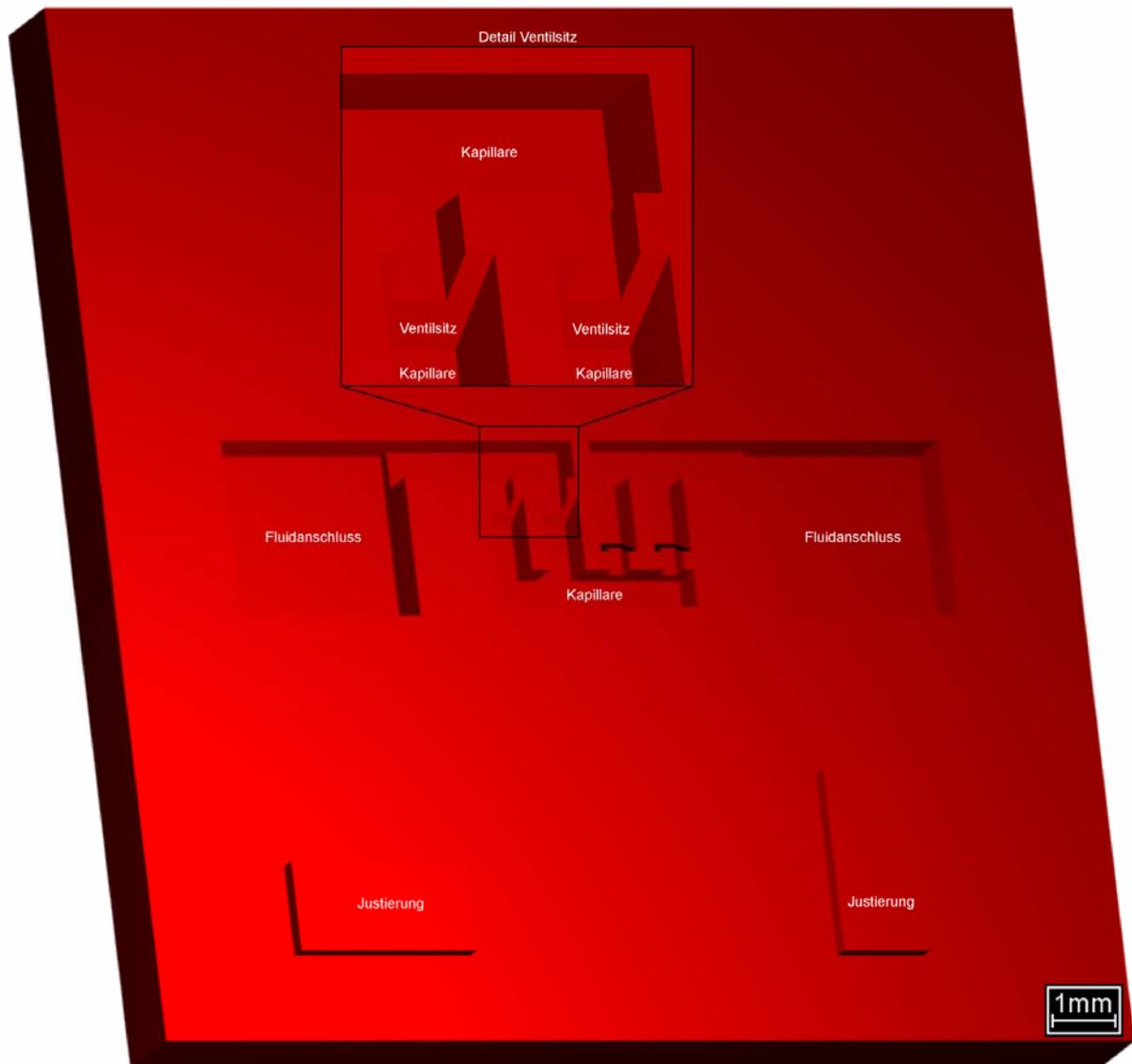
Aus Gleichung 2.51 folgt, dass die Volumenstromstärke in Stromfäden mit unterschiedlichen Durchmessern konstant ist. Verringert sich der Durchmesser, so muss sich die Fließgeschwindigkeit erhöhen, entgegengesetzt im umgekehrten Fall. Übertragen auf die Simulationsergebnisse (Abbildung 4.76) muss die Strömungsgeschwindigkeit am Einlass und Auslass des Kapillarsystems identisch sein. Somit folgt auch, dass sich die Strömungsgeschwindigkeit durch die Verringerung der Querschnitte in den Kapillarteilen der Ventilsitze erhöht. Die Maxima der Geschwindigkeit ergeben sich an den Ausgängen der in Strömungsrichtung außen liegenden Querkapillaren, da sich dort der zuvor geteilte Volumenstrom wieder vereint. Dadurch ist der Volumenstrom an den innersten Radien der Querkapillaren größer als in den äußeren Querkapillaren, wodurch sich an diesen Stellen die größten Strömungsgeschwindigkeiten einstellt.

#### **4.8.9 Herstellung der Negativform zur Deckelabformung**

Eine Anforderung beim Konzept des Mikrofluidikmoduls ist die kostengünstige Herstellung des Deckels mit integriertem Kapillarsystem (Abschnitt 4.8.1). Somit wäre bei der Verstopfung einer Kapillare sichergestellt, dass das Kapillarsystem ausgetauscht und die deutlich aufwändiger herzustellende Basisbaugruppe mit ihren Biegebalken weiter verwendet werden kann. Dabei wird die für wässrige Fluide dichte Verbindung zwischen Deckel und Substrat durch die Haftung des Silikondeckels auf dem Si-Substrat sichergestellt. Unterstützt wird die Kontaktkraft durch das flächendeckende Anpressen des Deckels auf dem Substrat.

Als Material für die Deckel wird Silikon gewählt (Abschnitt 4.8.10). Dies hat den Vorteil, dass es sich von einer Negativform abformen lässt, ohne bei den gewählten Detailabmessungen von einigen Mikrometern merkbare Einbußen bezüglich der Detailtreue in Kauf zu nehmen [Qua00, Chu03].

Die Negativform des Deckels wird mittels Rapid Prototyping aus Epoxydharz hergestellt (Abschnitt 3.4). Das dabei zugrunde gelegte CAD-Modell ist in Abbildung 4.78 dargestellt.



**Abbildung 4.78:** *Volumenmodell des Deckels mit Justierungen, makroskopischen Schnittstellen und Kapillaren.*

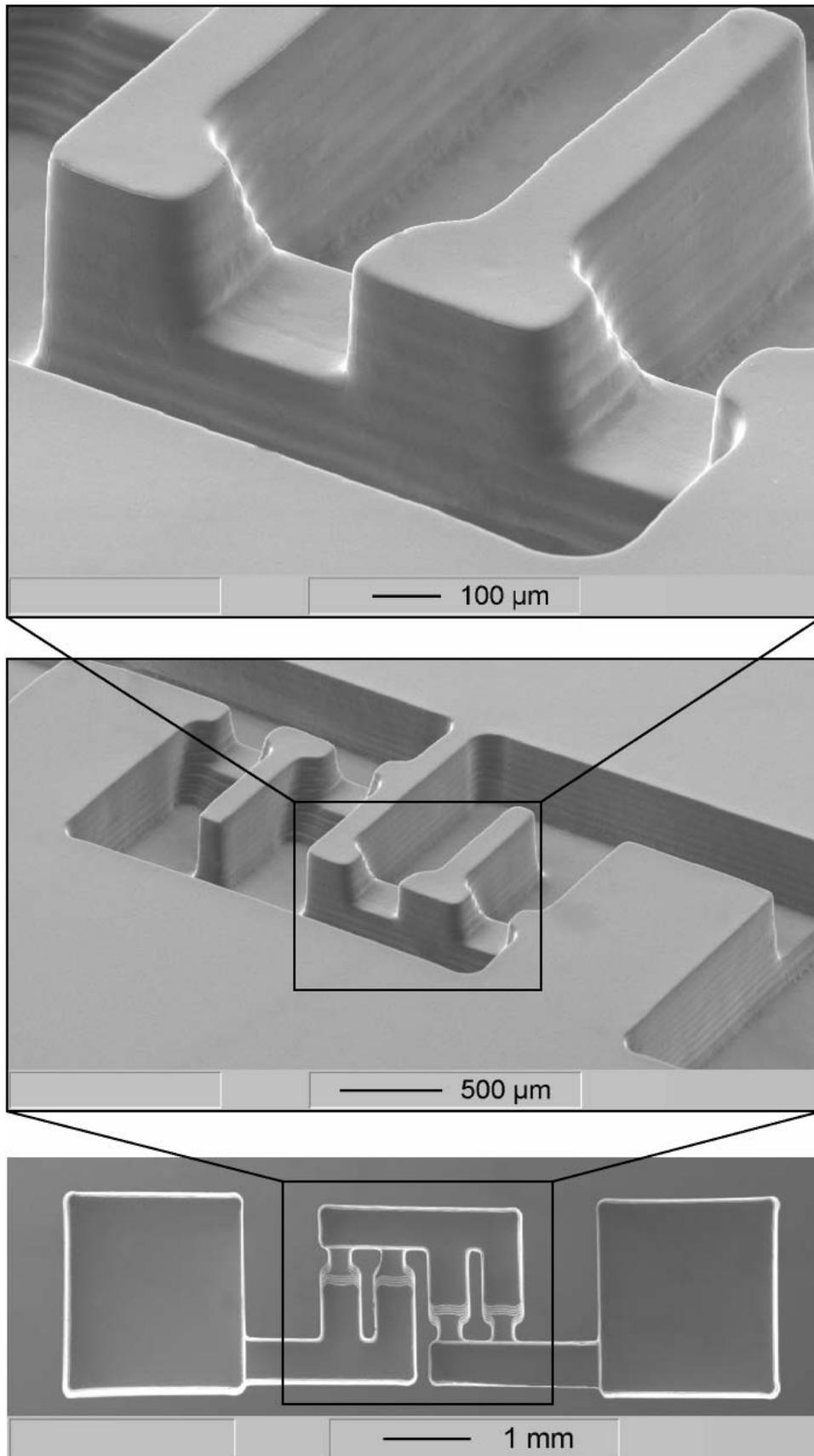
Neben dem Kapillarsystem mit integrierten Ventilsitzen (Abbildung 4.60) enthält die Negativform auch die Anschlussbereiche zur Verbindung der Kapillaren an makroskopische Fluidschnittstellen. Zur Positionierung des Deckels auf der Basisbaugruppe mit den Biegebalken werden im Deckelmodul Justierungen integriert, die auf die Vertiefungen der Basisbaugruppe (Abbildung 4.64) abgestimmt sind. Somit ist sichergestellt, dass die als Ventil fungierenden Biegebalken mit den vorgesehenen Toleranzen von etwa  $20\mu\text{m}$  in den Ventilsitz der Kapillaren eingepasst werden können.

#### 4.8.10 Darstellung des Deckels mit Kapillarsystem

Für die Abformung des Deckels von der Negativform wird ein Zweikomponenten-Silikon<sup>28</sup> verwendet. Dieser eignete sich insbesondere auf Grund seiner hohen Fließfähigkeit von etwa  $50.000\text{mPas}$  sowie der geringen Schrumpfung nach der Vulkanisation von unter  $0,1\%$  für

<sup>28</sup> Zweikomponenten-Silikonkautschuk Elastosil M4641 der Firma Wacker-Chemie

die Abformung des Deckels. Die besten Ergebnisse bezüglich Blasenfreiheit des ausgehärteten Silikons wird durch Vulkanisation bei Raumtemperatur für 24 Stunden erreicht. Abbildung 4.79 zeigt REM-Aufnahmen mit unterschiedlichen Detailvergrößerungen eines mittels Abformung hergestellten Deckels und dessen Kapillarsystem.



**Abbildung 4.79:** REM-Aufnahmen eines abgeformten Silikondeckels mit Kapillarsystem und Detaildarstellung des Ventilsitzes. Der Master ist mittels Rapid-Prototyping hergestellt worden.

In den Detaildarstellungen sind deutlich die einzelnen Schichten der Negativform zu erkennen, aus denen das Rapid Prototyping Modell aufgebaut ist. Bei einer Lagendicke von etwa  $20\mu\text{m}$  lassen sich Rückschlüsse auf die Detailtreue der Abformung ziehen, die deutlich kleinere Geometrien als die Schichtdicke abbilden kann.

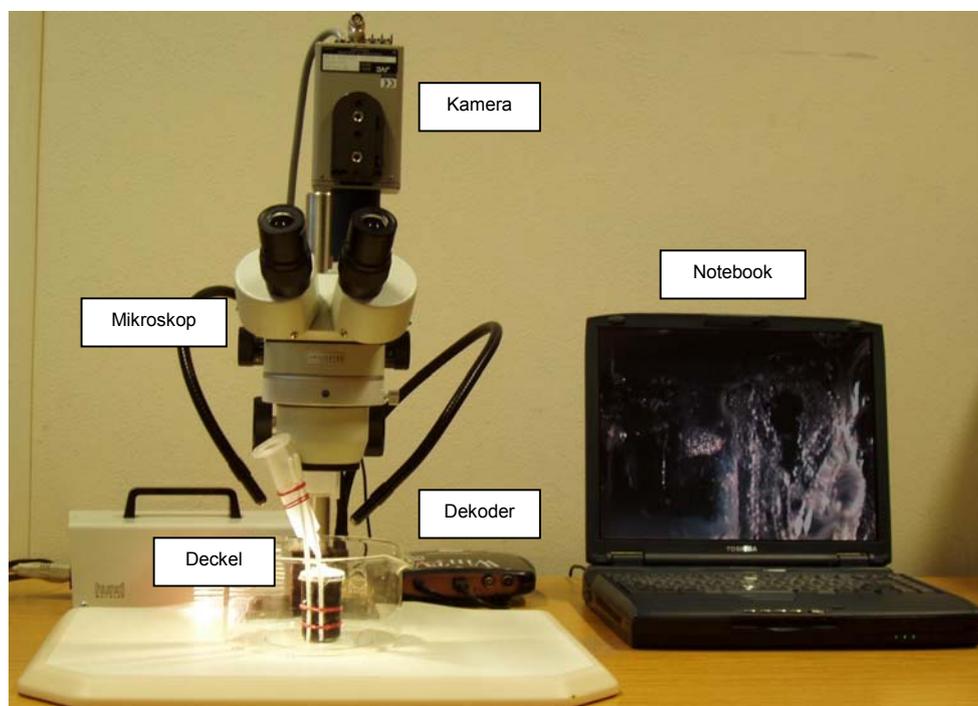
Auf Grund der abgestimmten Ventilsitz-Biegebalkengeometrie (Abschnitt 4.8.1) ist eine hohe Dichtheit der Ventile zu erwarten. Dies wird dadurch unterstützt, dass die Fluidströmung den Biegebalken gegen den Ventilsitz drückt und somit zusätzlich abdichtet.

