

**Forschungszentrum Karlsruhe**

in der Helmholtz-Gemeinschaft

Wissenschaftliche Berichte

FZKA 6801

# Herstellung von dreidimensionalen Mikrostrukturen aus Polymermembranen

R. Truckenmüller <sup>\*)</sup>, Z. Rummler, W. K. Schomburg

Institut für Mikrostrukturtechnik

<sup>\*)</sup> von der Fakultät für Maschinenbau der Universität Karlsruhe (TH)  
genehmigte Dissertation

Forschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe

2003

**Impressum der Print-Ausgabe:**

**Als Manuskript gedruckt  
Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor**

**Forschungszentrum Karlsruhe GmbH  
Postfach 3640, 76021 Karlsruhe**

**Mitglied der Hermann von Helmholtz-Gemeinschaft  
Deutscher Forschungszentren (HGF)**

**ISSN 0947-8620**

# **Herstellung von dreidimensionalen Mikrostrukturen aus Polymermembranen**

Zur Erlangung des akademischen Grads eines

**Doktors der Ingenieurwissenschaften**

von der Fakultät für Maschinenbau der

Universität Karlsruhe (TH)

genehmigte

**Dissertation**

von

Dipl.-Ing. Roman Kurt Truckenmüller

aus Freiburg im Breisgau

Tag der mündlichen Prüfung: 17. Juli 2002

Hauptreferent: Prof. Dr. V. Saile

Korreferent: Prof. Dr. H. Kück



## Kurzfassung

In der vorliegenden Arbeit wurden 2 neue Ansätze für mikrotechnische 3-D-Fertigungstechnologien auf der Basis polymerer Membranen, welche von ebenen zu räumlichen Gebilden verwölbt werden, entwickelt.

In einem **1. Ansatz** für ein Verfahren zur Herstellung von polymeren, dreidimensionalen Membranmikrostrukturen wurde ein paralleles, auf der Fotolithografie aufsetzendes Verfahren auf der Grundlage von strukturiert miteinander bzw. mit einem Substrat verbundenen und anschließend bei Raumtemperatur verwölbten Polymermembranen erarbeitet. Für das strukturierte Verbinden bzw. Trennen der Membranen wurde zum einen die Differential Adhesion Method verwendet. Unter anderem wurden dazu Polyimidmembranen mit einer wenige 10 nm dicken, flexiblen Schicht aus ‚Pyrex‘ als Antihafschicht gegenüber Gold ausgerüstet. Zum anderen wurde eine neue, so genannte ‚parallele Opferschichttechnik‘ eingesetzt. Das Löse- oder Ätzmedium erreicht hierbei die Grenzschicht zwischen Membran und Opferschicht durch Permeation. Für das Auffalten der Hohlstrukturen durch Aufpumpen wurden Druckanschlüsse entwickelt. Es wurde ein Funktionsdemonstrator in Form eines einseitig eingespannten, spiralg gekrümmten Schwellkörpers aufgebaut. Wird der eingerollte Schwellkörper pneumatisch ausgerollt, ähnelt die Bewegung in ihrem Ablauf der der 3 Glieder des menschlichen Zeigefingers zwischen den Endlagen der Beugung und Streckung. Ein so oder ähnlich gearteter pneumatischer Aktor könnte etwa für mikrotechnische Manipulationsaufgaben eingesetzt werden.

In einem **2. Ansatz** wurde ein Verfahren auf der Grundlage von thermogeformten und auf ein Kunststoffsubstrat geschweißten bzw. heißgesiegelten Kunststofffolien erarbeitet. Das so genannte ‚Mikrothermoformen‘ wird als Verfahren zur Herstellung polymerer fluidischer Mikrostrukturen eingeführt. Dabei wird in einer Heißprägepresse eine dünne thermoplastische Folie durch ein Druckgas zu einer Fluidstruktur thermogeformt und auf ein Substrat gesiegelt. Das Substrat ist eine Folie aus Kunststoff mit fluidischen Anschlüssen in Form von Durchgangslöchern. Zur Abschätzung der Machbarkeit des Mikrothermoformens, speziell auch von Fluidkanälen und deren Kreuzungen z. B. für die Kapillarelektrophorese (CE, Capillary Electrophoresis), wurden, aufsetzend auf einer Materialcharakterisierung eines typischen Thermoformhalbzeugs bei Umformtemperatur, Finite-Elemente-Simulationen des eigentlichen Formvorgangs gerechnet. Es wurden einfache Werkzeuge für das Mikrothermoformen entwickelt, welche mit vergleichbar geringem Aufwand wie Werkzeuge für das Heißprägen in und aus einer Abformmaschine gerüstet werden können. Schließlich wurden Demonstratoren, unter anderem flexible CE-Chips mit 4 x 4 CE-Strukturen im Raster von 10 x 10 mm, gebaut. Die CE-Strukturen wurden bei 115 °C mit Stickstoff unter 5 bar in eine 25 µm dicke Polystyrolfolie geformt. Die Kanäle der CE-Strukturen haben eine innere Breite von 150 µm und eine Tiefe von 75 und 50 µm. Der innere Eckenradius der Kanalkreuzungen beträgt 125 µm. Der vorgestellte Verfahrensansatz eröffnet die Chance für einen zukünftigen großserientauglichen mikrotechnischen Low-Cost-Prozess in der Gestalt eines Fließ- bzw. Endlosprozesses durch das Fahren von bzw. auf Folienrollen.

## **Fabrication of Polymer Three-Dimensional Membrane Microstructures**

### **Abstract**

This thesis describes two new basic approaches to 3-D microfabrication technology using polymer membranes.

The first approach in fabricating polymer three-dimensional membrane microstructures is based on warped membranes connected with each other at their edges. To connect and separate the membranes, the differential adhesion method was used. Polyimide membranes were coated with a flexible layer of 'Pyrex', a few tens of nanometers thick, to which a subsequently applied gold layer has very poor adhesion. An alternative connecting and separating method uses a novel, so-called 'parallel sacrificial layer technique'. The solvent or etchant reaches the interface between membrane and sacrificial layer by permeation. To inflate the hollow structures, pressure ports were developed. As show piece, a spirally curved inflatable cantilever beam was built. The beam may be pneumatically unrolled. The motion of the beam is then similar to that of the three phalanges of the human index finger between the extreme positions of flexion and extension. A comparably designed actuator could be used, for example, in handling tasks.

The second approach is based on plastic films, which are thermoformed and welded or heat-sealed onto a plastic substrate. This so-called 'microthermoforming' is introduced as a method to fabricate polymer fluidic microstructures. Inside a hot-embossing press, a thin thermoplastic film is thermoformed into a fluidic structure by a compressed gas and sealed onto a substrate. The substrate is a plastic film with through holes, which act later as fluidic ports. To estimate the feasibility of microthermoforming, in particular, of fluidic channels and channel intersections for CE (capillary electrophoresis), finite elements simulations were calculated. Simple tools for microthermoforming, which are easily mounted into a hot-embossing machine, were developed. As show pieces, flexible CE chips with 4 x 4 CE structures arranged in a 10 x 10 mm grid were built. The CE structures were formed into a 25  $\mu\text{m}$  thick polystyrene film at a temperature of 115  $^{\circ}\text{C}$  with nitrogen under 5 bar pressure. The channels have an inner width of 150  $\mu\text{m}$  and a depth of 75 and 50  $\mu\text{m}$ . The inner corner radius of the channel intersections is 125  $\mu\text{m}$ . The approach presented provides the opportunity to have a future low-cost reel-to-reel process.

# INHALTSVERZEICHNIS

1	Einleitung .....	1
2	Herstellung dreidimensionaler Mikrostrukturen aus strukturiert miteinander verbundenen und verwölbten Polymermembranen.....	7
2.1	Stand der Technik.....	7
2.2	Szenarien und Strategien.....	8
2.3	Membranen.....	11
2.3.1	Fluorpolymere PTFE, FEP und THV .....	11
2.3.2	Silikonkautschuk .....	13
2.3.3	Fotostrukturierbares Polyimid.....	13
2.3.4	Fotostrukturierbares Polyisopren bzw. Isoprenkautschuk.....	14
2.4	Strukturierte Verbindung bzw. Trennung der Membranen.....	15
2.4.1	Haft- und Antihafschichten für die Differenzialhaftungsmethode.....	17
2.4.2	Opferschichten und Membranen für die parallele Opferschichttechnik mit Flusssäure als Ätzmittel .....	19
2.5	Druckanschlüsse.....	21
2.5.1	Strukturlateraler Druckanschluss für eine Struktur aus Membran und Substrat .....	22
2.5.2	Strukturnormaler Druckanschluss für eine Struktur aus Membran und Substrat .....	23
2.5.3	Strukturnormaler Druckanschluss für eine vom Substrat abgehobene Struktur aus 2 Membranen.....	23
2.6	Formdemonstratoren – Mikrokanal und freigespannter Mikrohohlbalcken.....	23
2.6.1	Struktur aus Membran und Substrat mit strukturlateralem Druckanschluss – Mikrokanal.....	24
2.6.2	Vom Substrat abgehobene Struktur aus 2 Membranen mit strukturnormalem Druckanschluss – freigespannter Mikrohohlbalcken.....	26
2.6.2.1	Struktur aus Polyimid-Polyisopren-Doppelmembran und Pyrex-Gold-Antihafschichtpaar .....	26
2.6.2.1.1	Fertigung der Struktur .....	26
2.6.2.1.2	Ausrüstung einer Polyimidmembran mit einer flexiblen Pyrex-Schicht.....	30
2.6.2.1.3	Herstellung einer strukturierten Membran aus fotostrukturierbarem Isoprenkautschuk.....	33
2.6.2.1.4	Aufpumpen der Struktur mit reineisengefüllten, aushärtbaren Flüssigpolymeren.....	34
2.6.2.2	Struktur aus Polyimiddoppelmembran und Titanopferschicht.....	35
2.7	Funktionsdemonstrator – pneumatisch angetriebener Mikrofinger .....	37
3	Herstellung dreidimensionaler Mikrostrukturen aus thermogeformten und auf ein Substrat heißgesiegelten Kunststofffolien.....	41
3.1	Stand der Technik.....	41
3.2	Technologische Grundlagen des Thermoformens.....	41
3.3	Basisverfahren.....	47
3.3.1	Basisverfahren für einlagige fluidische Strukturen.....	47
3.3.2	Erweitertes Verfahren für zweilagige fluidische Strukturen.....	50

3.4	Simulative Machbarkeitsabschätzung .....	51
3.4.1	Materialcharakterisierung .....	56
3.4.2	Simulation des Mikrothermoformens einer CE-Struktur mit dem Simulationsprogramm ANSYS .....	60
3.5	Werkzeug.....	63
3.5.1	Formwerkzeug .....	63
3.5.2	Gegenwerkzeug mit Dichtung .....	64
3.6	Halbzeuge.....	65
3.6.1	Thermoplastische Folien .....	65
3.6.2	Kunststoffsubstrate mit Heißsiegelschicht .....	67
3.7	Vakuum und Druckgas.....	68
3.8	Demonstratoren – CE-Strukturen .....	69
4	Zusammenfassung und Ausblick .....	77
5	Literatur .....	83

# 1 Einleitung

Gegenwärtig ist die Mikrotechnik dominiert von einfachen ‚2½-dimensionalen‘ Strukturen, das heißt von durch senkrechte Seitenwände begrenzten Strukturen mit einer oder wenigen Stufenhöhen, und von primitiven echten 3-dimensionalen Strukturen. Letztere haben dabei nur selten auch design- und nicht nur prozessgetriebene schräge Ebenen und gekrümmte Flächen. Komplexe dreidimensionale Mikrostrukturen mit kontinuierlichen an Stelle von diskreten Höhengniveaus, im Extremfall berandet durch Freiformflächen, sind derzeit noch von untergeordneter Bedeutung, zukünftig aber wohl von zunehmender Wichtigkeit. So sind für mechanische Mikrostrukturen verrundete Übergänge günstiger in Bezug auf Eigenschaften wie verminderte Kerbwirkung und niedrige träge Masse bei hoher Festigkeit bzw. Steifigkeit. Für fluidischen Mikrostrukturen sind verschliffene Verläufe vorteilhafter im Hinblick auf die Vermeidung von Totwasserbereichen. Auch erfordert die technische Umsetzung von Konstruktions-, Verfahrens- und Entwicklungsprinzipien biologischer Systeme, die Bionik [Nach98] [Schi95], häufig ungestufte Konturen.

Es existiert bereits eine Reihe von Verfahren zur Herstellung von 3-D-Mikrostrukturen. In der Siliziumtechnik sind schräge Ebenen im Bereich der klassischen Volumenmikromechanik z. B. mit dem nasschemischen anisotropen Siliziumätzen [Gerl97] oder am Übergang zwischen Volumen- und Oberflächenmikromechanik z. B. mit dem DRIE-Verfahren (Deep Reactive Ion Etching) [Gerl97] [Klaa96] möglich. In der polymerbasierten Mikrostrukturtechnik sind beispielsweise mit der LIGA-Technik (Lithografie, Galvanik und Abformung) [Beck86] [Menz97] unter der Neigung der Maske und Probe gegen den Röntgenstrahl schräge Ebenen bei hohem Aspektverhältnis machbar. Auch die in der Breite der mikrotechnischen Anwendungen wenig bedeutsamen Verfahren der Teilchenspurätztechnik [Bütt94] und der Grautonlithografie bzw. der Lithografie mit semitransparenten Masken [Weng97] lassen eine primitive dreidimensionale bzw. eine reliefartige Strukturierung zu. SFF-Verfahren (Solid Freeform Fabrication) wie z. B. die Mikrostereolithografie, das EFAB-Verfahren (Electrochemical Fabrication) [Tsen99] und das 3-D-Printing generieren 3-D-Mikrostrukturen schichtweise. Die Mikrostereolithografie eignet sich vorwiegend für das Rapid Prototyping [Gebh00] [Menz97] [Saec98], das heißt die beschleunigte Einzelfertigung von geometrisch komplexen Prototypen. Das EFAB-Verfahren erzeugt mit Stapeln aus wenigen galvanisch hergestellten Metallschichten normal zum Substrat eine nur relativ geringe Auflösung. Das 3-D-Printing liefert auch lateral nur eine vergleichsweise geringe Auflösung. Sowohl das (5-Achsen-)Hochpräzisionsfräsen als auch das laserinduzierte Strukturieren etwa durch Fotoablation oder Ätzen [Bloo91] [Müll96] finden als serielle Verfahren eine wirtschaftliche, parallele Fortsetzung erst durch das Abformen in Kunststoffen, z. B. durch Heißprägen und Mikrospritzgießen, oder in Metallen, z. B. durch Pulverspritzgießen, [Rupr00] mit direkt oder indirekt über diese Verfahren hergestellten Negativformen. Hinterschnitte oder partiell freistehende Strukturen lassen sich mit den dabei überwiegend verwendeten permanenten, metallischen Formeinsätzen bzw. -platten nicht oder nur sehr aufwändig entformen. Die schon bestehenden Verfahren zur Herstellung von 3-D-Mikrostrukturen sind also nur eingeschränkt 3-D-fähig oder nur beschränkt serientauglich.

Die vorliegende Arbeit hat nun zum Ziel, neue Ansätze für mikrotechnische 3-D-Fertigungstechnologien zu untersuchen. Grundlage der neuen Herstellungsverfahren sollen

polymere Werkstoffe sein. Diese stehen für im Allgemeinen preisgünstige und bezüglich der Eigenschaften vielfältige Materialien. Weiter sollen die neuen Produktionsprozesse auf Membranen basieren. Diese wiederum stehen für leicht biege- und längbare sowie kostengünstig herstellbare Geometrien. Die Kunststoffmembranen sollen durch Verwölbung von ebenen zu räumlichen Gebilden entwickelt werden.

Solcherlei aufgewölbte Membrangebilde besitzen neben ihrer dreidimensionalen Gestalt auch die Gestalt von Hohlformen. In dieser zusätzlichen Eigenschaft können sie den Transport und die Speicherung von Medien, Energie und Information leisten. Sie können als leere, ungefüllte Mikrovolumina z. B. zur Leitung von Gasen und Flüssigkeiten in der Mikrofluidik, als mit lichtleitenden Kunststoffen gefüllte Mikrovolumina z. B. zur Lichtleitung in der Mikrooptik dienen.

Es kann also jetzt in einem 1. Schritt mit etablierten, leistungsfähigen, also vorzugsweise parallelen Strukturierungstechniken wie z. B. der Fotolithografie eine 2½-dimensionale Mikrostruktur entstehen und aus dieser Struktur dann in einem 2. Schritt über die Auffaltung derselben mittels eines geeigneten Mechanismus eine 3-dimensionale Mikro- bzw. Mikrohohlstruktur hervorgehen.

Eine nicht membranbasierte Möglichkeit dies zu tun, besteht in der Rotation von untereinander bzw. mit einem Substrat durch Mikroscharniere (Microhinges) verbundenen Platten – also von formschlüssig gelagerten, biegesteifen Formelementen – aus der Substratebene heraus [Burg92] [Menz97] [Pist92]. Daran anschließend ist eine Arretierung der Platten in definierten Winkeln und Abständen zur Substratebene durch gegenseitige Verriegelung bzw. durch separate Sperrklinken möglich. Platten, Scharniere und Sperrklinken können hierbei in einem Silizium-Oberflächenmikromechanikprozess mit Hilfe der Opferschichttechnik unter Verwendung von 3 Fotomasken hergestellt werden. Aus einer Vielzahl an möglichen Applikationen wurden bisher Anwendungen wie etwa ein Hitzdrahtanemometer, ein Kraftmesser, ein Greifer und eine optische Bank [Lin95] realisiert. Eine Reihe von anfänglichen Nachteilen solcher ‚Origamistrukturen‘ konnten bereits einer Lösung zugeführt werden. So wird dem Handicap des hohen Aufbauaufwands mit selbstaufbauenden Systemen (WAMS, Water Assembled Microstructures) auf der Basis von Mikroschnappverschlüssen und von hydrodynamischen Kräften aus einem prozessabschließenden Spülschritt nach dem Opferschichtätzen begegnet. Mit der systeminhärenten Beschränktheit auf, wenn auch vielfältige und komplizierte, ‚Faltschachtelgeometrien‘ verbleibt jedoch dauerhaft ein wesentlicher Nachteil.

An die Stelle von Drehgelenken können auch Biegegelenke treten. Ausgeführt als zweischichtige Membranen aus einer dünnen, intrinsisch elektrisch leitfähigen Polymermembran und einer metallischen Dünnschicht, können die Gelenke zusätzlich einen Antrieb hoher Energiedichte für die Aufrichtung von Strukturen darstellen [Smel93] [Smel95]. So wurde als Demonstrator z. B. eine würfelförmige Schachtel aus 6 Platten aus Benzocyclobuten realisiert, welche über Membranbänder aus dotiertem Polypyrrol und Gold untereinander verbunden sind.

Eine andere Möglichkeit ist in der Aufwölbung von bereichsweise miteinander bzw. mit einem Substrat verbundenen Membranen – also von stoffschlüssig gelagerten, biegeweichen

Formelementen – aus der Substratebene heraus gegeben. Dazu besitzen die Membranen vorzugsweise ein gummielastisches oder ausgeprägt plastisches Dehnverhalten, sind also bevorzugt Polymermembranen. Die Aufwölbung kann beispielsweise durch das Einschieben eines gasförmigen Mediums in die Zonen, in denen die Membranen nicht miteinander bzw. mit dem Substrat verbundenen sind, also durch Aufpumpen, gesteuert werden. Im Makroskopischen findet man dieses Konstruktionsprinzip seit langem weit verbreitet. Es wird beispielsweise bei Luftmatratzen, Falt- bzw. Schlauchbooten, Rettungsinseln und Schwimmwesten erfolgreich umgesetzt. Gegenbeispiele zur anschaulichen Abgrenzung sind, weil ohne wirklich ebene Ausgangsform, Reifenschlauch und Heißluftballon. Im Mikroskopischen hat diese Aufbaumethode bisher kaum eine nennenswerte Verbreitung [Gros98]. Dabei steht sie, speziell auch im Freizeitbereich, für extrem kostengünstige und gleichzeitig aber nahezu beliebig komplexe dreidimensionale Konstrukte. Diese Eigenschaft auch für die Mikrotechnik verfügbar zu machen, ist eine zentrale Motivation für den Versuch einer mikrotechnischen Umsetzung dieser Fertigungstechnologie im Rahmen dieser Arbeit. In einem **1. Ansatz** für ein Verfahren zur Herstellung von polymeren, dreidimensionalen Membranmikrostrukturen soll nun ein vorzugsweise paralleles, z. B. auf der Fotolithografie aufsetzendes Verfahren auf der Grundlage von bereichsweise miteinander bzw. mit einem Substrat verbundenen und anschließend bei Raumtemperatur verwölbten Polymermembranen entwickelt werden. Die bereichsweise, strukturierte Verbindung bzw. Trennung der Membranen bzw. der Membran und des Substrats kann dabei beispielsweise mit Hilfe einer fotolithografisch strukturierten Opferschicht [Menz97] erreicht werden.

Bei der bisherigen Vorgehensweise müssen die polymeren Membranhohlstrukturen zur mechanischen Stabilisierung von innen, z. B. durch ein aushärtbares flüssiges Polymer, oder von außen, z. B. durch eine aufgalvanisierte Metallschicht, fremdstabilisiert werden. Eine andere Herangehensweise ist eine Eigenstabilisierung der Membranstrukturen. Für z. B. als Folienhalbzeuge vorliegende thermoplastische Polymere kann auf eine erleichterte und vergrößerte, überwiegend plastische Gestaltänderung nach Aufheizung des Thermoplasten auf eine Temperatur oberhalb der Glasübergangs- bzw. in der Nähe der Kristallitschmelztemperatur eine Gestaltfixierung nach Abkühlen des Polymers unter Formzwang erreicht werden. Die neue Form wird also quasi eingefroren. Neben Thermoplasten lassen sich auch thermoplastische Elastomere bzw. Thermoelaste auf diese Art verarbeiten. Blickt man nun auf die makroskopische Fertigungstechnik, so sieht man dort für die kostengünstige Massenfertigung dreidimensionaler Formteile und Hohlkörper aus thermoplastischen Halbzeugen in Form von z. B. Kunststofffolien analog der Herstellung dreidimensionaler Mikrohohlstrukturen aus Polymermembranen die Verfahren Thermoformen [Illi97] [Thro96] [Thro99] und Blasformen etabliert. Während das Thermoformen, z. B. eines Kunststoffbechers oder einer Kunststoffschale, aus einem Halbzeug in Form einer Folie oder Platte heraus erfolgt, erfolgt das Blasformen, z. B. einer Kunststoffflasche, aus einem Vorformling, mehrheitlich in Gestalt eines Folienschlauchs. Für das Blasformen bzw. Hohlkörperblasen wurde bereits eine mikrotechnische Umsetzung versucht [Ruzz98] [Ruzz98a] [Schw98]. Da der Schlauch als Mikroschlauch in seinem Außen- und Innendurchmesser kleiner als der spätere Hohlkörper als Mikrohohlstruktur sein muss, sind dem Verfahren aus technischer und ökonomischer Sicht natürliche Grenzen bezüglich einer Miniaturisierung gesetzt. Diese liegen, zumindest derzeit, wohl eher im feinwerktechnischen Bereich. Insgesamt stellt das mikrotechnische Blasformen gegenwärtig eine Nischenlösung im Spektrum der mikromechanischen Fertigungsverfahren dar. Für das

Thermoformen ist eine mikrotechnische Umsetzung bisher noch nicht bekannt. Im Gegensatz zu kleinen und dünnen thermoplastischen Schläuchen sind dünne thermoplastische Folien als fortlaufend eigenschafts- und kostenoptimierte Massenprodukte beispielsweise für die Verpackung von Konsumgütern

- bei geringen Dickenschwankungen in gestuften *Dicken bis hinunter zu wenigen Mikrometern* (z. B. als Elektroisoler- und Kondensatorfolien) verfügbar, und weiter
- in einer großen *Materialvielfalt* (z. B. aus Polystyrol, Polyvinylchlorid, Polymethylmethacrylat, Polycarbonat, Polyethylen, Polypropylen oder Polyethylenterephthalat),
- als einschichtige *Solo- oder* mehrschichtige *Verbundfolien*,
- selbst siegelfähig oder, wie Polypropylen, mit dünnen, z. B. 1 µm dicken *Heißsiegelschichten* (häufig Polyethylen),
- mit dünnen, ca. 25–40 nm dicken anorganischen *Permeationssperrschichten* (überwiegend Aluminium, aber auch Aluminium- oder Siliziumoxid, SiO<sub>x</sub> mit x = 1,5–1,7),
- *corona- bzw. plasmabehandelt* (zur Haftungsverbesserung beim Kaschieren, Beschichten oder Bedrucken),
- *antistatisch* ausgerüstet,
- *mono- oder biaxial gereckt* (verstreckt bzw. orientiert),
- *eingefärbt* (z. B. mit Titandioxid als Weiß- oder Ruß als Schwarzpigment)

usw. zu erhalten [Nent00]. Dünne Verpackungsfolien beispielsweise sind faktisch mikrotechnische Halbzeuge zu Bruchteilen der Preise der häufig schon sehr günstigen makroskopischen Waren, wie z. B. Nahrungsmittel, welche sie umgeben. Das Potenzial solcher dünnen Folien für die Mikrotechnik zu erschließen, z. B. als Membranen, ist ein wesentlicher Antrieb für den Versuch der Überführung des Thermoformens in die Mikrotechnik im Rahmen dieser Arbeit. Dieses mikrotechnische Thermoformen bzw. so genannte ‚Mikrothermoformen‘ soll thermoplastische Folien zu polymeren, dreidimensionalen und hohlen Membranmikrostrukturen umformen. Zu wahren, weil (überwiegend) geschlossenen Hohlstrukturen werden die offenen Mikroformteile aus dünnen Kunststofffolien allerdings erst durch die, vorzugsweise simultane, Verbindung mit einem Gegenstück wie beispielsweise einem Substrat aus einer dicken Kunststofffolie. Als Fügeverfahren bieten sich die in der Verpackungsindustrie vorherrschenden Verbindungsverfahren für thermogeformte Teile, das thermoplastische Schweißen [Saec98] und das Heißsiegeln [Illl97] [Nent00] [Thro99], an. In einem **2. Ansatz** für ein Verfahren zur Herstellung von polymeren, dreidimensionalen Membranmikrostrukturen soll nun ein Verfahren auf der Grundlage von thermogeformten und gleichzeitig bzw. nachfolgend auf ein Kunststoffsubstrat geschweißten bzw. heißgesiegelten Kunststofffolien entwickelt werden

[Truc01] [Truc01a] [Truc02] [Truc02a]. Dabei wird für die Auswahl von Verfahrensdemonstratoren weniger auf die Vorführung des durch Thermoformen unzweifelhaft fertigmachen Merkmals einer dreidimensionalen Gestalt als vielmehr auf die Vorführung des bezüglich seiner Herstellbarkeit anspruchsvolleren Merkmals einer Hohlform abgehoben.

Entsprechend den beiden vorgestellten Ansätzen für 3-D-Fertigungsverfahren unterteilt sich die Arbeit zwischen dem Kapitel 1 ‚Einleitung‘ und dem Kapitel 4 ‚Zusammenfassung und Ausblick‘ in 2 große, diese Ansätze thematisierende Kapitel 2 und 3.

Für den **1. Ansatz** für ein Verfahren zur Herstellung von polymeren, dreidimensionalen Membranmikrostrukturen werden in Kapitel 2, nach einer kurzen Darstellung des Stands der Technik, Vorüberlegungen speziell auch zu primitiven geometrischen Grundformen für solche 3-D-Mikrostrukturen angestellt. Mehrere Membranmaterialien werden vorgestellt und auf ihre Eignung für die Realisierung der Strukturen untersucht. Für das strukturierte Verbinden bzw. Trennen der Membranen werden zum einen verschiedene Haft- und Antihafschichtpaare getestet und wird zum anderen eine neue, so genannte ‚parallele Opferschichttechnik‘ erprobt. Für das Auffalten der Hohlstrukturen durch Aufpumpen werden Druckanschlüsse entwickelt. Mit den Ergebnissen aus den angeführten Vorversuchen werden 2 Formdemonstratoren in Gestalt eines Mikrokanals und eines freigespannten Hohlbalkens zur Verifizierung der prinzipiellen Machbarkeit und Visualisierung der charakteristischen Geometrie dieser 3-D-Mikrostrukturen gebaut. Schließlich wird zur Veranschaulichung einer denkbaren Anwendung der Mikrostrukturen mit den Resultaten aus dem Bau der Formdemonstratoren ein Funktionsdemonstrator in Gestalt eines pneumatisch angetriebenen ‚Mikrofingers‘ aufgebaut.

Für den **2. Ansatz** werden in Kapitel 3, ebenfalls nach einer kurzen Darlegung des Stands der Technik, die für das Verständnis des Mikrothermoformens relevanten technologischen Grundlagen des makroskopischen Thermoformens behandelt. Das Mikrothermoformen wird als Verfahren zur Herstellung polymerer fluidischer Mikrostrukturen eingeführt. Zur Abschätzung der Machbarkeit des Mikrothermoformens werden, aufsetzend auf einer Materialcharakterisierung eines typischen Thermoformhalbzeugs bei Umformtemperatur, FEM-Simulationen (Finite-Elemente-Methode) des eigentlichen Formvorgangs gerechnet. Es werden einfache Werkzeuge für das Mikrothermoformen entwickelt. Für die Herstellung von Demonstratoren werden Halbzeuge, verschiedene thermoplastische Folien, Kunststoffsubstrate und eine haftvermittelnde Heißsiegelschicht, getestet. Schließlich werden Demonstratoren, unter anderem flexible Chips für die Kapillarelektrophorese (CE, Capillary Electrophoresis) [Harr92] [Manz92] mit 4 x 4 CE-Strukturen, gebaut.

Die Arbeit schließt in Kapitel 4 mit einer Zusammenfassung der wichtigsten Ergebnisse aus den beiden Ansätzen für neue 3-D-Fertigungsverfahren und einem Ausblick auf eine potenzielle zukünftige Weiterentwicklung der Ansätze.



## 2 Herstellung dreidimensionaler Mikrostrukturen aus strukturiert miteinander verbundenen und verwölbten Polymermembranen

### 2.1 Stand der Technik

Wie bereits in Kap. 1 angeführt, hat die Vorgehensweise der Herstellung von dreidimensionalen Hohlstrukturen mittels z. B. durch Druckluft verwölbter Polymermembranen bisher kaum Eingang in die Mikrotechnik gefunden. Im Folgenden ist der einzig bekannten Annäherung an diese Verfahrensweise in der Mikrotechnik zur Verdeutlichung des Potenzials dieses Prinzips eine Umsetzung desselben in der Feinwerktechnik nachgestellt.

Für die aerodynamische Flugsteuerung wurden Mikrobalkenaktoren vorgeschlagen [Gros98]. Hierbei wird eine Membran aus Siliconkautschuk pneumatisch gegen einen Siliziumwafer ausgewölbt. Dies erfolgt über mittels anisotropem Siliziumätzen von der Substratrückseite her eingesetzte Durchgangslöcher für die Druckluftbeaufschlagung lediglich in einem kleinen Bereich um die Löcher herum. Die bereichsweise Trennung der Membran und des mit Siliziumnitrid beschichteten Substrats gelingt durch eine auf dem Siliziumnitrid strukturierte Schicht aus ‚Parylen C‘ (Poly-p-Xylylen) als Antihafschicht gegenüber dem Siliconkautschuk. Die Mikrobalkenaktoren sind auf den beiden Flügelnasen eines Deltaflügels angebracht. Dort beeinflussen sie mit ihrer Auslenkung aus der Ebene der Tragflächenaußenhaut den Ablösungspunkt der dünnen Grenzschicht nahe der Flügelvorderkante und die Entwicklung von Vorderkantenwirbeln. Diese Wirbel haben für große Anstellwinkel einen erheblichen Anteil am Gesamtauftrieb. Über die Manipulation der Wirbelsymmetrie lässt sich somit ein aerodynamisches Kipp-, Gier- oder Rollmoment erzeugen. Kleine Oberflächenstörungen bewirken über eine fluidische Verstärkung große aerodynamische Steuermomente. Die aufgezeigte Architektur einer gebietsweise gegen ein Substrat ausgewölbten Membran eignet sich für eine große Zahl von Aktoren aus dem Bereich der adaptiven Oberflächen.

In der Medizintechnik wurden flexible pneumatische und fluidische Miniaturmanipulatoren bzw. -aktoren vorgestellt [Schu97] [Schu99]. Hierzu werden durch Heizelement-Wärmekontaktschweißen (elektrische Widerstandsheizung) oder Laserstrahlschweißen Halbzeuge in Form von thermoplastischen Folien beispielweise aus Polypropylen im Allgemeinen paarig miteinander zu Einzelstrukturen des Typs Speichervolumen mit Versorgungskanal verbunden. Die Einzelstrukturen wiederum können miteinander zu geschichteten Zwischenstrukturen verbunden werden. Die Zwischenstrukturen können schließlich mit weiteren Form- und Funktionselementen zu einer Gesamtstruktur kombiniert werden. Diese ist durch das Aufpumpen von Gruppen der ursprünglich ebenen Einzelstrukturen mittels gasförmiger oder flüssiger Medien über die normale Expansion und laterale Kontraktion der Aktorkammern zu komplexen räumlichen Bewegungen fähig. Die auf solchen ‚pneumatischen oder hydraulischen Muskeln‘ basierenden Systeme konnten ihre

Eignung für medizintechnische Produkte wie etwa endoluminale Systeme [Schu98] oder Funktionshandprothesen [Schu00] unter Beweis stellen.

## 2.2 Szenarien und Strategien

Abb. 2-1 zeigt schematisch 2 primitive geometrische Grundformen (a) (b) für dreidimensionale Mikrohohlstrukturen aus Polymermembranen. In einer 1. Grundform (a1) sind eine nicht notwendigerweise strukturierte Membran und ein Substrat strukturiert miteinander zu einem Hohlraum verbunden. Durch die ‚Einspannung‘ der lateralen Strukturränder kann das Hohlvolumen erst durch eine hohe Zugbelastung der Membran ausgebildet werden. Zu einem akzeptablen Verhältnis von aufgewandter Fläche zu nutzbarem Volumen braucht es die gezeigte Variante (a2) mit einer Membran aus einem stark elastisch (z. B. Siliconkautschuk) oder plastisch (z. B. einige Fluorpolymere) dehnbaren Polymer. In einer 2. Grundform (b1) sind 2 notwendigerweise strukturierte Membranen strukturiert miteinander zu einem Hohlraum verbunden. Durch die Freiheitsgrade der lateralen Strukturränder kann das Hohlvolumen schon durch eine niedrige Biegebelastung der (realen, nicht idealen) Membranen ausgebildet werden. Beim Aufpumpen beispielsweise geht über die Umwandlung von Volumenenergie des Gases in Formänderungsenergie der Membranen die normale Expansion mit einer lateralen Kontraktion der Struktur einher [Schu99]. Auf der gleichen Grundfläche wird bei der 2. (b1) gegenüber der 1. Basisgeometrie (a1) bei kleinerem mechanischen Stress ein größeres Hohlvolumen dargestellt. In einer Variante (b2) sieht man die Doppelmembran statt strukturiert mit dem Substrat verbunden

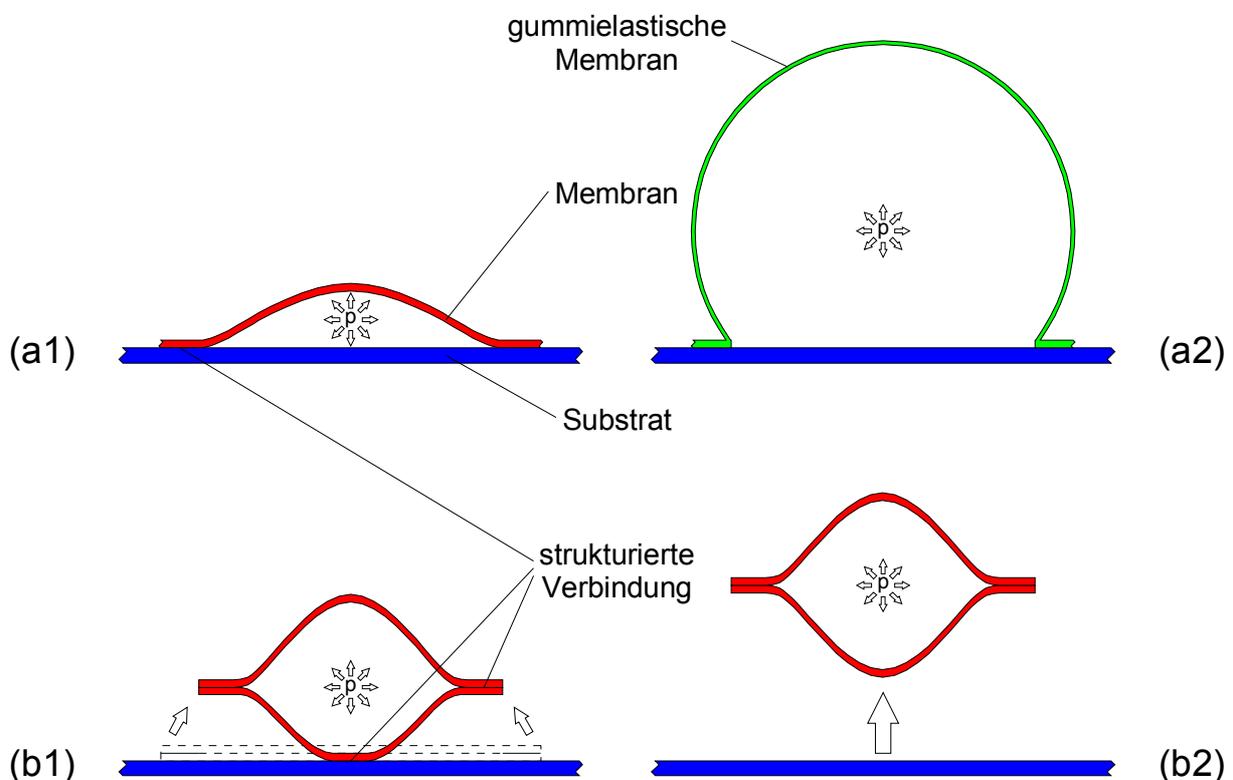


Abb. 2-1 Geometrische Grundformen für dreidimensionale Mikrohohlstrukturen aus Polymermembranen

vollständig von diesem abgelöst. An Stelle einer durchgängigen Verbindung der Doppelmembran mit dem Substrat ist auch eine lediglich abschnittsweise Verbindung mit dem Substrat in Richtung der (gedachten) Strukturlängsachse denkbar.

Neben den Membranen und dem Substrat gehören zu diesen Strukturen in der Regel weitere, in Abb. 2-1 nicht dargestellte Funktionselemente. Dies können Dünnschichten für das strukturierte Verbinden bzw. Trennen der Membranen bzw. der Membran und des Substrats wie z. B. Haft- und Antihafschichtpaare oder Opferschichten sein. Auch können dies Druckanschlüsse zum Aufpumpen der Strukturen mit gasförmigen oder flüssigen Medien sein. Dies können anfänglich flüssige, aushärtbare Polymere zum Stabilisieren der Strukturen von innen her sein. Oder dies können, in Entsprechung zum AMANDA-Verfahren [Scho98] [Scho98a] [Scho99], abgeformte oder spritzgegossene Kunststoffgehäuse sein, die durch Kapillar- oder Kammerkleben an den Strukturen in Form von vom Substrat ablösbaren Doppelmembranen (b2) befestigt und in der Folge im Verbund mit den Membranen vom Substrat abgehoben werden.

In Kap. 1 wurden schon erste Hinweise auf potenzielle Einsatzfelder für die dreidimensionalen Mikrohohlstrukturen aus Polymermembranen, wie z. B. die Mikrofluidik, gegeben. So könnten diese Hohlstrukturen die Leitung und Speicherung von Gasen und Flüssigkeiten übernehmen. Substratgebundene Hohlvolumina aus Membranen könnten teilweise das Deckeln von offenen zu geschlossenen Kavitäten und speziell von kleinen Kanälen im Substrat durch Kleben, thermoplastisches Schweißen, Waferbonden usw. ersetzen. Mögliche Anwendungsgebiete der Mikrostrukturen ergeben sich aus ihren Charaktermerkmalen. Typisch für diese Strukturen ist unter anderem, dass sie

- von Freiformflächen berandet sind,
- (für mikrotechnische Strukturen) eine große Höhe und ein großes Volumen haben, dass sie
- hohl und dann auch von geringer Masse (bezogen auf den umbauten Raum) sowie
- in sich sehr beweglich sein können.

Diese Eigenschaften lassen sie für eine Vielzahl von mikrotechnischen Funktions- bzw. Formelementen oder Komponenten geeignet erscheinen, wie beispielsweise

- in der Mikromechanik für pneumatische oder hydraulische Dämpfungs- und Stellglieder,
- in der Mikrofluidik für Ventile und ventilbasierte Pumpen, siehe unten, oder für Schwebekörper,

- in der Mikroelektronik für pneumatisch verstellbare Kondensatoren und Spulen sowie
- in der Mikrooptik für Parabolspiegel mit pneumatisch verstellbarer Krümmung für einen variablen Focus.

Speziell in der Fluidik kann man aus dem Tatbestand, dass die Membranhohlstrukturen aus der Ebene heraus entwickelt werden, Nutzen ziehen. Mikroventile und ventilbasierte Mikropumpen, welche auf dem Schließen bzw. Öffnen des Leitungsquerschnitts eines flexiblen Mikroschlauchs aufbauen, sind im gesperrten Zustand bevorzugt für den Fall eines aus 2 Membranen im Ebenen gebildeten Schlauchs dicht.

Die Morphologie speziell der aus 2 Membranen bestehenden Strukturen ist der Struktur vieler biologischer Systeme, welche zu erheblichen Teilen Membrankonstruktionen sind, ähnlich. So könnten diese Membranstrukturen auch bionische Ansätze verwirklichen helfen.

Die Auffaltung der flächigen zu volumenbehafteten Membranstrukturen kann z. B. durch Aufpumpen mit gasförmigen oder flüssigen Medien von einem Druckspeicher oder einer Pumpe aus über einen Druckanschluss und für Flüssigkeiten zusätzlich durch Kapillarwirkung erfolgen. Das pneumatische oder hydraulische Aufpumpen geschieht dabei seriell, das heißt fortlaufend entlang der Struktur-Längsachse. Statt seriell könnten die Membranstrukturen aber auch parallel aufgefaltet werden. So ist in Analogie zu biologischen Zellen auch ein hydraulisches Aufpumpen per Osmose denkbar. Pflanzenzellen realisieren in sich osmotische Drücke bis über 200 bar [Römp95]. Das osmotische Aufpumpen ließe sich in idealer Weise mit einer neuen, in Kap. 2.4.2 vorgestellten so genannten ‚parallelen Opferschichttechnik‘ zur strukturierten Trennung der Membranen bzw. der Membran und des Substrats kombinieren. Ungeeignet für eine volumenschaffende Auffaltung auch der leichter aufwölbaren Doppelmembranstrukturen erscheint dagegen ein elektrostatischer Antrieb mit den Membranen als Elektroden. Wegen der reziproken Beziehung zwischen der Kraft auf die Membranelektroden und dem Membranabstand sind für große Abstände sehr hohe Elektrodenspannungen notwendig. Thermisch bimorphe Membranen und bimorphe Membranen auf der Basis intrinsisch elektrisch leitfähiger Polymere [Smel93] [Smel95] hingegen stellen kräftige Antriebe zur Membranauslenkung in den Membranen selbst dar.

Zur mechanischen Stabilisierung der aufgefalteten Strukturen können diese beispielsweise mit aushärtbaren flüssigen Polymeren innen befüllt oder außen vergossen werden. Mit Galvanikstartschichten auf den Membranen könnten zur Versteifung dünne Metallschichten aufgalvanisiert werden. Eine thermoplastische Fixierung einer frei aufgepumpten Hohlstruktur ähnlich dem Freiformblasen [Illii97] [Thro99] bzw. einem Hohlkörperblasen ohne Blasform scheint zumindest vorstellbar, wenn auch nur schwer kontrollierbar.

Es sollen nun nach Vorversuchen zu Membran(materiali)en, zur strukturierten Verbindung bzw. Trennung derselben und zu Druckanschlüssen Demonstratoren für die oben vorgestellten geometrischen Grundformen (a) (b2) der Mikrostrukturen gebaut werden. Diese sollen über Druckanschlüsse pneumatisch und hydraulisch aufgepumpt werden und durch Befüllung mit aushärtbaren Flüssigpolymeren stabilisiert werden.

## 2.3 Membranen

Für die Herstellung der dreidimensionalen Mikrostrukturen sind Polymermembranen mit einer Dicke von 10 µm und kleiner, eventuell mit der Möglichkeit für eine einfache Strukturierung derselben erforderlich. Bei den in einem Extrusions- oder Gießverfahren hergestellten Kunststofffolien ist im vorgenannten Dickenbereich die Verfügbarkeit bezüglich eng gestufter Dicken eingeschränkt. Auch ist die Handhabung dieser dünnen Folienhalbzeuge ohne Hilfseinrichtungen eher schwierig. Dagegen lassen sich durch Aufschleudern von Polymerlösungen oder -dispersionen gefertigte Membranen in ihrer Dicke stufenlos in weiten Bereichen einstellen. Weiterhin sind die Membranen mit Hilfe des Substrats als Transport- und Montageunterlage einfach handhabbar. Die Strukturierung der Folienhalbzeuge mittels Feinstanzen [Kais00] bzw. Mikrostanzen für die Herstellung kleiner Stückzahlen verschiedener Demonstratoren ist kaum leistungsfähig. Die Strukturierung von aufgeschleuderten Membranen aus fotosensitiven Polymerlösungen mittels optischer Lithografie jedoch kann mit Hilfe von Folienmasken aus Fotofilm sehr flexibel dargestellt werden. Aus vielfachem Grund besitzen aufgeschleuderte Membranen gegenüber Folienhalbzeugen ein größeres Miniaturisierungspotenzial. Dies gilt speziell auch mit Blick auf die Realisierung einer strukturierten Verbindung bzw. Trennung der Membranen, siehe Kap. 2.4.

In Vorversuchen für die Fertigung der Demonstratoren wurden nun diverse unstrukturierte und über eine Folienmaske fotolithografisch strukturierte thermoplastische und elastomere Polymermembranen in Schichtdicken von 5–10 µm durch Aufschleudern hergestellt. Das Strukturbild auf dem ‚digitalen Fotofilm‘ hat eine für die Demonstratorfertigung ausreichende Strukturauflösung von etwa 1200 dpi bzw. von  $25,4 \cdot 10^3 / 1200 \approx 21,2 \mu\text{m}$  in beiden lateralen Dimensionen. Der Film hat in den transparenten Zonen einen bei UV-Licht der Wellenlänge 405 nm gemessenen Transmissionsgrad von etwa 85 %. Die Fertigung erfolgte vorwiegend auf mit 75 nm Gold bedampften oder besputterten, thermisch oxidierten Siliziumsubstraten. Dabei ist die Adhäsion zwischen der Goldschicht und der Siliziumdioxidschicht auf der Oberfläche des Siliziumwafers relativ gering. So ließen sich dann die Membranen zur überschlägigen Beurteilung ihrer mechanischen Eigenschaften mittels aufgeklebter Rahmen vom Substrat abheben. Die Membranmaterialien werden im Folgenden vorgestellt und auf ihre Eignung für die Herstellung der Demonstratoren untersucht.

### 2.3.1 Fluorpolymere PTFE, FEP und THV

Es wurden Membranen aus Polytetrafluorethylen (Kurzzeichen PTFE) TF 5050 („Teflon“), aus Tetrafluorethylen-Hexafluorpropylen-Copolymer (Kurzzeichen FEP) FEP 6300X und aus Tetrafluorethylen-Hexafluorpropylen-Vinylidenfluorid-Copolymer (Kurzzeichen THV) THV 340D der Firma Dyneon gefertigt. Während es sich bei den Terpolymeren FEP und THV um echte thermoplastische Kunststoffe handelt, trifft dies auf das Homopolymer PTFE im thermomechanischen Sinn nicht zu. Die hohe Schmelzeviskosität von der Kristallitschmelze ab 327 °C bis zur thermischen Zersetzung ab etwa 400 °C lässt keine thermoplastische Verarbeitung zu. Das Ausgangsmaterial zur Membranherstellung ist jeweils eine wässrige Dispersion des Fluorpolymers mit Partikelgrößen von ungefähr 100–200 nm. Die

Membranen wurden durch Aufschleudern, Trocknen und druckfreies Sintern bzw. Backen gefertigt. Während bei PTFE bzw. FEP hierzu Temperaturen von ca. 375 °C bzw. 325 °C notwendig werden, sind bei THV für das thermoplastische Aufschmelzen schon Temperaturen von ca. 200 °C ausreichend. Eine vielfach dokumentierte Eigenheit von PTFE, die Offenporigkeit von freigesinterten Schichten [Rumm99], kann für den Fall eines fluidischen Betriebs der Membranstrukturen aus diesem Material nachteilig sein. Das Phänomen der Offenporigkeit verschwindet bei den Copolymerisaten FEP und THV. Die Handhabung der Dispersionen war problembehaftet. Verklumpungen der dispersen Phase und Luftblasen im Dispersionsmittel verursachten kometenschweifartige Fehlstellen in der Membran. Die Verklumpungen machen Filter aus Seidengaze notwendig [Dada99]. Speziell die FEP-Dispersion neigte auch bei einem langsamen Verdampfen der Wasserphase auf einigen Untergründen zur Ausbildung von Rissen bei eben diesem Prozessschritt. Zusätzliches Netzmittel in der Dispersion bringt hierbei keine Besserung [Bläd99]. Problematisch war auch die erhöhte Staubentwicklung im Reinraum durch nach dem Aufschleudern auf dem Substrat und im Spin Coater lose liegende und in der Folge aufgewirbelte Polymerpartikel.

Mit den obigen Fluorpolymeren lassen sich große plastische Dehnungen bei kleinen Dehnsteifigkeiten erreichen. Die Reißdehnungen von Material ähnlich dem verwendeten Material liegen klar über 300 %, die Anfangsmoduln von PTFE, FEP und THV in der Regel unter 750 N / mm<sup>2</sup>. Abb. 2-2 zeigt die Spannungs-Dehnungs-Kurve von einer 1 mm dicken Probe aus PTFE Dyneon TF 2071, welches dem eingesetzten TF 5050 ähnlich ist, bei Raumtemperatur [Dyne98]. In Verbindung mit der Tatsache, dass die vorliegenden

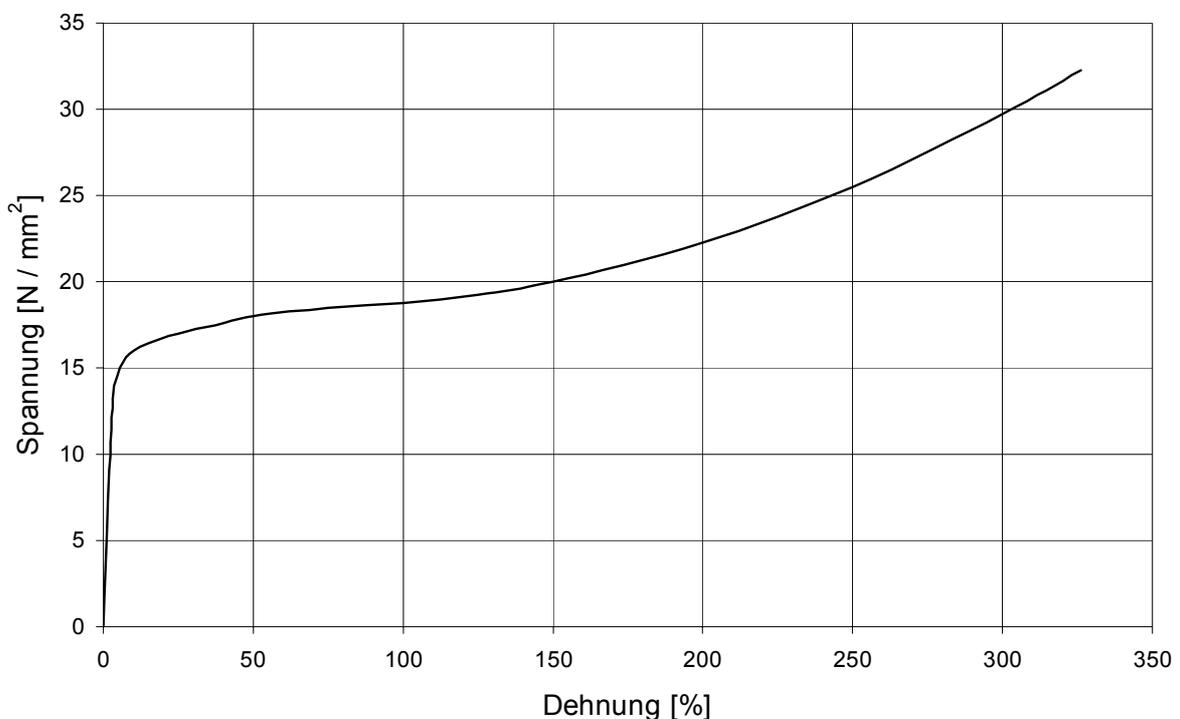


Abb. 2-2 Spannungs-Dehnungs-Kurve von PTFE Dyneon TF 2071 [Dyne98]

Fluorpolymere nicht fotostrukturierbar sind, empfehlen sie sich für 3-D-Membranmikrostrukturen bestehend aus einem Substrat und einer unstrukturierten Membran, wie in Kap. 2.2 vorgeschlagen und in Kap. 2.6.1 mit PTFE umgesetzt.

### 2.3.2 Siliconkautschuk

Auch wurden Membranen aus additionsvernetzendem, raumtemperaturvernetzenden, 2-komponentigen Siliconkautschuk (RTV-2-Siliconkautschuk) (Kurzzeichen Q bzw. SiR, Silicon Rubber) Elastosil RT 604 der Firma Wacker gefertigt. Siliconkautschuk ist ein elastomerer Kunststoff. Das Ausgangsmaterial zur Membranherstellung ist eine flüssige, platinkomplekxkatalysatorhaltige Methyl-Vinyl-Silicon-Polymerkomponente A zusammen mit einer ebenfalls flüssigen, wasserstoffhaltigen Vernetzerkomponente B. Die Membranen wurden durch Mischen der A- mit der B-Komponente, anschließendes Entgasen der untergemischten Luft, Aufschleudern des Gemischs und Aushärten bzw. Vulkanisieren bei Raumtemperatur oder erhöhter Temperatur gefertigt. Auch ohne strukturelle Poren hat Silicongummi im Vergleich zu anderen Elastomeren eine sehr hohe Gasdurchlässigkeit [Wack96]. Problematisch an dem zweikomponentigen Silicon kann die Kontaminierung von Reinräumen mit der dehässiven, flüssigen Einzelkomponente sein.

Mit dem Siliconkautschuk lassen sich große elastische Dehnungen bei sehr kleinen Dehnsteifigkeiten erzielen. Die Reißdehnung von Siliconkautschuk liegt im Allgemeinen deutlich über 100 %. In Verbindung mit der Tatsache, dass der vorliegende Siliconkautschuk nicht fotostrukturierbar ist, empfiehlt er sich für 3-D-Membranmikrostrukturen bestehend aus einem Substrat und einer unstrukturierten Membran, wie in Kap. 2.2 vorgeschlagen.

### 2.3.3 Fotostrukturierbares Polyimid

Weiterhin wurden strukturierte Membranen aus fotostrukturierbarem Polyimid (Kurzzeichen PI) Durimide 7005 und 7505 [Arch01] der Firma Arch gefertigt. Es existieren thermoplastische und duroplastische Polyimide. Bei dem vorliegenden Polyimid handelt es sich um ein lineares, unvernetztes Polyimid. Das Ausgangsmaterial zur Membranherstellung ist eine Lösung im Wesentlichen einer fotovernetzbaren Polyimid-Vorstufe (Precursor), eines Fotoinitiators und eines internen Haftvermittlers. Die Polymerlösung ist ein Negativlack. Die Membranen wurden durch Aufschleudern, Softbake, Belichten durch eine Fotomaske, Post Exposure Bake, Post Exposure Delay bei Raumtemperatur, Entwickeln und Härten (Cure) bzw. Imidisieren gefertigt.

Mit den obigen Polyimiden lassen sich mittlere plastische Dehnungen bei eher hohen Dehnsteifigkeiten verwirklichen. Die Reißdehnung beträgt etwa 73–85 %, der Anfangsmodul etwa 2500–2900 N / mm<sup>2</sup>. Abb. 2-3 zeigt die Spannungs-Dehnungs-Kurve von einer 10 µm dicken Probe aus Polyimid Arch Durimide 7505 bei Raumtemperatur [Arch01]. In Verbindung mit der Tatsache, dass die vorliegenden Polyimide fotostrukturierbar sind, empfehlen sie sich für 3-D-Membranmikrostrukturen bestehend aus 2 strukturierten Membranen, wie in Kap. 2.2 vorgeschlagen und in Kap. 2.6.2 und 2.7 umgesetzt.

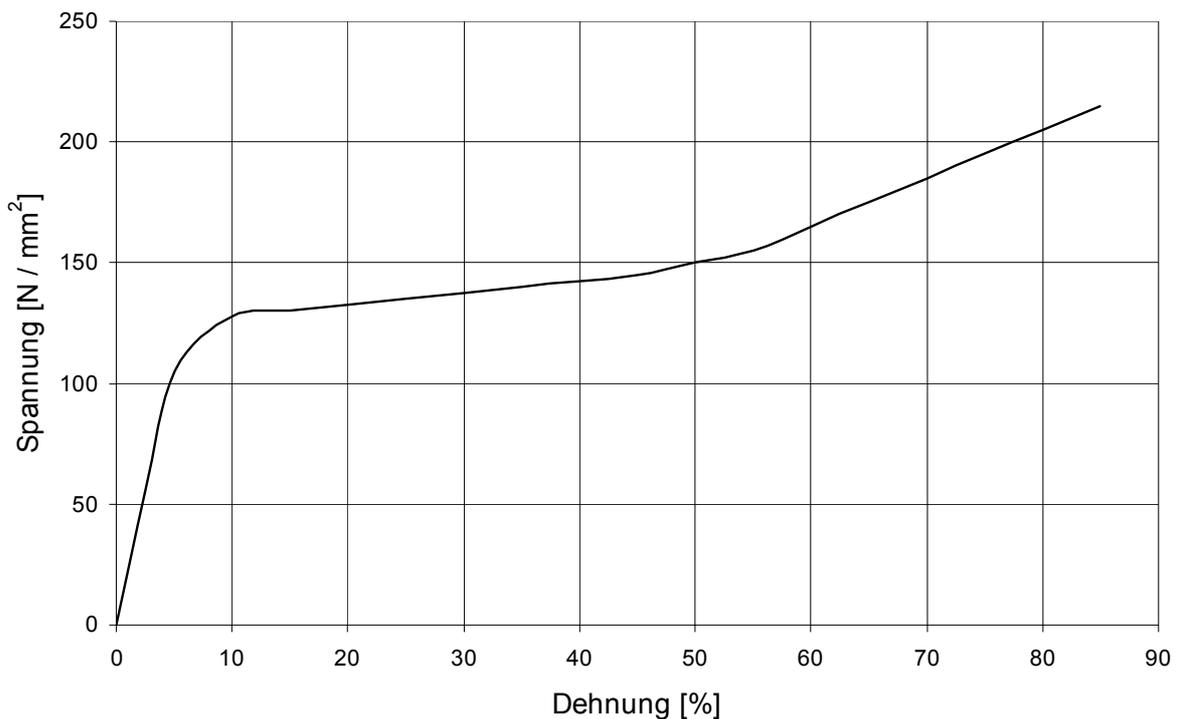


Abb. 2-3 Spannungs-Dehnungs-Kurve von Polyimid Arch Durimide 7505 [Arch01]

### 2.3.4 Fotostrukturierbares Polyisopren bzw. Isoprenkautschuk

Schließlich wurden strukturierte Membranen aus fotostrukturierbarem, cyclisierten, synthetischen Polyisopren bzw. Isoprenkautschuk (Kurzzeichen IR, Isopren Rubber) SC Resist 450 (dynamische Viskosität 450 mPa s) [Arch99] der Firma Arch gefertigt. Polyisopren ist ein elastomerer Kunststoff. Das Ausgangsmaterial zur Membranherstellung ist eine Lösung eines (ali)cyclischen Polyisoprens und eines Fotoinitiators. Die Polymerlösung ist ein Negativlack. Die Membranen wurden durch Aufschleudern, Softbake, Belichten durch eine Fotomaske, Entwickeln und Hardbake (Postbake) gefertigt, siehe Kap. 2.6.2.1.3. Durch die Anwesenheit von ungesättigten Kohlenstoff-Doppelbindungen (C=C) auch im Cyclokautschuk ist dieser stark unbeständig gegen UV-Strahlung und Sauerstoff bzw. Ozon wie z. B. unter atmosphärischen Bedingungen. Bei diesen Konditionen versprödeten Membranen aus dem Isoprenkautschuk innerhalb weniger Wochen. Der Polyisopren- ist gegenüber dem Polyimidnegativlack bezüglich der Kosten für die Polymerlösung bzw. die Lösung der Vorstufe um ca. den Faktor 30 günstiger. Bei der Lagerung und der Verarbeitung ergeben sich weitere erhebliche Kostenvorteile.

Mit dem Polyisopren lassen sich mittlere elastische und plastische Dehnungen bei eher niedrigen Dehnsteifigkeiten realisieren. Die Reißdehnung von Polyisopren liegt im Allgemeinen deutlich über 100 %. In Verbindung mit der Tatsache, dass das Polyisopren fotostrukturierbar ist, empfiehlt es sich für 3-D-Membranmikrostrukturen bestehend aus 2

strukturierten Membranen, wie in Kap. 2.2 vorgeschlagen und in Kap. 2.6.2 und 2.7 umgesetzt.

## 2.4 Strukturierte Verbindung bzw. Trennung der Membranen

Eine strukturierte Verbindung bzw. Trennung der Membranen bzw. der Membran und des Substrats kann auf verschiedene Weise erfolgen. Für Membranen aus Halbzeug in einem eher feinwerktechnischen Ansatz bei niedrigeren Ansprüchen an Strukturgenauigkeit und minimale Strukturgröße kann die strukturierte Verbindung der Membranen durch Schweißen [Schu97] verwirklicht werden. Das bedeutet jedoch eine Beschränkung auf thermoplastische Folienhalbzeuge und Einschränkungen beim Design für den Fall von 2 oder mehr übereinander liegenden Verbindungsebenen. Mittels Laserstrahlschweißen von Polypropylenfolien konnten Versorgungskanäle zu pneumatischen und fluidischen Miniaturmanipulatoren bis zu einer minimalen Breite von ca. 300 µm [Schu00a] bei einer Schweißnahtbreite von ca. 100–200 µm [Schu98] hergestellt werden. Auch ist es denkbar, die Verbindung durch Kleben mit Klebstoffauftrag per Siebdruck zu realisieren. Für aufgeschleuderte Membranen in einem mikrotechnischen Ansatz bei höheren Ansprüchen an Strukturgenauigkeit und minimale Strukturgröße kann die strukturierte Trennung unter Zuhilfenahme der klassischen Opferschichttechnik [Menz97] verwirklicht werden. Diese Technik ist vorwiegend für parallel zur Substratebene bewegte, höhere Mikrostrukturen geeignet. Der von der entfernten Opferschicht zurückbleibende Spalt erlaubt eine, abgesehen von der Luftreibung, reibungsfreie laterale Bewegung. Weiter ist es möglich, die strukturierte Verbindung bzw. Trennung mit Hilfe der Differential Adhesion Method [Smel95] [Smel95a] [Smel99] zu realisieren. Die Differenzialhaftungsmethode beruht auf dem Ansatz, eine Oberfläche über strukturierten Umbau, Schichtauf- oder -abbau so zu modifizieren, dass zu einer auf diese veränderte Oberfläche aufgetragenen Schicht selektiv Zonen mit vergleichsweise hoher und Zonen mit vergleichsweise niedriger Haftung, also Haft- und Antihafschichtpaare entstehen. Diese Methode eignet sich überwiegend für normal zur Prozessebene bewegte Membranmikrostrukturen. Der fehlende Opferschichtspalt gestattet keine reibungsfreie laterale Bewegung. Schließlich ist es möglich, die strukturierte Trennung unter Verwendung einer neuen, parallelen Opferschichttechnik zu verwirklichen. Dabei kann für abgestimmte Kombinationen von Membranen, Substrat, Opferschicht und Löse- oder Ätzmittel der Opferschichtprozess parallel durch die Membranen betrieben werden. Das Löse- oder Ätzmedium erreicht die Grenzschicht zwischen Membran und Opferschicht in der Regel durch Permeation bzw. Diffusion. Für diese ist im stationären Fall nach dem 1. Fick'schen Gesetz [Viet91],

$$q = D \cdot \Delta c \cdot \frac{1}{d}, \quad (2.1)$$

für einen gegebenen (binären) Diffusionskoeffizienten  $D$  und eine Konzentrationsänderung  $\Delta c$  des permeierenden Mediums über der Membran, der Massenstrom  $q$  des Mediums durch die Membran umgekehrt proportional der Dicke  $d$  der Membran. Diese Opferschichttechnik ist damit weniger für höhere Mikrostrukturen, mehr für Membranmikrostrukturen geeignet.

Die konventionelle, serielle Opferschichttechnik hat gegenüber der Differenzialhaftungsmethode im Hinblick auf die Herstellung der polymeren, dreidimensionalen Membranmikrostrukturen einige Nachteile. Eine nur begrenzt dünne, strukturierte Opferschicht bei der klassischen Opferschichttechnik bedeutet deutliche Stufen an den Rändern der strukturierten Trennung. Dabei ist die Dicke der z. B. polymeren oder metallischen Opferschicht bzw. die Höhe der Stufe sowie die Dicke der Membran üblicherweise von der gleichen Größenordnung, und zwar von  $10^0 \mu\text{m}$ . Die in der vorliegenden Arbeit per Aufdampfen oder Sputtern gefertigten Haft- und Antihafschichtpaare haben dagegen Dicken in einer Größenordnung von lediglich  $10^{-2} \mu\text{m}$  bzw.  $10^1 \text{nm}$ . Bei der Membranfertigung stören die Stufen das Aufschleudern des Ausgangsmaterials hinsichtlich einer gleichmäßigen Schichtdicke erheblich. Eine im kantennahen Bereich veränderte Membrangeometrie beeinflusst die Membransteifigkeit und -festigkeit, Letztere z. B. durch Kerbwirkung aus einer abrupten Querschnittsänderung. Das (Auf-)Lösen oder Ätzen einer Opferschicht verlangt eine hinreichend hohe Selektivität in der Beständigkeit von Membranen und Substrat einerseits und Opferschicht andererseits gegen den Löse- oder Ätzmittelangriff. Weiter sind für kurze Prozesszeiten und geringen Angriff von Membran und Substrat durch das Löse- oder Ätzmedium, bei nur endlicher Medienbeständigkeit derselben, zum einen genügend große Kontaktflächen zwischen dem Medium und der Opferschicht im Vergleich zu den lateral hinter diesen Grenzflächen befindlichen Opferschichtvolumina gefordert. Zum anderen ist ein ausreichend hoher Austausch zwischen mit Gelöstem oder Geätztem angereicherten und reinem, unverbrauchtem Medium erforderlich. Beides ist bei möglichst dünnen Opferschichten und bei typischerweise beinahe vollständig umschlossenen Opferschichten, wie z. B. für lange, schmale Mikrokanäle, schwerlich gegeben. Darüber hinaus hat, ebenfalls unter den vorgenannten Konditionen, zur Vermeidung eines Verklebens der losgelösten Membranpartien dem Löse- oder Ätzschritt häufig ein Spül- und Trocknungsschritt zu folgen [Kim98]. Schließlich ist ein Verbleiben von Resten aus dem Löse- oder Ätzprozess in der Hohlstruktur kaum zu vermeiden.

Die parallele Opferschichttechnik vermeidet einige dieser Nachteile. Auf Grund des parallelen Löse- oder Ätzprozesses muss die Opferschicht nur angelöst oder -geätzt werden und kann daher sehr dünn ausfallen. Die im Rahmen dieser Arbeit durch Aufdampfen bzw. Sputtern gefertigten Opferschichten haben, wie schon die Haft- und Antihafschichtpaare, Dicken in einer Größenordnung von nur  $10^1 \text{nm}$ . Jedoch ist die Gefahr des Verklebens von losgelösten Membranpartien bei der neuen gegenüber der konventionellen Opferschichttechnik durch den praktisch fehlenden Opferschichtspalt erhöht.

Die Kombinationen von Membranen sowohl mit Opferschichten als auch mit Haft- und Antihafschichtpaaren ist beschränkt speziell auch durch die Notwendigkeit der chemischen und physikalischen Stabilität dieser Schichten gegen die nachfolgenden Prozesse der Fertigung der diese Schichten abdeckenden Membranen und umgekehrt. So ist z. B. eine polymere Opferschicht aus novolakbasiertem Fotoresist nicht kompatibel mit einer bedeckenden Membran aus Polyimid. Das Lösemittel der Polyimidvorstufe löst den Positivresist und die hohe Imidisierungstemperatur zersetzt ihn thermisch. Ein weiteres Beispiel für eine solche Prozessinkompatibilität ist das wohl aus Thermospannungen resultierende Versagen durch augenscheinlich Ablösung und Bruch von dünnen, auf Polyimidmembranen gesputterten Schichten aus ‚Pyrex‘ bei einer Temperaturlast

entsprechend der aus dem Härten einer bedeckenden Polyimidmembran, siehe Kap. 2.6.2.1.2.

In Vorversuchen für die Fertigung der Demonstratoren wurden nun zum einen für die Differenzialhaftungsmethode verschiedene Haft- und Antihafschichtpaare getestet. Zum anderen wurden für die parallele Opferschichttechnik mit Flusssäure als Ätzmittel verschiedene Kombinationen von dünnen Opferschichten und für das Ätzmedium durchlässigen Membranen erprobt.

### 2.4.1 Haft- und Antihafschichten für die Differenzialhaftungsmethode

Tab. 2-1 zeigt Haft- und Antihafschichtpaare für die Differenzialhaftungsmethode aus der Kombination von PVD-Schichten (Physical Vapor Deposition), Polymermembranen und typischen MST-Substraten. Dabei sind in der linken Spalte der Tabelle die ‚unteren‘ Schichten, in der oberen Reihe der Tabelle die auf die unteren Schichten aufgebrachten, ‚oberen‘ Schichten des jeweils zweilagigen Schichtstapels aufgeführt. Die Substrate waren polierte Standard-Siliziumwafer und thermisch oxidierte Siliziumwafer mit einer Dicke der Siliziumdioxidschicht von 1 µm. Die PVD-Schichten waren gesputterte Pyrex-Schichten,

obere Schicht / untere Schicht		PVD-Schicht				Membran			
		Pyrex	Au	Cr	Ti	Polyimid	Isopren- kautschuk	PTFE	Silicon- kautschuk
Substrat	Si	+	- <sup>d)</sup> , 0 <sup>s)</sup>	+	+	+	0	0	-
	SiO <sub>2</sub> <sup>1)</sup>	+	-	+	+	+			-
PVD-Schicht	Pyrex	+	-	+	+	+			-
	Au		+	+	+	+	0 ... +	0 ... +	-
	Cr	+	+	+		/	/	/	/
	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>		- ... 0 <sup>d)</sup> , + <sup>s)</sup>			+			-
	Ti		+		+	/	/	/	/
	TiO <sub>2</sub>					+			
Membran	Polyimid	- ... 0	- ... 0	+	+	+			
	Isopren- kautschuk						+		
	PTFE							+	
	Silicon- kautschuk			-					-

+ ..... relativ hohe Haftung bzw. Haftschnittpaar

0 ..... indifferente Haftung

- ..... relativ niedrige Haftung bzw. Antihafschichtpaar

/ ..... prozesstechnisch nicht verfügbar

<sup>d)</sup> ..... aufgedampft

<sup>s)</sup> ..... gesputtert

<sup>1)</sup> ..... thermisch oxidiertes Silizium

Tab. 2-1: Haft- und Antihafschichtpaare für die Differenzialhaftungsmethode

siehe Kap. 2.6.2.1.2, und aufgedampfte oder gesputterte Gold-, Chrom- und Titanschichten. Als Aufdampfanlage stand eine Univex 450 der Firma Leybold mit Elektronenstrahlverdampfungsquelle und als Sputteranlage eine Z 400 von Leybold, eine RF-Sputteranlage mit Magnetronkathoden und der in der vorliegenden Arbeit nicht in Anspruch genommenen Möglichkeit zum Bias-Sputtern, zur Verfügung. Die Aufdampf- bzw. Sputterraten betragen zwischen 2 und 10 Å / s, die Argonpartialdrücke beim Sputtern lagen zwischen 2 und  $4 \cdot 10^{-3}$  mbar. Außer beim Pyrex-Sputtern wurde der Substrathalter nicht beheizt. Chromoxid ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$  und eventuell andere gleichzeitig vorliegende Chromoxide) und Titandioxid entstanden aus elementarem Chrom und Titan durch Lagerung unter atmosphärischen Bedingungen bei Reinraumklima (23 °C, kleiner 50 % relative Feuchte) oder durch ein kurzes Sauerstoffplasma niedriger Leistung (100 W, 10 min). Die Membranen waren Polyimid-, Polyisopren-, PTFE- und Siliconkautschukmembranen, siehe Kap. 2.3. PTFE als untere Schicht lag sowohl unmodifiziert als auch aktiviert durch ein kurzes Sauerstoffplasma niedriger Leistung (100 W, 5 min) vor.

In Tab. 2-1 steht ‚+‘ für eine relativ hohe Haftung bzw. für ein Haftschichtpaar. ‚0‘ steht für eine mittlere bzw. hier besser indifferente Haftung. ‚-‘ steht für eine relativ niedrige Haftung bzw. für ein Antihafschichtpaar. Die Begriffe ‚relativ hoch‘, ‚indifferent‘ und ‚relativ niedrig‘ bemessen sich für PVD-Schichten als obere Schichten nach einem Scotch- bzw. Tesa-Tape-Test [Pulk99]. Hierbei wird ein auf die obere Schicht des Schichtstapels z. B. mit einem weichen Tuch möglichst luftblasenfrei angedrücktes bzw. aufgestrichenes Klebeband z. B. mit einer Pinzette von einer Seite aus bei möglichst gleichbleibendem rechtwinkligen Abzugswinkel und gleichbleibender Abzugsgeschwindigkeit wieder abgezogen. In der oben angeschriebenen Reihenfolge meinen die Begriffe zur Haftungscharakterisierung dann, dass die obere Schicht vollständig an der unteren, teilweise an der unteren und teilweise am Tape oder vollständig am Tape verbleibt. Dieser Test ist zwar eher primitiv, hier aber hinreichend aussagekräftig. Die Schälbelastung aus dem Tape-Test ist mit der beim Aufpumpen der Membranstrukturen vergleichbar. So kann für den Fall relativ hoher bzw. niedriger Haftung eines Schichtpaars beim Test mit dessen unterbleibender bzw. auftretender, erwünschter oder unerwünschter Delaminierung beim Aufpumpen einer unter Verwendung dieses Schichtpaars hergestellten Membranhohlstruktur gerechnet werden. Beurteilt man bei reproduzierbarem Andrücken und Abziehen des Klebestreifens im Fall indifferenter Haftung die Flächenverhältnisse der an der unteren Schicht und am Klebeband verbliebenen oberen Schicht, dann ist der Test durchaus auch für eine semiquantitative Aussage gut. Das gleiche gilt im Fall indifferenter und relativ niedriger Haftung für die zum Abziehen des Klebebands benötigte Kraft. ‚/‘ steht für ein prozesstechnisch nicht verfügbares Schichtpaar, dies auf Grund der Tatsache, dass unedle Metalle wie Chrom und Titan außerhalb des Vakuums der PVD-Anlage unter atmosphärischen Bedingungen oberflächlich schon nach kurzer Verweildauer nicht mehr elementar sondern nur noch in oxidiert oder passivierter Form vorliegen.

Quarz- und Floatglassubstrate und reaktiv gesputterte Siliziumoxidschichten ( $\text{SiO}_x$  mit  $x \approx 2$ , Prozessgas Argon mit Sauerstoff im Volumenverhältnis 9 : 1) zeigten z. B. unter gesputterten Gold- und Chromschichten vergleichbare Haftungseigenschaften wie das thermisch oxidierte Siliziumsubstrat und die gesputterte Pyrex-Schicht.

Nicht verwendet wurde, aber der Vollständigkeit halber erwähnt werden soll rußförmiger Kohlenstoff als Antihafschicht. Eingesetzt wird diese Kohlenstoffantihafschicht als gesputterte Schicht von nur losem Zusammenhalt und geringer Haftfestigkeit zwischen einem Siliziumsubstrat und einer von diesem abhebbaren, gesputterten Titanträgerfolie für Synchrotronstrahlungs-Absorbermasken in der Röntgentiefenlithografie des LIGA-Verfahrens.

#### 2.4.2 Opferschichten und Membranen für die parallele Opferschichttechnik mit Flusssäure als Ätzmittel

Silizium bildet auf Grund seiner hohen Affinität zu Sauerstoff unter atmosphärischen Bedingungen eine wenige Nanometer dicke Oxidschicht aus [Gerl97]. Siliziumdioxid kann mit Flusssäure geätzt werden [Köhl98]. Mit dem sehr dünnen Siliziumdioxid als Opferschichtmaterial, dem Ätzmittel Flusssäure und Polyimid als einem für das Ätzmittel permeablen Membranmaterial könnte nun ein paralleler Opferschichtprozess betrieben werden. So konnte, eventuell auf Basis eben dieses Prozesses, in einem ersten Vorversuch eine auf ein 4"-Siliziumsubstrat aufgeschleuderte, 5 µm dicke Polyimidmembran von diesem nach Einlegen des beschichteten Substrats in 10%ige Flusssäure bei Raumtemperatur und für ca. 10 min schadensfrei durch Abziehen abgelöst werden [Wulf00]. In Wasser dagegen konnte die Membran vom Substrat nicht bzw. nur zerstörend durch Abkratzen abgelöst werden. Dieser Versuch wurde mit einer 5 µm dicken Polyisoprenmembran erfolgreich wiederholt, ebenso wie mit einem thermisch oxidierten und einem mit 75 nm Titan beschichteten Siliziumsubstrat. Titan kann, wie Siliziumdioxid, mit Flusssäure geätzt werden [Köhl98]. Auch von einem mit 75 nm Chrom beschichteten Siliziumsubstrat und von einem Substrat aus Aluminiumoxidkeramik konnte die Polyimidmembran schadensfrei abgelöst werden. Chrom kann jedoch mit (verdünnter) Flusssäure nicht geätzt werden [Mane88]. Das spricht für einen anderen Mechanismus zur Herabsetzung der Haftung zwischen Membran und Substrat als durch Anätzen der Opferschicht, möglicherweise durch Umbau der haftvermittelnden Grenzschicht zwischen Membran und Substrat. Die Lösung der Polyimidvorstufe enthält einen internen Haftvermittler auf siliziumorganischer Basis. Die lateralen Dimensionen des 4"-Wafers und die vergleichsweise dünnen bis sehr dünnen Opferschichten legen nahe, dass in den Fällen der erfolgreichen Ablösung der Membran vom Substrat ein paralleler und kein serieller Ablöseprozess dominiert. Ein Versuch mit einer allseitig, also auch lateral, von zwei 7,5 µm dicken Polyimidmembranen umschlossenen, 75 nm dicken, strukturierten Titanopferschicht untermauert diese These. Die Doppelmembran wurde in 10%ige Flusssäure bei Raumtemperatur und für ca. 1 h eingelegt, so dass das Titan mit der Flusssäure vollständig umgesetzt wurde. Beim Ätzen von Titan in Flusssäure wird, gemäß der vereinfachten Reaktionsgleichungen



und



Wasserstoff freigesetzt. Der Wasserstoff wohl blähte den durch die Doppelmembranen um die Opferschichtzone gebildeten Hohlraum bis zu seinem Entweichen durch die Membran kurzzeitig auf. Im Hohlraum zurück bleiben weitere Produkte der Reaktion von Titan bzw. Titandioxid mit Flusssäure, also Verbindungen der Elemente Wasserstoff, Sauerstoff, Fluor und Titan [Köhl98]. Nach Legen eines strukturlateralen Druckanschlusses, siehe Kap. 2.5.1, konnte der Hohlraum erneut aufgeblasen werden. Das bloße Ablösen der Polyimidmembranen von der Titanschicht bzw. voneinander durch Aufblasen ohne das vollständige Umsetzen des Titans mit der Flusssäure gelingt bereits nach deutlich weniger als 1 h Einlegen in die Säure.