Bei einer Kapillargeometrie von  $350\mu\text{m}$  Breite und  $350\mu\text{m}$  Höhe sowie einem Kapillardruck von  $p_{\text{amb}}+10\text{kPa}$  wirken auf die Ventilfläche etwa  $1,2\text{mN}$ . Somit würden die realisierbaren Kräfte mit über  $1\text{N}$  selbst bei deutlich geringeren Aktorgeometrien (Abschnitt 4.1.3) zur Auslenkung des Ventils und somit zur Regelung der Fluidströme ausreichen.

Wegen der dünnen Gesamtschichtdicke des Schichtverbundes von etwa  $6\mu\text{m}$  ist außerdem zu erwarten, dass der Biegebalken die Schichtabsätze des Ventilsitzes ausgleicht und diese abdichtet.

#### 4.8.11 Charakterisierung des Kapillarsystems

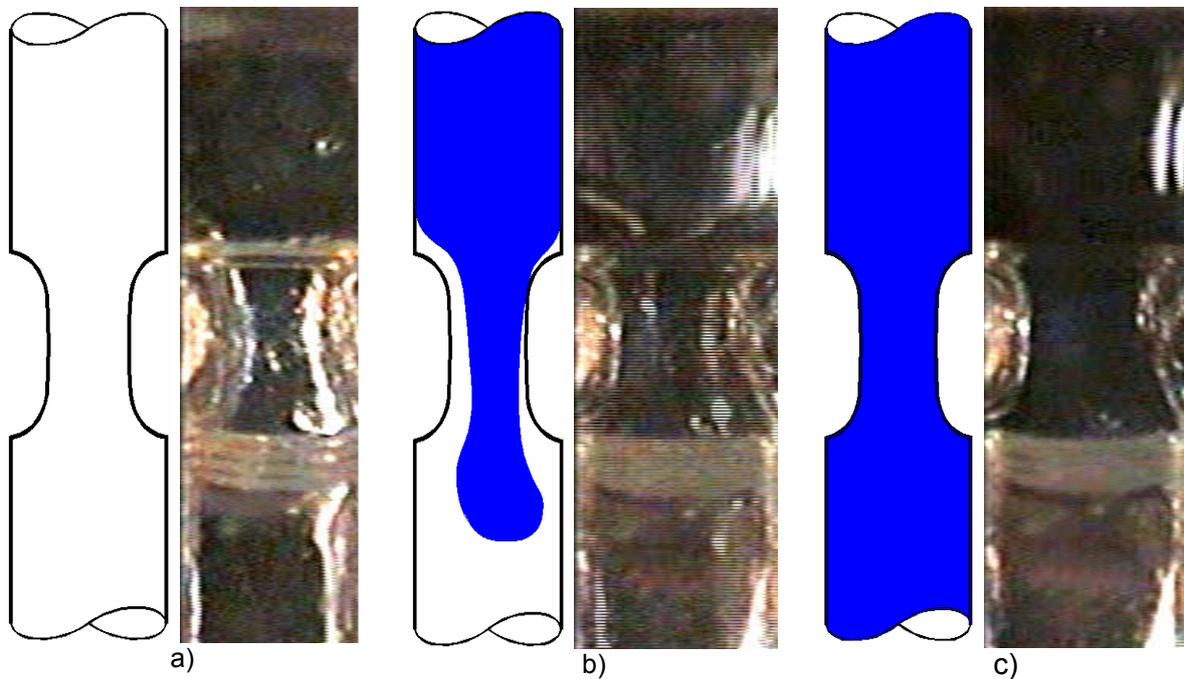
Zur Einschätzung der Funktionsfähigkeit des Kapillarsystems wird der Silikondeckel mit integrierten Kapillaren (Abschnitt 4.8.9) fluiddicht mit einem planen Siliziumsubstrat verbunden. Dies entspricht der Konfiguration des Fluidikmoduls (Abschnitt 4.8.1) mit geöffneter Ventilstellung. Für die Charakterisierung des Strömungsverhaltens wird ein Testaufbau verwendet, der in Abbildung 4.80 dargestellt ist.



**Abbildung 4.80:** Versuchsaufbau zur Untersuchung des Strömungsverhaltens eines wässrigen Fluids in dem in das Silikondeckelmodul integrierten Kapillarsystem.

Die Kamera des Mikroskops ist über einen Videodekoder mit einem Notebook verbunden, das die Strömungsvorgänge in dem jeweils fokussierten Teil der Kapillaren aufzeichnet. Die

Kapillaren werden durch eine handelsübliche Spritze kontaktiert, die an dem Einspritzpunkt des Silikondeckels mittels Zweikomponenten-Klebers abgedichtet ist. Durch die Höhe der angelegten Wassersäule an der Spritze wird am Eingang der Kapillare ein Druck von  $p_{\text{amb}}+10\text{kPa}$  vorgegeben. Abbildung 4.81 zeigt Durchflussaufnahmen am Ventilsitz der Kapillaren mit einem wässrigen Fluid zur Bestimmung der realen Strömungsgeschwindigkeit.



**Abbildung 4.81:** Mikroskopaufnahmen des im Silikondeckel integrierten Ventilsitzes der Kapillaren mit lateralen Abmessungen von  $300\mu\text{m} \times 300\mu\text{m}$  (Abbildung 4.79) bei einem Anfangsdruck am Kapillareingang von  $p_{\text{amb}}+10\text{kPa}$ . a) Gefüllt mit transparentem wässrigen Fluid b) Start des Durchflusses mit gefärbtem wässrigen Fluid 120ms später und c) mit demselben Fluid durchflossene Kapillare weitere 40ms später.

Unter Berücksichtigung einer zeitlich äquidistanten Dekoderauflösung von 25 Bildern pro Sekunde vergeht zwischen den Bildern eine Zeit von 40ms. Bei einer gleichzeitig zurückgelegten Distanz des Fluids von etwa  $200\mu\text{m}$  folgt daraus eine Strömungsgeschwindigkeit von  $5\text{mm/s}$  bei  $p_{\text{amb}}+10\text{kPa}$  Eingangsdruck. Diese stimmt sehr gut mit der durch FEM-Simulation in Abschnitt 4.8.8 bestimmten Geschwindigkeit überein.

## 5 Zusammenfassende Diskussion

Im Zuge dieser Arbeit wurden erfolgreich Dünnschichtverbunde mit integrierter Sensor- und Aktorfunktion realisiert. In Form von Biegebalken lassen sich diese individuell ansteuern und generieren gleichzeitig ein positionssensibles Echtzeitsignal ihrer Auslenkung. Auf dieser Grundlage konnte die Skalierbarkeit der Funktionselemente auf Mikrometermaßstab aufgezeigt werden, wodurch die Herstellung hochintegrierter Biegebalkenarrays ermöglicht wird.

In Analogie zur Aufgabenstellung (Abschnitt 1) untergliedert sich die Zusammenfassung in die Konzeption und Entwicklung des für den Biegebalken mit integrierter Sensor- und Aktorfunktion erforderlichen Schichtverbundes (Abschnitt 5.1), die Prozessierung zur Skalierung der Funktionselemente auf Dünnschichtstrukturen im Mikrometermaßstab (Abschnitt 5.2), die Herstellung eines auf die Biegebalkenstrukturen abgestimmten Kapillarsystems auf Silikonbasis (Abschnitt 5.3) sowie die analytische Auslegung der Schichtdicken und des Kapillarsystems (Abschnitt 5.4).

### 5.1 Konzeption und Entwicklung der Dünnschichtverbunde

Zielsetzung dieser Arbeit war die Konzeption, Entwicklung und Herstellung von Biegebalken auf Basis eines Dünnschichtverbundes, der eine Aktorfunktion in Form einer steuerbaren Auslenkung des Schichtverbundes realisiert. Dabei sollte die in den Schichtverbund integrierte Sensorfunktion Auslenkungen des Biegebalkens in Echtzeit identifizieren. Als Randbedingung war zu berücksichtigen, dass mit dem Schichtverbund rotatorische Auslenkungen von etwa  $40^\circ$  erzielt werden können (Abschnitt 4.1). Ein weiterer Aspekt war die geeignete Fail-Safe-Stellung des Biegebalkens, der durch eine gebogene Gestalt des Schichtverbundes im Ruhezustand realisiert wurde.

Auf Grundlage dieser Kriterien wurde das Konzept eines Biegebalkens aus einem Dünnschichtverbund entwickelt, der aus einer  $\text{Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}$ -Aktor-, einer  $\text{Al}_{99}\text{Si}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}$ -Sensor- sowie drei  $\text{SiO}_2$ -Isolationsdünnschichten besteht und dessen beweglicher Teil auf einer am Ende der Prozessierung entfernten  $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ -Opferschicht abgeschieden wurde (Abschnitt 4.1). Als alternatives Sensormaterial kam  $\text{Cu}_{55}\text{Ni}_{45}$ , für die Isolationsschichten  $\text{Al}_2\text{O}_3$  sowie  $\text{Si}_3\text{N}_4$  in Betracht. Zur Identifizierung der für die Umsetzung des Biegebalkens weiterverfolgten Materialkombination wurde ein vielschichtiges Anforderungsprofil betrachtet. Neben der originär zu realisierenden Funktion wurde untersucht, ob die Prozessierbarkeit und Wärmestabilität (Abschnitt 4.2 bis 4.5) gegenüber einstündigen Glühprozessen zwischen  $530^\circ\text{C}$  und  $600^\circ\text{C}$  zur Einprägung des Formgedächtniseffektes in die Aktorschicht (Abschnitt 4.1.1) gewährleistet war. Weiterhin wurde das Diffusionsverhalten der Schichtmaterialien untereinander mittels Augertiefenprofilen analysiert (Abschnitt 4.6).

Für die Charakterisierung des Schichtverbundes wurden Biegebalken im lateralen Millimetermaßstab hergestellt. Bei der Schichtherstellung war zu berücksichtigen, dass der Schichtverbund sowohl aus metallischen Funktionsschichten als auch aus nichtmetallischen Isolationsschichten bestand. Aus dem Grund wurden die Schichten mittels PVD-Prozessen abgeschieden. Dieses Verfahren bot den Vorteil, dass der Schichtverbund durch die geringen

Prozesstemperaturen nicht vorbelastet wurde. Außerdem ließen sich die Schichtdicken auf einige Nanometer genau herstellen. Hinzu kommt, dass durch das verwendete PVD-Verfahren die Kompatibilität zu gebräuchlichen Verfahren der Mikroelektronik gewährleistet war. Dies hält die Option offen, die für die Auswertung und Ansteuerung erforderliche Mikroelektronik bei späteren Projekten in ein Fluidikmodul zu integrieren.

Die Geometrie der Dünnschichten war während der Abscheidung mittels PVD-Prozessen durch Schattenmasken erzeugt worden (Abschnitt 4.1.2). Dabei war die erzielbare Geometrietreue durch Schattenmasken erzeugter Schichtstrukturen mit etwa 0,5mm geringer als bei fotolithografischen Prozessen, die auf etwa 10µm genau hergestellt werden konnten. Durch die bei der Auslegung des Schichtverbundes verwendeten lateralen Abmessungen der Dünnschichten von einigen Millimetern ist die dadurch verursachte Funktionsbeeinträchtigung aber zu vernachlässigen. Der Vorteil der Schattenmaskenstrukturierung ist deren einfache Prozessierung, was den Entwicklungsaufwand des Schichtverbundes deutlich reduzierte.

Nach Charakterisierung der Dünnschichtverbunde konnte gezeigt werden, dass das Konzept eines Biegebalkens mit integriertem Sensor-Aktor-Dünnschichtverbund sowie Fail-Safe-Stellung in dieser Form erstmals realisiert wurde (Abschnitt 4.7).

Mit der Skalierung der Biegebalken auf laterale Abmessungen im Mikrometermaßstab mittels fotolithographischer Prozesse (Abschnitt 4.8) konnte eine weitere Anforderung realisiert werden: Die Skalierbarkeit der Funktionselemente. In Analogie zur Mikroelektronik ist es somit möglich, den Prozessierungsaufwand von der Komplexität des Schichtverbundaufbaus sowie der prozessierten Fläche abhängig zu machen, nicht aber von der Anzahl der prozessierten Funktionselemente.

Auf Grundlage dieser Ergebnisse können für die Einzelschichten nachfolgende Fazits gezogen werden.

### **Aktordünnschichten**

Die Aufgabe der Aktorschicht war, große Auslenkung des Biegebalkens durch individuelle Ansteuerung zu realisieren und dabei den Wärmeeintrag auf die Umgebung gering zu halten. Da diese Auslenkung im Fluidstrom gegebenenfalls auch gegen die Flussrichtung gewährleistet sein muss, war für die Auslenkung des betrachteten Systems eine Kraft von mindestens 0,12mN erforderlich (Abschnitt 4.1.1).

Ausgehend von ihrem Funktionsprinzip wurden bei der Konzeptentwicklung Aktorschichten mit piezoelektrischen, magnetostriktiven, elektrostatischen sowie Formgedächtnisprinzipien berücksichtigt. Auf Grund des geforderten großen Auslenkungsweges fielen piezoelektrische [Klu01] und elektrostatische Aktoren [Sch01] aus der Betrachtung. Bei Aktorschichten, die auf dem magnetischen Funktionsprinzip [Per01] beruhen, wurde die Umsetzung der individuellen Ansteuerbarkeit negativ bewertet. Hinzu kommt, dass die Energiedichte von Formgedächtnisaktoren deutlich größer ist (Abbildung 2.9). Ein weiterer Vorteil von Formgedächtnismaterialien im Mikrometermaßstab ist, dass Zykluszeiten von wenigen Millisekunden erreichbar sind (Abschnitt 4.1.1). Wie auch in anderen Anwendungen, bei denen die Kombination von hohem Kraftaufwand bei gleichzeitig großer Auslenkung erforderlich ist [Tsu05], wurden bei der Konzeption des Dünnschichtverbundes Formgedächtnisaktoren gewählt. Hinzu kommt, dass sich mit dem gewählten Konzept deutlich höhere Integrationsdichten

erreichen lassen als bei Konzepten mit ähnlichen realisierbaren Kraft-Weg-Verhältnissen [Tak01].