Da bei der parallelen Opferschichttechnik das Löse- oder Ätzmittel durch die Membran zur Grenzschicht mit der Opferschicht permeiert und dort die Membran durch Anlösen oder -ätzen der Opferschicht von dieser loslöst, ergeben sich 3 grundsätzliche Möglichkeiten zur Umsetzung einer strukturierten Trennung der Membranen bzw. der Membran und des Substrats mit dieser Technik. Abb. 2-4 zeigt die Möglichkeiten für eine strukturierte Trennung der Membran und des Substrats mit der parallelen Opferschichttechnik schematisch am

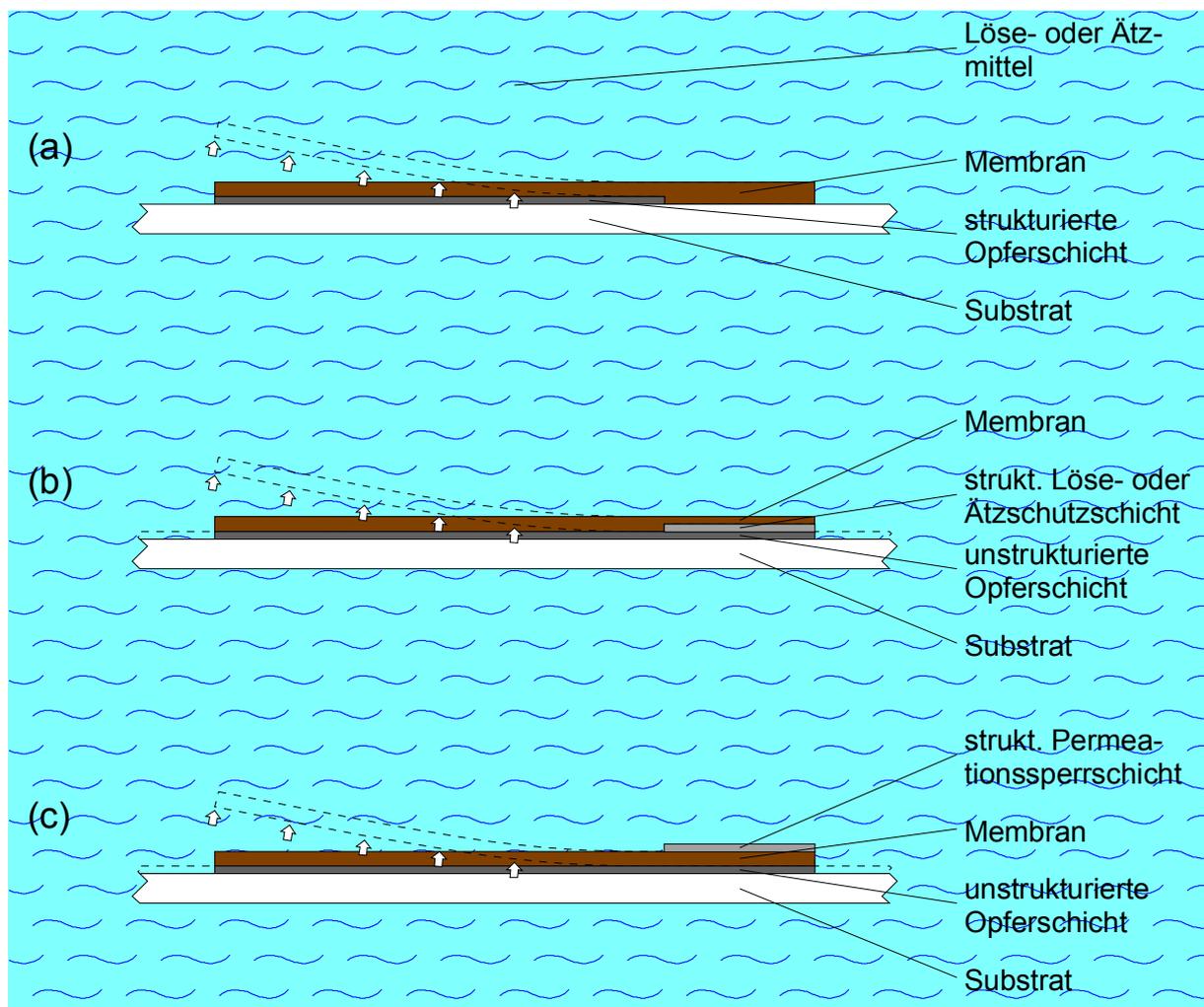


Abb. 2-4 Möglichkeiten für eine strukturierte Trennung der Membran und des Substrats mit der parallelen Opferschichttechnik am Beispiel einer Membranbiegezone

Beispiel einer Membranbiegezone, wie sie ähnlich etwa zur Strömungsmanipulation eingesetzt werden könnte [Liu95]. Die 1. Möglichkeit (a) ist, vergleichbar zur klassischen Opferschichttechnik, durch eine strukturierte Opferschicht unter der Membran gegeben. Bei einer unstrukturierten Opferschicht unter der Membran ist die 2. Möglichkeit (b) durch eine strukturierte Löse- oder Ätzschutzschicht unter der Membran und über der Opferschicht, die 3. Möglichkeit (c) durch eine strukturierte Permeationssperrschicht über der Membran gegeben. Gegenüber dem Löse- oder Ätzmittel muss hierbei sowohl die Permeationssperrschicht als auch die Löse- oder Ätzschutzschicht im Vergleich zur Opferschicht genügend beständig und in Relation zur Membran ausreichend permeationsdicht sein. Auch soll die Löse- oder Ätzschutzschicht gegenüber der Membran nur von geringer Dicke sein, siehe Anfang Kap. 2.4. In einem ersten einfachen Versuch zur Bestätigung der 3. Möglichkeit wurde eine 5 µm dicke Polyimidmembran auf einem Siliziumsubstrat mit gedoppeltem 80 µm dicken Klebeband oder mit lichterhärtendem Kapillarklebstoff (auf Basis von Urethanoligomer-Acrylatmonomer-Blends) als Permeationssperrschicht partiell maskiert. Nach Einlegen in 10%ige Flußsäure bei Raumtemperatur und für ca. 10 min konnte die Membran nur bis zu den Grenzen der Maskierung vom Substrat abgelöst werden. Schon jetzt kann man allerdings feststellen, dass sich bei der 2. und 3. Möglichkeit wegen einer für das Löse- oder Ätzmedium lateral frei zugänglichen Opferschicht ein gewisser Strukturfehler einstellen wird. Ebenso wird sich ein gewisser Strukturfehler bei der 3. Möglichkeit wegen des durch die Membran bestimmten Abstands zwischen Permeationsbarriere und Opferschicht einstellen.

Wie bereits zu Anfang von Kap. 2.4 angemerkt, besteht eine erhöhte Gefahr des Verklebens von losgelösten Membranpartien. So waren die auf die Siliziumwafer aufgeschleuderten Polyimid- [Wulf00] und Polyisoprenmembranen, siehe oben, nach dem Herausnehmen der Membranwafer aus der Flußsäure nur für eine begrenzte Zeit schadensfrei und danach nur noch durch Abkratzen vom Wafer ablösbar.

## 2.5 Druckanschlüsse

Abb. 2-5 zeigt schematisch 3 exemplarische Ausführungen von Druckanschlüssen für das Auffalten der Membranhohlstrukturen durch Aufpumpen mit gasförmigen oder flüssigen Medien. Das fluidische Kontaktieren der Strukturen kann an diesen lateral (a) in Richtung der Strukturlängsachse erfolgen. Es kann auch normal, und hierbei von der unteren (b) oder der oberen Seite (c) der Strukturen aus erfolgen. Die Begriffe ‚lateral‘, ‚normal‘, ‚oben‘ und ‚unten‘ sind am prozessierten Membranwafer bzw. an der Ebene der strukturierten Verbindung bzw. Trennung der Membranen orientiert. In Vorversuchen für die Fertigung der Demonstratoren wurden nun Druckanschlüsse in allen 3 Ausführungen hergestellt.

Beim seriellen Aufpumpen von lateral größeren hin zu kleineren Bereichen von Hohlstrukturen mit Membranen ohne verschieden dicke Bereiche bei einer gewissen restlichen Haftung im Antihafschichtpaar oder an der angelösten bzw. -geätzten Opferschicht sind laterale Dimensionsverhältnisse von lediglich wenigen Vielfachen realisierbar. Dies hat seinen Grund in der auch experimentell nachvollzogenen Tatsache, dass ab bestimmten Dimensionsverhältnissen je nach Druckbeaufschlagung entweder die kleinen Strukturen noch nicht aufgefaltet werden können oder die großen Strukturen schon

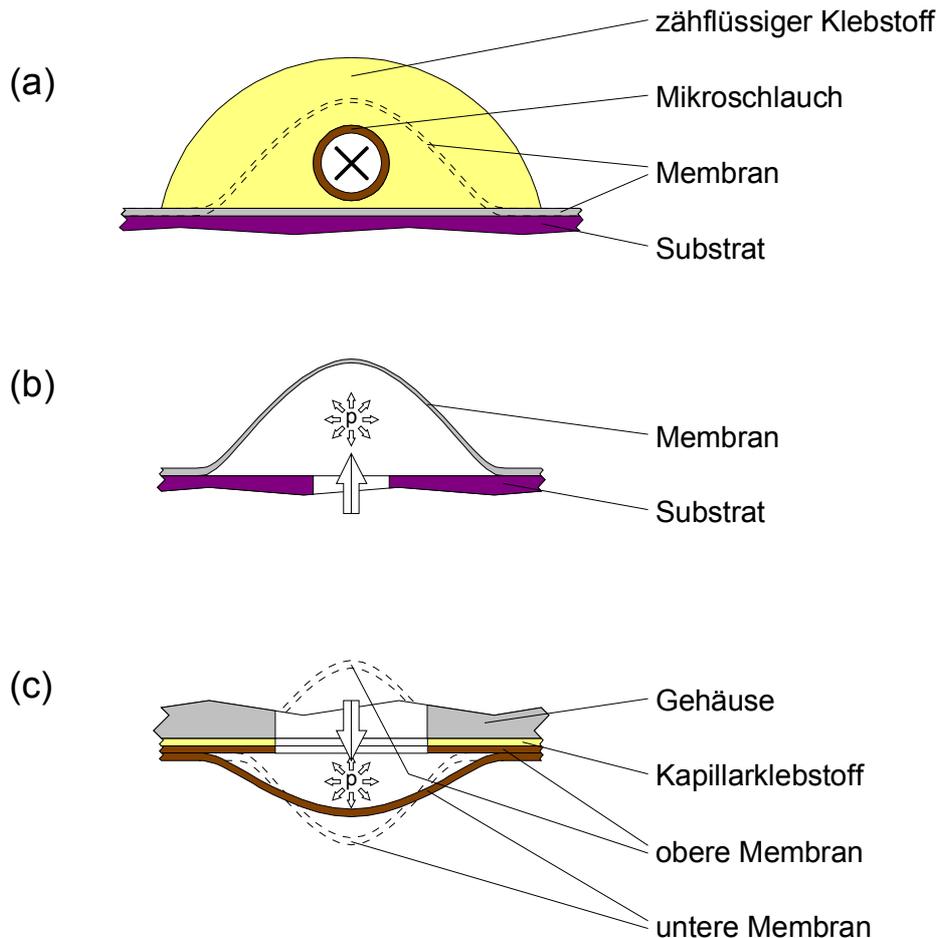


Abb. 2-5 Ausführungen von Druckanschlüssen für das Aufpumpen der Membranhohlstrukturen mit gasförmigen oder flüssigen Medien

durch Bersten versagen. Somit kommt der Größe der Druckanschlüsse als häufig größtem Strukturdetail die entscheidende Bedeutung im Hinblick auf die Miniaturisierungsfähigkeit der aufzupumpenden Mikrohohlstrukturen zu. Größere laterale Dimensionsverhältnisse als lediglich wenige Vielfache lassen sich nur durch dickere Membranen in lateral größeren und dünnere Membranen in lateral kleineren Bereichen oder über gegen zu hohe Aufwölbung verstärkte oder abgestützte Membranen in größeren Bereichen verwirklichen.

### 2.5.1 Strukturlateraler Druckanschluss für eine Struktur aus Membran und Substrat

Für einen strukturlateralen Zugang (a) zu einer Hohlstruktur aus Membran und Substrat wurde die Membran über der Antihafschichtpaar- bzw. der Opferschichtzone quer zur Strukturängsachse mit einer scharfen Klinge durchtrennt. Alternativ kann in der Membran eine entsprechende Zugangsöffnung per fotolithografischer Strukturierung ausgeführt werden. Weiter wurde bei den Fluorpolymere membranen mit ihrer hohen plastischen Reißdehnung durch Andrücken und Abziehen eines schmalen Klebestreifens über der Membran quer zur Strukturängsachse und entlang der Membranöffnung die Membran dort plastisch in die Form einer Hutze gedehnt. Unter dem Mikroskop wurde ein

Polyimidmikroschlauch manuell in den entstandenen Hohlraum vorgeschoben. Schließlich wurde die Membranöffnung mit einem zähflüssigen Epoxidharzklebstoff abgedeckt bzw. -gedichtet. Durch die sehr hohe Viskosität des Epoxidharzes war sichergestellt, dass das Epoxy nicht kapillar über den Spalt zwischen Membran und Schlauch vor bzw. in den Schlauch fließen und so den Zugang zusetzen konnte. Auf diese Art wurden über Mikroschläuche mit ca. 100 µm Außen- und 80 µm Innendurchmesser Hohlstrukturen aus PTFE mit einer Breite im Zugangsbereich von 400 µm fluidisch kontaktiert, siehe Kap. 2.6.1.

### 2.5.2 Strukturnormaler Druckanschluss für eine Struktur aus Membran und Substrat

Für einen strukturnormalen Zugang (b) zu einer Hohlstruktur aus Membran und Substrat wurde, da keine Volumenmikromechanik zur Verfügung stand, in das Siliziumsubstrat von dessen Rückseite her mit einem Nd:YAG-Laser ein kreisförmiges Durchgangsloch geschnitten. Die dabei zwangsläufig ebenfalls durchtrennte bzw. beschädigte Membran wurde behelfsmäßig repariert. Auf der Substratrückseite wurde mit zähflüssigem Epoxy eine Kanüle mit Schlauch befestigt. Auf diese Weise wurde über ein Durchgangsloch im Substrat mit ca. 1 mm Durchmesser eine Hohlstruktur aus PTFE mit einer Breite im Zugangsbereich von 3,2 mm fluidisch kontaktiert.

### 2.5.3 Strukturnormaler Druckanschluss für eine vom Substrat abgehobene Struktur aus 2 Membranen

Für einen strukturnormalen Zugang (c) zu einer vom Substrat abgehobenen Hohlstruktur aus 2 Membranen wurde (mit der Doppelmembran noch auf dem Substrat) unter dem Mikroskop ein PMMA-Gehäuse (Polymethylmethacrylat) mit seiner Durchgangsbohrung über einer fotolithografisch strukturierten, kreisförmigen Zugangsöffnung in der oberen Membran positioniert und Gehäuse und Membran mittels Kapillarkleben verbunden. Alternativ wurde für Polyisoprenmembranen eine entsprechende Zugangsöffnung in der Membran auch erst nach dem Kleben per reaktivem Ionenätzen mit Sauerstoff als Ätzgas ausgeführt, wobei das Gehäuse im Bereich des fluidischen Zugangs die zusätzliche Funktion einer Ätzmaske übernahm. Mit einem zähflüssigen Epoxy wurde ein PVC-Schlauch (Polyvinylchlorid) in die Gehäusebohrung eingeklebt. Die Doppelmembran wurde mit dem Gehäuse vom Substrat abgehoben. Auf diese Art wurden über Gehäusebohrungen und Membranöffnungen mit jeweils 1 mm Durchmesser Hohlstrukturen aus Polyimid und Polyisopren mit einer Breite im Zugangsbereich von 1,5 mm fluidisch kontaktiert, siehe Kap. 2.6.2 und 2.7.

## 2.6 Formdemonstratoren – Mikrokanal und freigespannter Mikrohohlbalcken

Mit den Ergebnissen aus den Vorversuchen zu den Membranen, zur strukturierten Verbindung bzw. Trennung derselben und zu den Druckanschlüssen wurden jetzt 2 Formdemonstratoren zur Verifizierung der prinzipiellen Machbarkeit und Visualisierung der charakteristischen Geometrie der 3-D-Mikrostrukturen gebaut. Die Demonstratoren entsprechen den in Kap. 2.2 vorgestellten geometrischen Grundformen.

### 2.6.1 Struktur aus Membran und Substrat mit strukturlateralem Druckanschluss – Mikrokanal

Für den 1. Formdemonstrator einer Struktur aus Membran und Substrat wurde eine PTFE-Membran, ein thermisch oxidiertes Siliziumsubstrat und ein Siliziumdioxid-Gold-Antihaftschaftpaar verwendet. Als Design für den Demonstrator wurde ein Mikrokanal ausgesucht. Der Druckanschluss wurde als strukturlateraler Druckanschluss über einen Polyimidmikroschlauch ausgeführt.

Abb. 2-6 zeigt wichtige Schritte zur Fertigung des Demonstrators. Auf ein thermisch oxidiertes Siliziumsubstrat wurde, ohne zwischenzeitliches Belüften bzw. im gleichen Prozesszyklus, eine 15 nm dicke Chromschicht und eine 50 nm dicke Goldschicht gesputtert. Der Chrom-Gold-Schichtstapel wurde unter Verwendung eines DQN-Fotolack-Kaliumhydroxidentwickler-Systems (DQN, Diazonaphtochinon in Novolakharz, Positivlack) und der Ätzmittel Iodkaliumiodidlösung für Gold und Cerammoniumnitrat mit Essigsäure für Chrom fotolithografisch und nasschemisch strukturiert (a). Selbst kleine, fehlerhaft zurückgebliebene Chrom-Gold-Inseln bzw. Spots in den Siliziumdioxidbereichen können als Haftpunkte später eine vollständige Auffaltung der Strukturen durch Aufpumpen unterbinden. Zur Verringerung der Gefahr des Zurückbleibens solcher Spots wurden unter Inkaufnahme von Verlust an Strukturgenauigkeit in hier unerheblichem Ausmaß sowohl die Belichtungs-

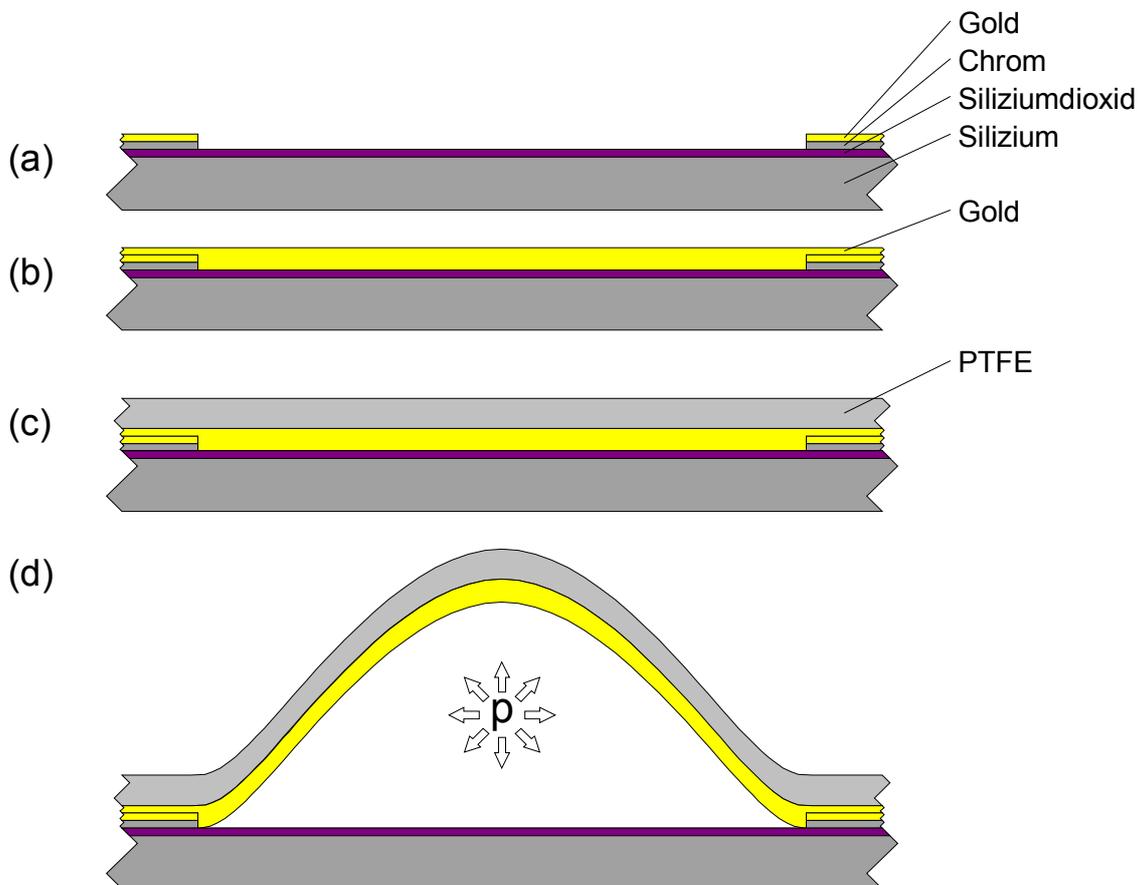


Abb. 2-6 Fertigungsschritte eines Demonstrators einer Struktur aus Membran und Substrat

als auch die Entwicklungszeit für den Positivresist nach oben angepasst. Aus dem gleichen Grund wurde der Entwicklung ein Descumming im Sauerstoffplasma angeschlossen und auch die Ätzzeiten für die Gold- und die Chromschicht nach oben korrigiert. Einige Chromätzen enthalten Cer (Ce) in solch einer Form, dass es nach dem Spülen auf dem Siliziumsubstrat verbleibt und ohne Maßnahmen zu seiner Entfernung die Haftung im Silizium- bzw. Siliziumdioxid-Gold-Antihaftschaftpaar unerwünscht erhöht [Smel99]. Die Entfernung kann z. B. durch ein kurzes Spülen mit 10%iger Salpetersäure erfolgen. Eventuelle organische Spülreste auf dem Substrat nach dem Strippen des Resists wurden durch Plasmaätzen mit Sauerstoff als Ätzgas verascht. Auf das Schichtmuster aus Gold- und Siliziumdioxidbereichen wurde eine 75 nm dicke Goldschicht gesputtert (b). Zwischen Gold und Gold stellt sich eine relativ hohe, zwischen Gold und Siliziumdioxid eine relativ niedrige Haftung ein. Auf der Goldschicht wurde eine 5 µm dicke, unstrukturierte Membran aus PTFE hergestellt (c). Ein lateraler Druckanschluss wurde gefertigt. Dazu wurde vorher die PTFE-Membran durch ein kurzes Sauerstoffplasma niedriger Leistung (100 W, 5 min) aktiviert. Dadurch wird beim Abdichten der Membranöffnung mit zähflüssigem Epoxidharz eine gute Haftung des Klebstoffs auf der Membran erreicht. Die Strukturen wurden seriell durch Aufpumpen mit Luft, deionisiertem Wasser und Isopropanol aufgefaltet (d).

Abb. 2-7 zeigt die PTFE-Membran und den über einen Polyimidmikroschlauch ausgeführten Druckanschluss (noch ohne Abdichtung der Membranöffnung) des in Abb. 2-8 gezeigten Kanals. Das Schichtmuster aus Gold- und Siliziumdioxid-Bereichen ist durch die darüber liegende Goldschicht und die farblos-transparente PTFE-Membran hindurch sichtbar. Abb. 2-8 zeigt den mit Luft aufgepumpten Kanal mit einer Breite von 400 µm an der Einmündung in einen weiteren Kanal mit einer Breite von 3,2 mm. Der Kanal steht hier unter einem Überdruck von 3,5 bar. Der Druck konnte kurzzeitig problemlos auf 7 bar angehoben werden.



Abb. 2-7 PTFE-Membran und über einen Polyimidmikroschlauch ausgeführter Druckanschluss des Kanals aus Abb. 2-8

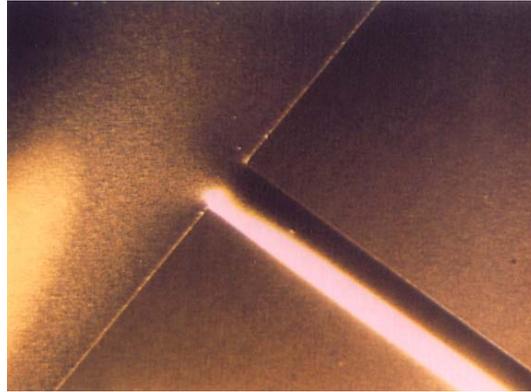


Abb. 2-8 Aufgepumpter Kanal (Breite  $400\ \mu\text{m}$ ) aus  $5\ \mu\text{m}$  dicker PTFE-Membran an Einmündung in einen weiteren Kanal (Breite  $3,2\ \text{mm}$ )

## 2.6.2 Vom Substrat abgehobene Struktur aus 2 Membranen mit strukturnormalem Druckanschluss – freigespannter Mikrohohlkasten

Für den 2. Formdemonstrator einer mit einem aufgeklebten Gehäuse vom Substrat abgehobenen Struktur aus 2 Membranen wurde in einer 1. Version eine untere Membran aus Polyimid und eine obere Membran aus Polyisopren und, neben einem Siliziumdioxid-Gold-Abhebeschichtpaar, ein Pyrex-Gold-Antihaftschichtpaar eingesetzt. In einer 2. Version kam statt einer oberen Membran aus Polyisopren eine Membran aus Polyimid und an Stelle des Pyrex-Gold-Antihaftschichtpaars eine Titanopferschicht zum Einsatz. Als Design für die beiden Versionen des Demonstrators wurde ein in einem rundenförmigen PMMA-Gehäuse beidseitig, und zwar diametral eingespannter bzw. freigespannter Mikrohohlkasten ausgewählt. Der Druckanschluss wurde als strukturnormaler Druckanschluss über das PMMA-Gehäuse ausgeführt.

### 2.6.2.1 Struktur aus Polyimid-Polyisopren-Doppelmembran und Pyrex-Gold-Antihaftschichtpaar

Im Folgenden wird, analog zum vorangegangenen Kap. 2.6.1, die Fertigung der Struktur in ihren einzelnen wichtigen Schritten und ihrem bildhaften Ergebnis dargestellt. Gesondert und näher eingegangen wird auf die folgenden 3 Neuerungen, die Ausrüstung einer Polyimidmembran mit einer flexiblen Pyrex-Schicht als Antihafschicht gegenüber Gold, die Herstellung einer gut dehnbaren, strukturierten Membran aus fotostrukturierbarem Isoprenkautschuk und das Aufpumpen von Membranhohlstrukturen mit reineisengefüllten, aushärtbaren Flüssigpolymeren für die Herstellung magnetischer Aktoren.

#### 2.6.2.1.1 Fertigung der Struktur

Abb. 2-9 zeigt wichtige Schritte zur Fertigung der 1. Version des Demonstrators. Auf ein thermisch oxidiertes Siliziumsubstrat wurde eine  $75\ \text{nm}$  dicke Goldabhebeschicht gesputtert (a). Auf der Goldschicht wurde eine  $7,5\ \mu\text{m}$  dicke, strukturierte Membran aus

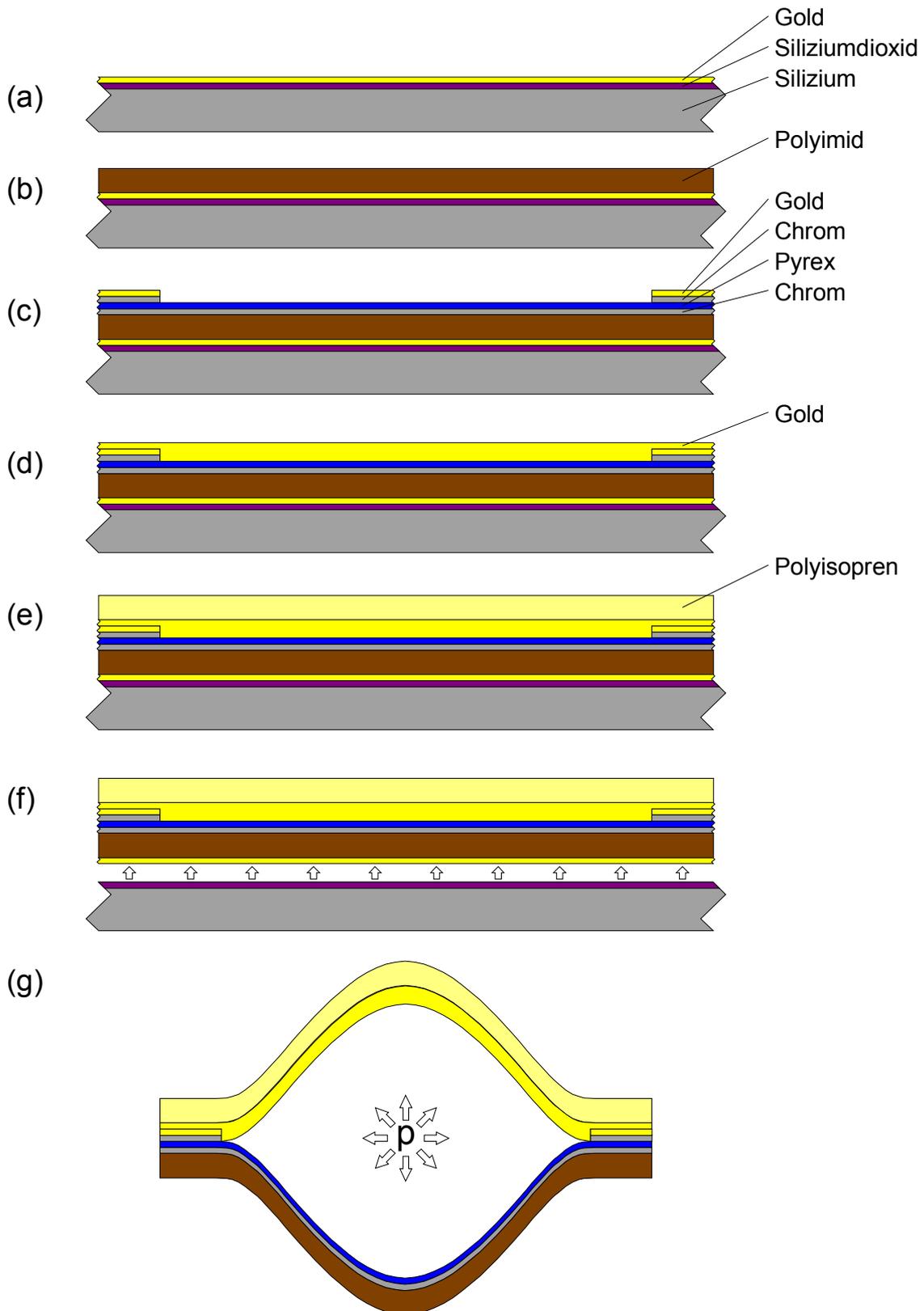


Abb. 2-9 Fertigungsschritte eines Demonstrators einer mit einem aufgeklebten Gehäuse vom Substrat abgehobenen Struktur aus 2 Membranen – 1. Version (Polyimid-Polyisopren-Doppelmembran in Kombination mit Pyrex-Gold-Antihaftschichtpaar)

fotostrukturierbarem Polyimid hergestellt (b). Schon kleine Löcher bzw. Pinholes in der Polyimidmembran an beliebiger Stelle unter dem Antihafschichtpaar können einen deutlichen Druckabfall beim Aufpumpen der ebenfalls kleinen Strukturen herbeiführen. Zur Verringerung der Gefahr der Entstehung von Pinholes wurden unter Inkaufnahme von Verlust an Strukturgenauigkeit in hier unerheblichem Ausmaß die Belichtungszeit bzw. -dosis des Negativlacks nach oben angepasst. Auf die Polyimidmembran wurde, ohne zwischenzeitliches Belüften, eine 15 nm dicke Chromschicht, eine 75 nm dicke Pyrex-Schicht, eine weitere 15 nm dicke Chromschicht und eine 50 nm dicke Goldschicht gesputtert. Der Chrom-Gold-Schichtstapel wurde strukturiert, siehe Kap. 2.6.1, (c). Eventuelle organische Spülrreste auf der Pyrex-Schicht nach dem Strippen des Positivresists wurden durch Plasmaätzen mit Sauerstoff als Ätzgas verascht. Auf das Schichtmuster aus Gold- und Pyrex-Bereichen wurde eine 75 nm dicke Goldschicht gesputtert (d). Zwischen Gold und Gold stellt sich eine relativ hohe, zwischen Gold und Pyrex eine relativ niedrige Haftung ein. Auf der Goldschicht wurde eine 10 µm dicke, strukturierte Membran aus fotostrukturierbarem Polyisopren hergestellt (e). Auch hier wurden zur Verringerung der Gefahr der Entstehung von Pinholes die Belichtungszeit bzw. -dosis des Negativlacks nach oben angepasst. Ein normaler Druckanschluss wurde über ein per Kapillarkleben mit der Polyisoprenmembran verbundenes PMMA-Gehäuse in Form einer Ronde gefertigt. Über das Gehäuse wurde auch die freigespannte Doppelmembran vom Substrat abgehoben (f). Die Goldabhebeschicht wurde nasschemisch in Iodkaliumiodidlösung weggeätzt. Die Strukturen wurden seriell durch Aufpumpen mit Luft, reineisengefüllter Siliconkautschukgießmasse und Epoxidgießharz aufgefaltet (g).

Abb. 2-10 zeigt die Polyimid-Polyisopren-Doppelmembran des in Abb. 2-11 gezeigten freigespannten Hohlbalkens. Das Schichtmuster aus Gold- und Pyrex-Bereichen ist durch die darüber liegende Goldschicht und die gelb-transparente Polyisoprenmembran hindurch sichtbar. Abb. 2-11 zeigt den mit Luft aufgepumpten, im PMMA-Gehäuse freigespannten Hohlbalken mit einer minimalen lichten Weite der Hohlstruktur von ca. 1 mm und den beidseitigen, über das Gehäuse ausgeführten Druckanschlüssen sowie im Detail die Rückansicht eines Druckanschlusses (Goldabhebeschicht zur Kontrastanhebung nicht weggeätzt). Die breite Zone der strukturierten Verbindung und der große Überstand der

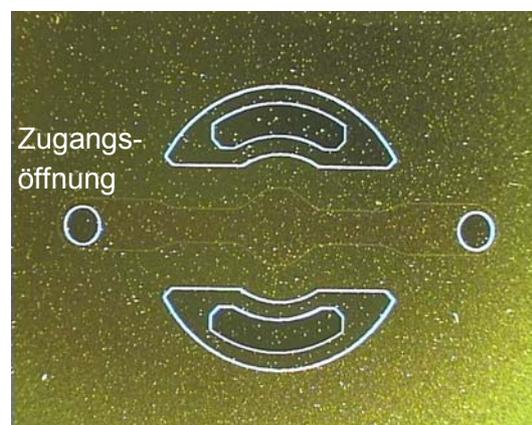


Abb. 2-10 Polyimid-Polyisopren-Doppelmembran des freigespannten Hohlbalkens aus Abb. 2-11

unteren gegen die obere Membran hat ihre Ursache allein in einem reichlich gewählten Vorhalt wegen der Verwendung von Folienmasken, siehe Anfang Kap. 2.3. Diese wurden bei der positionierten Belichtung ohne Mask Aligner justiert. Darüber hinaus hat die breite Einfassung des Balkens keinen weiteren technischen Grund.

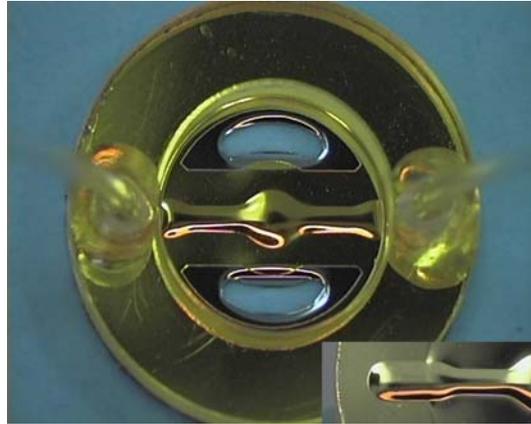


Abb. 2-11 Aufgepumpter, in PMMA-Gehäuse (Innendurchmesser 9 mm) freigespannter Hohlbalken (minimale lichte Weite ca. 1 mm) aus 7,5  $\mu\text{m}$  dicker Polyimidmembran und 10  $\mu\text{m}$  dicker Polyisoprenmembran und beidseitiger, über das Gehäuse ausgeführter Druckanschluss sowie im Detail Rückansicht eines Druckanschlusses

Die Goldabhebeschicht wurde, wie schon bei den AMANDA-Membranwafern, mit einer den Rand des Siliziumsubstrats bedeckenden Ringblende gesputtert. An dem also goldfreien Rand des Substrats verankert sich die dann freigespannte untere Membran. Weiterhin wurde von den fragilen Gold-, Chrom und Pyrex-Dünnschichten nur die auf dem Glas haftende Chrom-Gold-Schicht strukturiert, und diese auch nur in den Bereichen über der unteren Polyimidmembran. Verhindert werden kann so eine vorzeitige Ablösung der Membranen gegeneinander und gegen das Substrat durch kapillar eindringende Flüssigkeiten wie Entwickler-, Stripp-, Ätz- oder Spülmedien und durch thermomechanische oder Quellbeanspruchung von Membranen oder Resist. Vor dem Abheben der Doppelmembran vom Substrat mittels des aufgeklebten Gehäuses wurden außerhalb des Gehäuses, wie vom AMANDA-Verfahren bekannt, die Membranen mit einer scharfen Klinge entlang des Umrisses des Gehäuses durchtrennt. Innerhalb des Gehäuses wurden beim Abheben die jetzt funktionslosen und zukünftig störenden Dünnschichten entlang den Konturen der strukturierten unteren Membran abgerissen bzw. -geschert und blieben auf dem Substrat zurück oder sie wurden beim Abätzen der Abhebeschicht entfernt. Beim Aufpumpen zeriss die oberste, unstrukturierte Goldschicht im Bereich der strukturierten Zugangsöffnung der oberen Membran und gab den Eingang zum späteren Hohlraum zwischen den beiden Membranen frei. Die geborstene, sehr dünne Goldschicht verblieb in der Hohlstruktur.

### 2.6.2.1.2 Ausrüstung einer Polyimidmembran mit einer flexiblen Pyrex-Schicht

Die Ausrüstung von Folienhalbzeugen mit ca. 25 nm dicken Siliziumoxidschichten ( $\text{SiO}_x$  mit  $x = 1,5-1,7$  bzw.  $-1,8$ ) als Barrierschicht zur Unterdrückung der Sauerstoff- und Wasserdampfpermeation durch die Folien gewinnt kommerziell zunehmend an Bedeutung [Bich98] [Nent00] [Saec98]. Hierbei werden Polyethylenterephthalat- bzw. Polyester-, biaxial orientierte Polypropylen-, orientierte Polyamid- und andere Folien als späterer Teil einer Verbundfolie vorzugsweise durch Elektronenstrahlverdampfen beschichtet. Die untere Polyimidmembran wurde sowohl mit Siliziumoxid- ( $\text{SiO}_x$  mit  $x \approx 2$ ) als auch mit Pyrex-Sputterschichten ausgerüstet. Pyrex ist ein Bor(o)silikatglas, welches sich im Wesentlichen aus dem Glasbildner Siliziumdioxid und einer Boroxidkomponente zusammensetzt. Beim Abscheiden des Siliziumoxids wurde durch Sputtern unter Argon mit Zusatz von Sauerstoff ungefähr die nominale Stöchiometrie des Siliziumdioxids erhalten. Beim Sputtern des Pyrex wurde auf den Ausgleich des Sauerstoffdefizits verzichtet. Unter anderem auch deswegen war die abgeschiedene Schicht in Zusammensetzung und Aufbau und damit auch in ihren Eigenschaften dem Pyrex des Sputtertargets nur mehr oder weniger ähnlich. Das hier als Sputtertarget eingesetzte Pyrex 7740 hat eine Zusammensetzung in Gewichtsprozent von 80 %  $\text{SiO}_2$ , 14 %  $\text{B}_2\text{O}_3$ , 4 %  $\text{Na}_2\text{O}$  und 2 %  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Pyrex 7740 ist mit seinem thermischen Ausdehnungskoeffizient von ca.  $3,3 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  dem von Silizium mit ca.  $2,3-2,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  angepasst. In dieser Eigenschaft wird es zum anodischen Bonden von Silizium mit Glas oder mit glasbesputtertem Silizium verwendet [Menz97]. Vom Siliziumsubstrat über die Goldschicht und die untere Polyimidmembran in die Glasschicht eingeprägte Thermospannungen aus temperaturbelastenden Prozessschritten, wie beim Herstellen einer oberen Membran z. B. ebenfalls aus Polyimid, sollten durch die Wahl von Pyrex für die Glasschicht minimiert werden. Dabei wurde von vernachlässigbarem Thermostress in der Glasschicht durch Biegung des Bimorphs aus Siliziumsubstrat und Polyimidmembran unter Temperaturlast ausgegangen. Für Borosilikatgläser ist eine ausgeprägte Neigung zur Entmischung [Kühn76] [Scho77] beschrieben. Diese sollte jedoch, da die Phasentrennung des 3-Stoffsystems  $\text{SiO}_2\text{-B}_2\text{O}_3\text{-Na}_2\text{O}$  erst bei über  $500 \text{ }^\circ\text{C}$  bzw. die Mischungslücke des binären Systems  $\text{SiO}_2\text{-B}_2\text{O}_3$  erst bei  $520 \text{ }^\circ\text{C}$  eintritt, keine Rolle spielen. Zur Erhöhung von Schichtzusammenhalt und Schichthaftung zur Polyimidmembran wurde die Pyrex-Schicht bei erhöhter Temperatur gesputtert. Dazu wurden in einer Sputteranlage Leybold Z 400 (3''-Anlage) mit einem Nickelchrom-Nickel-Thermoelement die Heizkurven an der Oberfläche eines auf dem induktiv beheizten Substrathalter liegenden Membranwafers für variable Heizleistungen bei einem festen Argonfluss und -druck bestimmt. So stellte sich für 25 % Heizleistung bei 20 ml / min Argonfluss und  $20 \cdot 10^{-3}$  mbar Argondruck nach ca. 1 h eine konstante Temperatur von ca.  $100 \text{ }^\circ\text{C}$  auf der  $7,5 \text{ }\mu\text{m}$  dicken Polyimidmembran ein. Diese Temperatur konnte als Starttemperatur für den Sputterprozess nicht wesentlich erhöht werden, da sich andernfalls, selbst mit Chrom als Haftvermittlungsschicht zwischen Polyimid und Pyrex, kalottenförmige Ablösungen der Sputterschicht einstellten. Für durchgehend 20 ml / min Argonfluss und  $20 \cdot 10^{-3}$  mbar Argondruck wurden Membranwafer im Rezipienten ca. 1 h bei 25 % Heizleistung aufgeheizt, bei  $5 \text{ \AA} / \text{s}$  Sputterrate mit 75 nm Pyrex besputtert und von der durch das Sputtern weiter erhöhten Temperatur ca. 0,5 h abgekühlt. Die Sputterschichten zeigten sich mit dem bloßen Auge bzw. durch das Lichtmikroskop betrachtet glänzend bzw. glatt und dicht über die gesamte Waferfläche hinweg. Bei auf Siliziumsubstraten (4''-Wafer) abgeschiedenem Pyrex waren von der Mitte aus zum Rand hin

blau-, violett-, braun- und farblos-transparente Bereiche zu sehen. Bei auf Polyimidmembranen abgeschiedenem Pyrex war auch nach händischer Biegung von herausgeschnittenen und abgehobenen Streifen des Membranwafers keine Schädigung sichtbar. Wurden Pyrex-Schichten auf Polyimidmembranen in einem Härteofen bei Feinvakuum Temperaturen höher etwa 300 °C ausgesetzt, wie sie mit 350–400 °C für das Härten der Vorstufe bei der Fertigung einer Polyimidmembran benötigt werden, wurden die Glasschichten schadhafte verändert. Mit dem bloßen Auge besehen hatten sie jetzt ein seidenmattes bis mattes Aussehen. Abb. 2-12 zeigt eine 100 nm dicke Pyrex-Schicht auf einer Polyimidmembran nach 1 h bei 350 °C und Feinvakuum. Auf den Pyrex-Schichten befindliche Chrom-Gold- und Goldschichten sowie auf diesen wiederum sich befindende Schichten der Polyimidvorstufe wurden dabei auch in Mitleidenschaft gezogen. Abb. 2-13 zeigt eine 25 nm dicke Chrom- und eine 50 nm dicke Goldschicht auf einer mit 100 nm Pyrex beschichteten Polyimidmembran nach 1 h bei 350 °C und Feinvakuum. Abb. 2-14 zeigt eine 7,5 µm dicke Polyimidmembran auf einer 100 nm dicken Goldschicht ebenfalls auf einer mit 100 nm Pyrex beschichteten Polyimidmembran nach 1 h bei 350 °C und Feinvakuum. An den Siliziumoxidschichten konnte mit den kreisrunden Abplatzungen ein Schadensbild ähnlich dem an den Pyrex-Schichten, siehe Abb. 2-13, beobachtet werden. Abb. 2-15 zeigt eine 25 nm dicke Chrom- und eine 50 nm dicke Goldschicht auf einer mit 200 nm Siliziumoxid beschichteten Polyimidmembran nach 1 h bei 350 °C und Feinvakuum. Vermutlich liegen bei einer globalen Dehnungskompensation durch angepasste Wärmeausdehnungskoeffizienten zwischen dem Siliziumsubstrat und der Pyrex-Schicht zu große lokale, punktförmige Dehnungsdifferenzen zwischen dem hier linearen, unvernetzten Polyimid nahe oder in seinem Erweichungsbereich und dem Pyrex vor. Deswegen waren bereits die Polyimide der Serie Durimide 7000 mit einem Ausdehnungskoeffizienten von  $27 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  und einer Glasübergangstemperatur größer 350 °C denen der Serie Durimide 7500 mit einem Ausdehnungskoeffizienten von  $55 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  und einer Glasübergangstemperatur von 285 °C vorgezogen worden. Ein Aufbau des Demonstrators nicht nur mit einer unteren sondern auch mit einer oberen Membran aus Polyimid bei Verwendung des Pyrex-Gold-Antihaftsichtpaars war nach den Ergebnissen dieser ersten Vorversuche nicht möglich. Doch möglich wurde der Bau des Demonstrators dann erst durch den Einsatz einer niedertemperaturprozessierbaren Polyisoprenmembran oder einer hochtemperaturbelastbaren Titanopferschicht, siehe Kap. 2.6.2.2.

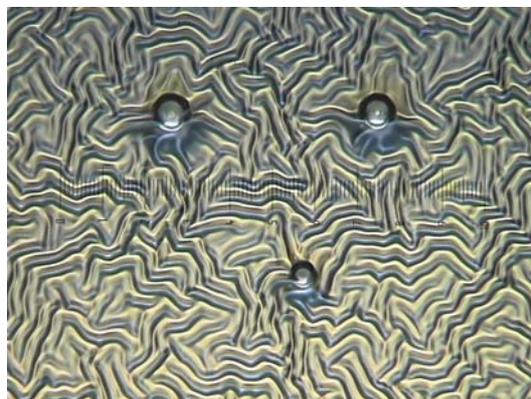


Abb. 2-12 Pyrex-Schicht auf Polyimidmembran nach 1 h bei 350 °C (Skalenteilung 2 µm)

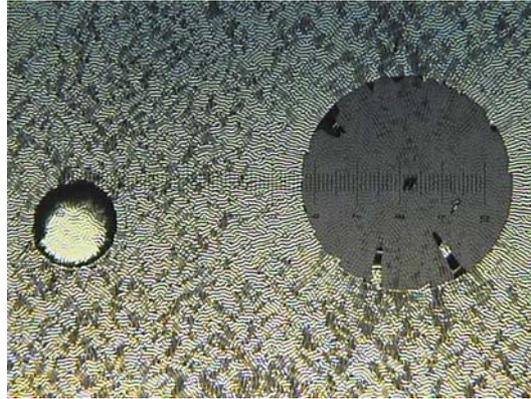


Abb. 2-13 Chrom-Gold-Schicht auf Pyrex-beschichteter Polyimidmembran nach 1 h bei 350 °C (Skalenteilung 20  $\mu\text{m}$ )

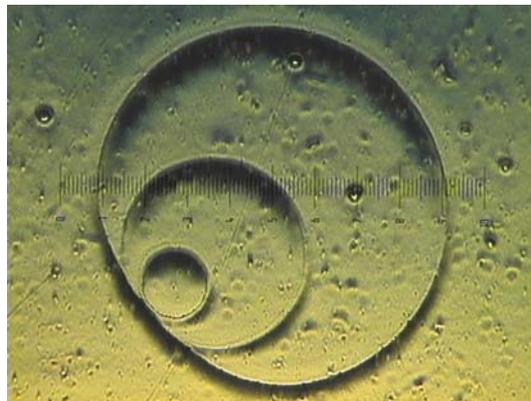


Abb. 2-14 Polyimidmembran auf Goldschicht auf Pyrex-beschichteter Polyimidmembran nach 1 h bei 350 °C (Skalenteilung 5  $\mu\text{m}$ )

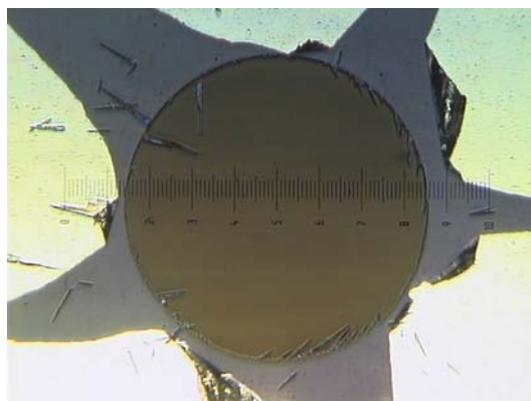


Abb. 2-15 Chrom-Gold-Schicht auf siliziumoxidbeschichteter Polyimidmembran nach 1 h bei 350 °C (Skalenteilung 20  $\mu\text{m}$ )

Bei Abscheidung der Pyrex-Schicht unmittelbar auf der Polyimidmembran lösten sich beim späteren Aufpumpen der Membranhohlstruktur obere und untere Membran an der Grenzschicht zwischen Polyimid und Pyrex unerwünscht voneinander. Weder ein Sputtern im Argonplasma der Sputteranlage noch ein Plasmaätzen im Sauerstoffplasma des Planarätzers für die erhoffte Konditionierung der Polyimidmembran in Richtung auf eine verbesserte Haftung vor dem Sputtern der Pyrex-Schicht konnte die spätere Delaminierung unterbinden. Die Haftung von Siliziumoxidschichten auf biaxial orientierten Polypropylenfolien beispielsweise kann durch ein Sauerstoffplasma ebenfalls nicht verbessert werden [Bich98]. Abhilfe schaffte erst eine Haftvermittlungsschicht aus Chrom zwischen Polyimid und Pyrex.

#### 2.6.2.1.3 Herstellung einer strukturierten Membran aus fotostrukturierbarem Isoprenkautschuk

Wie bereits in Kap. 2.6.2.1.2 ausgeführt, musste also ein fotostrukturierbares Material gefunden werden, aus welchem sich bei vergleichsweise niedrigen Prozesstemperaturen elastisch oder plastisch dehnbare Membranen herstellen ließen. Für geeignet befunden wurden die bei den Negativresists im Halbleiterbereich weit verbreiteten Resists auf Basis des vorzugsweise synthetischen Isoprenkautschuks bzw. Polyisoprens. Bei Temperaturen von 125–135 °C lassen sich aus dem cyclisierten, synthetischen Polyisoprenfotolack Arch SC Resist 450 gut dehnbare, strukturierte Membranen herstellen, siehe Kap. 2.3.4. Für die Herstellung einer mit 10 µm relativ dicken Polyisoprenmembran auf einer Goldschicht als der oberen Membran des Demonstrators wurden die Schleuderparameter bestimmt und sämtliche weiteren Prozessparameter angepasst. Tab. 2-2 zeigt die Prozessparameter für die Herstellung der Polyisoprenmembran. Wegen des Problems mangelnder Haftung des Resists auf dem Gold schon bei der Entwicklung (Image Lifting) wurden einem langen, rampenförmigen Softbake ein abgedunkelter 2h-Air-Dry vorgeschaltet, die Belichtungsdosis deutlich angehoben und der Entwickler von Xylool auf ein Gemisch von Xylool mit n-Butylacetat im Volumenverhältnis 1 : 1 umgestellt. Eine zusätzliche Haftungsverbesserung kann durch kurzes Eintauchen des goldbeschichteten Membranwafers in einen alkalischen Entwickler wie z. B. 5%ige Kaliumhydroxidlösung erzielt werden [Thie00].

Alternativ zur Fotostrukturierung wurde die Strukturierung der Polyisoprenmembran, speziell, wie bereits in Kap. 2.5.3 bemerkt, auch der Zugangsöffnung in der Membran für den strukturnormalen, über ein Gehäuse ausgeführten Druckanschluss, durch reaktives Ionenätzen in einer RIE-Anlage Plasmalab 80 Plus der Firma Oxford durchgeführt. Der Vollständigkeit halber seien hier noch die ermittelten Prozessparameter angeführt. Die Ätzraten betragen für eine Substratelektrode auf Raumtemperatur bei 25 sccm Sauerstofffluss, 25 mTorr (ca.  $33 \cdot 10^{-3}$  mbar) Sauerstoffdruck und 120 W Senderleistung (vorwärts) typisch 150 nm / min.

Aufschleudern	500 min <sup>-1</sup> , 3 s (Spread Cycle)
	900 min <sup>-1</sup> (mit expliziter Drehzahlrampe), 60 s
Air Dry	23 °C bzw. Raumtemperatur, 2 h, abgedunkelt
Softbake auf Hotplate	60 °C, 30 min, mit N <sub>2</sub> -Beschickung, abgedunkelt <sup>1)</sup>
	75 °C, 30 min, mit N <sub>2</sub> -Beschickung, abgedunkelt <sup>1)</sup> <sup>2)</sup>
	90 °C, 30 min, mit N <sub>2</sub> -Beschickung, abgedunkelt <sup>1)</sup> <sup>2)</sup>
Belichten	Kontaktbelichtung, 300 mJ / cm <sup>2</sup> für 405 nm (H-Linie Emission Hg-Dampflampe)
Entwickeln auf Spin Coater	0 min <sup>-1</sup> (Stillst.), 90 s, 10 ml Entwickler <sup>3)</sup> kurz Zugießen und Stehenlassen
	2000 min <sup>-1</sup> , 60 s, 50 ml Entwickler <sup>3)</sup> permanent Zugießen <sup>4)</sup>
	500 min <sup>-1</sup> , 60 s, 50 ml Rinse <sup>5)</sup> permanent Zugießen <sup>4)</sup>
	2000 min <sup>-1</sup> , 30 s, mit N <sub>2</sub> Abblasen
Hardbake auf Hotplate	130 °C, 30 min, mit N <sub>2</sub> -Beschickung

<sup>1)</sup> ..... nicht nur gegen Weiß-, sondern auch gegen Gelblicht

<sup>2)</sup> ..... ohne zeitliche Lücke zum vorigen Prozessschritt, kein zwischenzeitliches Abkühlen

<sup>3)</sup> ..... Gemisch aus Xylol und n-Butylacetat (z. B. auch Arch Rinse QZ 3512) im Volumenverhältnis 1 : 1

<sup>4)</sup> ..... mit zeitlicher Überschneidung zum vorherigen Prozessschritt, kein zwischenzeitliches Austrocknen

<sup>5)</sup> ..... n-Butylacetat (alternativ Gemisch aus Isopropanol und deionisiertem Wasser)

Tab. 2-2: Prozessparameter für die Herstellung einer fotostrukturierten, 10 µm dicken Polyisoprenmembran auf einer Goldschicht

#### 2.6.2.1.4 Aufpumpen der Struktur mit reineisengefüllten, aushärtbaren Flüssigpolymeren

Das Aufpumpen der Hohlstrukturen wurde über eine Spritzenpumpe (Perfusor), also volumenstromgesteuert realisiert. Als Einspritzmedien wurde eine zweikomponentige Siliconkautschukgießmasse Elastosil RT 604 der Firma Wacker, siehe Kap. 2.3.2, ein zweikomponentiges, elastifiziertes Epoxidgießharz Duocast 6823 der Firma DELO und ein zweikomponentiges Epoxidgießharz EPO-TEK 301 der Firma Epoxy Technology verwendet. Die Anfangsviskosität des Gemischs bei Raumtemperatur beträgt für die Siliconmasse 800 mPa s, für die Epoxidharze 160 und 150 mPa s.

Um flexible, weichmagnetische Strukturen, z. B. für magnetische Aktoren wie einen magnetisch angetriebenen Biegebalken, zu erhalten, siehe unten, wurden die Membranhohlstrukturen versuchsweise mit reineisengefüllten, aushärtbaren Flüssigpolymeren aufgepumpt. Dazu wurden die obigen Flüssigpolymere in einer Mischwanne mit einem Spatel mit Reineisenpulver (durch Reduktion hergestelltes Eisen, zur Analyse, Reinheit größer 99,5 %, Bezugsquelle Firma Merck) einer Korngröße von ca. 10 µm vermennt. Für Mischungen des Eisenpulvers mit dem Silicon und den Epoxys stellte sich bis zu einem Massenverhältnis von 2 : 1 bzw. einem Volumenverhältnis von ca. 1 : 4 eine Anfangsviskosität ein, die gerade noch ein Abtropfen des Gemischs vom Mischspatel zuließ. Durch die Füllung erhöhte sich aber nicht nur die Anfangsviskosität, sondern auch die

Viskositätszunahme über der Zeit. Die starke Beschleunigung der Vulkanisierung des Silicons bzw. der Härtung der Epoxys steht wohl in engem Zusammenhang mit einer schon großen Oberfläche und Aktivität des 10µm-Reineisenmikropulvers. Um die verkürzten Topfzeiten von wenigen Minuten wieder auf zumindest einige 10 Minuten anzuheben, wurde z. B. das Silicon Wacker Elastosil RT 604 mit einem Inhibitor Wacker PT 88 versetzt. Eine typische Rezeptur einer Reineisen-Silicon-Einspritzmischung enthielt 1000 mg Silicon (A- zu B-Komponente im Massenverhältnis 9 : 1), 5 mg Inhibitor und 2000 mg Reineisen. Mit dieser Mischung gefüllte PVC-Schläuche mit 200 µm Innen- und 500 µm Außendurchmesser waren flexibel und wurden beispielsweise auch von üblichen, eher schwachen Haftmagneten für Magnetwände problemlos gegen ihr Eigengewicht gehalten. Im variierten Spalt zwischen 2 übereinander gelegten Objektglaträgern zeigte sich unter ca. 50 µm Abstand der Glaträger eine Entmischung des Silicons und des Eisenpulvers. Das Silicon wurde kapillar in den Spalt befördert und nahm dabei nur wenig Eisenpulver mit sich, das Eisenpulver staute sich in einem an Silicon verarmten Gemisch am Spalteintritt. Die Neigung zur Entmischung in wenigen 10 µm hohen Spalten wie wohl auch in den Hohlstrukturen bzw. deren Randbereichen könnte mit Nano- statt mit Mikropulver deutlich reduziert werden. Die Nanopulver besitzen aber auf Grund ihrer nochmals deutlich größeren Oberfläche eine noch einmal erheblich vergrößerte Aktivität, was ihre Verarbeitung in dem Flüssigpolymer möglicherweise erschwert oder verhindert. Es wurde schließlich ein im rundenförmigen PMMA-Gehäuse freigespannter Hohlkasten mit reineisengefülltem Silicon aufgepumpt. Der beidseitig eingespannte Kasten wurde anschließend mit einem Laser auf ca. 2 / 3 seiner freigespannten Länge durchtrennt, so dass ein einseitig eingespannter Kasten entstand. Im Magnetfeld einer Relaispule konnte der weichmagnetische gummielastische Biegekasten aus seiner Ursprungslage ausgelenkt werden. Es lässt sich nun ein Magnetventil denken, in welchem das Ende eines solchen magnetischen Kastens gegen einen Ventilsitz arbeitet. Für die Umsetzung der obigen Versuchsergebnisse in eine leistungsfähige Applikation erscheint aber die Dichte der magnetischen Matrix im reineisengefüllten Silicon bei einem Volumenverhältnis von lediglich 1 Teil Eisen auf 4 Teile Silicon zu niedrig.

#### 2.6.2.2 Struktur aus Polyimiddoppelmembran und Titanopferschicht

Abb. 2-16 zeigt wichtige Schritte zur Fertigung der 2. Version des Demonstrators. Auf ein thermisch oxidiertes Siliziumsubstrat wurde eine 75 nm dicke Goldabhebeschicht gesputtert (a). Auf der Goldschicht wurde eine 7,5 µm dicke, strukturierte Membran aus fotostrukturierbarem Polyimid hergestellt (b). Auf die Polyimidmembran wurde eine 75 nm dicke Titanschicht gesputtert. Die Titanschicht wurde unter Verwendung eines DQN-Fotolack-Kaliumhydroxidentwickler-Systems und des Ätzmittels 1%ige Fluorwasserstoffsäure mit Nitromethan im Volumenverhältnis 50 : 1 strukturiert (c). Zur Vermeidung eines ‚Non-Stick‘ Finish der oberflächennah durch das Ätzmedium auffluorierten Polyimidmembran wurde diese einem Sauerstoffplasma ausgesetzt [Arch01]. Auf dem Schichtmuster aus Titan- und Polyimidbereichen wurde eine 7,5 µm dicke, fotostrukturierte Polyimidmembran hergestellt (d). Ein normaler Druckanschluss wurde über ein per Kapillarkleben mit der Polyimidmembran verbundenes PMMA-Gehäuse gefertigt. Über das Gehäuse wurde auch die Doppelmembran vom Substrat abgehoben (e). Die Goldabhebeschicht wurde nasschemisch in Iodkaliumiodidlösung weggeätzt. Die Strukturen wurden nach Einlegen in 10%ige Fluorwasserstoffsäure bei Raumtemperatur und für ca. 1 h seriell durch Aufpumpen mit Luft

aufgefaltet (f). Wegen der schon in Kap. 2.4.2 angemerkten Gefahr des Verklebens hier der Polyimidmembranen musste das Aufpumpen der Strukturen mit Luft zeitnah zum Herausnehmen der Strukturen aus der Flusssäure erfolgen. Zeitnah meint hier in einem zeitlichen Abstand von längstens 1–2 h. Vorzugsweise bleibt die Doppelmembran dann bis zur Trocknung des zwischen und in den Membranen befindlichen Wasseranteils der Flusssäure aufgepumpt. Abschließend sei noch bemerkt, dass sich die zur Verbindung von Gehäuse und Doppelmembran durch Kapillarkleben eingesetzten Epoxidharzklebstoffe

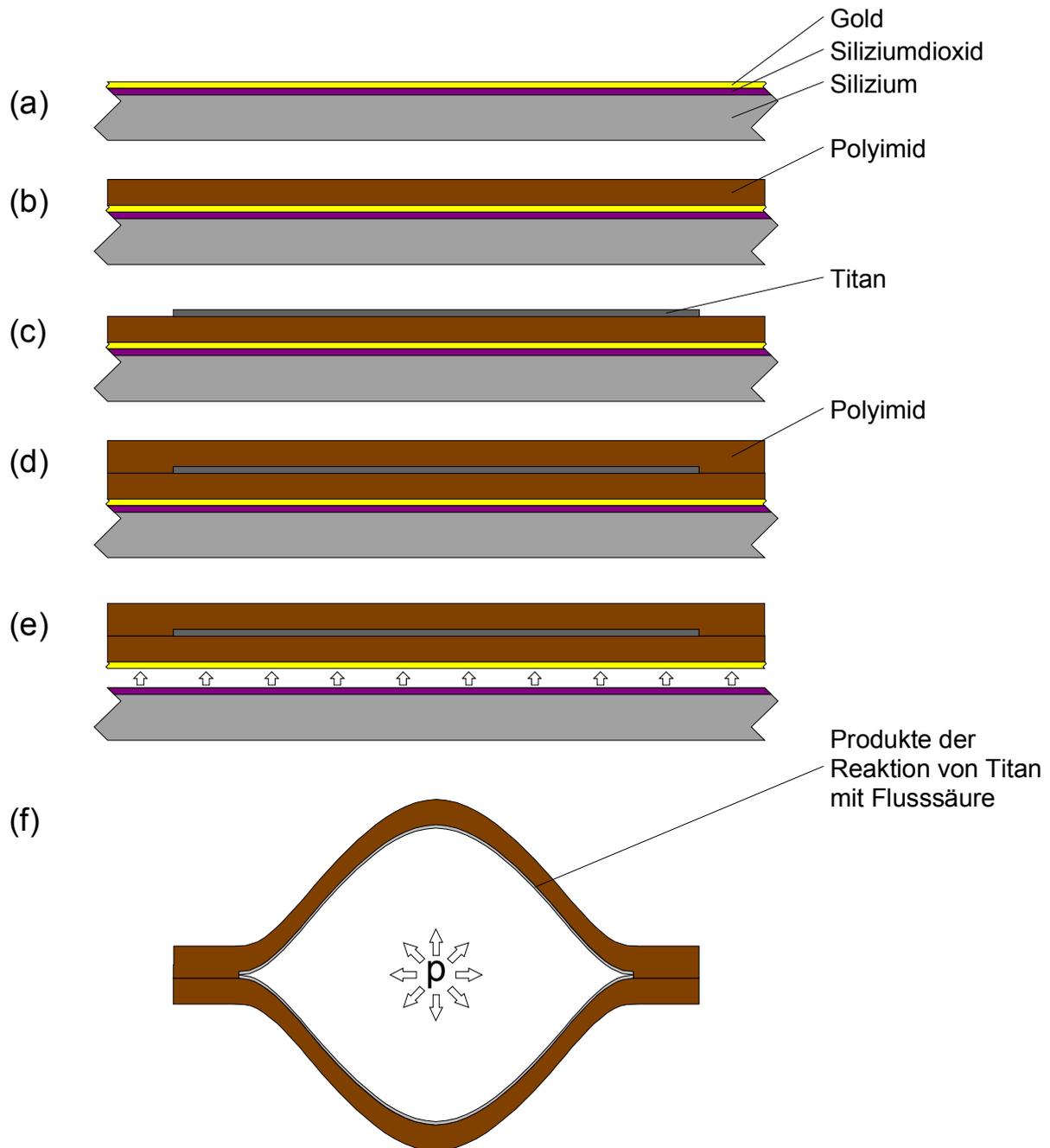


Abb. 2-16 Fertigungsschritte eines Demonstrators einer mit einem aufgeklebten Gehäuse vom Substrat abgehobenen Struktur aus 2 Membranen – 2. Version (Polyimiddoppelmembran in Kombination mit Titanopferschicht)

DELO Duocast 6823 und Epoxy Technology EPO-TEK 301 und 310 gegenüber der 10%igen Flusssäure unbeständig zeigten. Angesichts der eingeschränkten Zugänglichkeit der dünnen und breiten Klebenaht für die Flusssäure im Wesentlichen nur über Permeation durch die Doppelmembran und der beschränkten Einwirkdauer der Flusssäure ergaben sich jedoch keine Beeinträchtigungen für die Herstellung des Demonstrators.

Abb. 2-17 zeigt die abgehobene Polyimiddoppelmembran eines freigespannten Hohlbalkens analog dem in Abb. 2-11 gezeigten Hohlbalken vor (oben) und nach (mittig) der Flusssäurebehandlung sowie mit Luft aufgepumpt (unten). Die Titanopferschicht erscheint dunkel, die Produkte der Reaktion von Titan bzw. Titandioxid mit Flusssäure erscheinen hell.

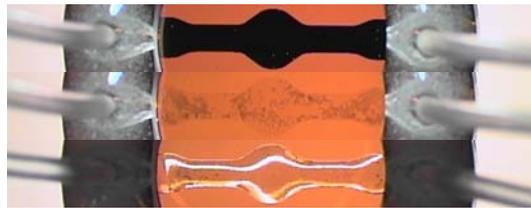


Abb. 2-17 Polyimiddoppelmembran eines freigespannten Hohlbalkens analog dem Hohlbalken aus Abb. 2-11 vor (oben) und nach (mittig) Flusssäurebehandlung sowie aufgepumpt (unten)

## 2.7 Funktionsdemonstrator – pneumatisch antriebener Mikrofinger

Zur Veranschaulichung einer denkbaren Anwendung der 3-D-Mikrostrukturen wurde mit den Resultaten aus dem Bau des Formdemonstrators in Gestalt der 1. Version des beidseitig eingespannten Hohlbalkens, siehe Kap. 2.6.2.1, ein Funktionsdemonstrator in Form eines einseitig eingespannten, spiralg gekrümmten Schwellkörpers aufgebaut. Die Geometrie des rundenförmigen PMMA-Gehäuses ist für beide Demonstratoren identisch. Ebenso identisch ist der Aufbau der Polyimid-Polyisopren-Doppelmembran mit Haft- und Antihafschichtpaaren aus Chrom, Gold und Pyrex. Bei der Herstellung der asymmetrischen, mehrschichtigen Membran auf dem Abhebesubstrat werden über den Membranquerschnitt verschiedene große Spannungen eingeprägt. Diese werden nach dem Abheben der Membran vom Substrat frei. In der Doppelmembran dominieren Zugspannungen in Richtung der Polyimidmembran und Druckspannungen in Richtung der Polyisoprenmembran. Sie werden in Richtung einer Gleichgewichtslage abgebaut. Dabei wird die Membran in eine Spirale aus der Hauptebene des Gehäuses (Bildebene in Abb. 2-19, siehe unten) heraus gezwungen. Die Doppelmembran dreht und streckt sich je nach ihrer Beaufschlagung mit Druckluft mehr oder weniger wieder in die Gehäuseebene hinein. Wird der eingerollte Schwellkörper pneumatisch ausgerollt, ähnelt die Bewegung in ihrem Ablauf der der 3 Glieder des menschlichen Zeigefingers zwischen den Endlagen der Beugung (Flexion) und Streckung (Extension). Der kompakte und kräftige pneumatische Antriebsmechanismus des ‚Mikroingers‘ ist, im Allgemeinen als hydraulischer Mechanismus, in der Pflanzen- und Tierwelt verbreitet [Schw98]. Ein so oder ähnlich gearteter pneumatischer Aktor könnte etwa für mikrotechnische Manipulationsaufgaben eingesetzt werden. Kennzeichnend für dieses

Aktorprinzip ist neben der für fluidische Antriebe charakteristischen hohen Energie- bzw. Arbeitsdichte der für fluidische Antriebe typische hohe Arbeitshub bzw. die hohe Reichweite hier der Aktorspitze. Der an der Aktorspitze zu einem Luftkissen aufgeweitete Schwellkörper könnte eine vielleicht weniger präzise, dafür aber eine wahrscheinlich mehr schonende Manipulation erlauben.

Abb. 2-18 zeigt die Polyimid-Polyisopren-Doppelmembran des in Abb. 2-19 gezeigten pneumatisch angetriebenen Fingers mit aufgeklebtem PMMA-Gehäuse und den über das Gehäuse ausgeführten Druckanschluss (links, ohne eingeklebten Schlauch, rechte Bohrung nur als Positionierhilfe). Abb. 2-19 zeigt den drucklosen (oben), mit Luft unter einem Überdruck von 0,5 (mittig) und 1 bar (unten) aufgepumpten, pneumatisch angetriebenen Finger mit einer minimalen lichten Weite der Hohlstruktur von ca. 1 mm.

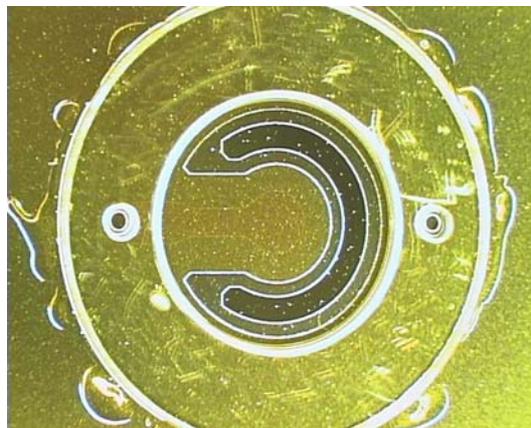


Abb. 2-18 Polyimid-Polyisopren-Doppelmembran des pneumatisch angetriebenen Fingers aus Abb. 2-19 mit aufgeklebtem PMMA-Gehäuse und über das Gehäuse ausgeführter Druckanschluss (links)

Im Hinblick auf ein vollständiges serielles Aufpumpen erwiesen sich in Richtung der Strukturlängsachse nicht fixierte oder verstreckte Membranhohlstrukturen wie der Mikrofinger gegenüber fixierten oder verstreckten Strukturen wie dem Mikrokanal oder dem Mikrohohlbalken als deutlich kritischer. Der Grund hierfür liegt in der Tatsache einer höheren Neigung zu das vollständige serielle Auffalten unterbindenden Einschnürungen am Übergang von lateral großen zu kleinen Strukturbereichen. Kam die Front der Auffaltung an der Einschnürstelle zum Stillstand, bewirkte eine Druckerhöhung bis hin zum Bersten der Membran am Ort der Einschnürung häufig, in der Art einer Selbsthemmung, keine Vorwärts-, aber eine geringe Rückwärtsbewegung der Auffaltungsfront in Richtung der Strukturlängsachse. Der Hang zur Einschnürung ist wesentlich von der Spannungs-Dehnungs-Kurve des Membranmaterials, dem Haftungslevel in dem Antihafschichtpaar bzw. an der angelösten bzw. -geätzten Opferschicht und vom Druckniveau und damit von der Auffaltdynamik abhängig.

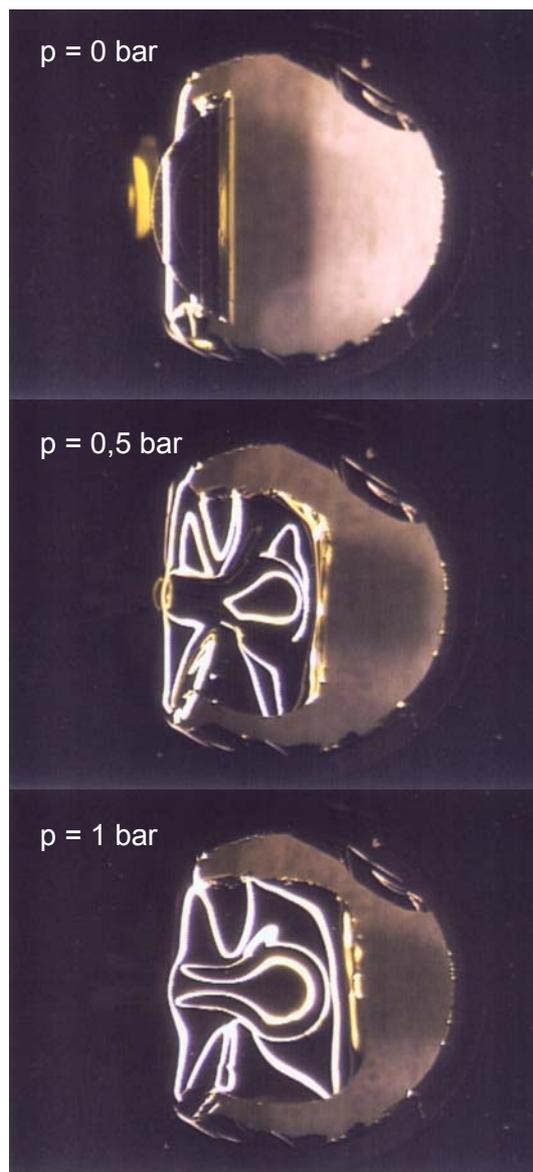


Abb. 2-19 Druckloser (oben), mit Luft unter einem Überdruck von 0,5 (mittig) und 1 bar (unten) aufgepumpter, pneumatisch antriebener Finger (minimale lichte Weite ca. 1 mm) aus 7,5  $\mu\text{m}$  dicker Polyimidmembran und 10  $\mu\text{m}$  dicker Polyisoprenmembran



### **3 Herstellung dreidimensionaler Mikrostrukturen aus thermogeformten und auf ein Substrat heißgesiegelten Kunststofffolien**

#### **3.1 Stand der Technik**

Wie bereits in Kap. 1 angeführt, ist für das Warmformverfahren Thermoformen der Versuch einer mikrotechnischen Umsetzung bisher noch nicht bekannt, wohl aber für das technologisch verwandte Warmformverfahren Blasformen. So wurden für die longitudinale Fixierung und die radiale sowie winklige Ausrichtung einer Katheter- bzw. Endoskopspitze in einem röhrenförmigen (Blut-)Gefäß aufblasbare, vorgeformte Mikrobällons aus thermoplastischem Polyurethan (Kurzzeichen TPU), einem thermoplastischen Elastomer, gefertigt [Ruzz98] [Ruzz98a]. Weiter wurde für ein fluidisches Mikrogelenk in Anlehnung an das Beugelenk einer Spinne eine dünnwandige, einfaltbare Gelenkkapsel aus PVC und aus TPU hergestellt [Schw98].

Der Vollständigkeit halber sei noch bemerkt, dass andere bisher betrachtete ähnliche Verfahren zur Herstellung von polymeren, dreidimensionalen Membranmikrostrukturen sich an das aus der makroskopischen Fertigungstechnik bekannte Arbeiten mit temporären, verlorenen oder mit permanenten Kernen bzw. Einlegeteilen anlehnten [Schw98]. Die Membranhohlstrukturen wurden durch Spritzgießen mit Low-Density-Polyethylen und durch Tauchbeschichten mit ‚Latex‘ bzw. Kautschukdispersion hergestellt.

#### **3.2 Technologische Grundlagen des Thermoformens**

Unter dem Begriff Thermoformen (auch Warmformen bzw. -umformen) versteht man die Gestaltänderung bzw. das Umformen eines thermoplastischen Halbzeugs bei erhöhter Temperatur zu einem Formteil mit dreidimensionaler Geometrie. Es handelt sich nach VDI-Richtlinie 2008 um ein Streckziehen (auch Streckformen) des erwärmten, fest eingespannten Zuschnitts unter Ausdünnung der Ausgangswanddicke.

Das thermoplastische Halbzeug bzw. der Zuschnitt wird als Rollen- oder als Plattenware auf Rollenautomaten oder Plattenmaschinen verarbeitet. Im makroskopischen Thermoformen bezeichnet man Halbzeuge mit einer Dicke kleiner 1,5 mm als Folien, dabei unterscheidet man dünne Folien mit einer Dicke kleiner 0,25 mm und dicke Folien mit einer Dicke größer 0,25 mm. Halbzeuge mit einer Dicke größer 3 mm nennt man Platten. Aufgeheizt über Umformtemperatur wird das an den Rändern eingespannte Halbzeug in Einplatzmaschinen innerhalb der Formstation oder in Mehrstationenmaschinen mit separater Heiz- und Formstation außerhalb der Formstation. Dies erfolgt von einer oder gleichzeitig von beiden Seiten, häufig über Strahlungsheizungen mit Infrarotstrahlern, per Wärmeleitung über Kontaktheizungen mit Heizplatten oder -walzen oder seltener über Konvektionsheizungen mit Warmluft. Die Umformtemperatur des Halbzeugs liegt für amorphe Thermoplaste oberhalb der Glasübergangs- bzw. Erweichungstemperatur und für teilkristalline

Thermoplaste in der Nähe der Kristallitschmelztemperatur. Das Halbzeug befindet sich dabei noch nicht im thermoplastischen, sondern (für den Fall amorpher Thermoplaste) noch im thermo- bzw. gummielastischen Zustandsbereich. Das eingespannte, erwärmte Halbzeug wird in der Formstation zum einen pneumatisch mit Vakuum (Vakuumformen), also durch den lokalen Umgebungsdruck, oder mit Druckluft bei Überdrücken typisch bis 7 bar (Druckluftformen) geformt. Zum anderen wird es mechanisch durch Formwerkzeuge, Formhilfen und Hilfswerkzeuge wie Stempel, Schieber usw. geformt. Zusätzlich kann ein Prägen, Quetschen oder Kalibrieren von Teilflächen erfolgen. Der Halbzeugrand ist zwischen einem oberen und einem unteren Spannrahmen, zwischen einem Rahmen und dem Formwerkzeug oder zwischen dem Formwerkzeug und dem Gegenwerkzeug fest eingespannt. Abb. 3-1 zeigt die 2 grundsätzlichen Formverfahren beim Thermoformen, das Positiv- (a) und das Negativformen (b). Beim Positivformen wird das Halbzeug über das Formwerkzeug geformt, so dass die Innenseite des Formteils zum Anliegen an der Form kommt. Beim Negativformen wird das Halbzeug in das Formwerkzeug geformt, so dass die Außenseite des Formteils zum Anliegen an der Form kommt. Dabei stellt sich jeweils eine charakteristische Wanddickenverteilung mit größeren Wanddicken in schwach und mit kleineren Wanddicken in stark verstreckten Bereichen ein. Durch die Abkühlung und die Anhaftung des Halbzeugs beim Anlegen an die Formwerkzeugoberfläche wird dieses in den Bereichen eines frühen Kontakts mit dem Formwerkzeug nur schwach und in den Bereichen eines späten oder gar keines Kontakts stark verstreckt. Das Formteil hat an seiner dem Formwerkzeug zugewandten und unter Formzwang stehenden Seite eine um die Wanddickenschwankung höhere Formgenauigkeit als an seiner vom Formwerkzeug abgewandten Seite. Das bedeutet beim Positivformen eine höhere Formgenauigkeit an der Innenseite und beim Negativformen eine höhere Formgenauigkeit an der Außenseite des Formteils. Das Evakuieren bzw. Entlüften der mehrheitlich luftundurchlässigen Formwerkzeuge gegen Lufteinschlüsse zwischen Formteil und Formwerkzeug erfolgt über Entlüftungs- bzw. Abluftbohrungen und -schlitze, Schlitzdüsen und Schnellentlüftungsventile in überwiegend aufgerauten, z. B. sandgestrahlten, und nicht polierten Formwerkzeugoberflächen. Abgekühlt auf Entformtemperatur, typisch etwa 20 K unter der Glasübergangs- bzw. Kristallitschmelztemperatur [Thro99], wird das Formteil unter Formzwang über das kältere Formwerkzeug. Dieses wird dazu direkt über Kanäle oder Rohre im Werkzeug oder indirekt über eine Platte, auf welcher die Form aufgebaut ist, temperiert, gekühlt oder auch geheizt. Eventuell zusätzlich abgekühlt wird das Formteil über seine freie, vom Formwerkzeug abgewandte Oberfläche durch Luft, gekühlte oder wasserversetzte Luft mit Druckluft, Kühlgebläsen oder der Versprühung von Wasserdampf. Vor dem Entformen erfolgt ein Druckausgleich zur Umgebung, während des Entformens eventuell ein Belüften durch Einblasen von Druckluft bzw. Entformungsluft. Bei reinem Druckluftformen erfolgt die Entformung mit Auswerfern oder über andere mechanische Entformungshilfen. Zur Erzielung einer bestimmten, meist gleichmäßigen Wanddickenverteilung am Formteil auch bei hohen Verstreckverhältnissen, Definition siehe unten, wird das Thermoformen oft zwei- oder mehrstufig angelegt. Dabei wird das Halbzeug in Vorstreckschritten pneumatisch mit Vorblasen oder -saugen oder mechanisch durch das Formwerkzeug selbst oder durch Hilfs- bzw. Vorstreckstempel erst zu einem Vorformling, beim Vorblasen z. B. in Gestalt einer Blase, vorgestreckt. Anschließend wird der Vorformling in einem Ausformschritt dann zu einem Formteil geformt.