Bei der Auswahl des geeigneten Materials für die Formgedächtnisschichten war ein entscheidendes Kriterium dessen Langzeitstabilität über mehrere tausend Zyklen. Tabelle 4.1 zeigt die Eigenschaften der in Betracht gezogenen Materialien. Insbesondere die hohe erreichbare Zyklenzahl von etwa 100.000 und die Tatsache, dass der Funktionseffekt über die Lebenszeit geringer Alterung unterliegt, ließ die Wahl auf Ti-Ni fallen.

Mit dem als Zielvariante ausgewählten Aktormaterial  $Ti_{55}Ni_{30}Cu_{15}$  konnte eine Auslenkung des Biegebalkens von etwa  $40^\circ$  mit einer maximalen Zyklusfrequenz von knapp 10Hz bei Raumtemperatur ohne Luftstrom erreicht werden. Diese Werte wurden nach etwa 100 Zyklen an Luft ohne Strömung und bei Raumtemperatur ermittelt. Die realisierbare Kraft der einzelnen Mikrobiegebalken wurde analytisch mit lokalen Maxima von bis zu  $0,36mN$  pro  $1\mu m^2$  bestimmt (Abschnitt 4.1.3).

### **Bewertung**

Ein immanenter Nachteil von Formgedächtnismaterialien ist für den betrachteten Anwendungsfall, dass der Übergang von der Martensit- in die Austenitphase thermisch aktiviert werden muss. Damit verbunden ist ein nicht zu vermeidender Wärmeeintrag an die Umgebung. Dies kann problematisch sein, wenn beispielsweise an den Einsatz der Ventile in Flüssigkeiten mit biologischen Zellen gedacht wird. Um diesen Umstand Rechnung zu tragen, wurde das Formgedächtnismaterial so eingestellt, dass seine Martensitphase bei Raumtemperatur vorliegt und die Austenitphase bereits bei etwa  $40^\circ C$  beginnt. Erreicht wurde dies, indem das Ti-Ni-Material mit 15at.-% Kupfer legiert wurde. Zwar findet während der Schaltphase des Aktors immer noch eine Wärmeabgabe an die Umgebung statt. Allerdings wurde diese durch die Materialwahl minimiert.

Weiterhin zu berücksichtigen ist, dass das Prozessfenster zur Herstellung von Formgedächtnisdünnschichten sehr eng ist und die Legierungen empfindlich bezüglich der Materialzusammensetzung sind. Dies kann dazu führen, dass die abgeschiedenen Schichten keinen Formgedächtniseffekt ausbilden.

### **Sensordünnschichten**

Die Anforderung an die Sensorschichten war, mit der individuell für jeden Biegebalken auslesbaren Sensorantwort in Echtzeit die Auslenkung des Schichtverbundes bestimmen zu können.

Grundsätzlich stehen für diese Funktion mehrere Funktionsprinzipien zur Verfügung. So ließen sich mit piezoelektrischen Dünnschichten die aus der Auslenkung resultierenden elektrischen Spannungen messen. Da diese sehr klein sind, wäre ein entsprechender Messaufwand erforderlich gewesen. Außerdem sprach gegen piezoelektrische Sensordünnschichten, dass ihre Prozessierung mit hohem apparativem Aufwand verbunden wäre [Cam98].

Ein Aspekt gegen die Verwendung magnetostriktiver Sensormaterialien war, dass ihre individuelle Auslesung, insbesondere bei lateralen Abmessungen im Mikrometermaßstab, nur mit sehr hohem technischen Aufwand realisierbar schien. Hinzu kam, dass auch die Herstellung der Dünnschichten mit großem apparativen und prozesstechnischen Aufwand verbunden gewesen wäre. Ein weiterer Aspekt war, dass der durch die Auslenkung des Biegebalkens

verursachte Sensoreffekt auf Grund der Längenänderung der Sensorschicht sehr klein gewesen wäre [Men97].

Vor diesem Hintergrund wurde als Sensor eine metallische Dünnschicht verwendet, die sich auf Grund ihrer elektrischen Widerstandsänderung bei thermischer Ausdehnung und Erwärmung als Sensorschicht eignete (Abschnitt 4.1.1). Neben dieser funktionellen Charakteristik war die Prozesskompatibilität und Verträglichkeit der Sensorschicht im Schichtverbund von entscheidender Bedeutung. Dabei wurde sichergestellt, dass sich die Sensorschichten prozesskompatibel abscheiden und strukturieren lassen sowie den erforderlichen Tempervorgang zwischen 530°C und 600°C für eine Stunde ohne Funktionsverlust überstehen.

Für die nähere Betrachtung wurden zwei Schichtmaterialien untersucht. Zum einen wurde eine  $\text{Cu}_{55}\text{Ni}_{45}$ -Legierung betrachtet, die bei handelsüblichen Dehnungsmessstreifen verwendet wird. Als Alternativmaterial wurde eine häufig als Metallisierungsschicht in Halbleitersystemen verwendete  $\text{Al}_{99}\text{Si}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}$ -Legierung im Hinblick auf ihre Sensorantwort und Prozesseignung betrachtet. Ergänzend zu den in Abschnitt 4.1.1 aufgeführten Charakteristika ist in Tabelle 5.1 die Prozesskompatibilität der beiden Schichten zusammengefasst.

<b>Eigenschaft</b>	<b><math>\text{Al}_{99}\text{Si}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}</math></b>	<b><math>\text{Cu}_{55}\text{Ni}_{45}</math></b>
Prozesskompatibilität	++	-

**Tabelle 5.1:** Prozesskompatibilität der betrachteten Materialien als Sensordünnschicht.

Auf Grund der dargestellten Eigenschaften des untersuchten  $\text{Al}_{99}\text{Si}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}$ -Materials wurde dieses als Zielvariante der Sensordünnschicht ausgewählt. Der Grund war, dass die  $\text{Cu}_{55}\text{Ni}_{45}$ -Dünnschicht während der erforderlichen Reinigungen unabhängig vom verwendeten Reinigungsmittel vom Dünnschichtverbund abplatzte.

### Bewertung

Der mit  $52 \cdot 10^{-6} \Omega\text{cm}$  mehr als 10fach größere spezifische elektrische Widerstand von  $\text{Cu}_{55}\text{Ni}_{45}$  (Tabelle 4.2) lässt eine deutlich höhere Sensorantwort erwarten, wodurch sich der Messaufwand zur Bestimmung der Sensorantwort reduziert. Bezüglich der Wärmebeständigkeit gegenüber des für die Einprägung der Aktorfunktion erforderlichen Temperprozesses erweisen sich die Schichtmaterialien als geeignet (Abschnitt 4.4 und 4.6). Allerdings konnte kein Reinigungsmittel gefunden werden, das beim Kontakt mit der  $\text{Cu}_{55}\text{Ni}_{45}$ -Schicht nicht zum Ablösen führte.

Die Größe der Sensorantwort der weiter betrachteten  $\text{Al}_{99}\text{Si}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}$ -Schichten zeigte sich innerhalb des geforderten Auslenkungsbereiches (Abschnitt 4.1.1) mit einer Vervierzigfachung des elektrischen Widerstandes (Abschnitt 4.7.3) auf etwa  $400\Omega$  deutlich höher, als es auf Grund der physikalischen Eigenschaften zu erwarten war. Zurückzuführen ist dieser Effekt vermutlich auf die unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten der Dünnschichten des Schichtverbundes. Durch auftretende reversible Mikrorisse in der Sensorschicht lässt sich eine Erhöhung des elektrischen Widerstandes bei großen Auslenkungen des Biegebalkens erklären. Bei Rückkehr in den Ruhezustand schließen sich diese Risse und entsprechend nimmt der elektrische Widerstand der Sensorschicht wieder ab. Diese Eigenschaft

zeigte sich bei nahezu allen prozessierten Dünnschichtverbunden und war über etwa 100 betrachteten Zyklen reversibel.

### Isolationsdünnschichten

Die Isolationsdünnschichten des Schichtverbundes haben drei Aufgaben, die prozesskompatibel einzuhalten sind. Zum einen stellen sie die galvanische Trennung der Sensor- und Aktorschicht sicher und dienen als oberste und unterste Schicht des Verbundes zur Passivierung gegen Reaktionen mit der Umgebung. Außerdem sollen sie während des Tempervorganges zwischen den angrenzenden Schichten als Diffusionsbarriere dienen. Ihre dritte Aufgabe ist, die Aktorfunktion nur minimal zu beeinträchtigen.

Betrachtet wurden mit  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Si}_3\text{N}_4$  und  $\text{Al}_2\text{O}_3$  drei Materialien, die in der Halbleiterindustrie und industriellen Anwendungen von Mikrosystemen als Isolations- und Diffusionssperrschichten Verwendung finden [Cam98]. Tabelle 5.2 fasst die bei der Auswahl zugrunde liegenden Aspekte zusammen.

<i>Eigenschaft</i>	<i><math>\text{SiO}_2</math></i>	<i><math>\text{Si}_3\text{N}_4</math></i>	<i><math>\text{Al}_2\text{O}_3</math></i>
Elektrische Isolationseigenschaften	++	+	+
Eigenschaften als Diffusionssperrschicht	+	+	+
Chemische Beständigkeit	o	o	+
Prozesskompatibilität	++	o	-

**Tabelle 5.2:** *Eignung betrachteter Materialien als Isolationsdünnschicht (Abschnitt 4.1.1).*

Die gemessenen Isolationseigenschaften aller Schichten waren mit über  $1\text{M}\Omega$  für alle abgetesteten Schichten ohne weitere Prozessierung anstandslos. In Übereinstimmung mit der Literatur [Wid96] zeigten die Augertiefenprofile aller Materialien, dass sie sich als Diffusionssperrschicht eignen (Abschnitt 4.6). Auf Grund der gegenübergestellten Schichteigenschaften wurde  $\text{SiO}_2$  als Material der Isolationsdünnschicht verwendet.

### Bewertung

Unterschiede waren bei der Beurteilung der Dünnschichten nach der für die Aktordünnschicht erforderlichen Temperprozesse zwischen  $530^\circ\text{C}$  und  $600^\circ\text{C}$  für 60min zu finden. Danach waren bei den  $\text{Si}_3\text{N}_4$ - und, noch vermehrt, bei den  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Schichten Risse festzustellen. Dadurch ist zu vermuten, dass bei zyklischen Wärmebelastungen die gefundenen Isolations- und Diffusionssperreigenschaften über Lebenszeit nicht erhalten bleiben.

Bei der gewählten Schichtdicke von 250nm lassen sich Inhomogenitäten der  $\text{SiO}_2$ -Schicht durch die Prozessierung oder Reaktionen mit angrenzenden Schichten durch Farbänderungen optisch erkennen. Durch Kontrolle der Isolationsschichten in den Randbereichen des Biegebalkens, deren Abmessungen über den übrigen Schichtverbund hinausragen, konnte die Qualität der Schichten am Ende der Prozessierung als positiv eingeschätzt werden.

### Opferdünnschicht

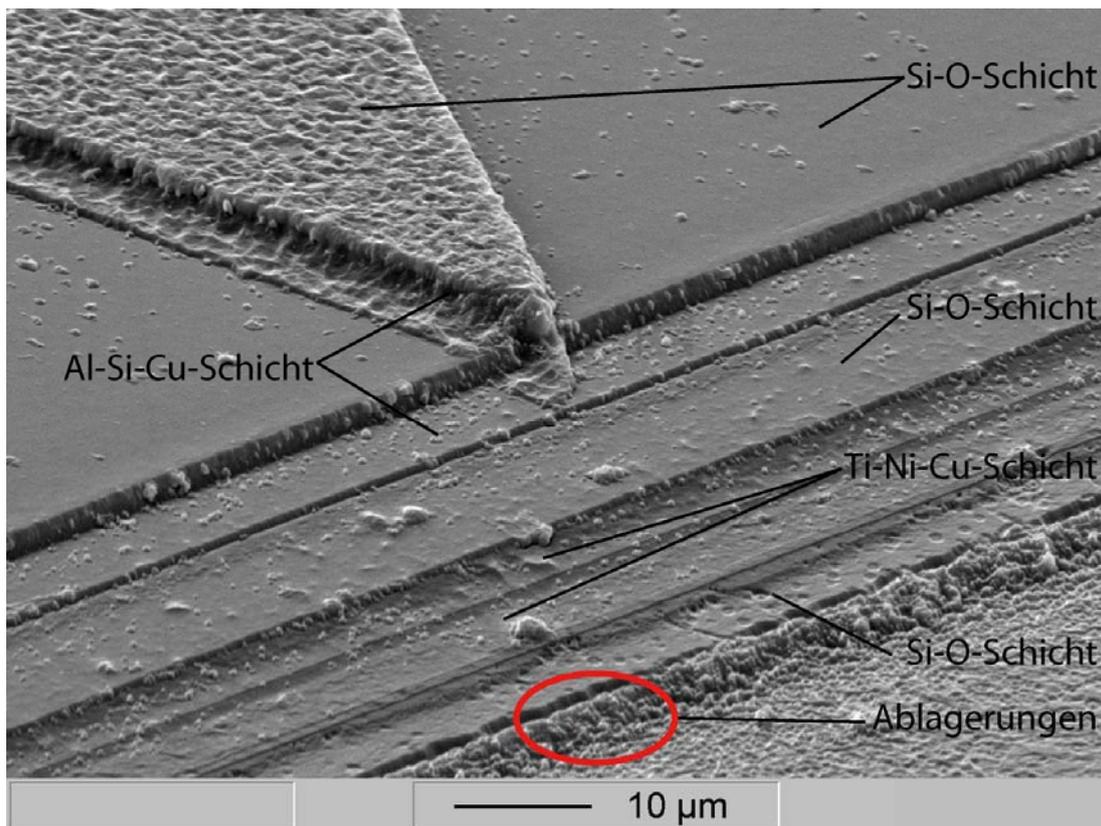
Die Opferschicht diente während der Prozessierung des Schichtverbundes zur Verbindung zwischen dem später beweglichen Teil des Biegebalkens und dem Substrat. Somit ermöglichte die Opferschicht während des Temperprozesses den Formgedächtniseffekt in die Ak-

torschicht einzuprägen. Am Ende der Prozesskette wurde die Opferschicht weggeätzt, ohne die verbleibenden Schichten in ihren Eigenschaften signifikant zu beeinflussen.