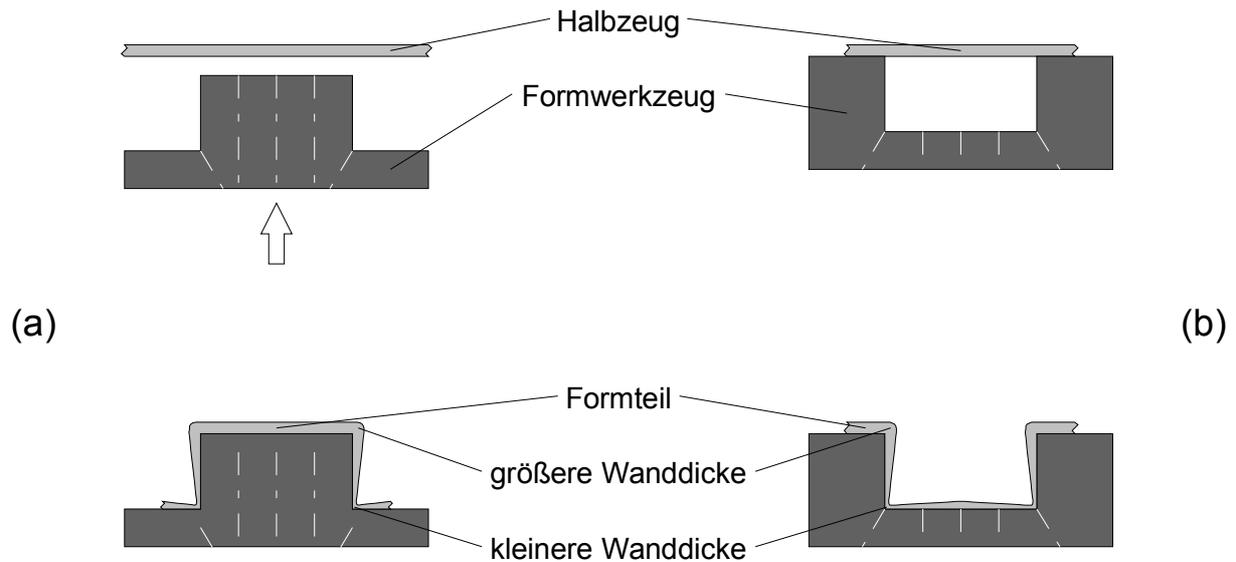


Abb. 3-1 Positiv- (a) und Negativformen (b)

Die Überführung des Thermoformens in die Mikrotechnik kann natürlich nicht ohne eine Adaption an die gegenüber der makroskopischen Technik veränderten Randbedingungen der Mikrotechnik vollzogen werden. So kann eine klassische Formstation für zwei- oder mehrstufiges Positiv- oder Negativformen mit Vorstrecken auf dem Weg vom makroskopischen zum mikrotechnischen Thermoformen kaum mitgenommen werden. Standardlösungen wie das Einfahren von Formwerkzeugen durch Spannrahmenkulissen oder von Vorstreckstempeln in Formwerkzeuge sind nicht beliebig nach unten skalierbar. Das gilt beispielsweise auch für Entlüftungs- bzw. Abluftbohrungen in der Formwerkzeugoberfläche. Für die Miniaturisierung des Thermoformens bietet sich eine wenig komplexe Form des einstufigen Negativformens bzw. des Negativformens ohne Vorstreckung als Vakuum- oder Druckluftformen mit Aufheizen des Halbzeugs durch eine Kontaktheizung in der Formstation an, das ‚Trapped Sheet Thermoforming‘ [Thro99], siehe Abb. 3-2. Die Druckluft empfiehlt sich gegenüber der Vakuumformvariante wegen der höheren Ausformschärfe. Die Druck- bzw. Formluft wird durch Bohrungen in der Kontaktheizplatte geführt. Das Verfahren wird in der Hauptsache für

- thermisch empfindliche Folien (z. B. aus bestimmten PVC-Typen),
- stark orientierte Folien (z. B. aus orientiertem Polystyrol),
- Folien mit Neigung zum Durchhang (z. B. aus Polypropylen oder Low-Density-Polyethylen),
- einseitig metallisierte Platten,
- Platten mit integrierten Leiterbahnen oder aufgedruckten Schaltungen,

- bedruckte oder geprägte Folien und
- dünne und sehr dünne Folien

eingesetzt.

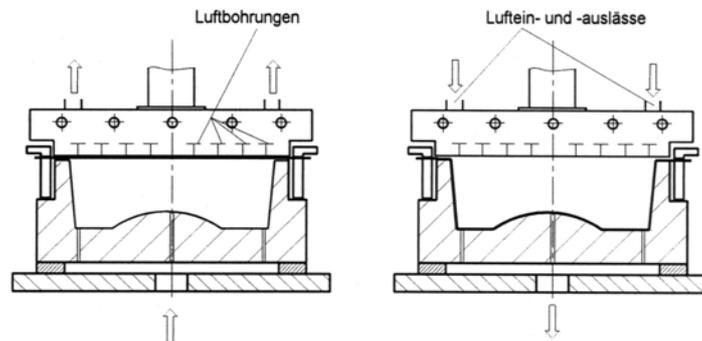


Abb. 3-2 Trapped Sheet Thermoforming [Thro99]

Das Standardthermoformverfahren zur Herstellung von (überwiegend) geschlossenen Hohlkörpern ist das ‚Twin Sheet Thermoforming‘ [Ill97] [Thro99], und zwar in diversen Varianten als sequenzielles oder als simultanes Verfahren, siehe Abb. 3-3. Beim simultanen Twin Sheet Thermoforming mit Zwischenrahmen sind die beiden Halbzeuge durch diesen getrennt zwischen einem Ober- und einem Unterrahmen eingespannt. Bohrungen im Zwischenrahmen oder Injektionsnadeln führen die Umgebungsluft beim Vakuumformen bzw. die Formluft beim Druckluftformen.

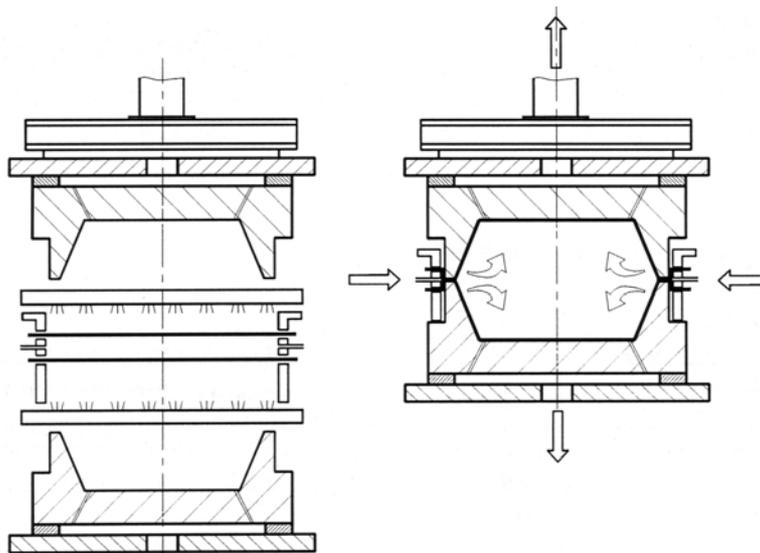


Abb. 3-3 Simultanes Twin Sheet Thermoforming (Variante mit Zwischenrahmen) [Thro99]

Wie bereits in Kap. 1 angemerkt, sind das thermoplastische Schweißen [Saec98] und das Heißsiegeln [Illi97] [Nent00] [Thro99] die bevorzugten Verbindungsverfahren für in hohen Stückzahlen thermogeformte Teile z. B. in der Verpackungsindustrie. Beim (indirekten) Heizelement-Wärmekontaktschweißen werden die beiden materialgleichen oder -kompatiblen (chemisch und bezüglich der Schweiß- bzw. Schmelztemperatur, Mischmaterialschweißen [Saec98]) thermoplastischen Fügepartner durch beheizte Stempel bzw. Backen zusammengepresst. Die Wärme wird dabei über die Verbindungspartner an die Verbindungsstelle geleitet. So werden mit der Fügestelle auch die Fügepartner plastifiziert. Beim Heißsiegeln mit einer auf einem Fügepartner und zwischen den beiden Fügepartnern befindlichen Heißsiegel-, hitze- bzw. wärmeaktivierbaren Schicht wird lediglich die Siegelschicht plastifiziert. Die Verbindungspartner können dabei auch nicht miteinander verschweißbare Kunststoffe wie schlagzähes Polystyrol und Polycarbonat [Saec98] oder generell nicht schweißbare Werkstoffe wie Papier bzw. Karton, Aluminiumfolie oder Cellophanfolie sein. Als Material für Siegel- bzw. Haftvermittlerschichten finden Polyethylen (mit verschiedenen Molekulargewichtsverteilungen), Copolymere des Ethylens mit höheren Olefinen, Ethylen-Vinylacetat-Copolymere, Ionomere, Polyethylen aus Metallocenkatalyse, Acrylpolymere usw. Verwendung.

Die Fertigungsverfahren Simultanes Twin Sheet Thermoforming, Trapped Sheet Thermoforming und Heizelement-Wärmekontaktschweißen bzw. Heißsiegeln werden nun zu einem neuen, in Kap. 3.3 vorgestellten Verfahren zur Herstellung polymerer fluidischer Mikrostrukturen durch so genanntes ‚Mikrothermoformen‘ kombiniert. Der Form- und der Verbindungsprozess sind dabei vorzugsweise zu einem simultanen Prozess bzw. in einem einzigen Prozesszyklus in der Formstation zusammengefasst. Als Formstation dient dem neuen Mikrothermoformverfahren in der im Rahmen dieser Arbeit vorgestellten Ausprägung eine konventionelle Abformmaschine. Die Werkzeuge für das Mikrothermoformen sind dabei an die Werkzeuge für das Heißprägen adaptiert. So kann eine vorhandene Abformmaschine in kurzer Zeit zu einer Mikrothermoformmaschine umgerüstet werden und umgekehrt.

Eine wichtige Größe zur überschlägigen technologischen Beurteilung eines Thermoformprozesses ist das (mittlere) Verstreck- oder Ziehverhältnis  $R$  [Illi97] [Thro99]. Als Oberflächenverstreckverhältnis  $R_a$  bei einer Halbzeugfläche  $A_0$  und einer Formteilfläche  $A_1$ , jeweils innerhalb der inneren Kontur der Einspannung, ist  $R$  definiert als

$$R_a = \frac{A_1}{A_0}. \quad (3.1)$$

$A_0$  wird ‚Formfläche‘ genannt. Für den Fall eines konstanten Volumens des Halbzeugs über der Verformung, siehe Kap. 3.4, das heißt für

$$V_0 = A_0 \cdot t_0 = V_1 = A_1 \cdot t_1 = V = const., \quad (3.2)$$

ergibt sich zwischen der Halbzeugdicke  $t_0$  und einer mittleren Formteilwanddicke  $t_1$  die Beziehung

$$t_1 = \frac{A_0}{A_1} \cdot t_0 = \frac{1}{R_a} \cdot t_0. \quad (3.3)$$

Als lineares Ziehverhältnis  $R_l$  bei der Länge  $l_0$  einer Linie (Gerade) auf der Halbzeugfläche und der Länge  $l_1$  einer Linie auf der Formteilfläche, jeweils innerhalb der inneren Kontur der Einspannung, ist  $R$  definiert als

$$R_l = \frac{l_1}{l_0}. \quad (3.4)$$

Die Linien auf der Halbzeug- und der Formteilfläche werden hierbei aus einem Schnitt des Halbzeugs und des Formteils mit einer gewählten Ebene normal zum Halbzeug erhalten. Das Verstreck- oder Ziehverhältnis kann lokal, z. B. an nicht oder nur wenig abgerundeten zwei- oder dreidimensionalen Innen- oder Außenecken, teilweise erheblich von diesem Mittelwert abweichen. Die erreichbaren Oberflächenverstreckverhältnisse liegen für gängige Thermoplaste typischerweise bei wenigen Vielfachen über 4 und unter 10, eventuell auch knapp darüber bis etwa 12 [Thro99].

In der Mitte einer (unendlich) langen grabenförmigen Kavität wird bei verschwindender Dehnung  $\Delta x$  eines Halbzeugelements der Länge  $x$  in Richtung der Grabenlängsachse (planare Dehnung bzw. ebener Dehnungszustand, siehe Kap. 3.4)

$$R_a = \frac{A_1}{A_0} = \frac{l_1 \cdot (x + \Delta x)}{l_0 \cdot x} = \frac{l_1 \cdot x}{l_0 \cdot x} = \frac{l_1}{l_0} = R_l = R. \quad (3.5)$$

Hat der Graben einen rechteckigen Querschnitt mit der Breite  $B$  und der Tiefe  $T$  und wird das Halbzeug bis in die nicht abgerundeten zweidimensionalen Ecken zwischen den Wänden des Grabens und dem Grabenboden eingeformt so wird das Verstreck- bzw. Ziehverhältnis  $R$  zu

$$R = \frac{l_1}{l_0} = \frac{T + B + T}{B} = \frac{2 \cdot T + B}{B} = \frac{2 \cdot T}{B} + 1. \quad (3.6)$$

Das Aspektverhältnis  $A$  einer grabenförmigen Mikrostruktur ist definiert als

$$A = \frac{T}{B}. \quad (3.7)$$

Zwischen dem Aspektverhältnis  $A$  aus der Mikrostrukturtechnik und dem Verstreckverhältnis  $R$  aus der Thermoformtechnik ergibt sich also die Beziehung

$$A = \frac{R-1}{2}. \quad (3.8)$$

Erreichbare Verstreckverhältnisse von 4–10 bedeuten somit realisierbare Aspektverhältnisse von 1,5–4,5. In der vorliegenden Arbeit wurden beim Mikrothermoformen von Kanalstrukturen für die Kapillarelektrophorese aus Polystyrol Verstreckverhältnisse von ca. 2 und damit, für die Applikation ausreichende, Aspektverhältnisse von ca. 0,5 verwirklicht.

### 3.3 Basisverfahren

Wie bereits in Kap. 3.2 bemerkt, werden die Fertigungsverfahren Twin Sheet Thermoforming, Trapped Sheet Thermoforming und Schweißen bzw. Heißsiegeln zu einem vorzugsweise simultanen Verfahren zur Herstellung polymerer fluidischer Mikrostrukturen durch Mikrothermoformen in einer Abformmaschine kombiniert. Für die Fertigung zunächst einlagiger fluidischer Strukturen wird dabei innerhalb eines einzigen Maschinenzyklus der Heißprägepresse eine dünne bzw. sehr dünne thermoplastische Folie zu einer Fluidstruktur thermogeformt und gleichzeitig auf ein Substrat geschweißt bzw. heißgesiegelt. Das Substrat ist eine dünne bzw. dicke Folie aus Kunststoff mit fluidischen Anschlüssen in Form von Durchgangslöchern. An Stelle von Kunststoffsubstraten, auch als Leiterplatten, sind auch andere Substrate z. B. aus mikrotechnischen Werkstoffen wie Silizium, Glas oder Keramik, auch mit Schaltungen darauf, vorstellbar. Im Folgenden werden nun einstufige bzw. simultane und zweistufige bzw. sequenzielle Verfahren zur Herstellung ein- und zweilagiger fluidischer Mikrostrukturen vorgestellt [Truc01]. Als Demonstratoren für mit diesen Verfahren hergestellte Mikrostrukturen wurden Strukturen für die Kapillarelektrophorese (CE, Capillary Electrophoresis) [Harr92] [Manz92] gebaut [Truc01a] [Truc02] [Truc02a], siehe Kap. 3.8. Bei der Kapillarelektrophorese wird die Probe in einer dünnen Kapillare unter dem Einfluss eines elektrischen Felds in ihre verschiedenen Komponenten aufgetrennt und analysiert. Aber auch der Bau von Strukturen für andere  $\mu$ TAS-Anwendungen (Micro Total Analysis Systems) ist denkbar, ebenso der Bau von Strukturen z. B. für Wärmetauscher zur Flüssigkeitskühlung von mikroelektronischen Bauteilen oder -gruppen.

#### 3.3.1 Basisverfahren für einlagige fluidische Strukturen

Abb. 3-4 zeigt die wichtigen Schritte des einstufigen Basisverfahrens zur Herstellung von einlagigen polymeren fluidischen Mikrostrukturen durch Mikrothermoformen. Ein Werkzeug, bestehend aus einem Formwerkzeug mit Kavitäten, aus einem korrespondierenden Gegenwerkzeug mit Löchern zur Beaufschlagung mit einem Druckgas und zur Evakuierung und aus einer Dichtung, ist bei zueinander ausgerichtetem Form- und Gegenwerkzeug in eine Heißprägemaschine montiert. Eine thermoplastische Folie und ein Substrat mit fluidischen Anschlüssen in Form von Durchgangslöchern (a) werden in das Werkzeug eingelegt, so dass die Löcher im Gegenwerkzeug mit den korrespondierenden Löchern im Substrat fluchten. Das Werkzeug wird so weit zugefahren, dass Vakuumdichtheit erreicht

wird, die Folie und das Substrat aber noch nicht durch Form- und Gegenwerkzeug zusammengepresst werden. Dann wird das Werkzeug mit den Kavitäten im Formwerkzeug evakuiert (b). Das Werkzeug wird weiter zugefahren, so dass die Folie und das Substrat zusammengepresst werden. Dann wird das Werkzeug und mit ihm die thermoplastische Folie auf eine Temperatur oberhalb der Glasübergangs- bzw. in der Nähe der Kristallitschmelztemperatur der Folie aufgeheizt. Die Folie wird in den Zonen, in denen sie die evakuierten Kavitäten des Formwerkzeugs überspannt durch ein Druckgas in diese eingeformt und in den (übrigen) Zonen, in denen sie und das Substrat zusammengepresst werden auf dieses geschweißt bzw. heißgesiegelt (c). Schließlich wird das Werkzeug auf eine Temperatur unterhalb der Glasübergangs- bzw. der Kristallitschmelztemperatur abgekühlt, der Gasdruck abgesenkt, das Werkzeug aufgeföhren und die Mikrostrukturen entformt und entnommen (d).

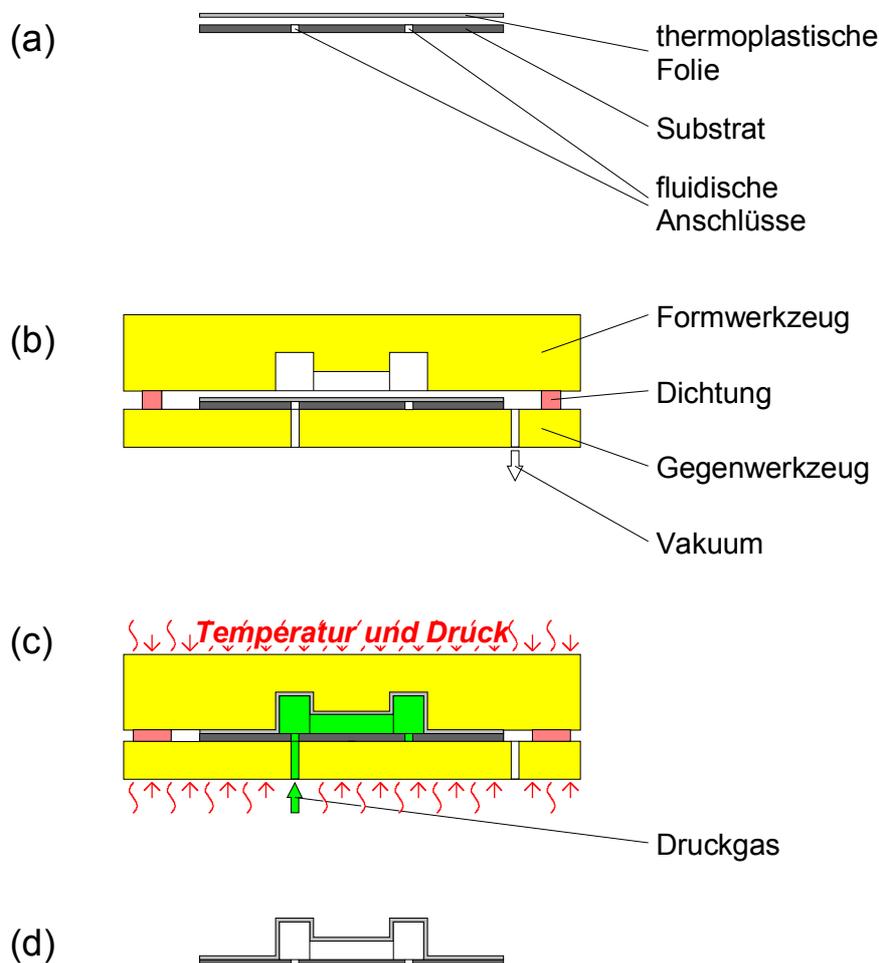


Abb. 3-4 Schritte des einstufigen Basisverfahrens zur Herstellung von einlagigen polymeren fluidischen Mikrostrukturen durch Mikrothermoformen

Die Haftung zwischen thermogeformter Folie und Substrat kann durch geeignete Haftvermittler(schichten) [Saec98] auf der Folie oder dem Substrat, siehe Kap. 3.6.2, wie sie z. B. vielfach und vielfältig in Mehrschichten- bzw. Verbundfolien zur Anwendung kommen

[Nent00], erhöht werden. Der Ausformdruck ist für ein Feinvakuum und einen Umgebungsdruck auf Meereshöhe von ca. 1000 mbar der um etwa 1 bar erhöhte Gasdruck als Überdruck gegen den Umgebungsdruck. Die Beaufschlagung der Folie mit einem gegenüber dem Ausformdruck deutlich niedrigeren Vordruck deutlich vor dem Erreichen der Umform- und Schweiß- bzw. Siegeltemperatur kann ein zu starkes Kleben der Folie am Substrat in den späteren Thermoformzonen unterbinden.

Die bei Umformtemperatur zwischen dem Formwerkzeug und dem Substrat über das Gegenwerkzeug zusammengepresste, gummi- bzw. thermoelastische Folie funktioniert als eine Art Dichtung gegen einen pneumatischen Kurzschluss zwischen den Löchern zur Druckbeaufschlagung und den Kavitäten durch das Druckgas. Von den Löchern zur Druckbeaufschlagung im Gegenwerkzeug und den korrespondierenden fluidischen Anschlüssen im Substrat aus wird die thermoplastische Folie in die Kavitäten seriell, das heißt fortlaufend entlang der Längsachsen der Kavitäten durch die schnell fortschreitende Druckgasfront eingeformt. Abb. 3-5 zeigt das serielle Einförmigen schematisch am Beispiel des Mikrothermoformens einer CE-Struktur beim Blick auf die vom Formwerkzeug abgewandte und dem Gegenwerkzeug zugewandte Seite der Folie.

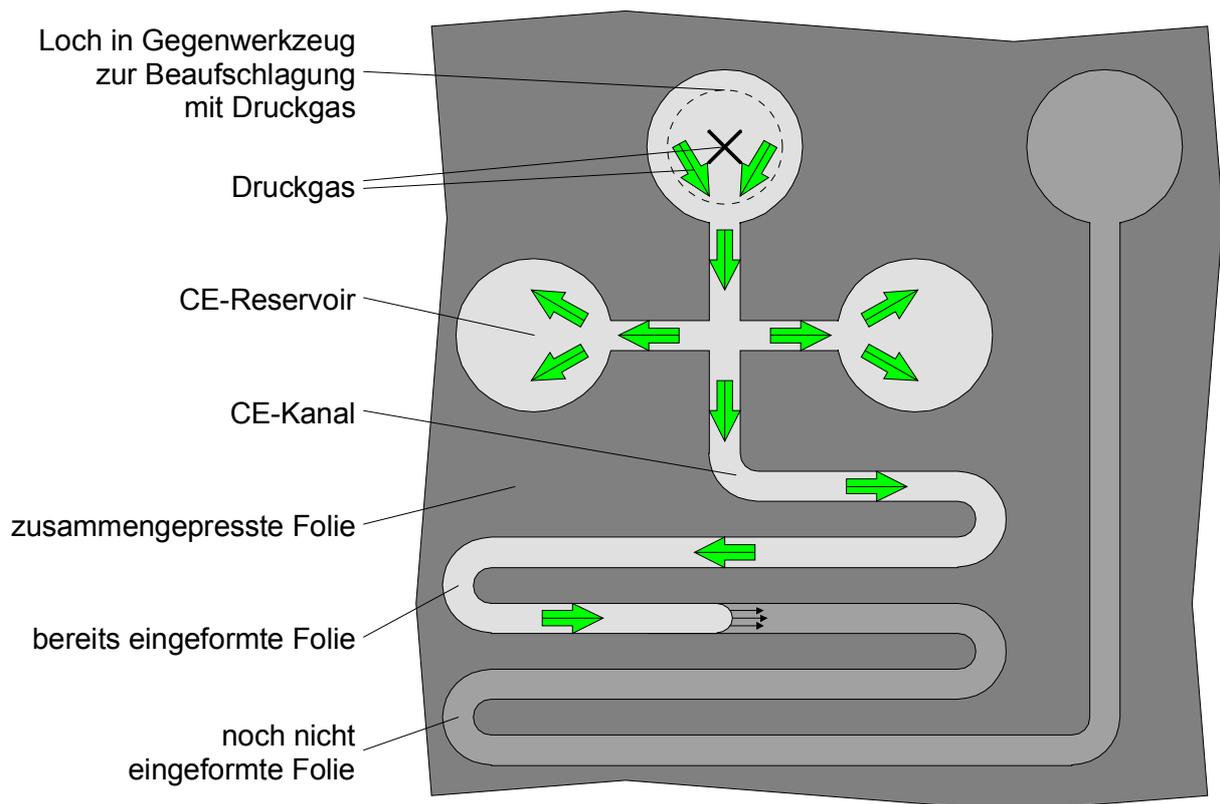


Abb. 3-5 Serielles Einförmigen der thermoplastischen Folie in eine Kavität des Formwerkzeugs am Beispiel des Mikrothermoformens einer CE-Struktur

Die Entformkräfte beim Mikrothermoformen sind gegenüber denen beim Heißprägen erheblich geringer. Die Temperatur des Formwerkzeugs und des Polymers und der Druck

des Polymers auf die Strukturwände des Formwerkzeugs beim Formvorgang und daraus resultierend die Anhaftung des Kunststoffs am Werkzeug ist deutlich niedriger. Weiter findet beim Formen von fluidischen Kanalstrukturen beim Mikrothermoformen ein lokales Freischumpfen der thermogeformten Strukturen aus Kunststoff von den Wänden der grabenförmigen Werkzeugstrukturen aus Metall, beim Heißprägen dagegen ein lokales Festschrumpfen der geprägten Strukturen auf die Wände der stegförmigen Werkzeugstrukturen statt. Schließlich sind die dünneren thermogeformten Hohlstrukturen gegenüber den dickeren geprägten Massivstrukturen flexibler.

Ein wesentlicher Unterschied des Mikrothermoformens in der im Rahmen dieser Arbeit vorgestellten Ausführung gegenüber dem makroskopischen Thermoformen ist das Aufheizen des Halbzeugs auch mit dem Formwerkzeug. Während beim makroskopischen Thermoformen das Formwerkzeug auf einer Temperatur unter Entformtemperatur steht bzw. gehalten wird, muss beim Mikrothermoformen, vergleichbar zum Heißprägen, das Werkzeug derzeit noch in jedem Prozesszyklus erst auf Umformtemperatur aufgeheizt und dann wieder auf Entformtemperatur abgekühlt werden. So bewegen sich die Zykluszeiten des Mikrothermoformens in seiner derzeitigen Ausführung noch in der Größenordnung des Heißprägens.

Die Fertigung von vollständig abgeschlossenen Hohlstrukturen oder auf Substraten mit einer Glasübergangs- bzw. Kristallitschmelztemperatur, welche nicht weit genug von der thermoplastischen Folie entfernt ist, z. B. für den Fall einer Folie und eines Substrats aus identischem Kunststoff, erfordert ein zweistufiges Verfahren, siehe Kap. 3.8. Das Verfahren arbeitet mit 2 separaten Maschinentzyklen einer Abformmaschine für den Form- und den Verbindungsvorgang und einem Zwischenschritt zur Substratbeschickung. Während des zwischenzeitlichen Öffnens des Werkzeugs zum Einlegen des Substrats wird die thermogeformte Folie nicht entformt.

### 3.3.2 Erweitertes Verfahren für zweilagige fluidische Strukturen

Abb. 3-6 zeigt schematisch Mikrostrukturen aus 2 Variationen eines denkbaren erweiterten einstufigen Verfahrens zur Herstellung von zweilagigen polymeren fluidischen Mikrostrukturen durch Mikrothermoformen. Dieses Verfahren würde die Herstellung von fluidischen Strukturen erlauben, welche auf beiden Seiten des Substrats angeordnet (a) und durch fluidische Durchverbindungen in Form von Durchgangslöchern untereinander verbunden wären (b). Es bräuchte dazu statt eines Werkzeugs mit Kavitäten in der einen und Löchern zur Beaufschlagung mit einem Druckgas in der anderen Werkzeughälfte ein Werkzeug mit Kavitäten in beiden Werkzeughälften und mit Löchern zur Druckbeaufschlagung in einer (b) oder beiden Werkzeughälften (a). Die zweilagigen Strukturen würden eine Erhöhung der Integrationsdichte der Fluidstrukturen ermöglichen. Auch würden die zweilagigen Strukturen die durchdringungsfreie Kreuzung von Fluidkanälen möglich machen.

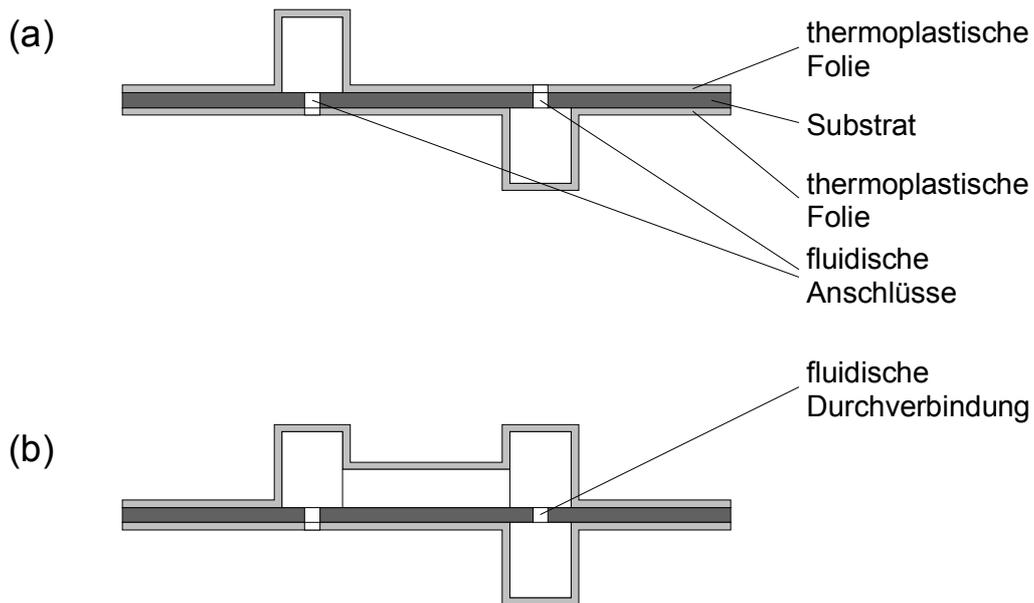


Abb. 3-6 Mikrostrukturen aus 2 Variationen eines denkbaren erweiterten einstufigen Verfahrens zur Herstellung von zweilagigen polymeren fluidischen Mikrostrukturen durch Mikrothermoformen

### 3.4 Simulative Machbarkeitsabschätzung

Zur Abschätzung der Machbarkeit des Mikrothermoformens wurden FEM-Simulationen (Finite-Elemente-Methode) des eigentlichen Formvorgangs gerechnet. Dabei interessierte speziell das Mikrothermoformen von Fluidkanälen und deren Kreuzungen, z. B. für die Kapillarelektrophorese, und hierbei die Grenzen der Parameter Ausformdruck, Folienhalbzeugdicke, Kanalquerschnitt und Ausformschärfe. Die Simulationen stützen sich auf die Daten aus einer vorangestellten Materialcharakterisierung für ein gewähltes Material bei einer zu wählenden Umformtemperatur. Die simulative Beschreibung des makroskopischen Thermoformens ist in der näheren Vergangenheit bereits ausführlich erfolgt [Detr01] [Küpp91] [Wein87].

Die FEM-Simulation insbesondere des Aufheizens und des dreidimensionalen Verstreckens des Halbzeugs beim makroskopischen Thermoformen kann in speziellen Simulationsumgebungen wie z. B. T-SIM [TSIM97] oder auf allgemeinen Simulationsplattformen wie z. B. ABAQUS, MARC oder ANSYS erfolgen. Für das Mikrothermoformen wurde die Simulation des Verstreckens mit der Simulationssoftware ANSYS (Rev. 5.5) unter dem Betriebssystem Windows NT Workstation und auf Intel-basierter PC-Hardware gerechnet. Durch die Verwendung dieses General-Purpose-Simulators konnte die thermoplastische Folie in ihrer Dickenrichtung statt mit nur einem Schalenelement mit mehreren Kontinuumselementen aufgelöst bzw. diskretisiert werden. So wurde der Tatsache Rechnung getragen, dass beim Mikrothermoformen die lateralen und die Tiefenabmaße der Formkavitäten häufig nur um den Faktor weniger Vielfacher über der Dicke der Folienhalbzeuge liegen. Lateral ist das typischerweise um den Faktor 8–20, in die

Tiefe bei einem Aspektverhältnis kleiner 1 noch darunter. Das ist dem Umstand geschuldet, dass die thermoplastischen Folien in der Regel nicht in Dicken bis in den Submikrometerbereich hinein, sondern nur bis in den Bereich weniger Mikrons hinunter verfü- und handhabbar sind. Ein mit 250  $\mu\text{m}$  für die Kapillarelektrophorese tendenziell noch weiter Fluidkanal etwa liegt mit seiner Breite nur um den Multiplikator 10 über der Dicke der mit 25  $\mu\text{m}$  derzeit dünnsten frei verfügbaren Polystyrolfolie. Grundsätzlich sind jedoch noch deutlich dünnere Polystyrolfolien herstellbar. In der Vergangenheit war Polystyrol z. B. schon als 4  $\mu\text{m}$  dicke Elektroisolier- und Kondensatorfolie von der Firma Norddeutsche Seekabelwerke erhältlich [Matt02].

Als Materialmodell wurde ein hyperelastisches Modell an Stelle eines speziell auch bezüglich der Materialcharakterisierung aufwändigeren viskoelastischen Modells gewählt. Viskoelastisches Materialverhalten bedeutet ein kombiniert zeitabhängiges, dissipatives, viskoses und ein zeitunabhängiges, dissipationsfreies, elastisches Spannungs-Dehnungs-Verhalten. Hyperelastisches Materialverhalten dagegen meint ein zeitunabhängiges, nichtlineares elastisches Spannungs-Dehnungs-Verhalten. Es stimmt in guter Näherung mit dem Materialverhalten von gummiartigen Werkstoffen, von Kautschuk und Elastomeren, überein. Dieser Materialansatz erscheint speziell angesichts eines ausgesuchten Halbzeugs, welches mit einer Umformtemperatur nur knapp über seiner Glasübergangstemperatur klar am Anfang des thermo- bzw. gummielastischen und deutlich entfernt vom Beginn des thermoplastischen Zustandsbereichs thermogeformt wird, siehe unten, angebracht. Darüber hinaus scheint er angemessen im Hinblick auf das Vorhaben lediglich einer Machbarkeitsabschätzung. ANSYS unterstützt hyperelastische Materialmodelle nach Mooney-Rivlin [ANSY98] [ANSY98a]. Die mathematische Beschreibung des Spannungs-Dehnungs-Verhaltens basiert beim Mooney-Rivlin-Modell [Moon40] wie ähnlich auch z. B. beim Modell nach Odgen [Trel75] auf einem Ansatz für die volumenspezifische Formänderungsenergie bzw. für die Formänderungsenergiedichte, im Folgenden kurz ‚Formänderungsenergie‘ genannt. Die Formänderungsenergie ist die gesamte Energie, welche für das dissipationsfreie Verformen bzw. Umformen eines Körpers aus einem elastischen, bzw. für große Dehnungen hyperelastischen, Material aufgebracht wird. Für den Zusammenhang zwischen der Dehnung als Dehnverhältnis bzw. Verstreckgrad  $\lambda_i$  in (Haupt-)Richtung  $i$ ,  $i = 1, 2, 3$ , der Formänderungsenergie  $W$  und der bei einem Umformprozess auftretenden (technischen) Spannung  $\sigma_i$  in Richtung  $i$  gilt

$$\sigma_i = \frac{\partial W}{\partial \lambda_i}. \quad (3.9)$$

Die Formänderungsenergie  $W$  kann allgemein als eine Funktion

$$W = W(I_1, I_2, I_3) \quad (3.10)$$

der 3 Hauptinvarianten  $I_1$ ,  $I_2$  und  $I_3$  des Cauchy-Green'schen Deformationstensors angesetzt werden. Hierbei ist

$$I_1 = \lambda_1^2 + \lambda_2^2 + \lambda_3^2, \quad (3.11)$$

$$I_2 = \lambda_1^2 \cdot \lambda_2^2 + \lambda_1^2 \cdot \lambda_3^2 + \lambda_2^2 \cdot \lambda_3^2 \quad (3.12)$$

und

$$I_3 = \lambda_1^2 \cdot \lambda_2^2 \cdot \lambda_3^2. \quad (3.13)$$

Die Invarianten  $I_1$ ,  $I_2$  und  $I_3$  stellen ein Maß für die Längen-, Flächen- und Volumenänderung dar. Mit der Formänderungsenergie als Funktion der Invarianten ist es möglich, den Zusammenhang zwischen der Spannung und der Dehnung mit

$$\sigma_i = \frac{\partial W}{\partial I_1} \cdot \frac{\partial I_1}{\partial \lambda_i} + \frac{\partial W}{\partial I_2} \cdot \frac{\partial I_2}{\partial \lambda_i} + \frac{\partial W}{\partial I_3} \cdot \frac{\partial I_3}{\partial \lambda_i} \quad (3.14)$$

anzugeben. Die Querkontraktionszahl  $\nu$  von auf Umformtemperatur aufgeheizten Thermoplasten nimmt Werte nahe 0,5 an, siehe Kap. 3.4.1. Die Thermoplaste zeigen sich bei den niedrigen hydrostatischen Drücken beim Thermoformen praktisch inkompressibel. Die Gestaltänderung des Halbzeugs beim Thermoformen geht ohne eine nennenswerte Volumenänderung vonstatten. Für einen Körper aus einem Material mit verschwindender Kompressibilität geht nun die Invariante  $I_3$  gegen 1. Der letzte Term in Gl. (3.14) kann entfallen. Für beispielweise uniaxiale Dehnung (bei  $\nu = 0,5$ ) mit  $\sigma_1 = \sigma$ ,  $\sigma_2 = \sigma_3 = 0$ ,  $\lambda_1 = \lambda$  und  $\lambda_2 = \lambda_3 = \lambda^{-0,5}$  wird dann die technische, auf den unverformten, anfänglichen Querschnitt bezogene Spannung  $\sigma$  bzw. die wahre, auf den verformten, momentanen Querschnitt bezogene Spannung  $\sigma \cdot \lambda$  zu

$$\sigma \cdot \lambda = 2 \cdot \left( \lambda^2 - \frac{1}{\lambda} \right) \cdot \left( \frac{\partial W}{\partial I_1} + \frac{1}{\lambda} \cdot \frac{\partial W}{\partial I_2} \right). \quad (3.15)$$

Die Formänderungsenergie  $W$  lässt sich als eine Funktion

$$W = \sum_{k+l=1}^{\infty} C_{kl} \cdot (I_1 - 3)^k \cdot (I_2 - 3)^l \quad (3.16)$$

[Trel75] bzw.

$$\begin{aligned}
 W &= \sum_{k+l=1}^N C_{kl} \cdot (I_1 \cdot I_3^{-1/3} - 3)^k \cdot (I_2 \cdot I_3^{-2/3} - 3)^l + \frac{1}{2} \cdot K \cdot (I_3^{1/2} - 1)^2 \\
 &= \sum_{k+l=1}^N C_{kl} \cdot (\bar{I}_1 - 3)^k \cdot (\bar{I}_2 - 3)^l + \frac{1}{2} \cdot K \cdot (\bar{I}_3 - 1)^2
 \end{aligned}
 \tag{3.17}$$

[ANSY98a] der Invarianten  $I_1$ ,  $I_2$  und  $I_3$  und der Ordnung  $N$  mit den materialabhängigen Koeffizienten  $C_{kl}$  und dem Kompressionsmodul  $K$  ansetzen. Hierbei ist

$$K = 2 \cdot \frac{C_{10} + C_{01}}{1 - 2 \cdot \nu}
 \tag{3.18}$$

Der letzte Term in Gl. (3.17) repräsentiert die volumenspezifische (hydrostatische) Kompressionsarbeit. Für Material mit verschwindender Kompressibilität, also für  $I_3$  gegen 1 und  $\nu$  gegen 0,5, kann dieser Term entfallen. Setzt man weiter in Gl. (3.17) die Ordnung mit 1 an, dann erhält man für die Formänderungsenergiefunktion den Ansatz des klassischen Materialmodells nach Mooney-Rivlin

$$W = C_{10} \cdot (I_1 - 3) + C_{01} \cdot (I_2 - 3)
 \tag{3.19}$$

[Moon40]. Die wahre Spannung  $\sigma \cdot \lambda$  wird schließlich zu

$$\sigma \cdot \lambda = 2 \cdot \left( \lambda^2 - \frac{1}{\lambda} \right) \cdot \left( C_{10} + \frac{1}{\lambda} \cdot C_{01} \right) = 2 \cdot C_{10} \cdot \left( \lambda^2 - \frac{1}{\lambda} \right) + 2 \cdot C_{01} \cdot \left( \lambda - \frac{1}{\lambda^2} \right)
 \tag{3.20}$$

Die Koeffizienten  $C_{10}$  und  $C_{01}$  bzw.  $C_{kl}$  können in einer Regressionsanalyse durch die Gauß'sche Methode der kleinsten Fehlerquadrate aus  $n$  in einem einachsigen Zugversuch gemessenen Spannungs-Dehnungs-Wertepaaren ( $\epsilon_j = \lambda_j - 1$ ,  $\sigma_M(\epsilon_j) = \sigma_{Mj}$ ),  $j = 1-n$ , das heißt mit der zu minimierenden Fehlerquadratsumme

$$E = \sum_{j=1}^n (\sigma_{Mj} - \sigma_j(C_{kl}))^2 = \text{Minimum}
 \tag{3.21}$$

über die Lösung des linearen Gleichungssystems aus

$$\frac{\partial E}{\partial C_{kl}} = 0
 \tag{3.22}$$

ermittelt werden. ANSYS arbeitet für die Formänderungsenergiefunktion mit einem Ansatz 1. Ordnung nach Mooney-Rivlin mit 2 materialabhängigen Koeffizienten bzw. Parametern, aber auch mit einem Ansatz 2. Ordnung mit 5 und 3. Ordnung mit 9 Parametern entsprechend Gl. (3.17). Mit dem Ansatz 2. oder 3. Ordnung lassen sich auch Spannungs-Dehnungs-Kurven mit 1 oder 2 Wendepunkten abbilden.

ANSYS unterstützt über die Preprocessor-Subroutine \*MOONEY die Berechnung der Mooney-Rivlin-Koeffizienten auf der Basis von Versuchsdaten aus den 3 reinen Arten der Dehnung, jeweils aus Zug- und bzw. oder Druckbelastung. Diese 3 reinen Dehnmoden sind die uniaxiale Dehnung, die äquibiaxiale Dehnung und die planare Dehnung bzw. reine Scherung (Pure Shear) [ANSY98a]. Letztere ist zu unterscheiden von der einfachen Scherung (Simple Shear). Die uniaxiale Dehnung ist eine erzwungene Dehnung in eine 1. und eine freie Dehnung in die 2. und 3. Hauptrichtung. Die äquibiaxiale Dehnung ist eine erzwungene, identische Dehnung in eine 1. und 2. und eine freie Querdehnung in die 3. Hauptrichtung. Die planare Dehnung ist eine erzwungene Dehnung in eine 1., eine unterbundene Querdehnung in eine 2. und eine freie Querdehnung in die 3. Hauptrichtung. Für die Charakterisierung des Spannungs-Dehnungs-Verhaltens bei uniaxialer Dehnung wurden Versuchsdaten aus einachsigen Zugversuchen bei erhöhter Temperatur gewonnen. Die Gewinnung von Versuchsdaten für die äquibiaxiale Dehnung mittels eines Membrane-Inflation-Rheometers (MIR) [Hart97] [Thro99] scheiterte an der zu starken biaxialen Orientierung des ausgesuchten Halbzeugs, siehe unten.

Als Material wurde mit dem im Volumenmarkt Verpackung stark vertretenen Polystyrol ein gut warmformbarer amorpher Thermoplast gewählt [Thro96] [Thro99]. Ausgesucht wurde ein Halbzeug aus biaxial orientiertem Polystyrol (Homopolymer), siehe Kap. 3.6.1. Dieses ist als 25 µm dicke Folie und als bezüglich der thermomechanischen Eigenschaften ähnliche 250 µm dicke Folie verfügbar. Aus versuchstechnischen Gründen wurden für DMTA-Messungen (Dynamic Mechanical Thermal Analysis) und für Zugversuche bei erhöhter Temperatur zur Generierung der Materialdaten statt des Halbzeugs mit der der Simulation zu Grunde liegenden Dicke von 25 µm das Halbzeug mit 250 µm Dicke herangezogen.

In Abhängigkeit von Recktemperatur, -geschwindigkeit und -verhältnis werden beim biaxialen Recken der Polystyrolfolie bei deren Herstellung Zugspannungen in der Folienebene quasi eingefroren. Bei Erwärmung des Folienhalbzeugs über die Erweichungstemperatur, wie z. B. beim Thermoformen, werden diese Spannungen wieder mehr oder weniger frei. So muss zur Begrenzung der Rückstellkräfte beim Thermoformen die Umformtemperatur für biaxial verstrecktes Polystyrol in einem sehr eng eingegrenzten Bereich um 115 °C eingestellt werden [Ill97]. Als Halbzeugtemperatur für den Zugversuch bei erhöhter Temperatur zur Gewinnung der Materialdaten für die Simulation sind also 115 °C zu wählen. Beim Mikrothermoformen der 25 µm dicken Polystyrolfolie wurde die Folie auf Umformtemperaturen von 115–120 °C aufgeheizt.

Das Halbzeug aus Polystyrol ist biaxial, nicht aber äquibiaxial orientiert. Die Folien sind in der Folienebene in der Längs- und in der Querrichtung unterschiedlich stark verstreckt. Die Längsrichtung oder Maschinenrichtung der Folienbahn ist die Transportrichtung bei der Folienherstellung. Die Querrichtung liegt im rechten Winkel zur Längsrichtung. Mit den 250

und 25 µm dicken Folien wurden Schrumpfungsversuche durchgeführt. Für den Schrumpftest wurden Folienzuschnitte mit Kreisen markiert und nach der Lagerung der Zuschnitte in einem Temperofen bei 120 °C die Halbachsen der aus den Kreisen durch Schrumpfung hervorgegangenen Ellipsen vermessen. Stabile Werte für den Rückschumpf stellten sich erst nach etlichen Stunden ein. Bei der Folie mit einer Dicke von 250 µm wurde nach 12 h ein Schrumpf von ca. 35 % in Längsrichtung und von ca. 60 % in Querrichtung gemessen. Sie ist also in der Folienebene merklich anisotrop. Die Folie mit einer Dicke von 25 µm ist dagegen deutlich weniger anisotrop. Bei ihr wurde nach 12 h ein Schrumpf von ca. 60 % in Längsrichtung und von ca. 65 % in Querrichtung gemessen. Der Schrumpf der 25 µm dicken Folie in Längs- und in Querrichtung ist also etwa gleich groß wie der Schrumpf der 250 µm dicken Folie in Querrichtung. DMTA-Messungen und Zugversuche bei erhöhter Temperatur mit der 250 µm dicken Folie wurden daher über deren für die 25 µm dicke Folie repräsentivere, steifere Querrichtung gefahren.

### 3.4.1 Materialcharakterisierung

Abb. 3-7 zeigt den Verlauf des elastischen Moduls bzw. des Speichermoduls und des viskosen Moduls bzw. des Verlustmoduls sowie der mechanischen Dämpfung der 250 µm dicken Folie aus biaxial orientiertem Polystyrol in Querrichtung über der Temperatur, gewonnen aus einer DMTA im Zugmodus bei einer Frequenz von 1 Hz. Die mechanische Dämpfung  $d$  bzw. der mechanische Verlustfaktor  $\tan \delta$  ist bei einem Speichermodul  $E'$  und einem Verlustmodul  $E''$ , als Real- und Imaginärteil des komplexen Moduls  $E^*$ ,

$$E^* = E' + i \cdot E'', \quad (3.23)$$

definiert als

$$d = \tan \delta = \frac{E''}{E'}. \quad (3.24)$$

Die rechteckigen Proben aus der nominal 0,250 und effektiv 0,240 mm dicken Polystyrolfolie hatten eine Breite von 11,80 mm und eine freie Länge von 12,12 mm zwischen den Klemmen. Die DMTA-Messungen wurden mit einer konstanten Aufheizgeschwindigkeit von 2 K / min abgefahren. Mit der maximalen Dämpfung im Bereich der stärksten Modulabnahme über der steigenden Temperatur kann die Temperatur am Übergang zwischen dem spröden, hartelastischen bzw. Glaszustand und dem gummi-, weich- bzw. thermoelastischen Zustand des amorphen Thermoplasten, also seine Glasübergangstemperatur, [Bied77] [Saec98] [Schw90] zu 115–120 °C bestimmt werden. Mit dem Maximum des Verlustmoduls lässt sich die Glasübergangstemperatur dagegen zu 100–105 °C bestimmen. Im Vergleich zu Literaturangaben, siehe Tab. 3-1, liegt der letzte Temperaturbereich ungefähr richtig, der erste hingegen um etwa 15 K zu hoch. Der Wert für die Glasübergangstemperatur eines Kunststoffs ist stark vom Verfahren zu seiner Ermittlung, wie z. B. der DMTA, der DETA (Dielectric Thermal Analysis) oder der DSC (Differential Scanning Calorimetry), abhängig. Weiter ist die Glasübergangstemperatur deutlich von den Verfahrensparametern, wie z. B.

für die Relaxationsmethoden DMTA und DETA von der Frequenz bzw. Geschwindigkeit und für die kalorimetrische Methode DSC von der Aufheizgeschwindigkeit bzw. -rate, abhängig. So ist etwa für weichmacherfreies PVC die Glasübergangstemperatur mit der DMTA bei einer Frequenz von 100 Hz zu 97,7 °C, mit der DETA bei einer Frequenz von ebenfalls 100 Hz zu 86,5 °C, also um ca. 10 K niedriger, und mit der DSC bei einer Aufheizgeschwindigkeit von 10 K / min zu 76,4 °C, also um nochmals ca. 10 K niedriger, bestimmt worden [Dunc91]. Die Erweichungstemperatur aus der DMTA des Polystyrolfolie bestätigt in etwa die Wahl der Halbzeugtemperatur für die Zugprüfung der Folie bei erhöhter Temperatur zu Anfang von Kap. 3.4.

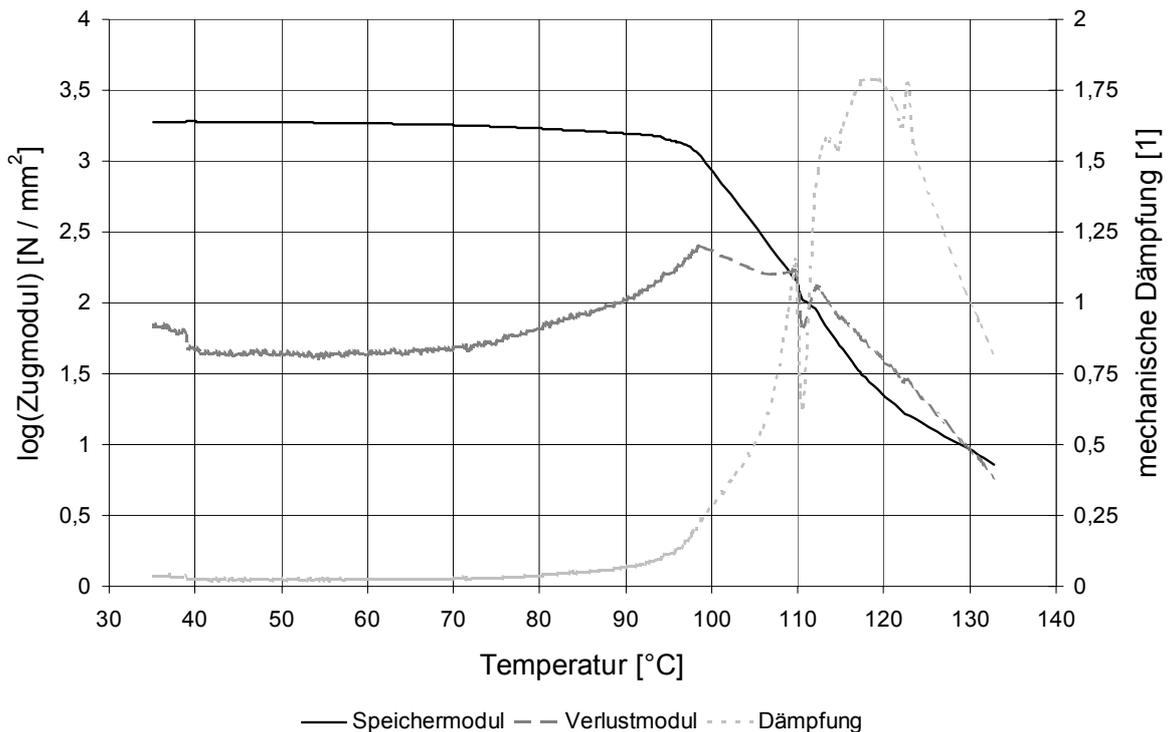


Abb. 3-7 Verlauf des Speicher- und des Verlustmoduls sowie der mechanischen Dämpfung einer Folie aus biaxial orientiertem Polystyrol über der Temperatur, gewonnen aus einer DMTA im Zugmodus bei einer Frequenz von 1 Hz

Abb. 3-8 zeigt die Spannungs-Dehnungs-Kurve der 250 µm dicken Folie aus biaxial orientiertem Polystyrol in Querrichtung, gewonnen aus einem uniaxialen Zugversuch bei einer erhöhten Temperatur von 115 °C und einer konstanten Dehngeschwindigkeit von ca.  $7 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  bzw.  $0,7 \% \text{ s}^{-1}$ . Die Spannung ist dabei als technische bzw. als Nennspannung

$$\sigma = \frac{F}{S_0} \tag{3.25}$$

mit  $F$  als Zug- bzw. Prüfkraft und  $S_0$  als Anfangsquerschnitt der Zugprobe aufgetragen, die Dehnung als technische bzw. als Nenndehnung

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0} \quad (3.26)$$

mit  $L_0$  als Anfangsmesslänge der Probe und  $\Delta L$  als Änderung derselben. Die Anfangsmesslänge der aus der Polystyrolfolie herausgeschnittenen Rechteckproben (keine Schulterstäbe) war gleich der freien Länge der Proben zwischen den Klemmbacken. Die leicht verrauschte Originalkurve lässt sich mit einem Bestimmtheitsmaß von 0,99, also in guter Näherung, durch eine Ersatzkurve 2. Ordnung darstellen. Der Zugversuch wurde auf einer Zugprüfmaschine mit dem Prüfling und den Klemmbacken in einer Temperierkammer durchgeführt. Die Kraftmessung erfolgte durch eine Messdose mit 10 kN Messbereich, die Wegmessung über einem induktiven Wegaufnehmer an der Traverse. Die rechteckigen Proben aus der 0,25 mm dicken Polystyrolfolie hatten eine Breite von 15 mm und eine Länge von 100 mm bei freien 50 mm zwischen den Spannbacken. Die zwischen den nicht aktiv temperierten Klemmen eingebauten Proben wurden in der auf Prüftemperatur von 115 °C eingeschwungenen Temperierkammer für eine Dauer von 2 min konditioniert. Anschließend wurden die Proben mit einer Prüfgeschwindigkeit von 20 mm / min gezogen. Der Achsenabschnitt auf der Ordinatenachse des Spannungs-Dehnungs-Diagramms gibt mit ca.

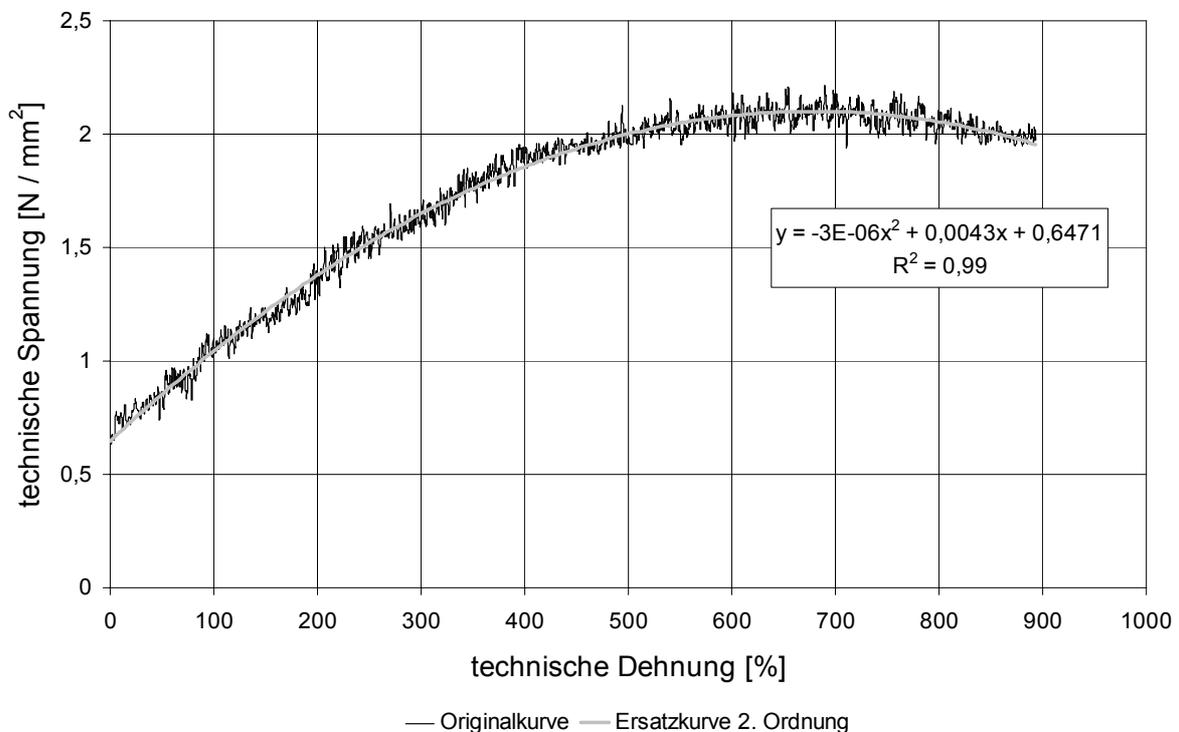


Abb. 3-8 Spannungs-Dehnungs-Kurve einer Folie aus biaxial orientiertem Polystyrol, gewonnen aus einem uniaxialen Zugversuch bei erhöhter Temperatur von 115 °C und konstanter Dehngeschwindigkeit von ca.  $7 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$

0,65 N / mm<sup>2</sup> die bei der Konditionierung der gereckten Folie freiwerdende Zugspannung wieder.

Von der anisotropen Polystyrolfolie wurde nur das (uniaxiale) Spannungs-Dehnungs-Verhalten in der Folienebene, nicht aber das nur schwer zu messende Verhalten senkrecht zur Folienebene bzw. in Dickenrichtung der Folie charakterisiert. Die verwendeten hyperelastischen Elemente in ANSYS unterstützen jedoch auch keine Materialanisotropie. So wurde das Spannungs-Dehnungs-Verhalten in Folienebene auch senkrecht zur Folienebene angenommen.

Abb. 3-9 zeigt den Verlauf der Querkontraktions- bzw. -dehnungszahl  $\nu$  von Polystyrol über der Temperatur [Saec98]. Die Querkontraktionszahl von Polystyrol, wie auch von allen anderen amorphen Thermoplasten, strebt zum gummi- bzw. thermoelastischen Bereich oberhalb der Glasübergangstemperatur bei stark erniedrigtem Elastizitäts- und Schubmodul hin gegen 0,5. Mit  $\nu = 0,5$  liegt in Gl. (3.18) eine Division durch  $1 - 2 \cdot \nu = 0$  vor. Aus numerischen Gründen ist es in der Simulation nun notwendig, die Querkontraktionszahl auf Werte kleiner 0,5 zu setzen. Sie wurde auf 0,499 gesetzt.

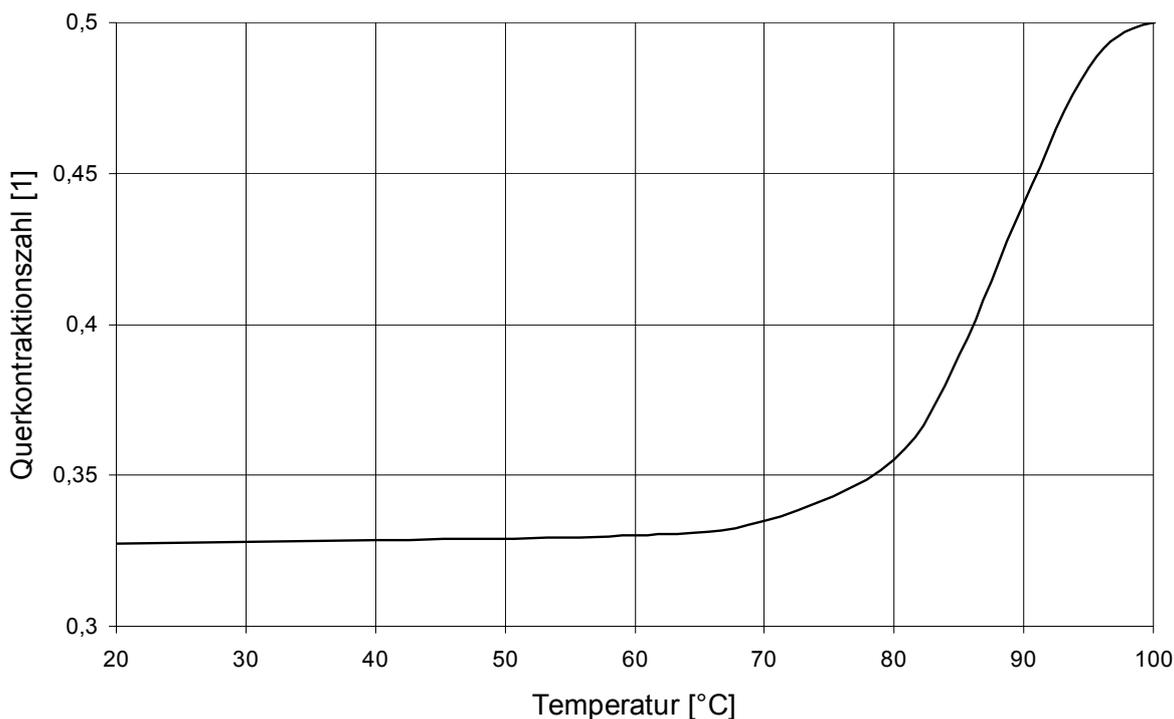


Abb. 3-9 Verlauf der Querkontraktionszahl von Polystyrol über der Temperatur [Saec98]

### 3.4.2 Simulation des Mikrothermoformens einer CE-Struktur mit dem Simulationsprogramm ANSYS

In einer 2-D-Analyse wurde das Mikrothermoformen der Mitte eines langen CE-Kanals gerechnet. Dabei liegt eine planare Dehnung bzw. Verstreckung der Folie vor. Weiter wurde in einer 3-D-Analyse das Mikrothermoformen einer Kreuzung von CE-Kanälen gerechnet. Hierbei handelt es sich um eine biaxiale und im Zentrum der Kreuzung äquibiaxiale Verstreckung der Folie. Der Vorgang des Einformens der thermoplastischen Folie in die Kavität des Formwerkzeugs wurde vereinfachend als paralleler und nicht als serieller Vorgang, siehe Kap. 3.3.1, simuliert. Die Rechnung wurde als statische Analyse durchgeführt. Weiter wurde sie wegen den großen Verschiebungen und Drehungen der Folie, dem stark nichtproportionalen Spannungs-Dehnungs-Verhalten der Folie und dem Kontakt der Folie mit der Oberfläche der Werkzeugkavität als geometrie-, material- und strukturnichtlineare Analyse ausgeführt. Als Elemente zur Diskretisierung der bei Umformtemperatur gummielastischen Folie wurden die 2-D-Viereck-Kontinuumselemente HYPER56 bzw. die 3-D-Hexaeder-Kontinuumselemente HYPER58 verwendet. Sie besitzen 4 bzw. 8 Knoten mit je 2 bzw. 3 translatorischen bzw. Verschiebungsfreiheitsgraden. Die isotropen Elemente unterstützen hyperelastische Materialansätze 1., 2. und 3. Ordnung nach Mooney-Rivlin. Die Elemente arbeiten mit einem kombinierten Verschiebungs-Druck-Ansatz. Bei allseitigem Druck sind für die annähernd inkompressiblen hyperelastischen Werkstoffe Laststeigerungen nahezu ohne Verformungszunahme möglich. Aus numerischen Gründen ist es nun sinnvoll, dass die hyperelastischen Elemente bei der Rechnung neben den Verschiebungsfreiheitsgraden auch Freiheitsgrade des hydrostatischen Drucks mitführen. Für das 2-D-Element war die Option ebener Dehnungszustand geschaltet. Als Elemente zur Modellierung des Formwerkzeugs und des Kontakts der Folie mit dem Werkzeug wurden die 2-D-Kontaktelemente TARGE169 und CONTA171 bzw. die 3-D-Kontaktelemente TARGE170 und CONTA173 verwendet. Dies sind Elementpaare für Flächen-Flächen-Kontakt. Derzeit liegen noch keine zufrieden stellenden Messwerte für die Reibungskoeffizienten bzw. -zahlen der Reibpaarung aus der bei Umformtemperatur klebrigen Folie und der Oberfläche der Werkzeugkavität vor. In der Simulation wurden diese jedoch auch nicht gesetzt. In Übereinstimmung mit der gängigen Praxis bei der Simulation des Thermoformens, speziell des Negativformens, wurde angenommen, dass bei lokalem Kontakt der Folie mit der Oberfläche der Werkzeugkavität die Folie für die restliche Dauer des Einformvorgangs lokal an der Fläche der Kavität haften bleibt und weder auf ihr abgleitet noch von ihr abhebt [Harm93] [Thro99]. Beim makroskopischen Thermoformen wird die aufgeheizte, warme Folie an den Stellen des Kontakts mit dem kälteren Werkzeug abgekühlt, kann dort für die Dauer des Formvorgangs nicht weiter verstreckt und dann in Verbindung mit anderen Kontaktstellen häufig auch nicht mehr gegenüber dem Werkzeug bewegt werden. Mit dieser Kontaktbedingung reduziert sich die Rechenzeit von großen Modellen bzw. Modellen mit hoher Elementanzahl durch die sukzessive Reduzierung des globalen Gleichungssystems um die Freiheitsgrade der nach Kontakt für die weitere Rechnung fixierten Elementknoten erheblich. Im Bereich der 90°-Biegung der Folie nahe der Folieneinspannung am Rand der Kavität ist die Deformation der Foliengeometrie und damit, nicht nur bei niedriger Netzdichte, die Verzerrung der Elemente teilweise sehr stark. Neben der Konvergenzstabilität der Rechnung vermindert das vor allem deutlich die Genauigkeit der Berechnungsergebnisse in diesem Bereich. Ein Programmmodul für die zwischenzeitliche

Wiederneuernetzung der bereits verformten Geometrie zur anschließenden Weiterrechnung mit wieder gut konditionierten Elementen stand nicht zur Verfügung.

Abb. 3-10 zeigt die Schnittansicht eines Kanals einer CE-Struktur aus einer Simulation des Mikrothermoformens der 25 µm dicken Folie aus biaxial orientiertem Polystyrol für eine Umformtemperatur von 115 °C und einen Ausformdruck von 1 (oben), 5 (mittig) und 10 bar (unten). Die Kavität des Formwerkzeugs hat die Gestalt eines rechteckigen Grabens mit einer Breite von 300 µm und einer Tiefe von 125 µm. Bei einem eher geringen Verstreckverhältnis von knapp 2 haben die Kanäle des Formteils eine (maximale) innere Breite von ca. 250 µm und eine Tiefe von ca. 125 µm. Für einen Ausformdruck von 1 bar, wie er beim Vakuumformen ansteht, liegt die Folie weder am Grund noch an den Wänden

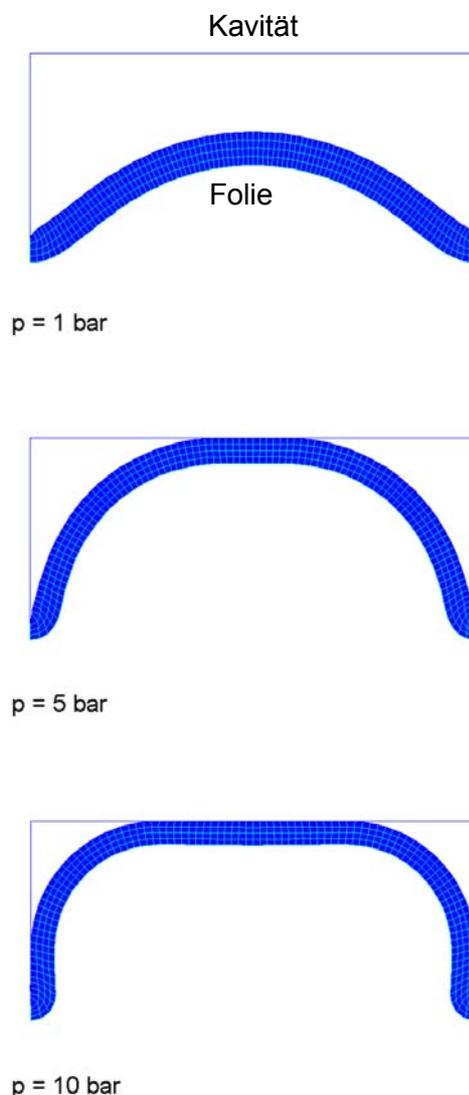


Abb. 3-10 Schnittansicht eines Kanals einer CE-Struktur aus einer Simulation des Mikrothermoformens einer Folie aus biaxial orientiertem Polystyrol für eine Umformtemperatur von 115 °C und einen Ausformdruck von 1 (oben), 5 (mittig) und 10 bar (unten)

der Kavität an. Für einen Ausformdruck von 5 bar hat sie sich bereits an den Grund und für 10 bar auch schon an die Wände der Kavität angelegt. Die Simulationsergebnisse sind in guter Übereinstimmung mit den Ergebnissen der Demonstratorfertigung. So sind die Ausformdrücke, welche notwendig sind, um mit der Folie den Grund von grabenförmigen Kavitäten in der Mitte gerade punktuell zu berühren, für verschiedene Breiten und Tiefen der Gräben in der Simulation und bei der Herstellung der Demonstratoren ähnlich groß. Mit ansteigendem Ausformdruck stellt sich zunehmend die typische Wanddickenverteilung für durch Negativformen gefertigte Formteile ein, siehe Abb. 3-1. Dabei bleibt die Wanddicke im Bereich der niedrigen Verstreckung an den Außenkanten am Rand der Kavität größer und wird im Bereich der hohen Verstreckung an den Innenkanten am Grund der Kavität kleiner. Die Ausformschärfe nimmt mit zunehmendem Ausformdruck zu und ist für die bei der Fertigung der Demonstratoren lediglich zur Verfügung stehenden 5 bar Ausformdruck noch nicht ganz befriedigend. Aus diesem Grund wurde für die Herstellung der Demonstratoren zusätzlich zu dem der Simulation zu Grunde liegenden, schwerer zu formenden Polystyrolhomopolymers eine leichter formbare schlagzähe Modifikation des Polystyrols, siehe Kap. 3.6.1, herangezogen. Bei der schlagzähen Modifikation legt sich bei 5 bar die ebenfalls etwa 25 µm dicke Folie in der 300 µm breiten und 125 µm tiefen grabenförmigen Kavität nicht nur am Grund, wie beim Homopolymer, sondern auch an den Wänden an. Abb. 3-11 zeigt die Innen- (links) und Außenansicht (rechts) einer Kanalkreuzung einer CE-Struktur aus einer Simulation des Mikrothermoformens der 25 µm dicken Folie aus biaxial orientiertem Polystyrol für 115 °C und 5 bar. Die Kavität des Formwerkzeugs hat die Gestalt einer rechtwinkligen Kreuzung von rechteckigen Gräben mit einer Breite der Gräben von 300 µm und einer Tiefe von 125 µm, wie schon in Abb. 3-10, sowie mit einem Eckenradius der Kreuzung von 125 µm. Die gebogenen Außenkanten sind exakt ausgeformt. Die beiden Simulationen zeigen die Machbarkeit des Mikrothermoformens. Es lassen sich Fluidkanäle und deren Kreuzungen mit Querschnittsabmaßen der Kanäle und Eckenradien der Kreuzungen von nur wenigen Vielfachen der Folienhalbzeugdicken im Bereich technisch problemlos zu stellender Gasdrücke (Größenordnung 10 bar) bei mindestens befriedigender Ausformschärfe herstellen.

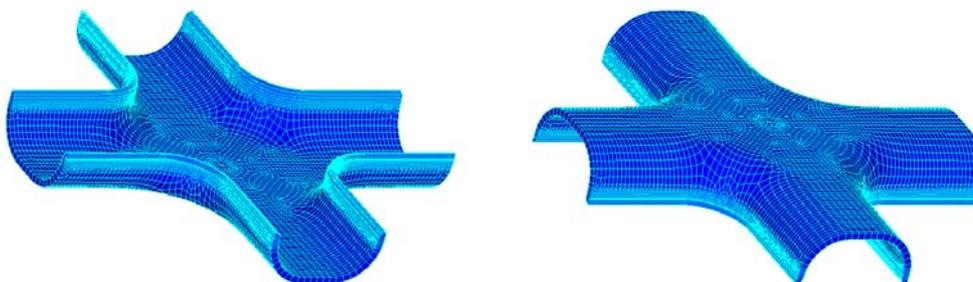


Abb. 3-11 Innen- (links) und Außenansicht (rechts) einer Kanalkreuzung einer CE-Struktur aus einer Simulation des Mikrothermoformens einer Folie aus biaxial orientiertem Polystyrol für 115 °C und 5 bar

### 3.5 Werkzeug

Das Werkzeug für das Mikrothermoformen ist im Wesentlichen 3-teilig. Für die Fertigung einlagiger fluidischer Strukturen besteht es, wie bereits in Kap. 3.3.1 ausgeführt, aus einem eigentlichen metallischen Formwerkzeug, einem korrespondierenden metallischen Gegenwerkzeug und einer im Gegenwerkzeug montierten, elastomeren Dichtung. Beim makroskopischen Thermoformen werden alle formatbezogenen Teile einer Thermoformmaschine ‚Werkzeugsatz‘ genannt, das Formwerkzeug heißt auch nur ‚Werkzeug‘ bzw. ‚Form‘. Das Gegenwerkzeug entspricht funktional etwa der mit Formluftbohrungen versehenen Kontaktheizplatte beim makroskopischen Trapped Sheet Thermoforming. Das Formwerkzeug und das Gegenwerkzeug für das Mikrothermoformen entsprechen wesentlich und so auch montage-technisch einer Formeinsatz- oder Formplatte und einer Substrat- oder Grundplatte bzw. 2 Formplatten für das Abformen, das positionierte Abformen bzw. das beidseitige Abformen. So kann das Werkzeug für das Mikrothermoformen ohne zusätzlichen Umbauaufwand gegenüber einem Werkzeug für das Heißprägen auf die heiz- und kühlbaren Montageplatten der Heißprägepresse gerüstet werden. Dabei ist, unter anderem aus Handhabungsgründen, das Formwerkzeug analog zur Formplatte an der oberen, das Gegenwerkzeug analog zur Substratplatte an der unteren Montageplatte befestigt. Das Gegenwerkzeug mit seinen Löchern zur Beaufschlagung mit Druckgas muss, wie bereits in Kap. 3.3.1 angemerkt, zum Formwerkzeug mit seinen korrespondierenden Kavitäten positioniert werden. Bei den geringen Genauigkeitsanforderungen der Demonstratoren konnte dies ohne besondere Einrichtungen an Werkzeug und Abformmaschine erfolgen. Zusätzlich zur vorhandenen Vakuumversorgung der Abformmaschine muss eventuell lediglich statt der vorhandenen Stickstoffversorgung der Abformmaschine eine Stickstoffversorgung für höhere Drücke in der Nähe des Gegenwerkzeugs zur Verfügung gestellt werden.

Im Folgenden werden die für die Herstellung der Demonstratoren gebauten Form- und Gegenwerkzeuge mit Dichtung anhand eines Werkzeugs für ein CE-Chip mit 4 x 4 CE-Strukturen kurz vorgestellt. Die Werkzeuge sind für die Fertigung von fluidischen Strukturen mit einem Platzbedarf von maximal 3 " im Durchmesser ausgelegt.

#### 3.5.1 Formwerkzeug

Abb. 3-12 zeigt ein Formwerkzeug für ein CE-Chip mit 4 x 4 CE-Strukturen im Raster von 10 x 10 mm sowie im Detail eine vergrößerte Ansicht einer einzelnen Kavität für eine CE-Struktur. Mit freundlicher Genehmigung der Firma *Greiner Bio-One GmbH, Frickenhausen*, wurde das Design der CE-Strukturen an ein bestehendes Layout aus diesem Hause angelehnt. Das Formwerkzeug basiert, wie eine Formplatte, auf einer gefrästen und hier auf eine Ebenheit und Parallelität von ca. 3  $\mu\text{m}$  und eine Rauheit (Mittenrauwert  $R_a$ ) von ca. 0,2  $\mu\text{m}$  geschliffenen, kreisrunden Messingplatte mit einem Durchmesser von 116 mm und einer Höhe von 9 mm. Das Messing ist Messing in Standardqualität und nicht von einer speziellen Qualität für Vakuumtechnik. Die hauptsächlich grabenförmigen Kavitäten für die CE-Strukturen mit einer Breite von 250 und 200  $\mu\text{m}$  und einer Tiefe von 100, 75, 67 und 50  $\mu\text{m}$  wurden durch mechanische Mikrofertigung per Stirnfräsen mit Fingerfräsern aus Diamant [Scha99] [Scha01] gefertigt. Im Strukturgrund und an den Seitenwänden der

Strukturen wird dabei eine Rauheit ( $R_a$ ) von typisch 0,1–0,2  $\mu\text{m}$  realisiert. Die Fräser haben einen Öffnungswinkel von 3–4°. Daraus resultiert eine Seitenwandneigung und damit eine Entformschräge der Strukturen von 1,5–2°. Die etwa 90°-Außenkanten wurden weder explizit entgratet, z. B. durch Elektropolieren, noch explizit gerundet, z. B. durch Fräsen mit einem Formfräser. Das Formwerkzeug ist nach einer Vorreinigung z. B. in einem Ultraschallbad und einem anschließenden Einfahren über 1–2 Thermoformzyklen fertigungsbereit.