Aufbauend auf Ergebnissen von [Win00], wurde für diese Funktion eine  $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ -Dünnschicht gewählt, die sich mit einer niedrig konzentrierten  $\text{HNO}_3$ -Lösung entfernen ließ, ohne dass der übrige Schichtverbund während des Ätzprozesses angegriffen wurde. Zwar zeigten sich im Augertiefenprofil starke Reaktionen zwischen der  $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ -Schicht und dem Siliziumsubstrat (Abschnitt 4.6.1). Um dem Rechnung zu tragen, wurden zur Realisierung der Biegebalken Siliziumsubstrate mit einer  $1\mu\text{m}$  dicken thermischen  $\text{SiO}_2$ -Oberfläche verwendet. Aus dem Augertiefenprofil in Abbildung 4.42 geht hervor, dass die Grenzfläche zwischen der  $\text{SiO}_2$ - und der  $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ -Schicht wärmestabil ist.

### Bewertung

Bei der Analyse des prozessierten Schichtverbundes zeigten REM-Aufnahmen, dass sich im Randbereich vor den Opferschichten während der Plasmastrahlprozesse ein Niederschlag aus Ätzrückständen gebildet hatte, der sich durch Reinigungsprozesse nicht entfernen ließ (Abbildung 5.1).



**Abbildung 5.1:** REM-Aufnahme von Ablagerungen vor dem Rand der Opferschicht des fertig prozessierten Wafers. Der Rand der Opferschicht befindet sich nicht sichtbar hinter den Ablagerungen.

Diese Ablagerungen führten während des Ätzprozesses der Opferschicht zu einem stark reduzierten Ätzangriff der Opferschicht, wodurch sich der bewegliche Teil der Dünnschichtverbunde nicht vom Substrat trennen ließ. Dieser Umstand muss bei der Realisierung eines

Arrays von Mikrobiegebalken bei der Balkengeometrie berücksichtigt werden. Beispielsweise ließe sich eine deutliche Unterstützung des Ätzprozesses erreichen, indem die Opferschicht weiter über den Schichtverbund herausragt und somit ein größerer Ätzangriff von der Schichtoberseite möglich wäre. Des Weiteren kann in Betracht gezogen werden, zukünftig alternative Opferschichtmaterialien zu berücksichtigen, die sich prozesskompatibel herstellen und abschließend entfernen lassen.

## 5.2 Skalierung der Schichtgeometrien

Eine Teilaufgabe dieser Arbeit bestand in der Konzeption eines hybriden Mikrofluidikmoduls, in dem die auf lateralem Mikrometermaßstab skalierten Biegebalken zur Steuerung von Fluidströmen eingesetzt werden können.

Ein Aspekt bei der Strukturierung war, dass sich die Schichtgeometrien aufwandsneutral skalieren lassen, um eine hohe Ventildichte erzielen zu können. Dieses wurden bei der Modellierung des Fluidikmoduls berücksichtigt und die Realisierbarkeit des Konzepts durch Prozessierung der Schichtverbunde mit lateralen Abmessungen im Mikrometermaßstab verwirklicht (Abschnitt 4.8). Die bei der Strukturierung der Einzelschichten erzielten Ergebnisse werden nachfolgend vorgestellt.

Bei der Verwendung und Anpassung der Prozesse für die Mikrostrukturierung der Dünnschichten wurde auf bestehende Verfahren der Mikroelektronik zurückgegriffen. Neben den vorhandenen Erfahrungen ist somit die Prozesskompatibilität bei der zukünftigen Integration von Elektronikkomponenten gegeben [Cam98].

Unter dem Aspekt der Skalierbarkeit der Schichtstrukturen war Voraussetzung für alle verwendeten Strukturierungsprozesse, dass diese nicht von der Anzahl oder Komplexität der Schichtgeometrien abhängen, sondern im Überwiegenden von der Größe der Schichtoberflächen [Men97].

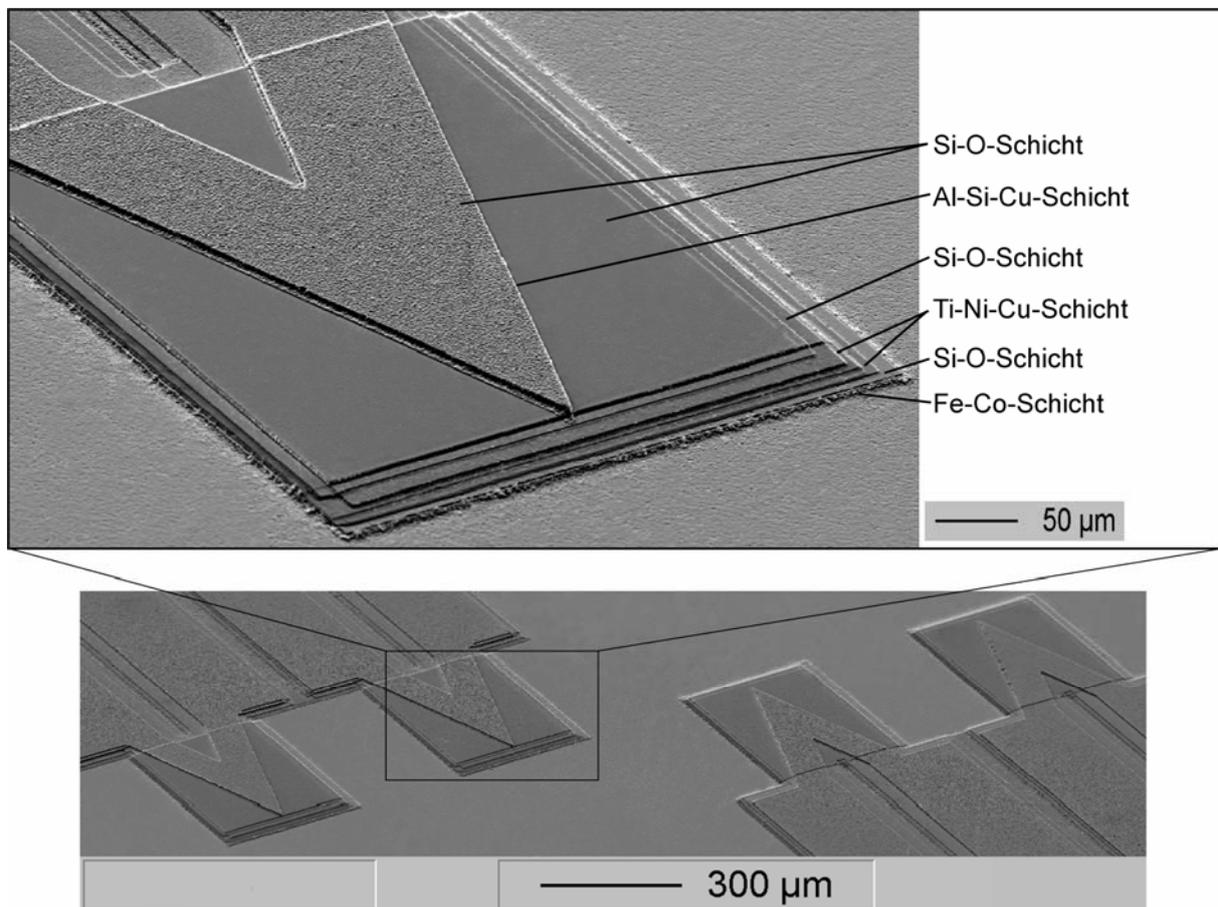
Für die Strukturierung der Deckeljustierung (Abschnitt 4.8.2) in dem mit thermischem SiO<sub>2</sub> beschichteten (100)-Silizium wurden die Geometrien mit der erforderlichen Maßgenauigkeit von etwa 10µm mittels einer Flusssäurelösung (HF) in das SiO<sub>2</sub> geätzt. Diese dienten im nachfolgenden nasschemischen Ätzverfahren des Siliziums mit Kaliumhydroxid (KOH) als Ätzmaske.

Die übrigen Einzelschichten wurden mittels Plasmastrahlätzen strukturiert. Durch die Anisotropie des Verfahrens ließen sich die gewünschten Strukturen mit einigen Mikrometern ähnlich maßhaltig herstellen wie mittels Ionenstrahlätzens. Der Vorteil des Verfahrens war, dass durch die inerte Prozessatmosphäre die Schichtbestandteile nicht chemisch-reaktiv, sondern rein physikalisch aus dem potentialfreien Substrat getrennt wurden. Dadurch entstand zum einen kein giftiges Prozessgas, zum anderen konnten sich auf der Substratoberfläche weniger Ablagerungen bilden. Die erzielbare Ätzrate lag, abhängig vom zu strukturierenden Material, bei etwa 200nm/h.

Zur Schichtstrukturierung im lateralen Mikrometermaßstab wurden fotolithografische Verfahren verwendet, wie sie aus der Mikroelektronik bekannt sind. Als Fotolack wurde Positivlack eingesetzt, da dessen Handling und Strukturtreue im Vergleich zum Negativlack überzeu-

gendere Ergebnisse lieferte. Die Strukturierung mittels Schattenmasken wurde für diese Auflösung nicht weiter betrachtet, da die Toleranzen der erzielbaren Strukturwiedergabe mit etwa 0,5mm größer als die eigentlichen Funktionsstrukturen gewesen wären.

Die optische Positionierung und Orientierung der für die fotolithografischen Prozesse erforderlichen Masken relativ zum Substrat ist immanent mit Toleranzen und dadurch mit Positionierungsgenauigkeiten verbunden. Um diesen Fehlereinfluss Rechnung zu tragen und eine Akkumulierung der Ungenauigkeiten während der Prozessschritte zu vermeiden, kamen für alle Ausrichtungen der Masken dieselben Justierkreuze zur Anwendung. Außerdem wurde bei der Gestaltung der lateralen Schichtgeometrie eine Fehlertoleranz von  $\pm 10\mu\text{m}$  eingearbeitet, innerhalb der elementare Funktionen wie die galvanische Trennung der Sensor- und Aktorschicht sichergestellt ist. Die REM-Aufnahme mit dem Beispiel für die Positionierungsgenauigkeiten eines fertig strukturierten Schichtverbundes ist in Abbildung 5.2 dargestellt.



**Abbildung 5.2:** REM-Aufnahme der Einzelschichten des Schichtverbundes. Die geteilte Ti-Ni-Cu-Schicht resultiert aus zwei Ätzprozessen, die auf Grund der Schichtdicke erforderlich waren.

Durch die tolerante Geometriegestaltung der Einzelschichten führte ein Lageversatz nicht zum Funktionsverlust des Schichtverbundes.

In der Detailaufnahme von Abbildung 5.2 sind mehr Versätze zu sehen als Einzelschichten verwendet wurden. Dies erklärt sich dadurch, dass die Dicke des Fotolacks in Kombination mit dessen Selektivität gegenüber der zu ätzenden Schicht nicht ausreichte, um die Aktor-

dünnschicht in einem Prozess zu ätzen. Stattdessen musste die Aktorschicht zweimal belackt werden, um die gesamte Schichtdicke zu strukturieren. Zwar wurde dies bei der geometrischen Schichtgestaltung berücksichtigt, führte aber nicht zum Funktionsverlust der Dünnschicht.

### **Bewertung**

Beim nasschemischen Ätzen der Deckeljustierung ist zu berücksichtigen, dass das geätzte Silizium durch die Isotropie des KOH-Ätzens an lateraler Maßhaltigkeit durch Unterätzung der SiO<sub>2</sub>-Schicht verliert. Außerdem bildet sich eine inhomogenere und größere Oberflächenrauigkeit gegenüber Trockenätzverfahren wie Plasmaätzen aus. Demgegenüber stehen die deutlich höheren Ätzraten, die bei Äztiefen von etwa 200µm relevant waren. Deshalb wurden die entstandenen höheren Maßtoleranzen durch die entsprechende Gestaltung der Deckeljustierungen mit seitlichen Fasen aufgefangen (Abschnitt 4.8.7).

Die Strukturierung der Einzelschichten mittels Plasmastrahlätzen bietet den Vorteil, dass dieses Ätzverfahren materialunabhängig ist. Damit bietet es die Möglichkeit, bei zukünftigen Anwendungen elektronische Logikelemente eines die Sensor- und Aktorfunktion des Biegebalkens verbindenden Regelkreises auf demselben Substrat herzustellen. Allerdings kann für zukünftige Anwendungen untersucht werden, ob durch Verwendung eines anderen Fotolacks und Variation der Ätzparameter die Strukturierung der Sensor- und Aktordünnschicht in einem einzigen Ätzprozessgang möglich ist.

Als Fazit bleibt festzuhalten, dass sich alle Einzelschichten mit der verwendeten Fotolack-Entwickler-Kombination im Mikrometerbereich strukturieren ließen und somit ihre eigentliche Funktion im Schichtverbund gewährleistet werden konnte. Da die angewendeten fotolithografischen Verfahren aus der Mikroelektronik stammen, ist auch die geforderte Prozesskompatibilität gegeben. Somit bleibt für zukünftige Arbeiten die Option gewahrt, elektronische Komponenten zur Auswertung und Regelung der Biegebalken auf dem Substrat zu integrieren.

## **5.3 Herstellung der Kapillarsysteme**

Teil des Hybridkonzeptes eines Mikrofluidikmoduls war die Integration des Kapillarsystems zur Steuerung eines Fluidstroms in das Deckelmodul. Dabei war ein Anspruch an den Deckel, dass er im Gegensatz zu herkömmlichen Systemen [Pan06] als potenzielles Verschleißteil ausgetauscht werden kann und somit kostengünstig ersetzbar ist. Der Austausch sollte möglich sein, ohne den aufwändig prozessierten Schichtverbund des Basisbauteils zu beschädigen und es somit wiederverwenden zu können. Um eine Einschätzung über die Strömungsverhältnisse in dem entworfenen Kapillarsystem zu erlangen, wurde im Vorfeld ein dreidimensionales Simulationsmodell entworfen und FEM-Simulationen durchgeführt. Dabei stimmten die Simulationsergebnisse mit Strömungsgeschwindigkeiten von etwa 6mm/s (Abschnitt 4.8.8) in guter Näherung mit den am verwirklichten System ermittelten 5mm/s überein (Abschnitt 4.8.11).

Für die Realisierung des Deckels wurde ein Zweikomponenten-Silikonkautschuk (Abschnitt 4.8.10) verwendet, der sich auf Grund seiner Viskosität von etwa 50.000mPas im nicht ausgehärtetem Zustand besonders für die Geometrieabformung einer Negativform eignete. Unterstützt wurde diese Eigenschaft von der nahezu schrumpffreien Vulkanisierung des Silikonwerkstoffs bei Raumtemperatur von unter 0,1%. Somit war sichergestellt, dass die be-

rücksichtigte Abformtoleranz von unter  $10\mu\text{m}$  bei der Geometrietreue des Deckels eingehalten und eine mehrfache Nutzung der Negativform möglich ist. Auf Grund der im Deckel integrierten Justierungen war außerdem gewährleistet, dass sich der Deckel unter Einhaltung der erforderlichen Genauigkeit von  $\pm 10\mu\text{m}$  mit dem Basismodul verbinden ließ. Im Unterschied zu alternativen Verfahren, mit denen sich das Kapillarmodul und Substrat austauschbar verbinden lassen [Dha06], ist bei dem gewählten Konzept kein Wärmeeintrag in das System erforderlich. Ein weiterer positiver Aspekt ist, dass der Austausch des Deckelmoduls ohne nennenswerten apparativen Aufwand realisiert werden kann.

Für die Herstellung der Negativform des Deckels wurde ein dreidimensionales CAD-Modell entworfen, auf dessen Grundlage mittels Rapid-Prototyping ein aus Epoxydharz bestehendes Abbild verwirklicht wurde.

### **Bewertung**

Der Vorteil der verwendeten Abformung von Kapillarstrukturen lag in der schnellen und kostengünstigen Übertragung eines CAD-Designs in einen preisgünstig herstellbaren Deckel. Sollte die Auflösung der verwendeten Rapid-Prototyping-Geräte nicht ausreichend sein, kann für zukünftige Anwendungen auf Maschinen mit einer höheren Auflösung zurückgegriffen werden. Dies hätte zwar einen Einfluss auf die Herstellkosten der Negativform, zeigt aber, dass das Potenzial dieses auf Abformung beruhenden Prozesses noch nicht ausgereizt ist. Unabhängig von der Auflösung wird beim Rapid-Prototyping systembedingt der schichtweise Aufbau der Negativform auch im abgeformten Silikondeckel abgebildet. Dem wurde Rechnung getragen, da sich der Dünnschichtverbund beim vorgestellten Design auf Grund des Fluiddrucks der Oberflächenstruktur der Ventilsitze anpasst (Abschnitt 4.8.10). Für die weitere Miniaturisierung lässt sich die Struktur der Negativform durch Verwendung von Rapid-Micro-Product-Development- [Bau02] oder LIGA<sup>29</sup>-Verfahren [Mal04] deutlich verfeinern.

## **5.4 Analytische Auslegungen mittels FEM-Simulation**

Zur Reduzierung des experimentellen Versuchsaufwandes bei der Entwicklung des Biegebalkenschichtverbundes und des Kapillarsystems wurden im Zuge dieser Arbeit zwei FEM-Simulationsmodelle entwickelt.

Eines diente der Schichtdickenauslegung der  $\text{Ti}_{55}\text{Ni}_{30}\text{Cu}_{15}$ -Aktor- und  $\text{Al}_{99}\text{Si}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}$ -Sensordünnschichten. Mit diesem Volumenmodell konnte gleichzeitig das transiente thermische mit dem resultierenden mechanischen Verhalten des entwickelten Schichtverbundes beschrieben werden (Abschnitt 4.1.3). Die Simulationsergebnisse zeigten, dass für das Aktorverhalten ein Schichtdickenoptimum bei einer Sensor- und Aktorschichtdicke von  $2,5\mu\text{m}$  existiert. Dieses konnte bei der Realisierung der Schichtverbunde umgesetzt werden.

Das zweite Modell diente der Beschreibung des Strömungsverhaltens eines wässrigen Fluids in einem verzweigten Kapillarsystem. Damit war es unter Berücksichtigung der in Mikrosystemen vorkommenden Oberflächen-Volumen-Verhältnissen möglich, die Strömungsgeschwindigkeit sowie deren Verteilung auf mehrere Kapillaren zu beschreiben (Abschnitt 4.8.8). Für das Fluidikmodell konnte gezeigt werden, dass die mittels Simulation berechnete

---

<sup>29</sup> Lithographie, Galvanik und Abformung

Strömungsgeschwindigkeit von etwa 6mm/s der des tatsächlichen Systems mit 5mm/s sehr nahe kommt (Abschnitt 4.8.11).

Als Fazit für beide Modelle gilt, dass ihre qualitativen Ergebnisse mit den tatsächlich ermittelten quantitativen Resultaten sehr gut übereinstimmen. Somit konnte der Entwicklungsaufwand bei der Auslegung des Schichtverbundes mit mechanisch-thermisch gekoppelten Funktionen deutlich reduziert werden. Dies gilt auch für die Gestaltung des Kapillarsystems, dessen Strömungsverhalten mittels FEM-Simulation vorab bestimmt werden konnte.

### **Bewertung**

Viele der für die Randbedingungen simulationsrelevanten Parameter sind theoretisch abgeleitete Werte. So entsprechen beispielsweise die tatsächlichen Materialeigenschaften auf Grund von Schichtverunreinigungen oder Inhomogenitäten der abgeschiedenen Schichten nur angenähert den verwendeten Theoriewerten (Abschnitt 2.3.2). Als Beispiel gilt dies ebenso für die angenommene homogene Beschaffenheit der Kapillaroberflächen, welche die tatsächlichen Verhältnisse im hergestellten Deckel nur als Näherung widerspiegeln. Für die weitere Kalibrierung der verwendeten Umgebungsparameter wären aber zusätzliche Versuchsreihen sinnvoll, mit denen die Ergebnisse weiter angeglichen werden können.

## 6      **Ausblick**

Als Ergebnis dieser Arbeit wurden Schichtverbunde mit integrierter Sensor- und Aktorfunktion innerhalb eines Schichtverbundes in Form eines beweglichen Biegebalkens realisiert. Die aus der Prozessierung des makroskopischen Schichtverbundes gewonnenen Erkenntnisse konnten erfolgreich für die Prozessentwicklung zur Herstellung von Einzelschichtgeometrien mit lateralen Abmessungen im Mikrometermaßstab skaliert werden.

Für die Fortsetzung der in dieser Arbeit erzielten Ergebnisse ist es denkbar, auf Basis des konzeptionierten Mikrofluidikmoduls ein Funktionsmodell mit hochintegrierten, individuell ansteuerbaren Mikrobiegebalken zur Regelung von Fluidströmen zu realisieren. Die dazu erforderlichen Prozesse wurden in dieser Arbeit entwickelt. Des Weiteren kann bei der Ableitung der erforderlichen fotolithografischen Masken auf dreidimensionale CAD-Modelle zurückgegriffen werden, die während dieser Arbeit konzipiert wurden.

Zur Abschätzung weiter skaliertes Biegebalken und Kapillarsysteme kann auf die Volumenmodelle zurückgegriffen werden, die im Zuge der FEM-Simulationen entworfen wurden. Damit ist eine Abschätzung der Funktionsgrößen des Mikrofluidikmoduls im Vorfeld der Entwicklung möglich. Zukünftige Simulationsergebnisse könnten verfeinert werden, indem die Wärmeabfuhr durch umgebene Flüssigkeit und Einspannung auf einem Festkörpersubstrat bei der Bestimmung des dynamischen Verhaltens des Dünnschichtverbundes berücksichtigt wird. Auch kann darüber nachgedacht werden, die FEM-Modelle des Biegebalkens und des Kapillarsystems miteinander zu verknüpfen. Damit entstünde die Möglichkeit, Ventileigenschaften wie beispielsweise Auslenkungsleistung, maximaler Druck oder Zeitkonstante für die unterschiedliche Aktor-Kapillar-Varianten zu simulieren.

Neben der Entwicklung des Biegebalkens mit integrierter Sensor- und Aktorfunktion konnten mit der Konzept- und Prozessentwicklung für die Miniaturisierung des Schichtverbundes durch die Charakterisierung der Eckdaten des Fluidikmoduls und der Funktionselemente auch mögliche Einsatzgebiete aufgezeigt werden. Auf Grund der Aktoreigenschaften und der kostengünstigen Deckelung des Systems ist beispielsweise das Hochdurchsatz-Screening neuer Wirkstoffe der Pharmaindustrie ein attraktiver Einsatzbereich. Dadurch ist die gesamte Funktionalität der erforderlichen chemischen Reaktionen, der Detektion sowie der Selektierung einzelner Zellen als vollständiges Labor auf Chipgröße integrierbar. Zentrales, bisher nicht vorhandenes und in dieser Arbeit erstmalig entwickeltes Element hierfür sind Ventile zur Steuerung von Fluidströmen in Kapillaren auf Basis von multifunktionalen Dünnschichtverbunden, die in dieser Arbeit vorgestellt worden sind. Zwar wurden bereits Elemente wie beispielsweise Stoppventile in Kapillaren realisiert. Allerdings beruhen diese auf der geometrischen Gestaltungen der Kapillaren, die einen hohen Platzbedarf erfordern und sich bei großer Packdichte nur bedingt individuell steuern lassen [Leu04] oder sind mit Reaktionszeiten von mehreren Minuten zu langsam für viele Einsatzgebiete [Sha06].

## 7 Literatur

- [And04] Andersson, H.; Albert, Berg, A.v.B.; *Microtechnologies and nanotechnologies for single-cell analysis*. Current Opinion in Biotechnology Vol. 15 (2004): 44–49
- [Ang83] Angell, J.B.; Terry, S.C.; Barth, P.W.; *Mikromechanik aus Silizium*. Spektrum der Wissenschaft, No. 6 (1983): 36-50
- [Atk96] Atkins, P.W.; *Physikalische Chemie*. Zweite Auflage. VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim, (1996)
- [Bas78] Bassous, E.; *Fabrication of Novel Three-Dimensional Microstructures by the Anisotropic Etching of (100) and (110) Silicon*. IEEE Trans. on Electron Dev., Vol. ED-25, No. 10 (1978): 1178-1185
- [Bau02] Bauer, W.; Knitter, R.; *Development of a rapid prototyping process for the production of ceramic microcomponents*. Journal of Materials Science Vol. 37 (2002) 3127 – 3140
- [Bee94] Beerschwinger, U.; Albrecht, T.; Mathieson, D.; Reuben, R.L.; Yang, S.J.; Taghizadeh, M.; *Wear at microscopic scales and light loads for MEMS applications*. Wear 181-183 (1995): 426-435
- [Bei90] Beitz, W.; Küttner, K.-H.; *Dubbel - Taschenbuch für den Maschinenbau*. 17., neu bearbeitete Auflage. Springer-Verlag Berlin (1990)
- [Ber02] Berry, S.; *Honey I've shrunk biomedical technology!* TRENDS in Biotechnology Vol.20 (2002): 3-4
- [Ber91] Bergmann, W.; *Werkstofftechnik: Grundlagen und Anwendungen*. 2. Auflage. Carl Hansa Verlag (1991)
- [Bey84] Beyer, H.; *Walter, W.; Lehrbuch der Organischen Chemie*, 20. Auflage. S. Hirzel Verlag, Stuttgart (1984).
- [Bhu96] Bhushan, B.; Koinkar, V.N.; *Microtribological studies of doped single-crystal silicon and polysilicon films for MEMS devices*. Sensors and Actuators A, Vol. 57 (1996): 91-102
- [Bla98] Blankenstein, G.; Larsen, U.D.; *Modular concept of a laboratory on a chip for chemical and biochemical analysis*. Biosensors & Bioelectronics Vol. 13. (1998): 427-438
- [Bre04] Brennan, D.; O'Brien, P.; O'Brien, J.; Freeman, N.; Swann, M.; *Development and test of an integrated microsystem for HPLC separation and detection using refractive index measurements*. Sensors and Actuators B, Vol. 103 (2004): 184-189
- [Bro98] van den Broek, J.; Donkers, J.J.T.M.; van der Rijt, R.A.F.; Janssen, J.T.M.; *Metal film precision resistors: Resistive metal films and a new resistor concept*. Philips Research Laboratories and Philips Components B. V. (1998)
- [Buh89] Buhr, G.; Lenz, H.; Scheler, S.; *Image Reversal Resist for g-Line Exposure: Chemistry and Lithographic Evaluation*. SPIE, Vol. 1086, Advances in Resist Technol. And Processing VI (1989): 117-128
- [Büt91] Büttgenbach, S.; *Mikromechanik*. Teubner Studienbücher Physik/Elektrotechnik, B. G. Teubner Stuttgart (1991)

- [Bur98] Burns, M.A.; Johnson, B.N.; Brahmasandra, S.N.; Handique, K.; Webster, J.R.; Krishnan, M.; Sammarco, T.S.; Man, P.M.; Jones, D.; Heldsinger, D.; Mastangelo, C.H.; Burke, D.T.; *An integrated nanoliter DNA analysis device*. Science Vol. 282 (1998): 484-487
- [Cam98] Campbell, S.A.; Lewerenz, H.J.; *Semiconductor Micromachining Volume 2: Techniques and Industrial Applications*. John Wiley & Sons, Chichester (1998)
- [Can76] Cantor, B., Cahn, R. W.; *Metastable alloy phases by co-sputtering*. Acta Metallurgica 24 (1976): 845-852
- [Cha05] Chang, W.; Ono, Y.; Kumemura, M.; Korenaga, T.; *On-line determination of trace sulfur dioxide in air by integrated microchip coupled with fluorescence detection*. Talanta Vol. 67 (2005) 646–650
- [Cho69] Chopra, K. L.; *Thin Film Phenomena*. McGraw Hill Book Company New York (1969)
- [Cho90] Cho, S.T.; Najafi, K.; Wise, K.D.; "Scaling and Dielectric Stress Compensation of Ultrasensitive Boron-Doped Silicon Microstructures" Proceedings IEEE Microelectromechanical Systems (1990): 50-55
- [Chu98] Chui, B.W.; Stowe, T.D.; Ju, Y.S.; Goodson, K.E.; Kenny, T.W.; Mamin, H.J.; Terris, B.D.; Ried, R.P.; Rugar, D.; *Low-Stiffness Silicon Cantilevers with Integrated Heaters and Piezoresistive Sensors for High-Density AFM Thermomechanical Data Storage*. Journal of Microelectromechanical Systems, Vol. 7 No. 1 (1998): 69-78
- [Chu03] Chung, S.; Im, Y.; Kim, H.; Jeong, H.; Dornfeld, D.A.; *Evaluation of micro-replication technology using silicone rubber molds and its applications*. Journal of Machine Tools & Manufacture 43 (2003): 1337–1345
- [Col01] Collet, M.; Foltête, E.; Lexcellent, C.; *Analysis of the behavior of a Shape Memory Alloy beam under dynamical loading*. European Journal of Mechanics, A/Solids Vol. 20 (2001): 615-630
- [Dha06] Dhayal, M.; *Application of low-temperature substrate bonding in fabrication of reusable micro-fluidic devices*. Vacuum Vol. 80 (2006): 488-493
- [Dol94] Dolata, R.; *Laser-Reflexionsmessungen zur Optimierung technologischer Prozesse bei der Herstellung integrierter Supraleiterschaltungen*. Dissertation Universität Karlsruhe, VDI Fortschrittsberichte, Reihe 8, Nr. 439, VDI-Verlag (1994)
- [Don03] Donea, J.; Huerta, A.; *Finite Element Methods for Flow Problems*. John Wiley & Sons Ltd., England (2003)
- [Dow81] Downey, D.F.; Bottoms, W.R.; Hanley, P.R.; *Introduction to Reactive Ion Beam Etching*. Solid State Technol. (1981): 121-127
- [Ehr00] Ehrfeld, W.; Hessel, V.; Löwe, H.; *Microreactors*. Wiley-VCH (2000)
- [Eri04] Erickson, D.; Li, D.; *Review Integrated microfluidic devices*. Analytica Chimica Acta 507 (2004): 11–26
- [Fan89] Fan, L.-S.; Tai, Y.-C.; Muller, R.S.; *IC-processed electrostatic micromotors*. Sensors and Actuators Vol. 20 (1989): 41-47
- [For95] Fortescue, P.; Stark J.P.; *Spacecraft Systems Engineering*. John Wiley & Sons (1995)