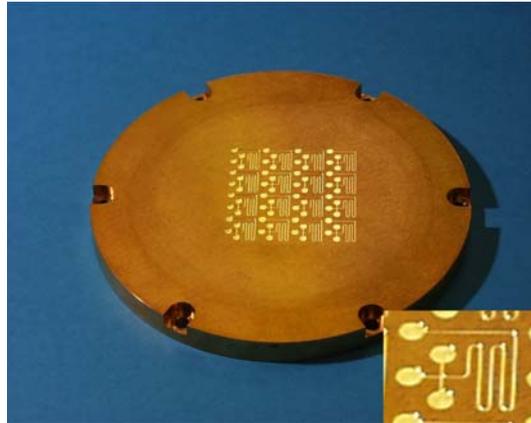


Abb. 3-12 Formwerkzeug aus Messing für ein CE-Chip mit 4 x 4 CE-Strukturen im Raster von 10 x 10 mm (Plattendurchmesser 116 mm) sowie im Detail vergrößerte Ansicht einer einzelnen Kavität für eine CE-Struktur

Das Formwerkzeug zum (Negativ-)Thermoformen von Hohlstrukturen bzw. fluidischen Strukturen verhält sich zu einer Formplatte zum Heißprägen von vergleichbaren Strukturen etwa wie eine Positiv- zu einer Negativform. Beispielsweise entsprechen Gräben im Formwerkzeug Stegen auf der Formplatte. Für die mikromechanische Fertigung einer Form für die Herstellung von Kanalstrukturen wie z. B. CE-Strukturen bringt dies einige Vorteile. So müssen anstatt einer großen Plattenfläche um die Stege nur kleine Gräben in der Plattenfläche gefräst werden. Weiter können anstelle von Stegkreuzungen mit Eckenradien nicht kleiner als der Fräserradius Grabenkreuzungen ohne Eckenradien gefräst werden.

### 3.5.2 Gegenwerkzeug mit Dichtung

Abb. 3-13 zeigt das Gegenwerkzeug zum in Abb. 3-12 gezeigten Formwerkzeug mit der Dichtung (den Dichtungen) und mit 4 x 4 Löchern zur Beaufschlagung mit Druckgas im Raster von 10 x 10 mm und einem Loch zur Evakuierung in der Drauf- (links) und in der Untersicht (rechts). Dabei zeigt die Draufsicht die dem Formwerkzeug in der Abformmaschine zugewandte Oberseite, die Untersicht die der Montageplatte in der Abformmaschine zugewandte Unterseite des Gegenwerkzeugs. Das Gegenwerkzeug basiert auf der unter Ausnahme der Höhe von 12 mm gleichen Messingplatte wie schon das Formwerkzeug. Die ringförmige Dichtung zur Vakuum- und Druckgasabdichtung zwischen Form- und Gegenwerkzeug ist in einer Nut auf der Oberseite des Gegenwerkzeugs geführt und dadurch nach außen gegen den Gasdruck abgestützt. Die Dichtung wurde aus additionsvernetztem RTV-2-Silikonkautschuk Elastosil M 4601 der Firma Wacker durch

luftblasenfreies Gießen in eine gefräste Form aus PVC hergestellt. Eine Vakuum- und eine Druckgasleitung sind seitlich an der Platte montiert. Über die Löcher zur Druckbeaufschlagung liegt aber nicht nur Druckgas für den Formvorgang an sondern wird auch Unterdruck für das positionierte Halten des Halbzeugs auf dem Gegenwerkzeug bei geöffnetem Werkzeug angelegt. Dabei wird aus fertigungstechnischen Gründen das Druckgas von seitlich der Gegenwerkzeugplatte über die Unterseite zur Oberseite der Platte geleitet. Dies macht eine weitere Dichtung, und zwar zur Abdichtung zwischen Gegenwerkzeug und Montageplatte der Heißprägepresse, notwendig. Aus synergetischen Gründen ist die Dichtung auf der Ober- und Unterseite des Gegenwerkzeugs identisch gestaltet. Die Dichtung wird in einer Ringnut auf der Unterseite des Gegenwerkzeugs geführt. Mit der kurzen, zwangsweisen Durchleitung des Druckgases in und unter dem auf Umformtemperatur beheizten Gegenwerkzeug ist lediglich eine geringe, implizite Vorwärmung gegeben. Auf die Installation einer expliziten Vorwärmung des Druckgases außerhalb oder innerhalb des Gegenwerkzeugs wurde aus Komplexitätsgründen verzichtet.



Abb. 3-13 Gegenwerkzeug zum Formwerkzeug aus Abb. 3-12 aus Messing mit Dichtung(en) aus Siliconkautschuk und mit 4 x 4 Löchern zur Beaufschlagung mit Druckgas im Raster von 10 x 10 mm in der Drauf- (links) und in der Untersicht (rechts) (Plattendurchmesser 116 mm)

### 3.6 Halbzeuge

Die thermoplastischen Folien für das Thermoformen sind dünne bzw. sehr dünne Folien mit Dicken von etwa 50  $\mu\text{m}$  und kleiner, bevorzugt von ca. 5 bis 20  $\mu\text{m}$ . Die Substratfolien sind dünne bzw. dicke Folien mit Dicken von etwa 50  $\mu\text{m}$  und größer, vorzugsweise von ca. 100  $\mu\text{m}$  bis 1 mm. Für die Herstellung der Demonstratoren wurden verschiedene thermoplastische Folien, Kunststoffsubstrate und eine haftvermittelnde Heißsiegelschicht getestet und gewählt. Diese werden im Folgenden kurz vorgestellt.

#### 3.6.1 Thermoplastische Folien

Für die Herstellung der Demonstratoren wurden thermoplastische Folien aus biaxial orientiertem Polystyrol(-Homopolymer bzw. ‚Standard-Polystyrol‘) (Kurzzeichen PS-BO),

siehe Kap. 3.4, und aus antistatischem, biaxial orientierten schlagzähem (high impact) Polystyrol (Kurzzeichen PS-HI-BO) [Nord97] [Nord99], einem Blend aus Polystyrol und einem Styrol-Butadien-Copolymer (Elastomerkomponente), getestet. Ähnlich wie die PS-Folie ist auch die PS-HI-Folie in Folienebene nahezu isotrop eingestellt. Weiter wurden unter anderem Folien aus Polycarbonat (Kurzzeichen PC), aus schlagzähem Polymethylmethacrylat (Kurzzeichen PMMA-HI), einem Polymer auf Basis von Methylmethacrylat und n-Butylacrylat (Elastomerkomponente), [Röhm01] und aus biaxial orientiertem Polypropylen (Kurzzeichen PP-BO) getestet. Tab. 3-1 zeigt einige getestete thermoplastische Folien für das Mikrothermoformen. Für das stärker hygroskopische PC und PMMA [Illii97] [Thro99] wurden die dünnen Folien durch Vortrocknung deutlich unterhalb ihres Erweichungsbereichs direkt im auf Evakuierungsstellung, noch nicht auf Pressung zugefahrenen, evakuierten und beheizten Werkzeug zu Beginn des Thermoformzyklus konditioniert. Die besten Ergebnisse bezüglich Ausformschärfe bei Kanalstrukturen von nur wenigen Vielfachen der Foliendicke wurden mit der Folie aus PS-HI und ähnlich gute Ergebnisse mit der Folie aus PS erzielt. Für die Herstellung der Demonstratoren wurde daher die 26 µm dicke PS-HI-Folie und die 25 µm dicke PS-Folie gewählt. PS-HI bzw. SB (Styrol-Butadien-Polymer) stellt im makroskopischen Thermoformen wegen seiner sehr guten Thermoformeigenschaften eine Art ‚Referenzkunststoff‘ dar. Amorphe thermoplastische Kunststoffe wie PS haben gegenüber teilkristallinen thermoplastischen Kunststoffen wie PP bezüglich der Umformtemperatur ein größeres Verarbeitungsfenster [Thro99]. Amorphe Thermoplaste erweichen über einen verhältnismäßig weiten

Kunststoff		Hersteller / Bezeichnung	Foliendicke [µm]	Glasübergangs- bzw. Kristallitschmelztemperatur [°C] <sup>L)</sup>	Umformtemperatur (bereich) [°C] <sup>L)</sup>	max. Verstreckverhältnis [1] <sup>L)</sup>
PS-BO	a	<sup>D)</sup>	25	100 (HDT / A <sup>I)</sup> = 80 °C <sup>H)</sup>	115(-160)	5
PS-HI-BO	a	Norddt. Seekabelwerke / Norflex	26	80 (nicht orientiertes PS-HI) (VST <sup>V)</sup> = 103 °C <sup>H)</sup>	105-115 <sup>H)</sup>	
PC	a	<sup>D)</sup>	20	150	150-230	8
PMMA-HI	a	Röhm / Plexiglas XT farblos 99845	35 (40)	95-100 (VST / B 50 <sup>V)</sup> = 104 °C <sup>H)</sup>	140-205	12
PP-BO	tk	Walothén / Walothén O 25 E	25	160-170 (nicht orientiertes PP) <sup>M)</sup>	140-170	5

BO ..... biaxial orientiert

HI ..... schlagzäh modifiziert (high impact)

a ..... amorpher Thermoplast bzw. nur wenig kristalliner Thermoplast (PC [Bied77][Schw90][Domi98])

tk ..... teilkristalliner Thermoplast

<sup>D)</sup> ..... Distributor Firma Goodfellow

<sup>L)</sup> ..... Literaturangaben (Richtwerte) [Illii97] [Thro99]

<sup>H)</sup> ..... Herstellerangabe [Nord74] [Nord86] [Nord97] [Röhm01] bzw. Angabe Distributor

<sup>I)</sup> ..... Formbeständigkeitstemperatur HDT (nach ISO)

<sup>V)</sup> ..... Vicat-Erweichungstemperatur

Tab. 3-1: Thermoplastische Folien für das Mikrothermoformen

Temperaturbereich, sie besitzen keine Schmelztemperatur. Teilkristalline Thermoplaste erweichen und schmelzen über einen relativ schmalen Temperaturbereich von ungefähr 10 K, teilweise auch von nur wenigen Kelvin, um ihre Kristallitschmelztemperatur herum. Der Zug- und der Schubmodul sowie die Dehn- und die Scherviskosität fallen bei amorphen Thermoplasten flacher, bei teilkristallinen dagegen steiler über der Temperatur ab. Im Allgemeinen besitzen amorphe Thermoplaste eine gute, teilkristalline hingegen keine gute Schmelzfestigkeit.

### 3.6.2 Kunststoffsubstrate mit Heißsiegelschicht

Für die Herstellung der Demonstratoren wurden 380 µm dicke Substrate aus Polysulfon (Kurzzeichen PSU) LITE U der Firma Lipp-Terler und 250 µm dicke Substrate aus biaxial orientiertem Polystyrol (Distributor Firma Goodfellow), siehe Kap. 3.4, gewählt. Die Glasübergangstemperatur des amorphen Thermoplasten PSU liegt bei 190 °C. Die Substrate wurden aus Rollenmaterial durch Scherschneiden von quadratischen Zuschnitten mit einer Kantenlänge von etwa 2", durch Bohren oder Stanzen von fluidischen Anschlüssen in Form von Durchgangslöchern mit einem Durchmesser von 1–3 mm in diese Zuschnitte und durch Entgraten sämtlicher Schnittkanten gefertigt.

Die Polystyrolsubstrate wurden durch Aufschleudern einer wässrigen, einkomponentigen aliphatischen Polyester-Polyether-Polyurethan-Dispersion Lioseal A 8127-21 (kolloidal) der Firma Henkel [Henk00] mit einer 4,5–6 µm dicken Heißsiegel- bzw. thermisch oder hitzeaktivierbaren Schicht ausgerüstet. Abb. 3-14 zeigt die Aufschleudercurve der Polyurethandispersion auf dem Polystyrolsubstrat. Bei einem Festkörpergehalt von 39 % besitzt die Dispersion eine Viskosität von 200–300 mPa s. Zum Aufschleudern wurde das Substrat auf einem Vakuumdrehteller bei nichtaufliegenden bzw. freien Substraträndern angesaugt. Weiter wurde die entgaste Dispersion aus einem Rollrandglas möglichst luftblasenfrei und ohne abzusetzen von knapp über der Substratmitte aus auf die gesamte Substratfläche aufgegeben. Schließlich wurde ohne explizite Drehzahlrampe bzw. mit maximaler Beschleunigung vom Stillstand direkt auf Enddrehzahl beschleunigt und diese für 2 min gehalten. Durch die lange Schleuderzeit wurde die Siegelschicht bereits vorgetrocknet. Nachgetrocknet wurde bei kleiner 50 % relativer Feuchte für mehrere Stunden bei Raumtemperatur oder bei bis zu ca. 50 °C in einem Trockenofen. Im Gegensatz zu den Fluorpolymerdispersionen, siehe Kap. 2.3.1, ließ sich die Polyurethandispersion in Bezug auf kometenschweifartige Fehlstellen aus Luftblasen und Verklumpungen und in Bezug auf Rissbildung und Staubentwicklung wenig problematisch bzw. vollkommen problemlos handhaben.

Die Heißsiegelschicht liegt bei Raumtemperatur als blockfester Film vor. Bei Erwärmung in den Bereich der Siegel- bzw. Aktivierungstemperatur erweicht die Siegelschicht. Sie kann dann z. B. mit einer weiteren Polystyrolfolie zu einem bei Raumtemperatur festen Folienverbund verpresst werden. Die minimale Aktivierungstemperatur der Polyester-Polyether-Polyurethan-Heißsiegelschicht liegt bei 60 °C.

Die Heißsiegelschicht hat ein farblos-transparentes Aussehen. Die Siegelschicht bzw. die Folienverbindung zeigt eine gute Stabilität gegen UV-Strahlung und Wasser [Henk00]. Sie

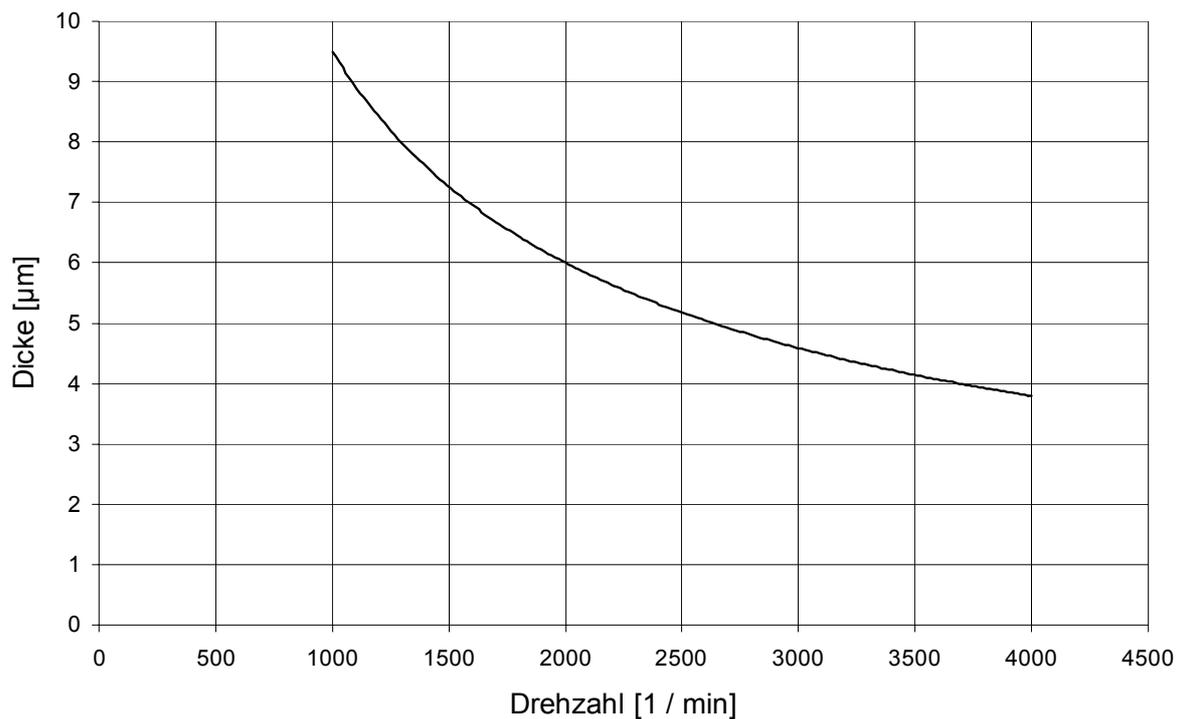


Abb. 3-14 Aufschleuderkurve von wässriger Polyester-Polyether-Polyurethan-Dispersion Henkel Lioseal A 8127-21 auf biaxial orientiertem Polystyrolsubstrat (keine explizite Drehzahlrampe, Schleuderzeit 2 min)

war in Versuchen augenscheinlich stabil gegen 10%ige Schwefelsäure (Einwirkdauer 1 h) und 5%ige Kalilauge (Einwirkdauer 1 h). Sie war allerdings sichtbar nicht stabil gegen Isopropanol.

### 3.7 Vakuum und Druckgas

Restgasdrücke in den Kavitäten des Formwerkzeugs über einem Feinvakuum in der Größenordnung von  $10^{-1}$  mbar vermindern die Ausformschärfe des Formteils, speziell auch in den zwei- und dreidimensionalen Innenecken. Dies über eine Erhöhung der Restgasdrücke durch Aufheizen des Gases aber vor allem durch Verdichten des Gases über die sich in die Kavitäten einformende thermoplastische Folie. Mit einem Vakuumsystem bestehend aus einer Drehschieberpumpe, aus Pneumatikschläuchen, -verbindungsstücken und -ventilen und aus einem Wärmeleitungsvakuummeter (Thermovac) wurde ein Feinvakuum mindestens in der obigen Größenordnung sichergestellt. Das Vakuum in den Kavitäten kann über niedrigsiedende, ausgasende Bestandteile wie nicht durch Vortrocknung entferntes Wasser oder verarbeitungs- und eigenschaftsverbessernde Additive in und auf der thermoplastischen Folie verschlechtert werden.

Als Druckgas wurde statt ölnebelbehafteter, sauerstoffhaltiger (Druck-)Luft trockener, chemisch inerte bzw. reaktionsträger Stickstoff, geliefert aus einem Standtank über eine

Hausleitung, verwendet. In der Regel allerdings stellt sowohl beim makroskopischen als auch beim mikrotechnischen Thermoformen mit seinen relativ niedrigen Prozesstemperaturen und kurzen Prozesszeiten ein oxidativer Abbau des erwärmten thermoplastischen Halbzeugs durch den Sauerstoffanteil der Luft kein nennenswertes Problem dar.

Die thermoplastische Folie wurde mit einem Gasdruck von ca. 4 bar Überdruck gegen ca. 1000 mbar Umgebungsdruck und gleichzeitig einem Feinvakuum in der Größenordnung von  $10^{-1}$  mbar oder besser, also mit einem Ausformdruck von ca.  $4 + 1 = 5$  bar geformt. Dabei war das Druckgas nicht auf Umformtemperatur, wohl aber über Raumtemperatur vorgewärmt.

Das Vakuum in den Kavitäten kann auch über Permeation des Druckgases durch die auf Umformtemperatur erwärmte thermoplastische Folie hindurch verschlechtert werden. Die Permeation hängt bei gegebenem Folienmaterial und Druckgas unter anderem von den Größen Dicke der Folie, Temperatur der Folie und des Gases, Druckgefälle des Gases über der Folie, Orientierungen und eventuell Kristallinität der Folie ab. Dabei nimmt mit zunehmender Verstreckung der Folie deren Dicke ab und deren Orientierung zu. Der Permeationskoeffizient bzw. die Gasdurchlässigkeit eines Kunststoffs steigt mit seiner Temperatur stark an [Saec98]. Daten für die Gasdurchlässigkeit von Kunststoffen oberhalb ihrer Glasübergangs- bzw. um ihre Kristallitschmelztemperatur standen nicht zur Verfügung. Für die 26  $\mu\text{m}$  dicke Folie aus schlagzähem Polystyrol, siehe Kap. 3.6.1, ist bei Raumtemperatur die Gasdurchlässigkeit für Stickstoff mit  $0,08 \text{ dm}^3 \text{ m}^{-2} \text{ d}^{-1} \text{ MPa}^{-1}$  gegenüber der für Luft, Sauerstoff und Kohlendioxid um ca. den Faktor 1,75, 7,5 und 37,5 kleiner. Von der stickstoffhaltigen Luft zum Stickstoff hin wird die Permeation, zumindest bei Raumtemperatur, nur unwesentlich reduziert. Andere, durch erheblich größere und schwerere Moleküle eventuell für eine deutlichere Reduktion der Permeation in Frage kommende, ungiftige, unbrennbare, chemisch und thermisch sehr stabile Gase sind Schwefelhexafluorid ( $\text{SF}_6$ ) und die Kältemittel Octafluorpropan ( $\text{C}_3\text{F}_8$ ) bzw. R218 und Octafluorcyclobutan ( $\text{C}_4\text{F}_8$ ) bzw. RC318 [Mess89].

### 3.8 Demonstratoren – CE-Strukturen

Mit dem einstufigen Basisverfahren für einlagige fluidische Strukturen wurde als Demonstrator aus der 25  $\mu\text{m}$  dicken Folie aus Polystyrol und dem 380  $\mu\text{m}$  dicken Substrat aus Polysulfon eine Kanalstruktur hergestellt. Die Polystyrolfolie wurde hierbei direkt, ohne eine haftvermittelnde Schicht, auf das Polysulfonsubstrat gesiegelt. Die Siegel(naht)festigkeit war dabei jedoch eher gering.

Abb. 3-15 zeigt die Kanalstruktur aus Polystyrol mit einer inneren Breite der Kanäle von ca. 550, 450, 350 und 250  $\mu\text{m}$  und einer Kanaltiefe bzw. -höhe von ca. 225 und 150  $\mu\text{m}$ . Abb. 3-16 zeigt Kanalenden (links) und die Umgebung des fluidischen Anschlusses (rechts) der in Abb. 3-15 gezeigten Kanalstruktur. Vom fluidischen Anschluss aus wurde die Polystyrolfolie seriell in die Kavitäten des Formwerkzeugs durch das Druckgas eingeformt. Die laterale Eckenverrundung der Kanalenden des Formteils ist wesentlich durch die Verrundung der Grabenenden des mit einem Fingerfräser mit 300  $\mu\text{m}$  Durchmesser

gefertigten Formwerkzeugs bestimmt. Die Kavitäten wurden in den Bereichen der Grabenkreuzungen ohne explizite Eckenradien gefertigt.

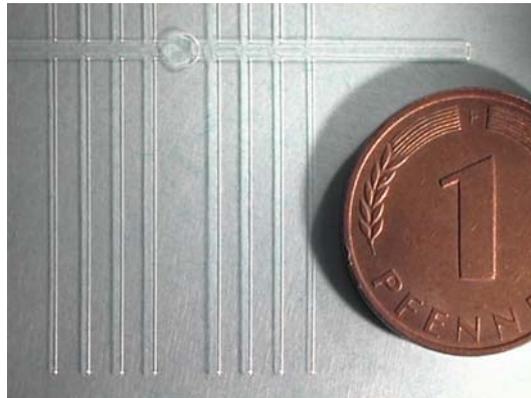


Abb. 3-15 Kanalstruktur aus Polystyrol (innere Breite der Kanäle ca. 550, 450, 350 und 250  $\mu\text{m}$ , Tiefe ca. 225 und 150  $\mu\text{m}$ ; Durchmesser der Münze etwa 15 mm)



Abb. 3-16 Kanalenden (links) und Umgebung des fluidischen Anschlusses (rechts) der Kanalstruktur aus Abb. 3-15 (Durchmesser der Münze etwa 15 mm)

Mit dem zweistufigen Basisverfahren für einlagige fluidische Strukturen wurden als Demonstratoren aus der 26  $\mu\text{m}$  dicken Folie aus schlagzähem Polystyrol und dem 250  $\mu\text{m}$  dicken Substrat aus Polystyrol vollständig abgeschlossene CE-Strukturen hergestellt. Die Polystyrolfolie wurde hierbei über die haftvermittelnde Polyester-Polyether-Polyurethan-Heißsiegelschicht auf dem Polystyrolsubstrat auf dieses gesiegelt. Dabei lag die minimale Aktivierungstemperatur der Heißsiegelschicht mit 60  $^{\circ}\text{C}$  [Henk00] deutlich von der maximalen kurzzeitigen Gebrauchstemperatur der Polystyrolfolie und des Polystyrolsubstrats mit über 80  $^{\circ}\text{C}$  [Nord99] [Schw90] entfernt. So blieb sowohl die thermogeformte Folie als auch das Substrat beim Siegeln formstabil. Es wurden flexible CE-Chips sowohl mit 2 als auch mit 4 x 4 CE-Strukturen gefertigt.

Abb. 3-17 zeigt CE-Strukturen aus Polystyrol mit einer inneren Breite der Kanäle von ca. 300 und 250  $\mu\text{m}$  und einer Kanaltiefe von ca. 150 und 125  $\mu\text{m}$ . Der innere Eckenradius der Kanalkreuzungen beträgt ca. 175 und 150  $\mu\text{m}$ . Abb. 3-18 zeigt die Innen- (links) und Außenansicht (rechts) eines Reservoirs (Aufgabestelle) einer in Abb. 3-17 gezeigten CE-Struktur mit einem inneren Durchmesser des Reservoirs von ca. 2,35 mm und einer Reservoirtiefe von ca. 125  $\mu\text{m}$  (thermogeformte Folie ohne Substrat, Aufnahmen mit Rasterelektronenmikroskop, REM). Über die gesamte Fläche des Reservoirs ist kein Verzug bzw. keine Verwölbung der thermogeformten Folie erkennbar. Von je einem Reservoir pro CE-Struktur aus wurde die Polystyrolfolie seriell in die Kavitäten des Formwerkzeugs durch das Druckgas eingeformt. Abb. 3-19 zeigt die Innen- (links) und Außenansicht (rechts) der Kanalkreuzung einer in Abb. 3-17 gezeigten CE-Struktur mit einer inneren Breite der Kanäle von ca. 250  $\mu\text{m}$  und einer Kanaltiefe von ca. 125  $\mu\text{m}$  (thermogeformte Folie, REM-Aufnahmen). Die Rauigkeit der Folie an den thermogeformten Stellen ohne ein- oder beidseitigen Formzwang, vorwiegend also an den inneren Seitenwänden und dem Grund der Mikrokanäle rührt nicht vom Mikrothermoform- sondern vom Herstellungsprozess der Folie her. Die schlagzähe Polystyrolfolie wird als Briefensterfolie mit einem entspiegelten, matten Finish hergestellt. An den selben Stellen zeigt sich die spiegelnde, glänzende Folie aus Standardpolystyrol deutlich weniger rau. Die Riefen in der Oberfläche der Folie an den nicht thermogeformten Stellen sind ein Abbild der geschliffenen Planflächen des die Folie bei Umformtemperatur zusammenpressenden Form- und Gegenwerkzeugs. Abb. 3-20 zeigt die Schnittansicht eines Kanals einer in Abb. 3-17 gezeigten CE-Struktur mit den gleichen Querschnittsabmaßen wie die in Abb. 3-19 gezeigten Kanäle (Aufnahme mit Lichtmikroskop). Der Schnitt wurde mit einer Wafersäge ausgeführt. Von diesem Sägeschnitt stammen auch die deutlich sichtbaren Grate. Die thermogeformte Folie zeigt in Abb. 3-20, noch deutlicher als in Abb. 3-19, über den Kanalquerschnitt eine leichte  $\Omega$ -Form. Das Verstreckverhältnis der thermogeformten Polystyrolfolie beträgt knapp 2.

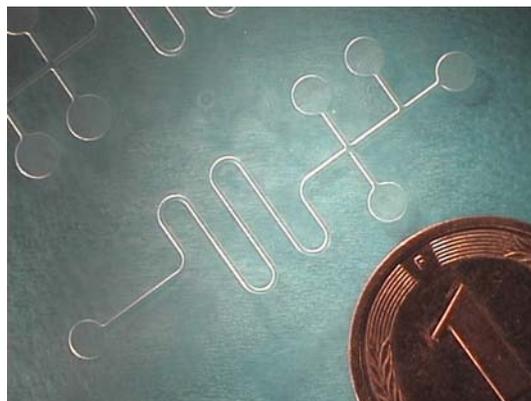


Abb. 3-17 CE-Strukturen aus Polystyrol (innere Breite der Kanäle ca. 300 und 250  $\mu\text{m}$ , Tiefe ca. 150 und 125  $\mu\text{m}$ ; Durchmesser der Münze etwa 15 mm)

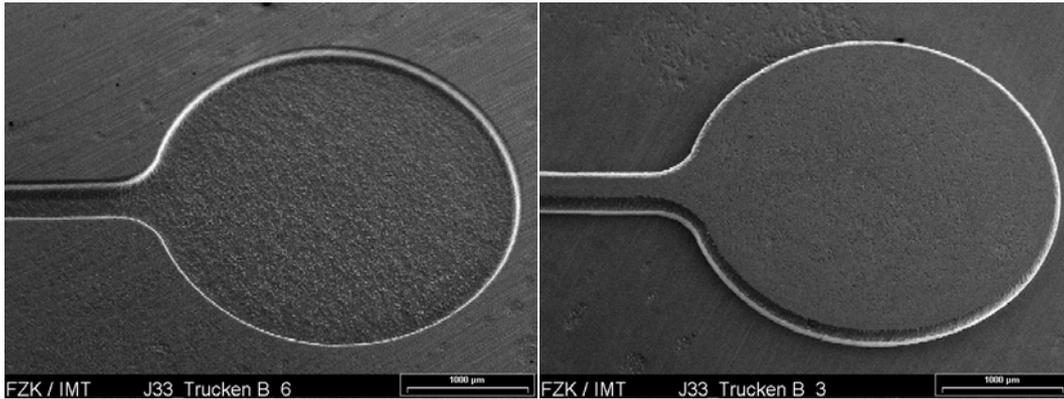


Abb. 3-18 Innen- (links) und Außenansicht (rechts) eines Reservoirs einer CE-Struktur aus Abb. 3-17 (innerer Durchmesser des Reservoirs ca. 2,35 mm, Tiefe ca. 125 µm; REM)

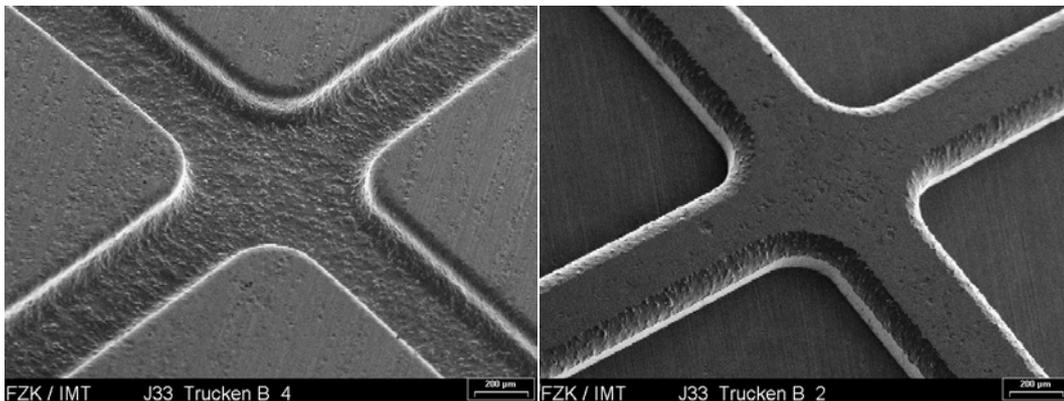


Abb. 3-19 Innen- (links) und Außenansicht (rechts) der Kanalkreuzung einer CE-Struktur aus Abb. 3-17 (innere Breite der Kanäle ca. 250 µm, Tiefe ca. 125 µm; REM)

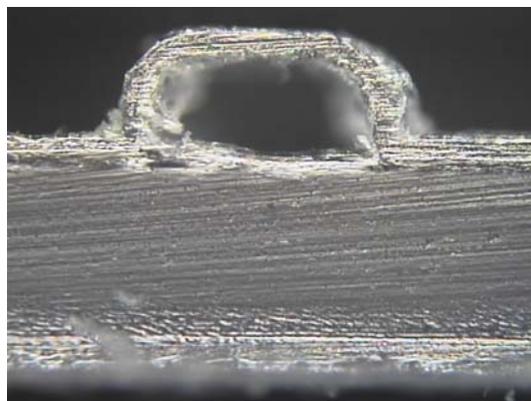


Abb. 3-20 Schnittansicht eines Kanals einer CE-Struktur aus Abb. 3-17 (gleiche Querschnittsabmaße wie die Kanäle aus Abb. 3-19)

Nichtvergrabene bzw. erhabene Mikrokanäle werden auch in der siliziumbasierten Mikrotechnik hergestellt. Abb. 3-21 zeigt die Schnittansicht eines Mikrokanals aus polykristallinem Diamant [Björ01] (links) mit einer Breite von 100  $\mu\text{m}$  und einer Tiefe bzw. Höhe von 70  $\mu\text{m}$  und die Schnittansicht eines Mikrokanals aus Siliziumoxynitrid [Sand00] (rechts) mit einem Kurvenradius von ca. 50  $\mu\text{m}$  (REM-Aufnahmen). Die Fertigung der Kanäle hier mittels optischer Lithografie, SOI-Technik (Silicon on Insulator) sowie Trocken- und Nassätzen im Fall des Diamantkanals, chemischer Gas- bzw. Dampfphasenabscheidung und Opferschichttechnik ist gegenüber der Fertigung durch Mikrothermoformen jedoch ungleich aufwändiger. Die dünneren Kanalwandungen von erhabenen im Vergleich zu vergrabenen Mikrokanälen haben einen kleineren Wärmewiderstand und eine niedrigere Lichtabsorption.

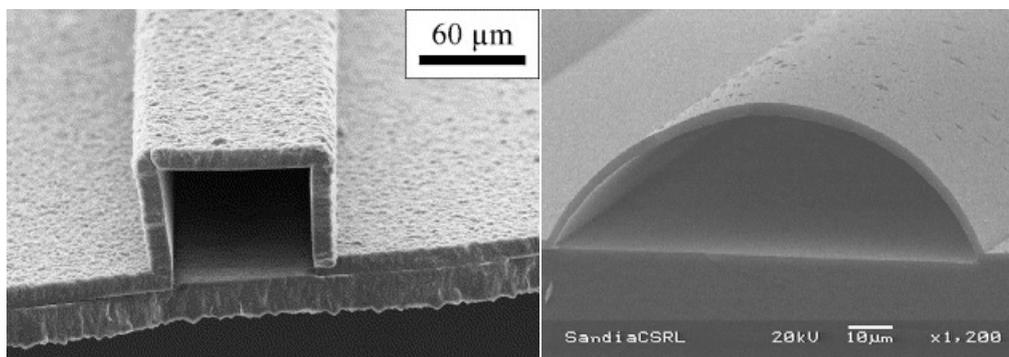


Abb. 3-21 Schnittansicht eines Mikrokanals aus Diamant [Björ01] (links) und aus Siliziumoxynitrid [Sand00] (rechts) (REM)

Abb. 3-22 zeigt die Innenansicht eines Reservoirs einer CE-Struktur aus Polystyrol mit einer integrierten, 400 nm dicken und 500  $\mu\text{m}$  breiten Dünnschichtelektrode aus Gold. Die Elektrode wurde durch eine lasergeschnittene Keramikmaske auf die thermoplastische Folie gesputtert und zusammen mit der Folie in die Kavität des Formwerkzeugs eingeformt. Zur

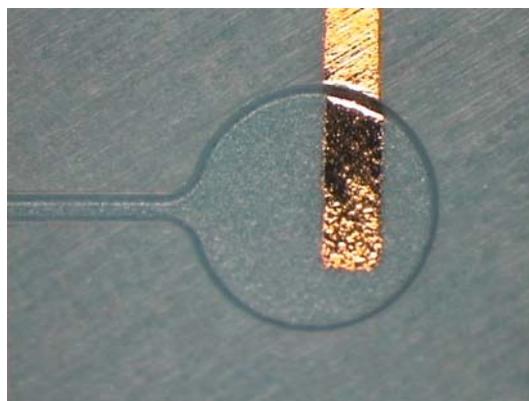


Abb. 3-22 Innenansicht eines Reservoirs einer CE-Struktur aus Polystyrol mit einer integrierten Dünnschichtelektrode aus Gold (Dicke der Elektrode 400 nm, Breite 500  $\mu\text{m}$ )

Vermeidung von Haarrissen in der Goldschicht auf Grund zu hoher lokaler Verstreckung sollte die Kavität an der Stelle, an der die Dünnschicht mit der Folie eingepreßt wird, eine verrundete Außen- und vor allem Innenkante oder eine Seitenwandneigung von deutlich kleiner  $90^\circ$ , also eine Art Rampe, besitzen.

Abb. 3-23 zeigt flexible CE-Chips aus Polystyrol mit  $4 \times 4$  CE-Strukturen im Raster von  $10 \times 10$  mm und einer Kantenlänge der quadratischen Chips von 47,5 mm. Mit freundlicher Genehmigung der Firma *Greiner Bio-One GmbH, Frickenhausen*, wurde das Design der CE-Strukturen an ein bestehendes Layout aus diesem Hause angelehnt. Das 10mm-Raster des CE-Arrays ist ähnlich dem 9mm-Raster des 1536-Mikrotiterplattenformats. Abb. 3-24 zeigt CE-Strukturen eines in Abb. 3-23 gezeigten Chips mit einer inneren Breite der Kanäle von ca. 200 und 150  $\mu\text{m}$  und einer Kanaltiefe von ca. 100, 67, 75 und 50  $\mu\text{m}$ . Der innere Eckenradius der Kanalkreuzungen beträgt ca. 150 und 125  $\mu\text{m}$ . Abb. 3-25 zeigt eine CE-Struktur eines in Abb. 3-23 gezeigten Chips mit einer inneren Breite der Kanäle von ca. 150  $\mu\text{m}$  und einer Kanaltiefe ca. 75  $\mu\text{m}$  vor (links) und während bzw. nach (rechts) einem Befülltest mit eingefärbtem Wasser. Dazu wurde eine der vollständig abgeschlossenen CE-Strukturen des Chips an 2 Reservoirs der Struktur durch Stanzen geöffnet. In eines der Reservoirs wurde mit Methylenblau versetztes, entspanntes deionisiertes Wasser aufgegeben. Das Wasser wurde von der Aufgabestelle aus zügig, innerhalb weniger Sekunden, und gleichmäßig per Kapillarkraft durch den gesamten mäanderförmig gewundenen Mikrokanal gezogen. Wenige CE-Strukturen zeigten eine geringfügige Leckage des wässrigen Testmediums in die Siegelnaht bzw. -fläche. Zwischen Folie und Heißsiegelschicht konnte sich das Medium in den Riefen in der Folie auf deren der Siegelschicht zugewandten Seite, siehe oben, kapillar bewegen. Diese geringe Undichtheit bzw. die nicht lückenlose Siegelintegrität ist wohl unter anderem auf eine etwas zu niedrige Siegeltemperatur und einen durch Unebenheiten vor allem des Substrats lokal zu niedrigen Siegeldruck zurückzuführen. Vorzugsweise sind für das zweistufige Basisverfahren die Schleifriefen im Gegenwerkzeug und damit die Prägeriefen in der Folie auf deren dem Gegenwerkzeug zugewandten Seite durch eine nicht nur geschliffene, sondern zusätzlich geläppte bzw. polierte Planfläche des Gegenwerkzeugs zu vermeiden.