- [FuY01] Fu, Y.; Huang, W.; Du, H.; Huang, X.; Tan, J.; Gao, X.; *Characterization of TiNi shape-memory alloy thin films for MEMS applications*. Surface Coatings and Technology Vol. 145 (2001): 107–112
- [Gad99] Gad-el Hak, M.; ASME J. Fluids Engineering 121 (1999): 5-33
- [Ger97] Gerlach, G., Dötzel, W., *Grundlagen der Mikrosystemtechnik*. Hanser Verlag München (1997)
- [Goe95] Gösele, U.; Hopfe, S.; Li, S.; Mack, S.; Martini, T.; Reiche, M.; Schmidt, E.; Stenzel, H.; Tong, Q.-T.; *What determines the lateral bonding speed in silicon wafer bonding?* Applied Physics Letters Vol. 67, Issue 6 (1995): 863-865
- [Goo96] Goodfellow Hauptkatalog (1996/ 97): 498
- [Göp94] Göpel, W.; Ziegler, C.; *Struktur der Materie; Grundlagen, Mikroskopie und Spektroskopie*. Teubner Leipzig (1994)
- [Gri01] Griscom, L.; Degenaar, P.; LePioufle, B.; Tamiya, E.; Fujita, H.; *Soft Lithographic Techniques For Guidance Of Hippocampal Neurons On Micro-Electrode Arrays*. Transducers '01 Eurosensors XV, Munich, Germany (2001): 338-341
- [Gub04] Guber, A.E.; Hecke, M.; Herrmann, D.; Muslija, A.; Saile, V.; Eichhorn, L.; Gietzelt, T.; Hoffmann, W.; Hauser, P.C.; Tanyanyiwa, J.; Gerlach, A.; Gottschlich, N.; Knebel, G.; *Microfluidic lab-on-a-chip systems based on polymers fabrication and application*. Chemical Engineering Journal Vol. 101 (2004): 447–453
- [Han06] Han, A.; Rooij, N.F. de; Staufer, U.; *Design and fabrication of nanofluidic devices by surface micromachining*. Nanotechnology Vol. 17 (2006): 2498–2503
- [Hol86] Holleck, H.; *Material selection for hard coatings*. J. Vac. S. Technol. A 4 (6) (1986): 2661-2669
- [Hor86] *Hornbogen, E.; M. Thumann: Die martensitische Phasenumwandlung und deren werkstofftechnische Anwendungen*. DGM Informationsgesellschaft Verlag, Oberursel (1986): 15-34
- [Hil99] Hilleringmann, U.; *Silizium-Halbleitertechnologie*. Teubner Studienbücher Elektrotechnik, B. G. Teubner Stuttgart, Leipzig (1999)
- [Hu04] Y.C. Hu, Y.C.; Chang, C.M.; Huang, S.C.; *Some design considerations on the electrostatically actuated microstructures*. Sensors and Actuators A, Vol.112 (2004): 155-161
- [HuY03] Hu, Y.C.; Chang, C.M.; Huang, S.C.; *Some design considerations on the electrostatically actuated microstructures*. Sensors and Actuators A: Physical, Volume 112, Issue 1, (2004): 155-161
- [IMM06] Institut für Mikrotechnik Mainz GmbH, Carl-Zeiss-Strasse 18-20, 55129 Mainz, Germany. Internet: <http://www.imm-mainz.de/> (2006)
- [IMS06] Institute for Microsensors, -actuators and -systems (IMSAS), University of Bremen, Dept. 1: Physics/ Electrical Engineering, P.O. Box 330 440, 28334 Bremen, Germany. Internet: <http://www.imsas.uni-bremen.de/education/isys1/> (2006)
- [Int95] International Center For Diffraction Data (Hrsg.); *Powder Diffraction File*. Pennsylvania, USA (1995)
- [Jac66] Jaccodine, R.J.; Schlegel, W.A.; *Measurement of Strains at Si-SiO<sub>2</sub> Interface*. Journal of Applied Physics 37 (1966): 2429-2437

- [Jac72] Jackson, C.M.; Wasilewski, R.J.; *55-Nitinol -The Alloy With a Memory: Its Physical Metallurgy, Properties, and Applications: A Report*. NASA, Washington (1972)
- [Jac89] Jacobsen, S.C.; Price, R.H.; Wood, J.E.; Rytting, T.H.; Rafaelof, M.; *The Wobble Motor: An Electrostatic, Planetary Armature, Microactuator*. Proceedings of IEEE Microelectromechanical Systems (1989): 17-24
- [Jac98] Jacobson, S.C.; Culbertson, C.T.; Daler, J.E.; Ramsey, J.M.; *Microchip structures for submillisecond electroporesis*. Analytical Chemistry Vol. 70 (1998): 3476
- [Jen01] Jensen, K.F.; *Microreaction engineering - is small better?* Chemical Engineering Science Vol. 56 (2001) 293-303
- [Jud90] Judy, J.W.; Polla, D.L.; Robbins, W.P.; *Experimental Model and IC-Process Design of a Nanometer Linear Piezoelectric Stepper Motor*. Sensors and Actuators, Vol. 19 (1990): 11-17
- [Jud96] Judy, J.W.; Muller, R.S.; *Magnetic microactuation of torsional polysilicon structures*. Sensors and Actuators A, Vol. 53 (1996): 392-397
- [Kie95] Kienel, G., Röhl, K.; *Vakuumbeschichtungen 2 – Verfahren und Anlagen*. VDI Verlag Düsseldorf (1995)
- [Klu01] Kluge, S.; Neumayer, G.; Schaber, U.; Wackerle, M.; Maichl, M.; Post, P.; Weimann, M.; Wanner, R.; *Pneumatic Silicon Microvalves with Piezoelectric Actuation*. Transducers '01 Eurosensors XV, Munich, Germany (2001)
- [Koh00] Kohl, M.; Hürst, I.; Krevet, B.; *Time response of shape memory microvalves*. Proceedings Actuator, Bremen (2000): 212-215
- [Koh76] Kohnke, P.C.; Swanson, J.A.; *Thermo-Electric Finite Elements*. Proceedings, International Conference on Numerical Methods in Electrical and Magnetic Field Problems, Santa Margherita Ligure, Italy (1976)
- [Köh99] Köhler, M.; *Etching in microsystem technology*. Wiley-VCH Verlag GmbH (1999)
- [Kov98] Kovacs, G.T.A.; Maluf, N.I.; Petersen, K.E.; *Bulk Micromachining of Silicon*. Proceedings IEEE 86(8) (1998): 1536-1551
- [Kru96] Krulevitch, P.; Lee, A.P.; Ramsey, P.B.; Trevino, J.C.; Hamilton, J.; Northrup, M.A.; *Thin Film Shape Memory Alloy Microactuator*. Journal of Microelectromechanical Systems Vol. 5 (1996): 270
- [Lee04] Ki Bang Lee, K.B.; Lin, L.; *Surface micromachined glass and polysilicon microchannels using MUMPs for BioMEMS applications*. Sensors and Actuators A, Vol. 111 (2004): 44–50
- [Leu04] Leu, T.-S.; Chang, P.-Y.; *Pressure barrier of capillary stop valves in micro sample separators*. Sensors and Actuators A Vol. 115 (2004): 508–515
- [Liu99] Liu, Y.; Xie, Z.; Humbeeck, J.v.; *Deformation of Shape Memory Alloys Associated with Twinned Domain Re-Configurations*. Materials science and engineering A Vol. 273 (1999): 679-684
- [Loo89] Loose, W.; Hess, S.; *Rheology of dense fluids via nonequilibrium molecular hydrodynamics: Shear thinning and ordering transition*. Rheologica Acta Vol. 28 (1989): 91-101
- [Mah00] Mahlich, M.; Koçdemir, B.; Fecht, H.-J.; *Materials Data Base for the Simulation of Microsystem Components (SiMiKo)*. Proceedings MICRO.tec, Hannover, Germany (2000)

- [Mal04] Malek, C.K.; Saile, V.; *Applications of LIGA technology to precision manufacturing of high-aspect-ratio micro-components and -systems: a review*. Microelectronics Journal Vol. 35 (2004): 131–143
- [Man90] Manz, A.; Graber, N.; Widmer, H.M.; *Miniaturized total chemical analysis systems: a novel concept for chemical sensing*. Sensors and Actuators B, Chem. 1 (1990): 244-248
- [Mar05] Martins, R.M.S.; Schell, N.; Silva, R.J.C; Braz Fernandes, F.M.; *Structural in situ studies of shape memory alloy (SMA) Ni–Ti thin films*. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B Vol. 238 (2005): 319–322
- [Men97] Menz, W.; Mohr, J.; *Mikrosystemtechnik für Ingenieure*. 2. erweiterte Auflage. VCH Verlagsgesellschaft mbH, Weinheim (1997)
- [Miy96] Miyazaki, S.; Hashinaga, T.; Ishida, A.; *Martensitic transformations in sputter-deposited Ti-Ni-Cu shape memory alloy thin films*. Thin Solid Films, Vol. 281-282 (1999): 364-367
- [Mov69] Movchan, B.A.; Demchishin, A.V.; *Study of the structure and properties of thick vacuum condensates of nickel, titanium, tungsten, aluminium oxide and zirconium oxide*. Fizka Metalov i Metalovedeniye 28 (1969): 653-660
- [Neu90] Neukomm, P.A.; Bornhauser, H.P.; Hochuli, T.; Paravicini, R.; Schwarz, G.; *Characteristics of thin-wire shape memory actuators*. Sensors and Actuators A, Vol. 21 (1990): 247-252
- [Ngu02] Nguyen, N.T.; Wereley, S.T.; *Fundamentals and applications of microfluidics*. Artech House Inc. (2002): pp. 251
- [Ngu06] Nguyen, N.-T.; Huang, X.; *Modelling, fabrication and characterization of a polymeric micromixer based on sequential segmentation*. Biomed Microdevices Vol. 8 (2006): 133–139
- [Nie01] Niebuhr, J.; Lindner, G.; *Physikalische Messtechnik mit Sensoren*. 5. Auflage. Oldenbourg Verlag (2001)
- [Nom95] Nomura, K.; Miyszaki, S.; Ishida, A.; *Effect of Plastic Strain on Shape Memory Characteristics in Sputter-Deposited Ti-Ni Thin Films*. Journal de Physique IV, C8, Vol. 5 (1995): 695
- [Obe99] Oberhauser, M.; Abermann, R.; *Influence of substrate properties on the growth of titanium films, part III*. Thin Solid Films, Vol. 350 (1999): 59-66
- [Ots99] Otsuka, K.; Ren, X.; *Recent Developments in the Research of Shape Memory Alloys*. Intermetallics Vol. 7 (1999): 511-528
- [Pan06] Pan, Y.-J.; Lin, J.-J.; Luob, W.-J.; Yang, R.-J.; *Sample flow switching techniques on microfluidic chips*. Biosensors and Bioelectronics Vol. 21 (2006): 1644–1648
- [Pan97] Pan, C.S.; Hsu, W.; *An Electro-Thermally and Laterally Driven Polysilicon Micro-actuator*. Journal of Micromechanics and Microengineering, Vol. 7 (1997): 7-13
- [Par90] Parameswaran, M.; Ristic, L.; Chau, K.; Robinson, A.M.; Allegretto, W.; *CMOS Electrothermal Microactuators*. Proceedings IEEE Microelectromechanical Systems (1990): 128-131
- [Per01] Pérez-Castillejos, R.; Esteve, J.; Acero, M.C.; Menz, A.; Kriz, K.; *Smart Passive Microfluidic Systems Based on Ferrofluids for mTAS Applications*. Transducers '01 Eurosensors XV, Munich, Germany (2001)

- [Pet82] Petersen, K.E.; *Silicon as a Mechanical Material*. Proc. Of the IEEE, Vol. 70, No. 5 (1982): 420-457
- [Phy04] Physik Instrumente GmbH & Co. KG. *Tutorium: Piezoaktuatorik und Nanopositionierung*. Internet: www.pi.ws (2004)
- [Pop97] Poppeller, M.; Abermann, R.; *Influence of substrate properties on the growth of titanium films, part I and II*. Thin Solid Films, Vol. 295 (1997): 60-66, Thin Solid Films Vol. 300 (1997): 11-17
- [Pru03] Pruitt, B.L.; Kenny, T.W.; *Piezoresistive cantilevers and measurement system for characterizing low force electrical contacts*. Sensors and Actuators A, Vol. 104 (2003): 68-77
- [Qua96] Quandt, E.; Halene, C.; Holleck, H.; Feit, K.; Kohl, M.; Schloßmacher, P.; Skokan, A.; Skrobánek, K.D.; *Sputter deposition of TiNi, TiNiPd and TiPd films displaying the two-way shape-memory effect*. Sensors and Actuators A Vol. 53 (1996): 434-439
- [Qua00] Quake, S.R.; Scherer, A.; *Review: From Micro- to Nanofabrication with Soft Materials*. Science, Vol. 290 (2000): 1536-1540
- [Ram04] Ramadan, Q.; Samper, V.; Poenar, D.; Yu, C.; *On-chip micro-electromagnets for magnetic-based bio-molecules separation*. Journal of Magnetism and Magnetic Materials Vol. 281 (2004): 150-172
- [Rei79] Reisman, A.; Berkenblit, M.; Chan, S.A.; Kaufman, F.B.; Green, D.C.; *The Controlled Etching of Silicon in Catalyzed Ethylenediamine-Pyrocatechol-Water Solutions*. J. of Electrochem. Soc.: Solid-State Science and Technology, Vol. 126, No. 8 (1979): 1406-1415
- [Reu89] Reuhman-Huisken, M.E.; Mutsaers, C.M.J.; Vollenbroek, F.A.; Moonen, J.A.H.M.; *Towards an optimized image reversal process for half micron lithography*. Microelectr. Eng., Vol. 9 (1989): 551-556
- [Rez02] Reznicek, A.; *Elektrische und strukturelle Eigenschaften gebondeter Halbleiterstrukturen*. Genehmigte Dissertation der Technischen Universität Berlin, Fakultät III: Prozeßwissenschaften, Berlin, Germany (2002)
- [Ryh99] Ryhänen, J.; *Biocompatibility evaluation of Nickel Titanium shape memory metal alloy*. Dissertation at the University of Oulu, Finland (1999)
- [Rie87] Riethmüller, W.; Benecke, W.; Schakenburg, U.; Heuberger, A.; *Micromechanical Silicon Actuators Based on Thermal Expansion Effects*. Transducers '87, The 4<sup>th</sup> International Conference on Solid-State Sensors and Actuators (1987): 834-837
- [Rou06] Roumanie, M.; Pijolat, C.; Meille, V.; Bellefon, C. De; Pouteau, P.; Delattre, C.; *Deposition of Pt-catalyst in a micro-channel of a silicon reactor: Application to gas micro-TAS working at high temperature*. Sensors and Actuators B Vol. 118 (2006): 297-304
- [Ruf06] Ruf, H.H.; Knoll, T.; Misiakos, K.; Haupt, R.B.; Denninger, M.; Larsen, L.B.; Petrou, P.S.; Kakabakos, S.E.; Ehrentreich-Förster, E.; Bier, F.F.; *Biochip-compatible packaging and micro-fluidics for a silicon opto-electronic biosensor*. Microelectronic Engineering Vol. 83 (2006): 1677-1680

- [Ryu04] W.H. Ryu, W.H.; Chung, Y.-C.; Choi, D.-K.; Yoon, C.S.; Kim, C.K.; Kim, Y.-H.; *Computer simulation of the resonance characteristics and the sensitivity of cantilever-shaped Al/PZT/RuO<sub>2</sub> biosensor*. Sensors and Actuators B, Vol. 97 (2004): 98–102
- [Sch01] Schaible, J.; Vollmer, J.; Zengerle, R.; Sandmaier, H.; Strobel, T.; *Electrostatic Microvalves in Silicon with 2-Wayfunction for industrial applications*. Transducers '01 Eurosensors XV, Munich, Germany (2001)
- [Sch61] Schaaf, S.; Chambré, P.; *Flow in rarefied gases*. Princeton University Press (1961)
- [Sch90] Schade, K., Suchaneck, G., Tiller, H.-J.; *Plasmatechnik*. Verlag Technik GmbH Berlin (1990): 84-117
- [Sch99] Schweika, W.; *Schichtpräparation mit Sputterverfahren, in Magnetische Schichtsysteme in Forschung und Anwendung*. Vorlesungsmanuskript des 30. IFF-Ferienkurses (1999): A5.1-A5-21
- [Scu01] Schultze, J.W.; Staikov, G.; *Scaling down in Electrochemistry: Electrochemical Micro- and Nanosystem Technology*. Electrochimica Acta, Vol. 47/1 & 2. Elsevier Science (2001)
- [Sha06] Sharma, S.; Buchholz, K.; Luber, S.M.; Rant, U.; Tornow, M.; Abstreiter, G.; *Silicon-on-Insulator Microfluidic Device With Monolithic Sensor Integration for  $\mu$ TAS Applications*. Journal of Microelectromechanical Systems, Vol. 15, (2006): 308-313
- [Sie03] Siepe, D.; *Mikrofluidisches Analysesystem zur Untersuchung von wässrigen Lösungen*. Dissertation Universität Dortmund (2003)
- [Skr98] Skrobanek, K.D.; Hagena, O.F.; Kohl, M.; *Entwicklung von Mikromembranaktoren mit NiTi-Formgedächtnislegierungen*. Forschungszentrum Karlsruhe, Wissenschaftliche Berichte FZKA 6052 (1998)
- [Stö88] Stöckel, D.; Tautzenberger, P.; Ritter, F.; Hornbogen, E.; *Legierungen mit Formgedächtniseffekt*. Industrielle Nutzung des Shape-Memory-Effektes. Grundlagen, Werkstoffe, Anwendungen, Band 259, Expert Verlag, Ehningen (1988)
- [Str93] Strecker, A.; Salzberger, U.; Majer, J.; *Probenpräparation für die Transmissions-elektronenmikroskopie: Verlässliche Methode für Querschnitt und brüchige Materialien*. Praktische Metallographie 30 (1993): 482-495
- [Suh97] Suh, J.-W.; Glander, S.F.; Darling, R.B.; Storment, C.W.; Kovacs, G.T.A.; Organic thermal and electrostatic ciliary microactuator array for object manipulation. Sensors and Actuators A, Vol. 58 (1997): 51-60
- [Sze94] Sze, S.M.; *Semiconductor Sensors*. Wiley Inter-Science, New York (1994): 160-174
- [Tak01] Takao, H.; Ishida, M.; Sawada, K.; *A pneumatically actuated silicon microvalve and its Application to functional fluidic integrated circuits*. Transducers '01 Eurosensors XV, Munich, Germany (2001)

- [Tan00] Tang, P.T.; Heschel, M.; Ravnkilde, J.T.; Hansen, O.; Møller, V.; Alting, L.; *Fabrication of Microcomponents by Electrochemical Manufacturing: Advanced Feed-Through Metallisation on Silicon and Nickel Micromechanical Resonators*. Department of Manufacturing Engineering, DTU, bldg. 204, 2800, Lyngby, Denmark (2000): 107-114
- [Tan01] Tankiewicz, S.; Morten, B.; Prudenziati, M.; Golonka, L.J.; *New thick-film material for piezoresistive sensors*. Sensors and Actuators A, Vol. 95 (2001): 39-45
- [Tan90] Tang, W.C.; Nguyen, T.-C.H.; Judy, M.W.; Howe, R.T.; *Electrostatic-comb drive of lateral polysilicon resonators*. Sensors and Actuators A, Vol. 21 (1990): 328-331
- [Tho02] Thorsen, T.; Maerkl, S.J.; Quake, S.R.; *Microfluidic Large-Scale Integration*. Science 298 (2002): 580-584
- [Tho74] Thornton, J.A.; *Influence of apparatus geometry and deposition conditions on the structure and topography of thick sputtered coatings*. Journal of Vacuum Science and Technology 11 (1974): 666-670
- [Tho97] Thompson P., A.; Troian, S. M.; *A General Boundary Condition for Liquid Flow at Solid Surfaces*. Nature 389 (1997): 360-362
- [Tib01] Tibuzzi, A.; Natale, C.D.; D'Amico, A.; Marghesin, B.; Brida, S.; Zen, M.; Soncinim, G.; *Polysilicon mesoscopic wires coated by Pd as high sensitivity H<sub>2</sub> sensors*. Proceedings TRANSDUCERS '01/ EUROSENSORS XV, Munich, Germany (2001): 844-847
- [Tie93] Tietze, U.; Schenk, C.; *Halbleiterschaltungstechnik*. 10. Auflage. Springer-Verlag, Berlin (1993)
- [Tri87] Trimmer, W.S.; Gabriel, K.J.; *Design Considerations for a Practical Electrostatic Micro-Motor*. Sensors and Actuators, Vol. 11 (1987): 189-206
- [Tri89] Trimmer, W.S.; *Microrobots and Micromechanical systems*. Sensors and Actuators, Vol.19, No. 3 (1989): 267-287
- [Tri97] Trimmer, W.S.; *Micromechanics and MEMS: Classic and Seminal Papers to 1990*. Wiley-IEEE Press (1997)
- [Tsu05] Tsuchiya, K.; Nakanishi, N.; Uetsuji, Y.; Nakamachi, N.; *Development of Blood Extraction System for Health Monitoring System*. Biomedical Microdevices Vol.7 (2005): 347-353
- [Unb94] Unbehauen, H.; *Regelungstechnik I*. 8. Auflage. Friedrich Vieweg & Sohn Verlagsgesellschaft mbH (1994)
- [Ung00] Unger, M.A.; Chou, H.-P.; Thorsen, T.; Scherer, A.; Quake, S.R.; *Monolithic Microfabricated Valves and Pumps by Multilayer Soft Lithography*. Science Vol. 288 (2000): 113-116
- [Val03] Valk, A.M. van der; *Going, going, gone: from microscale to nanoscale analysis*. Drug Discovery Today Vol. 8 (2003): 781-783
- [Vil95] Villars, P.; Prince, A.; Okamoto, H.; *Handbook of Ternary Alloy Phase Diagrams*. ASM International Vol. 1-10 (1995)
- [Vin02] Vinet, F.; Chaton, P.; Fouillet, Y.; *Microarrays and microfluidic devices: miniaturized systems for biological analysis*. Microelectronic Engineering 61-62 (2002): 41-47

- [Vog01] Vogel, M.; Bunte, P.; *Pro/ Engineer und Pro/ Mechanica*. 2. Auflage. Carl Hansa Verlag (2001)
- [Vos79] Vossen, J.L.; *Glow Discharge Phenomena in Plasma Etching and Plasma Deposition*. J. Electrochemical Society (1979): 319-324
- [Wac04] Wacogne, B.; Sadani, Z.; Gharbi, T.; *Compensation structures for V-grooves connected to square apertures in KOH-etched (1 0 0) silicon: theory, simulation and experimentation*. Sensors and Actuators A Vol. 112 (2004): 328–339
- [Wan05] Wang, C.-H.; Lee, G.-B.; *Automatic bio-sampling chips integrated with micro-pumps and micro-valves for disease detection*. Biosensors and Bioelectronics Vol. 21 (2005): 419–425
- [Wid96] Widmann, D., Mader, H., Friedrich, H.; *Technologie hochintegrierter Schaltungen*. Springer Verlag, Berlin (1996)
- [Win00] Winzek, B.; *Entwicklung, Herstellung und Charakterisierung von Mikroaktoren mit Formgedächtnislegierungen auf Basis von TiNi*. Dissertation Universität Karlsruhe, Wissenschaftliche Berichte FZKA 6467 (2000)
- [Wol03] Wolff, A.; Perch-Nielsen, I.R.; Larsen, U.D.; Friis, P.; Goranovic, G.; Poulsen, C.R.; Kutter, J.P.; Telleman, P.; *Integrating advanced functionality in a microfabricated high-throughput fluorescent-activated cell sorter*. Lab Chip Vol. 3 (2003): 22–27
- [Yal01] Yalcinkaya, A.D.; Ravnkilde, J.T.; Johansen, L.S.; Hansen, O.; *Methods for Fabrication of Released Nickel Comb-Drive Devices on CMOS*. Proceedings TRANSDUCERS '01/ EUROSENSORS XV, Munich, Germany (2001): 600-603
- [Yos02] Yoshida, K.; Kikuchi, M.; Park, J.-H.; Yokota, S.; *Fabrication of micro electro-rheological valves (ER valves) by micromachining and experiments*. Sensors and Actuators A, Vol. 95 (2002): 227-233
- [YuX03] Yu, X.; Zhang, D.; Li, T.; Haob, L.; Li, X.; *3-D microarrays biochip for DNA amplification in polydimethylsiloxane (PDMS) elastomer*. Sensors and Actuators A Vol. 108 (2003): 103-107
- [Zhe96] Zheng, J.; Takahashi, S.; Yoshikawa, S.; Uchino, K.; *Heat Generation in Multi-layer Piezoelectric Actuators*. Journal of the American Ceramics Society, Vol. 79, No. 12 (1996): 3193-3198
- [Zia04] Ziaie, B.; Baldi, A.; Lei, M.; Gu, Y.; Siegel, R.A.; *Hard and soft micromachining for BioMEMS: review of techniques and examples of applications in microfluidics and drug delivery*. Advanced Drug Delivery Reviews 56 (2004): 145-172

## Verzeichnis verwendeter Symbole

### Abkürzungen

Al-O	Aluminiumoxid
Al-Si-Cu	Aluminium-Silizium-Kupfer
Cu-Al-Ni	Kupfer-Aluminium-Nickel
Cu-Ni	Kupfer-Nickel
Cu-Zn-Al	Kupfer-Zink-Aluminium
HF	Flusssäure
KOH	Kaliumhydroxid
Ni-Ti	Nickel-Titan
PVD	Physical vapor deposition
Si-N	Siliziumnitrid
Si-O	Siliziumoxid
Ti-Ni-Cu	Titan-Nickel-Kupfer

### Lateinische Symbole

$A$	Fläche [ $m^2$ ]
$B$	Magnetische Induktion [T]
$b$	Breite [m]
$d$	Abstand Kondensatorplatten [m]
$d_N$	Netzebenenabstand [m]
$C$	Elektrische Kapazität [Farad]
$c$	Lichtgeschwindigkeit [m/s]
$c_\phi$	Dämpfungskonstante
$E'_A$	Energiedichte [ $Nm/m^3$ ]
$E$	Elastizitätsmodul [ $N/m^2$ ]
$E_E$	Emittierte Energie [ $W/m^2$ ]
$E_F$	Elektrisches Feld [V/m]
$E_S$	Emission [ $W/m^2$ ]
$F$	Kraft [N]
$f$	Frequenz [1/s]
$g$	Fallbeschleunigung [ $m/s^2$ ]
$G$	Gütefaktor
$h$	Plattenhöhe [m]
$I$	Stromstärke [A]
$j$	Stromdichte [ $A/m^2$ ]
$J_P$	Polares Massenträgheitsmoment [Nm]
$Kn$	Knudsenzahl
$L$	Beugungslänge [mm]
$l$	Länge [mm]
$l_A$	Auslenkung eines Biegebalkens [mm]
$\dot{m}$	Massestrom [kg/s]
$Z^A$	Auslenkung [m]

**Lateinische Symbole (Fortsetzung)**

$M$	Netzmagnetisierungsfaktor
$N$	Dotierungskonzentration
$N_M$	Formanisotropie-Koeffizient
$P$	Druck [ $\text{N/mm}^2$ ]
$P_i$	Piezoresistiver Effekt
$Q$	Elektrische Ladung [V]
$R$	elektrischer Widerstand [ $\Omega$ ]
$R_a$	Arithmetischer Mittenrauwert [ $\mu\text{m}$ ]
$R_i$	Anteiliger, geometrisch bedingter Strömungswiderstand [N]
$r$	Radius [mm]
$Sto$	Stokeszahl
$T$	Temperatur [ $^{\circ}\text{C}$ ]
$T_{FEM}$	Matrix zur Bestimmung der elektrischen Leitfähigkeit der FEM-Elemente
$T_i$	Anteiliger Viskositätsverlust [ $\text{Ns/m}^2$ ]
$t$	Zeit [s]
$TM$	Torsionsmoment [Nm]
$U$	elektrische Spannung [V]
$V$	Volumen [ $\text{m}^3$ ]
$\dot{V}$	Volumenstrom [ $\text{m}^3/\text{s}$ ]
$V_{FEM}$	Matrix zur Bestimmung der thermischen Leitfähigkeit der FEM-Elemente
$v$	Strömungsgeschwindigkeit [m/s]
$W$	Energie [J]
$x$	Variabler Abstand von Kondensatorplatten [m]

**Griechische Symbole**

$\alpha$	Thermischer Ausdehnungskoeffizient
$\alpha_K$	Wärmeübergangskoeffizient [ $\text{W}/(\text{K m}^2)$ ]
$\varepsilon$	Dielektrizitätskonstante [Farad/m]
$\varepsilon_0$	Absolute Dielektrizitätskonstante [Farad/m]
$\varepsilon_S$	Emissionszahl
$\delta$	Wanddicke [m]
$\gamma$	Verformungsfaktor
$\gamma_S$	Scherrate [ $\text{s}^{-1}$ ]
$\lambda$	Wellenlänge [nm]
$\lambda_L$	Wärmeleitkoeffizient
$\mu_0$	Permeabilität im Vakuum
$\mu_e$	Effektive Viskosität [ $\text{Ns/m}^2$ ]
$\nu$	Querkontraktionszahl
$\nu_k$	Kinematische Viskosität [ $\text{m}^2/\text{s}$ ]
$\pi_i$	Piezoresistiver Koeffizient [ $\text{Pa}^{-1}$ ]

### Griechische Symbole (Fortsetzung)

$\theta$	Rotationswinkel [°]
$\rho$	Dichte [kg/m <sup>3</sup> ]
$\sigma$	Mechanische Spannung [N/mm <sup>2</sup> ]
$\sigma_s$	Strahlungskoeffizient [W/m <sup>2</sup> K <sup>4</sup> ]

### Operatoren und Indizierung

$\nabla$	Nablaoperator
$\Lambda$	Logarithmisches Dekrement
$d$	Differenzialoperator
$\delta$	Partieller Differenzialoperator
$\Delta$	Deltaoperator (Laplace-Operator)

## Anhang

## Daten zur Röntgenanalyse

Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>						
No	2 $\theta$	$\angle_{\text{COO}}$	FWHM	H K L	PDF-No	
1	27.7157	27.5388	42.2625	1 1 1	27-1402	
2	27.7157	27.5388	42.2625	1 1 1	5-565	
3	33.0089	32.4904	9.0755	2 0 1	40-932	
4	56.4108	56.4126	0.1690	3 3 1	40-932	
5	56.4108	56.4126	0.1690	3 1 1	5-565	
6	56.4108	56.4126	0.1690	3 1 1	27-1402	
7	61.2383	61.2154	0.3073	0 0 0	0- 0	
8	61.7818	61.8048	0.2204	0 0 0	0- 0	
9	65.9718	65.9426	0.2830	5 1 1	40-932	
10	66.7473	66.7516	3.8911	5 1 1	40-932	
11	66.7473	66.7516	3.8911	4 0 0	5-565	
12	66.7473	66.7516	3.8911	4 0 0	27-1402	
13	68.7000	68.6768	21.5707	5 1 1	40-932	
14	68.7000	68.6768	21.5707	4 0 0	5-565	
15	68.7000	68.6768	21.5707	4 0 0	27-1402	
16	69.2772	69.2125	0.3356	4 0 0	27-1402	
17	69.2772	69.2125	0.3356	4 0 0	5-565	
18	69.9000	69.9787	1.6759	0 0 0	0- 0	

SiO <sub>2</sub>						
No	2 $\theta$	$\angle_{\text{COO}}$	FWHM	H K L	PDF-No	d
1	33.0143	33.0181	6.8182	2 1 1	17-901	2.7110
2	33.0143	33.0181	6.8182	255 3 2	14-654	2.7110
3	56.3931	56.4129	0.1785	3 1 1	27-1402	1.6303
4	56.3931	56.4129	0.1785	255 7 2	14-654	1.6303
5	61.2613	61.2029	0.2427	4 2 0	17-901	1.5119
6	61.2613	61.2029	0.2427	255 8 1	14-654	1.5119
7	61.7201	61.7201	0.2220	4 2 0	17-901	1.5017
8	61.7201	61.7201	0.2220	255 8 1	14-654	1.5017
9	62.3000	62.3950	0.7941	4 2 0	17-901	1.4891
10	65.9919	65.9342	0.4240	3 3 2	17-901	1.4145
11	65.9919	65.9342	0.4240	255 8 2	14-654	1.4145
12	66.7369	66.7921	23.2146	3 3 2	17-901	1.4005
13	66.7369	66.7921	23.2146	254 7 3	14-654	1.4005
14	66.7369	66.7921	23.2146	4 0 0	27-1402	1.4005
15	68.7000	68.6801	21.5679	4 2 2	17-901	1.3652
16	68.7000	68.6801	21.5679	2 3 3	14-654	1.3652
17	68.7000	68.6801	21.5679	4 0 0	27-1402	1.3652
18	69.2747	69.2123	0.3402	4 2 2	17-901	1.3553
19	69.2747	69.2123	0.3402	2 3 3	14-654	1.3553
20	69.2747	69.2123	0.3402	4 0 0	27-1402	1.3553
21	69.9000	69.9789	1.4609	4 2 2	17-901	1.3447
22	69.9000	69.9789	1.4609	2 3 3	14-654	1.3447

Si <sub>3</sub> Ni <sub>4</sub>						
No	2 $\theta$	$\angle_{\text{COO}}$	FWHM	H K L	PDF-No	d
1	23.9754	25.1114	11.6974	0 0 0	0- 0	3.7087
2	40.8364	40.8190	1.1539	0 2 0	44-113	2.2080
3	40.8364	40.8190	1.1539	0 255 1	35-1281	2.2080
4	40.8364	40.8190	1.1539	2 0 0	33-474	2.2080
5	42.6136	42.6314	0.5990	0 2 0	44-113	2.1199
6	42.6136	42.6314	0.5990	0 0 2	35-1281	2.1199
7	42.6136	42.6314	0.5990	2 0 2	33-474	2.1199
8	44.8348	44.8671	0.3866	0 1 2	44-113	2.0199
9	44.8348	44.8671	0.3866	1 1 1	35-1281	2.0199
10	44.8348	44.8671	0.3866	2 0 3	33-474	2.0199
11	61.7760	61.7701	0.2267	0 0 3	44-113	1.5005
12	61.7760	61.7701	0.2267	3 0 1	33-474	1.5005
13	68.7000	68.6868	21.6188	1 1 9	33-474	1.3652
14	69.2759	69.2122	0.3398	1 1 9	33-474	1.3552
15	69.9000	69.9940	1.6677	1 1 9	33-474	1.3447

Fe <sub>50</sub> Co <sub>50</sub>						
No	2 $\theta$	$\angle_{\text{COO}}$	FWHM	H K L	PDF-No	d
1	40.3923	40.3407	0.3528	0 0 0	0- 0	2.2312
2	44.8827	44.8499	0.3681	1 1 0	44-1433	2.0179
3	44.8827	44.8499	0.3681	1 1 0	6-696	2.0179
4	61.7000	61.7130	0.1119	0 0 0	0- 0	1.5022
5	68.7000	68.6703	21.3796	0 0 0	0- 0	1.3652
6	69.2370	69.2106	0.2186	0 0 0	0- 0	1.3559
7	69.9000	70.1905	1.6717	0 0 0	0- 0	1.3447

Cu <sub>55</sub> Ni <sub>45</sub>							Al <sub>99</sub> Si <sub>0,5</sub> Cu <sub>0,5</sub>						
No	2θ	∠ <sub>cos</sub>	FWHM	H K L	PDF-No	d	No	2θ	∠ <sub>cos</sub>	FWHM	H K L	PDF-No	d
1	25.6430	25.8347	13.0158	0 0 0	0- 0	3.4712	1	27.2942	27.2308	16.1957229	229 230	41-1222	3.2648
2	33.0096	33.0264	3.9507	0 0 0	0- 0	2.7114	2	27.2942	27.2308	16.1957	2 0 0	17- 901	3.2648
3	39.5956	39.6117	0.3172	0 0 0	0- 0	2.2743	3	38.6105	38.6166	0.3200	64 64 64	41-1222	2.3300
4	43.5000	43.3832	36.9706	1 1 1	4- 850	2.0788	4	38.6105	38.6166	0.3200	2 2 0	17- 901	2.3300
5	43.5000	43.3832	36.9706	1 1 1	9- 205	2.0788	5	61.4645	0.0000	0.6308	4 2 0	17- 901	1.5074
6	44.0202	44.0173	0.2543	1 1 1	4- 850	2.0554	6	61.7950	61.8117	0.1680	4 2 0	17- 901	1.5001
7	44.6000	44.6805	1.7572	1 1 1	4- 850	2.0300	7	62.3000	62.2616	0.2365	4 2 0	17- 901	1.4891
8	51.4232	51.4270	0.3297	2 0 0	4- 850	1.7755	8	65.3247	65.3122	0.3516	84 84 84	41-1222	1.4273
9	61.2000	61.2151	0.1348	0 0 0	0- 0	1.5132	9	65.3247	65.3122	0.3516	3 3 2	17- 901	1.4273
10	61.7137	61.7156	0.2059	0 0 0	0- 0	1.5019	10	66.7491	66.7509	23.1791161	161 162	41-1222	1.4003
11	66.7390	66.9064	23.2105	0 0 0	0- 0	1.4005	11	66.7491	66.7509	23.1791	3 3 2	17- 901	1.4003
12	68.7000	68.6852	21.4618	0 0 0	0- 0	1.3652	12	68.7000	68.6636	21.7027161	161 162	41-1222	1.3652
13	69.2702	69.2119	0.3416	0 0 0	0- 0	1.3553	13	68.7000	68.6636	21.7027	4 2 2	17- 901	1.3652
14	69.9000	69.9850	1.5125	0 0 0	0- 0	1.3447	14	69.2799	69.2130	0.3422161	161 162	41-1222	1.3552
							15	69.2799	69.2130	0.3422	4 2 2	17- 901	1.3552
							16	69.9000	69.9605	1.2307	4 2 2	17- 901	1.3447

## Danksagung

*Herr Holleck:* Sie haben mir die Möglichkeit gegeben, meine Promotion in Ihrer Abteilung zu realisieren. Dafür, dass Sie mir freie Hand bei der Wahl des Themas und der erfolgreichen Umsetzung dieser Arbeit gelassen haben: Vielen Dank!

*Herr Saile:* Vielen Dank für Ihr Interesse und der Übernahme des Korreferats dieser Arbeit.

*Harald:* Für Deine direkten und konstruktiven Beiträge während der Korrekturphase dieser Arbeit danke ich Dir. Und dafür, dass Du stets kollegial zur Seite standest, wenn es Fragen bei der Anwendung zur Verfügung stehender Geräte und Verfahren gab.

*Herr Nold:* Danke für die Zeit, die Sie und Ihr Team sich für die Schichtanalysen und deren Interpretation genommen haben.

*Herr Kohl:* Vielen Dank für Ihre Unterstützung und hilfreichen Hinweise während der Korrekturphase.

Institutsübergreifend gilt mein Dank:

Der *direvo biotech AG* und dem *Max-Planck-Institut für biophysikalische Chemie* für die intensive Zusammenarbeit bei der Konzeptentwicklung des Mikrofluidikmoduls.

Dem *IMT* für die Unterstützung bei der Umsetzung der Mikrostrukturierung.

Dem *IMF3* für die hilfreichen Beiträge auf dem Gebiet der Silikonverarbeitung.

Herrn *Hans-Josten (IMVT)* für die Bereitstellung und Unterstützung bei der Herstellung der Rapid-Prototyping-Master.

Für die Unterstützung beim Wafersägen bedanke ich mich beim *Institut für Mikroelektronik Stuttgart (ims)*.

Außerdem:

*Lorenz:* Danke!

*Marcel:* Für Dein Mitwirken bei der Erstellung der FEM-Simulationen danke ich Dir.

*Stefan* und *Gudrun:* Ich danke euch für eure Unterstützung während der Promotionszeit. Nicht zu vergessen: Die überlebenswichtigen Carepakete während meiner invaliden Zeit.

*Reinhold* und *Steffen:* Vielen Dank für die technische und unterhaltsame Unterstützung während der gesamten Doktorandenzeit.

*Immanuel:* Vielen Dank für Deine Ratschläge, die mir substantiell weitergeholfen haben.

Dem gesamten *Kollegium:* Für eure Unterstützung sowohl in technischer als auch in kollegialer Hinsicht, die ihr mir während meiner Zeit in Karlsruhe entgegengebracht habt. Ich bin euch dankbar, dass ihr mir diese Zeit zu einem für mich prägenden Lebensabschnitt gemacht habt, an den ich mich gerne zurück erinnere.

Abschließend: Meine Eltern, *Astrid* und *Alois*. Ihr habt mich während all der Jahre über jegliches zu erwartende Maß hinaus unterstützt und gefördert ohne dabei müde zu werden, an mich zu glauben. Dafür bin ich euch zutiefst dankbar und widme euch diese Arbeit.