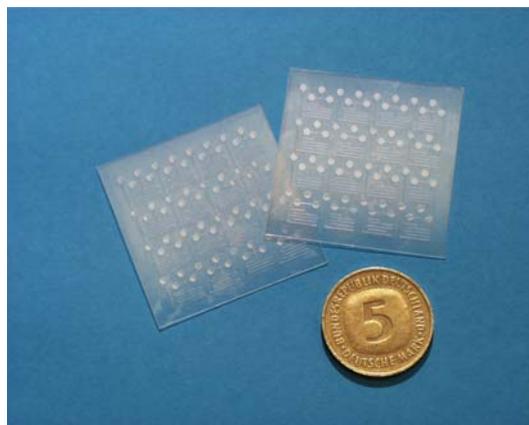


Abb. 3-23 Flexible CE-Chips aus Polystyrol mit  $4 \times 4$  CE-Strukturen im Raster von  $10 \times 10$  mm (Kantenlänge der Chips 47,5 mm; Durchmesser der Münze etwa 30 mm)

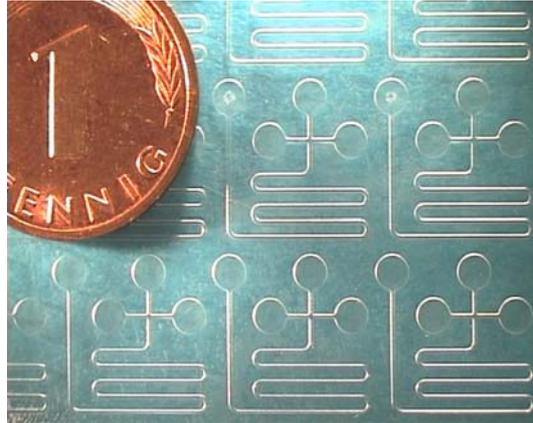


Abb. 3-24 CE-Strukturen eines Chips aus Abb. 3-23 (innere Breite der Kanäle ca. 200 und 150  $\mu\text{m}$ , Tiefe ca. 100, 67, 75 und 50  $\mu\text{m}$ ; Durchmesser der Münze etwa 15 mm)

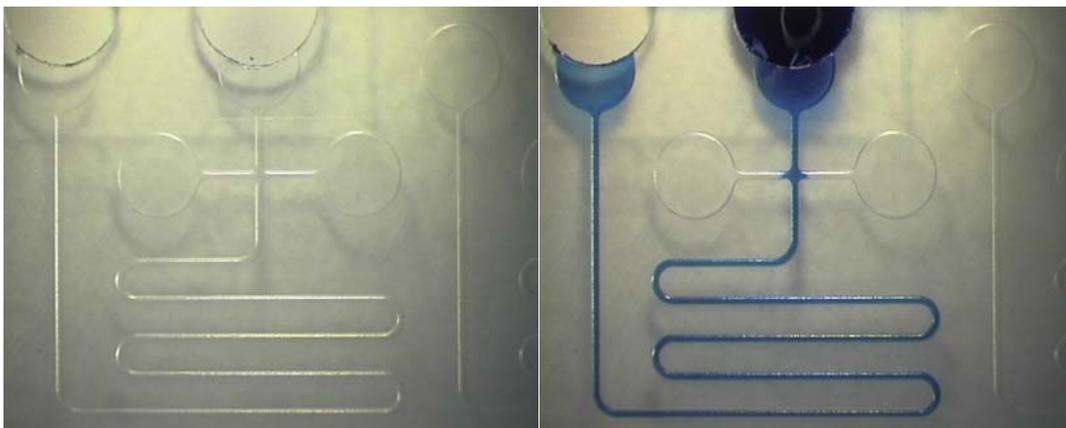


Abb. 3-25 CE-Struktur eines Chips aus Abb. 3-23 (innere Breite der Kanäle ca. 150  $\mu\text{m}$ , Tiefe ca. 75  $\mu\text{m}$ ) vor (links) und nach (rechts) einem Befülltest mit eingefärbtem Wasser



## 4 Zusammenfassung und Ausblick

In der vorliegenden Arbeit wurden 2 neue Ansätze für mikrotechnische 3-D-Fertigungstechnologien auf der Basis polymerer Membranen, welche von ebenen zu räumlichen Gebilden verwölbt werden, entwickelt. In einem **1. Ansatz** für ein Verfahren zur Herstellung von polymeren, dreidimensionalen Membranmikrostrukturen wurde ein paralleles, auf der Fotolithografie aufsetzendes Verfahren auf der Grundlage von strukturiert miteinander bzw. mit einem Substrat verbundenen und anschließend bei Raumtemperatur verwölbt Polymermembranen erarbeitet. In einem **2. Ansatz** wurde ein Verfahren auf der Grundlage von thermogeformten und gleichzeitig bzw. nachfolgend auf ein Kunststoffsubstrat geschweißten bzw. heißgesiegelten Kunststoffolien erarbeitet.

Für den **1. Ansatz** wurden, nach einer kurzen Darstellung des Stands der Technik, Vorüberlegungen speziell auch zu primitiven geometrischen Grundformen für solche 3-D-Mikrostrukturen angestellt. In einer 1. Grundform sind eine Membran aus einem vorzugsweise stark elastisch oder plastisch dehnbaren Polymer und ein Substrat strukturiert miteinander zu einem Hohlraum verbunden. In einer 2. Grundform sind 2 strukturierte Membranen strukturiert miteinander zu einem Hohlraum verbunden und die Doppelmembran wiederum ist strukturiert mit dem Substrat verbunden oder vollständig von diesem abgelöst. Die Auffaltung der flächigen zu volumenbehafteten Membranstrukturen erfolgt durch Aufpumpen mit gasförmigen oder flüssigen Medien über einen Druckanschluss. Dabei geschieht das Aufpumpen seriell, das heißt fortlaufend entlang der Strukturlängsachse.

Mehrere durch Aufschleudern gefertigte Membranen wurden vorgestellt und die Materialien auf ihre Eignung für die Realisierung der Strukturen untersucht. Unter anderem wurden gut dehnbare, strukturierte Membranen aus fotostrukturierbarem Isoprenkautschuk, einem im Halbleiterbereich verbreiteten Negativresist, gefertigt. Mit Temperaturen von 125–135 °C für den Hardbake ist der Fotolack niedertemperaturprozessierbar. Die stark plastisch dehnbaren Fluorpolymere PTFE, FEP und THV und stark elastisch dehnbare Siliconkautschuk eignen sich für die Membran der 1. Grundform. Fotostrukturierbares Polyimid und Polyisopren eignen sich für die Membranen der 2. Grundform.

Für das strukturierte Verbinden bzw. Trennen der Membranen bzw. der Membran und des Substrats wurde die Differential Adhesion Method verwendet. Es wurden verschiedene durch Sputtern und Aufdampfen hergestellte Haft- und Antihafschichtpaare getestet. Unter anderem wurden Polyimidmembranen mit einer wenige 10 nm dicken, flexiblen Schicht aus ‚Pyrex‘ als Antihafschicht gegenüber Gold ausgerüstet. Wurden Pyrex-Schichten auf Polyimidmembranen Temperaturen höher etwa 300 °C ausgesetzt, wie sie mit 350–400 °C für das Härten der Vorstufe bei der Fertigung einer Polyimidmembran benötigt werden, wurden die Glasschichten allerdings schadhaf verändert. Auf einer unteren Membran aus Polyimid mit einem Pyrex-Gold-Antihafschichtpaar darauf kann also keine obere Membran aus Polyimid, wohl aber eine aus Polyisopren gefertigt werden. Für das strukturierte Verbinden bzw. Trennen der Membranen wurde auch eine neue, so genannte ‚parallele Opferschichttechnik‘ eingesetzt. Dabei kann für abgestimmte Kombinationen von Membranen, Substrat, Opferschicht und Löse- oder Ätzmittel der Opferschichtprozess parallel durch die Membranen betrieben werden. Das Löse- oder Ätzmedium erreicht die

Grenzschicht zwischen Membran und Opferschicht durch Permeation. Auf Grund des parallelen Löse- oder Ätzprozesses muss die Opferschicht nur angelöst oder -geätzt werden und kann daher sehr dünn ausfallen. Es ergeben sich 3 grundsätzliche Möglichkeiten zur Umsetzung einer strukturierten Trennung der Membranen mit der parallelen Opferschichttechnik. Die 1. Möglichkeit ist, vergleichbar zur klassischen Opferschichttechnik, durch eine strukturierte Opferschicht unter der Membran gegeben. Bei einer unstrukturierten Opferschicht unter der Membran ist die 2. Möglichkeit durch eine strukturierte Löse- oder Ätzschutzschicht unter der Membran und über der Opferschicht, die 3. Möglichkeit durch eine strukturierte Permeationssperrschicht über der Membran gegeben. Es wurden für Flusssäure als Ätzmittel verschiedene Kombinationen von dünnen Opferschichten und für das Ätzmedium durchlässigen Membranen erprobt. Erfolgreiche Versuche wurden mit Opferschichten aus Siliziumdioxid und Titan und mit Membranen aus Polyimid und Polyisopren durchgeführt. Eine Doppelmembran aus zwei 7,5 µm dicken Polyimidmembranen und einer von diesen allseitig umschlossenen, 75 nm dicken Titanopferschicht konnte nach Einlegen in 10%ige Flusssäure bei Raumtemperatur und für ca. 1 h mit Luft aufgepumpt werden.

Für das Auffalten der Hohlstrukturen durch Aufpumpen mit diversen gasförmigen und flüssigen Medien wurden Druckanschlüsse entwickelt. Das fluidische Kontaktieren der Strukturen kann an diesen lateral in Richtung der Strukturlängsachse, z. B. über einen eingeklebten Mikroschlauch, erfolgen. Auf diese Art wurden über Mikroschläuche aus Polyimid mit ca. 100 µm Außendurchmesser Hohlstrukturen aus PTFE (Polytetrafluorethylen) mit einer Breite im Zugangsbereich von 400 µm fluidisch kontaktiert. Das fluidische Kontaktieren kann auch normal, und hierbei von der unteren Seite der Strukturen aus, z. B. über ein Durchgangsloch im Substrat, oder von der oberen Seite aus, z. B. über eine Durchgangsbohrung in einem aufgeklebten Gehäuse, erfolgen. Beim seriellen Aufpumpen von lateral größeren hin zu kleineren Bereichen von Hohlstrukturen mit Membranen ohne verschieden dicke Bereiche bei einer gewissen restlichen Haftung im Antihafschichtpaar oder an der angelösten bzw. -geätzten Opferschicht sind laterale Dimensionsverhältnisse von lediglich wenigen Vielfachen realisierbar. Somit kommt der Größe der Druckanschlüsse als häufig größtem Strukturdetail die entscheidende Bedeutung im Hinblick auf die Miniaturisierungsfähigkeit der aufzupumpenden Mikrohohlstrukturen zu.

Mit den Ergebnissen aus den obigen Vorversuchen wurden 2 Formdemonstratoren zur Verifizierung der prinzipiellen Machbarkeit und Visualisierung der charakteristischen Geometrie der 3-D-Mikrostrukturen gebaut. Für den 1. Formdemonstrator einer Struktur aus Membran und Substrat wurde eine PTFE-Membran, ein thermisch oxidiertes Siliziumsubstrat und ein Siliziumdioxid-Gold-Antihafschichtpaar verwendet. Als Design für den Demonstrator wurde ein Mikrokanal ausgesucht. Der Druckanschluss wurde als strukturlateraler Druckanschluss über einen Polyimidmikroschlauch ausgeführt. Der Mikrokanal hat eine Breite von 400 µm. Für den 2. Formdemonstrator einer mit einem aufgeklebten Gehäuse vom Substrat abgehobenen Struktur aus 2 Membranen wurde in einer 1. Version eine untere Membran aus Polyimid und eine obere Membran aus Polyisopren und, neben einem Siliziumdioxid-Gold-Abhebeschichtpaar, ein Pyrex-Gold-Antihafschichtpaar eingesetzt. In einer 2. Version kam statt einer oberen Membran aus Polyisopren eine Membran aus Polyimid und an Stelle des Pyrex-Gold-Antihafschichtpaars eine Titanopferschicht zum Einsatz. Als Design für die beiden Versionen des Demonstrators wurde ein in einem

rundenförmigen PMMA-Gehäuse (Polymethylmethacrylat) beidseitig eingespannter Mikrohohlbalke ausgewählt. Der Druckanschluss wurde als strukturnormaler Druckanschluss über das PMMA-Gehäuse ausgeführt. Der Mikrohohlbalke hat eine minimale lichte Weite von ca. 1 mm.

Schließlich wurde zur Veranschaulichung einer denkbaren Anwendung der 3-D-Mikrostrukturen mit den Resultaten aus dem Bau des Formdemonstrators in Gestalt der 1. Version des beidseitig eingespannten Hohlbalke ein Funktionsdemonstrator in Form eines einseitig eingespannten, spiralg gekrümmten Schwellkörpers aufgebaut. Der Aufbau der Demonstratoren ist bis auf die laterale Geometrie der Doppelmembran im Wesentlichen identisch. Wird der eingerollte Schwellkörper pneumatisch ausgerollt, ähnelt die Bewegung in ihrem Ablauf der der 3 Glieder des menschlichen Zeigefingers zwischen den Endlagen der Beugung und Streckung. Der kompakte und kräftige pneumatische Antriebsmechanismus des ‚Mikrofingers‘ ist, im Allgemeinen als hydraulischer Mechanismus, in der Pflanzen- und Tierwelt verbreitet. Ein so oder ähnlich gearteter pneumatischer Aktor könnte etwa für mikrotechnische Manipulationsaufgaben eingesetzt werden. Kennzeichnend für dieses Aktorprinzip ist neben der für fluidische Antriebe charakteristischen hohen Energie- bzw. Arbeitsdichte der für fluidische Antriebe typische hohe Arbeitshub bzw. die hohe Reichweite hier der Aktorspitze. Der an der Aktorspitze zu einem Luftkissen aufgeweitete Schwellkörper könnte eine vielleicht weniger präzise, dafür aber eine wahrscheinlich mehr schonende Manipulation erlauben.

Für den **2. Ansatz** für ein Verfahren zur Herstellung von polymeren, dreidimensionalen Membranmikrostrukturen wurden, ebenfalls nach einer kurzen Darlegung des Stands der Technik, die für das Verständnis des so genannten ‚Mikrothermoformens‘ relevanten technologischen Grundlagen des makroskopischen Thermoformens behandelt. Unter dem Begriff Thermoformen versteht man die Gestaltänderung bzw. das Umformen eines thermoplastischen Halbzeugs bei erhöhter Temperatur zu einem Formteil mit dreidimensionaler Geometrie. Beim Negativformen wird das Halbzeug in ein Formwerkzeug geformt, so dass die Außenseite des Formteils zum Anliegen an der Form kommt. Für die Miniaturisierung des Thermoformens bietet sich eine wenig komplexe Form des Negativformens ohne Vorstreckung als Vakuum- oder Druckluftformen mit Aufheizen des Halbzeugs durch eine Kontaktheizung in der Formstation an, das ‚Trapped Sheet Thermoforming‘. Dabei wird zunächst das über der Kavität des Formwerkzeugs fest eingespannte Halbzeug durch eine darüber liegende Kontaktheizplatte in den thermo- bzw. gummielastischen Zustand aufgeheizt. Dann wird es durch Vakuum oder Druckluft unter Ausdünnung der Ausgangswanddicke in die kühlere Kavität eingeformt. Schließlich wird das Formteil in der Kavität unter Formzwang in einen formstabilen Zustand abgekühlt und entformt. Die Druckluftformvariante empfiehlt sich wegen der höheren Ausformschärfe. Die Formluft wird durch Bohrungen in der Kontaktheizplatte geführt. Das Standardthermoformverfahren zur Herstellung von (überwiegend) geschlossenen Hohlkörpern ist das ‚Twin Sheet Thermoforming‘ als sequenzielles oder als simultanes Verfahren. Thermoplastisches Schweißen und Heißsiegeln sind die bevorzugten Verbindungsverfahren für in hohen Stückzahlen thermogeformte Teile z. B. in der Verpackungsindustrie. Die Fertigungsverfahren Simultanes Twin Sheet Thermoforming, Trapped Sheet Thermoforming und Heizelement-Wärmekontaktschweißen bzw. Heißsiegeln wurden nun zu einem neuen Verfahren zur Herstellung polymerer fluidischer Mikrostrukturen

durch Mikrothermoformen kombiniert. Der Form- und der Verbindungsprozess sind dabei vorzugsweise zu einem simultanen Prozess bzw. in einem einzigen Prozesszyklus in der Formstation zusammengefasst. Als Formstation dient dem neuen Mikrothermoformverfahren in der im Rahmen dieser Arbeit vorgestellten Ausprägung eine konventionelle Abformmaschine.

Das Mikrothermoformen wird als ein- oder zweistufiges Verfahren zur Herstellung polymerer fluidischer Mikrostrukturen eingeführt. Beim einstufigen Verfahren wird innerhalb eines einzigen Maschinenzklus einer Heißprägepresse eine dünne thermoplastische Folie durch ein Druckgas zu einer Fluidstruktur thermogeformt und gleichzeitig auf ein Substrat geschweißt bzw. heißgesiegelt. Das Substrat ist eine Folie aus Kunststoff mit fluidischen Anschlüssen in Form von Durchgangslöchern. Als Druckgas wurde Stickstoff unter einem Druck von 5 bar verwendet. Die Fertigung von vollständig abgeschlossenen Hohlstrukturen oder auf Substraten mit einer Glasübergangs- bzw. Kristallitschmelztemperatur, welche nicht weit genug von der thermoplastischen Folie entfernt ist, z. B. für den Fall einer Folie und eines Substrats aus identischem Kunststoff, erfordert das zweistufige Verfahren. Das Verfahren arbeitet mit 2 separaten Maschinenzyklen einer Abformmaschine für den Form- und den Verbindungsvorgang und einem Zwischenschritt zur Substratbeschickung. Während des zwischenzeitlichen Öffnens des Werkzeugs wird die thermogeformte Folie nicht entformt.

Zur Abschätzung der Machbarkeit des Mikrothermoformens, speziell auch von Fluidkanälen und deren Kreuzungen z. B. für die Kapillarelektrophorese (CE, Capillary Electrophoresis), wurden, aufsetzend auf einer Materialcharakterisierung eines typischen Thermoformhalbzeugs bei Umformtemperatur, FEM-Simulationen (Finite-Elemente-Methode) des eigentlichen Formvorgangs gerechnet. Als Halbzeug wurde eine Folie aus biaxial orientiertem Polystyrol (Homopolymer) mit einer Umformtemperatur in einem sehr eng eingegrenzten Bereich um 115 °C gewählt. Die Simulation des dreidimensionalen Verstreckens des aufgeheizten Halbzeugs erfolgte mit der Simulationssoftware ANSYS. Als Materialmodell wurde ein hyperelastisches Modell nach Mooney-Rivlin gewählt. Für die Charakterisierung des Spannungs-Dehnungs-Verhaltens bei uniaxialer Dehnung wurden Versuchsdaten aus einachsigen Zugversuchen bei einer erhöhten Temperatur von 115 °C gewonnen. In einer 2-D-Analyse wurde das Mikrothermoformen der Mitte eines langen CE-Kanals gerechnet, in einer 3-D-Analyse das Mikrothermoformen einer Kreuzung von CE-Kanälen. Die Rechnung wurde wegen den großen Verschiebungen und Drehungen der Folie, dem stark nichtproportionalen Spannungs-Dehnungs-Verhalten der Folie und dem Kontakt der Folie mit der Oberfläche der Werkzeugkavität als geometrie-, material- und strukturnichtlineare Analyse durchgeführt. Die beiden Simulationen zeigen die Machbarkeit des Mikrothermoformens. Es lassen sich Fluidkanäle und deren Kreuzungen mit Querschnittsabmaßen der Kanäle und Eckenradien der Kreuzungen von nur wenigen Vielfachen der Folienhalbzeugdicken im Bereich technisch problemlos zu stellender Gasdrücke (Größenordnung 10 bar) bei mindestens befriedigender Ausformschärfe herstellen.

Es wurden einfache Werkzeuge für das Mikrothermoformen entwickelt, welche mit vergleichbar geringem Aufwand wie Werkzeuge für das Heißprägen in und aus einer Abformmaschine gerüstet werden können. Die Werkzeuge sind im Wesentlichen 3-teilig. Sie

bestehen aus einem eigentlichen metallischen Formwerkzeug mit Kavitäten, aus einem metallischen Gegenwerkzeug mit Löchern zur Beaufschlagung mit einem Druckgas und zur Evakuierung und aus einer im Gegenwerkzeug montierten, elastomeren Dichtung zur Vakuum- und Druckgasabdichtung. Das Formwerkzeug basiert, wie eine Formplatte, auf einer gefrästen und hier auf eine Ebenheit und Parallelität von ca. 3  $\mu\text{m}$  und eine Rauheit (Mittenrauwert  $R_a$ ) von ca. 0,2  $\mu\text{m}$  geschliffenen, kreisrunden Messingplatte mit einem Durchmesser von 116 mm. Die hauptsächlich grabenförmigen Kavitäten für CE-Strukturen wurden durch mechanische Mikrofertigung per Stirnfräsen mit Fingerfräsern aus Diamant gefertigt. Die Fräser haben einen Öffnungswinkel von 3–4°. Daraus resultiert eine Seitenwandneigung und damit eine Entformschräge der Strukturen von 1,5–2°. Die etwa 90°-Außenkanten wurden weder explizit entgratet noch gerundet. Das Gegenwerkzeug basiert auf der unter Ausnahme der Höhe gleichen Messingplatte wie schon das Formwerkzeug.

Für die Herstellung von Demonstratoren wurden Halbzeuge, verschiedene thermoplastische Folien, Kunststoffsubstrate und eine haftvermittelnde Heißsiegelschicht, getestet. Die besten Ergebnisse bezüglich Ausformschärfe bei Kanalstrukturen von nur wenigen Vielfachen der Foliendicke wurden mit einer Folie aus biaxial orientiertem schlagzähem (high impact) Polystyrol (PS-HI-BO) und ähnlich gute Ergebnisse mit einer Folie aus biaxial orientiertem Polystyrol (Homopolymer) (PS-BO) erzielt. Für die Herstellung der Demonstratoren wurde daher die 26  $\mu\text{m}$  dicke PS-HI-Folie und die 25  $\mu\text{m}$  dicke PS-Folie gewählt. Weiter wurden für die Demonstratoren 380  $\mu\text{m}$  dicke Substrate aus Polysulfon und 250  $\mu\text{m}$  dicke Substrate aus biaxial orientiertem Polystyrol gewählt. Die Polystyrolsubstrate wurden durch Aufschleudern einer wässrigen Polyester-Polyether-Polyurethan-Dispersion mit einer 3,5–5  $\mu\text{m}$  dicken Heißsiegelschicht ausgerüstet.

Schließlich wurden mit dem ein- und zweistufigen Verfahren Demonstratoren gebaut. Mit dem einstufigen Verfahren wurde als Demonstrator aus der Polystyrolfolie und dem Polysulfonsubstrat eine Kanalstruktur hergestellt. Die Folie wurde hierbei direkt, ohne eine haftvermittelnde Schicht auf das Substrat gesiegelt. Die Kanäle haben eine innere Breite von ca. 550, 450, 350 und 250  $\mu\text{m}$  und eine Tiefe von ca. 225 und 150  $\mu\text{m}$ . Mit dem zweistufigen Verfahren wurden als Demonstratoren aus der schlagzähem Polystyrolfolie und dem Polystyrolsubstrat vollständig abgeschlossene CE-Strukturen hergestellt. Die Folie wurde hierbei über die haftvermittelnde Heißsiegelschicht auf dem Substrat auf dieses gesiegelt. Dabei lag die minimale Aktivierungstemperatur der Siegelschicht mit 60 °C deutlich von der maximalen kurzzeitigen Gebrauchstemperatur der Folie und des Substrats mit über 80 °C entfernt. So blieb sowohl die thermogeformte Folie als auch das Substrat beim Siegeln formstabil. Es wurden flexible CE-Chips sowohl mit 2 als auch mit 4 x 4 CE-Strukturen gefertigt, Letztere mit Strukturen im Raster von 10 x 10 mm und einer Kantenlänge der quadratischen Chips von 47,5 mm. Das 10mm-Raster des CE-Arrays ist ähnlich dem 9mm-Raster des 1536-Mikrotiterplattenformats. Die Kanäle der CE-Strukturen haben eine innere Breite von ca. 200 und 150  $\mu\text{m}$  und eine Tiefe von ca. 100, 67, 75 und 50  $\mu\text{m}$ . Der innere Eckenradius der Kanalkreuzungen beträgt ca. 150 und 125  $\mu\text{m}$ . Bei Befülltests mit eingefärbtem Wasser wurde dieses von der Aufgabestelle aus zügig, innerhalb weniger Sekunden, und gleichmäßig per Kapillarkraft durch den gesamten mäanderförmig gewundenen Mikrokanal gezogen. Wenige CE-Strukturen zeigten eine geringfügige Leckage des wässrigen Testmediums in die Siegelfläche. Diese geringe Undichtheit ist wohl unter

anderem auf eine etwas zu niedrige Siegeltemperatur und einen durch Substratunebenheiten lokal zu niedrigen Siegedruck zurückzuführen.

Der in der vorliegenden Arbeit untersuchte **1. Ansatz** für ein Verfahren zur Herstellung von polymeren, dreidimensionalen Membranmikrostrukturen auf der Grundlage von strukturiert miteinander bzw. mit einem Substrat verbundenen und anschließend verwölbten Polymermembranen ist von einem industriell verwertbaren Verfahren wohl noch weit entfernt. Der aufgebaute Demonstrator in Form eines pneumatischen Aktors z. B. als weicher mikrotechnischer Manipulator mit großem durchfahrbaren Arbeitsraum zeigt aber, dass mit einem aus diesem Ansatz abgeleiteten Verfahren mikrotechnische Produkte hergestellt werden könnten, wie dies derzeit mit anderen Verfahren kaum möglich erscheint. Der untersuchte **2. Ansatz** auf der Grundlage von thermogeformten und auf ein Kunststoffsubstrat geschweißten bzw. heißgesiegelten Kunststofffolien ist dagegen seiner industriellen Verwendung schon weitaus näher. Der vorgestellte Verfahrensansatz eröffnet die Chance für einen zukünftigen großserientauglichen mikrotechnischen Low-Cost-Prozess. Dabei könnte das Mikrothermoformen z. B. einer flexiblen Folie mit CE-Strukturen als auch das dem Thermoformen und Schweißen bzw. Heißsiegeln vorgeschaltete Stanzen der Reservoiröffnungen und Sputtern oder Dampfen der Reservoir Elektroden als Fließ- bzw. Endlosprozess abgefahren werden. Hierbei würde mit den Halbfertigerzeugnissen, den Folienhalbzeugen und den gestanzten und besputterten Halbzeugen, bzw. dem Endprodukt, der CE-Folie, von Rollen bzw. auf eine Rolle gefahren werden.

## 5 Literatur

- [ANSY98] ANSYS Structural Analysis Guide, 4th ed., rel. 5.5, ANSYS, Inc., Canonsburg, Pennsylvania, U.S.A., 1998
- [ANSY98a] ANSYS Theory Reference, 9th / 10th ed., rel. 5.5, ANSYS, Inc., Canonsburg, Pennsylvania, U.S.A., 1998
- [Arch99] Arch Chemicals Negative Photoresists – Technical Information, Arch Chemicals, Inc., Norwalk, Connecticut, U.S.A., 1999
- [Arch01] Durimide – Polyimides for the Microelectronics Industry, Arch Chemicals, Inc., Norwalk, Connecticut, U.S.A., 2001
- [Beck86] Becker, E. W.; Ehrfeld, W.; Hagmann, P.; Maner, A.; Münchmeyer, D. Fabrication of Microstructures with High Aspect Ratios and Great Structural Heights by Synchrotron Radiation Lithography, Galvanofforming, and Plastic Molding (LIGA Process), *Microelectronic Engineering*, vol. 4, p. 35, 1986
- [Bich98] Bichler, Ch.; Mayer, K.; Langowski, H. C.; Moosheimer, U. Influence of Polymer Film Surfaces on Adhesion and Permeation Properties of Vacuum Web Coated High Barrier Films and Laminates: Results of a Cooperative Research Project, *Proc. Society of Vacuum Coaters (SVC) 41th Annual Technical Conference*, Boston, U.S.A., 1998
- [Bied77] Biederbick, K. *Kunststoffe*, 4. Aufl., Vogel, Würzburg, 1977
- [Björ01] Björkman, H.; Ericson, C.; Hjertén, S.; Hjort, K. Diamond Microchips for Fast Chromatography of Proteins, *Sensors and Actuators B*, vol. 79, pp. 71–77, 2001
- [Bläd99] Blädel, H. Persönliche Mitteilung, Dyneon GmbH, Burgkirchen, 06.12.1999
- [Bloo91] Bloomstein, T. M.; Ehrlich, D. J. Laser-Chemical Three-Dimensional Writing of Multimaterial Structures for Microelectromechanics, *IEEE, Proc. Micro Electro Mechanical Systems (MEMS)*, Nara, Japan, pp. 202–203, 1991
- [Burg92] Burgett, S. R.; Pister, K. S. J.; Fearing, R. S. Three Dimensional Structures Made with Microfabricated Hinges, *American Society of Mechanical Engineers (ASME), Micromechanical Systems*, Anaheim, California, U.S.A., vol. 40, pp. 1–11, 1992

- [Bütt94] Büttgenbach, S.  
Mikromechanik, 2. Aufl., Teubner, Stuttgart, 1994
- [Dada99] Dadalas, M.  
Persönliche Mitteilung, Dyneon GmbH, Burgkirchen, 19.11.1999
- [Detr01] Detrois, Ch.  
Untersuchungen zur Dehnrheologie und Verarbeitbarkeit von Halbzeugen beim Thermoformen sowie Simulation und Optimierung der Umformphase, Dissertation, RWTH Aachen, 2001
- [Domi98] Domininghaus, H.  
Die Kunststoffe und ihre Eigenschaften, 5. Aufl., Springer, Berlin, 1998
- [Dunc91] Duncan, J. C.; van de Velde, J. G.; Wetton, R. E.  
Vergleich der mit Hilfe der mechanisch-dynamischen Thermoanalyse (DTMA) und der dynamischen Differenzkalorimetrie (DSC) bestimmten Glasübergangstemperaturen, Kunststoffe, 44. Jahrgang, Heft 8, S. 768–770, 1991
- [Dyne98] Dyneon GmbH, Burgkirchen, 1998
- [Gebh00] Gebhardt, A.  
Rapid Prototyping: Werkzeuge für die schnelle Produktentstehung, 2. Aufl., Hanser, München, 2000
- [Gerl97] Gerlach, G.; Dötzel, W.  
Grundlagen der Mikrosystemtechnik, Hanser, München, 1997
- [Gros98] Grosjean, C.; Lee, G. B.; Hong, W.; Tai, Y. C.; Ho, C. M.  
Micro Balloon Actuators for Aerodynamic Control, IEEE, Micro Electro Mechanical Systems (MEMS), Heidelberg, pp. 166–171, 1998
- [Harm93] Harms, R.  
Modellbildung zur Beschreibung der Formgebung beim Extrusionsblasformen, Dissertation, RWTH Aachen, 1993
- [Harr92] Harrison, D. J.; Manz, A.; Fan, Z.; Lüdi, H.; Widmer, H. M.  
Capillary Electrophoresis and Sample Injection Systems Integrated on a Planar Glass Chip, Analytical Chemistry, vol. 64, pp. 1926–1932, 1992
- [Hart97] Hartwig, K.  
Simulation des Streckblasverfahrens und Charakterisierung des prozessrelevanten Materialverhaltens, Dissertation, RWTH Aachen, 1997
- [Henk00] Produktbeschreibung Lioseal A 8127-21, Henkel KGaA, Düsseldorf, 2000

- [Illig97] Illig, A.; Schwarzmann, P.  
Thermoformen in der Praxis, Hanser, München, 1997
- [Kais00] Kaiser, S. C.  
Entwicklung eines magnetisch-induktiven Mikroventils nach dem AMANDA-Verfahren, Dissertation, Universität Karlsruhe, 2000
- [Kim98] Kim, C. J.; Kim, J. Y.; Sridharan, B.  
Comparative Evaluation of Drying Techniques for Surface Micromachining, Sensors and Actuators A, vol. 64, pp. 17–26, 1998
- [Klaa96] Klaassen, E. H.; Petersen, K.; Noworolski, J. M.; Logan, J.; Maluf, N. I.; Brown, J.; Storment, Ch.; McCulley, W.; Kovacs, G. T. A.  
Silicon Fusion Bonding and Deep Reactive Ion Etching: A New Technology for Microstructures, Sensors and Actuators A, vol. 52, pp. 132–139, 1996
- [Köhl98] Köhler, M.  
Ätzverfahren für die Mikrotechnik, 1. Aufl., VCH, Weinheim, 1998
- [Kühn76] Kühne, K.  
Werkstoff Glas, Akademie-Verlag, Berlin, 1976
- [Küpp91] Küppers, M.  
Anwendung numerischer Methoden beim Thermoformen, Dissertation, RWTH Aachen, 1991
- [Lin95] Lin, L. Y.; Lee, S. S.; Wu, M. C.; Pister, K. S. J.  
Micromachined Integrated Optics for Free-Space Interconnections, IEEE, Micro Electro Mechanical Systems (MEMS), Amsterdam, The Netherlands, pp. 77–82, 1995
- [Liu95] Liu, C.; Tsao, T.; Tai, Y. C.  
Out-of-Plane Permalloy Magnetic Actuators for Delta-Wing Control, IEEE, Micro Electro Mechanical Systems (MEMS), Amsterdam, The Netherlands, pp. 7–12, 1995
- [Mane88] Maner, A.; Pfund, A.  
KVT-Bericht Nr. 104 / 17, Institut für Kernverfahrenstechnik, Kernforschungszentrum Karlsruhe, 1988
- [Manz92] Manz, A.; Harrison, D. J.; Verpoorte, E.; Fettingner, J. C.; Paulus, A.; Lüdi, H.; Widmer, H. M.  
Planar Chip Technology for Miniaturization and Integration of Separation Techniques into Monitoring Systems: Capillary Electrophoresis on a Chip, Journal of Chromatography., vol. 593, pp. 253–258, 1992

- [Matt02] Matthes, J.  
Persönliche Mitteilung, Norddeutsche Seekabelwerke GmbH, Nordenham,  
31.01.2002
- [Menz97] Menz, W.; Mohr, J.  
Mikrosystemtechnik für Ingenieure, 2. Aufl., VCH, Weinheim, 1997
- [Mess89] Gase-Handbuch, 3. Aufl., Messer Griesheim GmbH, Frankfurt, 1989
- [Moon40] Mooney, M.  
A Theory of Large Elastic Deformation, Journal of Applied Physics, vol. 11,  
pp. 582–592, 1940
- [Müll96] Müllenborn, M.; Dirac, H.; Petersen, J. W.; Bouwstra, S.  
Fast Three-Dimensional Laser Micromachining of Silicon for Microsystems,  
Sensors and Actuators A, vol. 52, pp. 121–125, 1996
- [Nach98] Nachtigall, W.  
Bionik: Grundlagen und Beispiele für Ingenieure und Naturwissenschaftler,  
Springer, Berlin, 1998
- [Nent00] Nentwig, J.  
Kunststoff-Folien: Herstellung – Eigenschaften – Anwendung, 2. Aufl., Hanser,  
München, 2000
- [Nord74] Norflex-Information Nr. 3 – Die Vakuumverformung der Norflex-Klarsichtfolie,  
Norddeutsche Seekabelwerke GmbH, Nordenham, 1974
- [Nord86] Norflex-Information Nr. 2 – Die Überdruckverformung der Norflex-Klarsichtfolie,  
Norddeutsche Seekabelwerke GmbH, Nordenham, 1986
- [Nord97] Produktinformation Norflex-Folie, Norddeutsche Seekabelwerke GmbH,  
Nordenham, 1997
- [Nord99] Prospekt antistatische Fensterfolie Norflex, Norddeutsche Seekabelwerke GmbH,  
Nordenham, 1999
- [Pist92] Pister, K. S. J.; Judy, M. W.; Burgett, S. R.; Fearing, R. S.  
Microfabricated Hinges, Sensors and Actuators A, vol. 33, pp. 249–256, 1992
- [Pulk99] Pulker, H. K.  
Coatings on Glass, 2nd ed., Elsevier, Amsterdam, The Netherlands, 1999
- [Röhm01] Plexiglas-Folie farblos 99845, Kennwerte, Röhm GmbH, Darmstadt, 2001
- [Römp95] CD Römpp Chemie Lexikon – Version 1.0, Stuttgart, Thieme, 1995

- [Rumm99] Rummler, Z.  
Entwicklung und Optimierung eines Mikroentgasers für die HPLC unter dem Aspekt der industriellen Herstellbarkeit, Dissertation, Universität Karlsruhe, 1999
- [Rupr00] Ruprecht, R.; Gietzelt, T.; Guttman, M.; Hanemann, T.; Hecke, M.; Müller, K.; Plotter, V.  
Abformverfahren für mikrostrukturierte Bauteile aus Kunststoff und Metall, 4. Statuskolloquium des Programms Mikrosystemtechnik, Forschungszentrum Karlsruhe, pp. 31–36, 2000
- [Ruzz98] Ruzzu, A.; Bade, K.; Fahrenberg, J.; Maas, D.  
Positioning System for Catheter Tips Based on an Active Microvalve System, Journal of Micromechanics and Microengineering, vol. 8, pp. 161–164, 1998
- [Ruzz98a] Ruzzu, A.  
Mikrokomponenten für einen Herzkatheter: Positioniersystem, 3. Statuskolloquium des Projektes Mikrosystemtechnik, Forschungszentrum Karlsruhe, pp. 203–204, 1998
- [Saec98] Saechtling, H.; Oberbach, K.  
Kunststoff-Taschenbuch, 27. Ausg., Hanser, München, 1998
- [Sand00] Sandia's Tiny Canals on Chips Could Expand Uses for Tomorrow's 'Microfluidic' Devices, Sandia National Laboratories, Internetseite unter [www.sandia.gov/media/NewsRel/NR2000/canals.htm](http://www.sandia.gov/media/NewsRel/NR2000/canals.htm), Albuquerque, New Mexico, U.S.A., 2000
- [Scha99] Schaller, Th.; Hecke, M.; Ruprecht, R.  
Mechanical Micromachining for Mold Insert Fabrication and Replication, Proc. American Society for Precision Engineering (ASPE), Chapel Hill, North Carolina, U.S.A., pp. 3–8, 1999
- [Scha01] Schaller, Th.; Dittrich, H.; Gerlach, A.; Guber, A. E.; Hecke, M.; Muslija, A.; Wallrabe, U.; Zissler, W.  
Small Tolerances & Large Areas: Micromachining Meets Industrial Requirements, Proc. European Society for Precision Engineering and Nanotechnology (euspen) 2nd International Conference, Turin, Italy, pp. 1–4, 2001
- [Schi95] Schilling, C.; Wurmus, H.; Bögelsack, G.  
Klein, aber komplex: Der Beitrag bionischer Forschung für die Mikrosystemtechnik, BIONA report 9, Technische Biologie und Bionik 2 / 2. Bionik-Kongress, Saarbrücken 1994, W. Nachtigall (ed.), Akademie der Wissenschaften und der Literatur, Mainz, Fischer, Stuttgart, 1995
- [Scho77] Scholze, H.  
Glas – Natur, Struktur und Eigenschaften, 2. Aufl., Springer, Berlin, 1977

- [Scho98] Schomburg, W. K.; Ahrens, R.; Bacher, W.; Goll, C.; Martin, J. Rummler, Z. AMANDA – Produktion mikrofluidischer Komponenten durch Abformung und Membranübertragung, 3. Statuskolloquium des Projektes Mikrosystemtechnik, Forschungszentrum Karlsruhe, pp. 173–178, 1998
- [Scho98a] Schomburg, W. K.; Ahrens, R.; Bacher, W.; Goll, C.; Meinzer, S.; Quinte, A. AMANDA – Low-Cost Production of Microfluidic Devices, Sensors and Actuators A, vol. 70, pp. 153–158, 1998
- [Scho99] Schomburg, W. K.; Ahrens, R.; Bacher, W.; Martin, J.; Saile, V. AMANDA – Surface Micromachining, Molding and Diaphragm Transfer, Sensors and Actuators A, vol. 76, pp. 343–348, 1999
- [Schu97] Schulz, S.  
Verfahren zur planaren Herstellung von pneumatischen und fluidischen Miniaturmanipulatoren, Offenlegungsschrift Patent DE 196 17 852 A1, 1997
- [Schu98] Schulz, S.; Besser, H.; Dürr, S.; Kohl, M.; Pfleging, W.; Voges, U.  
Hydraulische Muskeln als Antriebseinheit für endoluminale Systeme in der Medizin, 3. Statuskolloquium des Projektes Mikrosystemtechnik, Forschungszentrum Karlsruhe, pp. 205–206, 1998
- [Schu99] Schulz, S.; Pylatiuk, Ch.; Bretthauer, G.  
A New Class of Flexible Fluidic Actuators and their Applications in Medical Engineering, Automatisierungstechnik (at), vol. 47, no. 8, pp. 390–395, 1999
- [Schu00] Schulz, S.; Pylatiuk, Ch.  
Künstliche Hand auf der Basis flexibler Fluidaktoren, 4. Statuskolloquium des Programms Mikrosystemtechnik, Forschungszentrum Karlsruhe, pp. 239–240, 2000
- [Schu00a] Schulz, S.  
Persönliche Mitteilung, Institut für angewandte Informatik, Forschungszentrum Karlsruhe, 2000
- [Schw90] Schwarz, O.  
Kunststoffkunde, 3. Aufl., Vogel, Würzburg, 1990
- [Schw98] Schwörer, M.; Kohl, M.; Menz, W.; Saile, V.  
Entwicklung fluidischer Mikrogelenke, Dissertation, Universität Karlsruhe, 1998
- [Smel93] Smela, E.; Inganäs, O.; Lundström, I.  
Conducting Polymers as Artificial Muscles: Challenges and Possibilities, Journal of Micromechanics and Microengineering, vol. 3, pp. 203–205, 1993

- [Smel95] Smela, E.; Inganäs, O.; Lundström, I.  
Controlled Folding of Micrometer-Size Structures, *Science*, vol. 268, pp. 1735–1738, 1995
- [Smel95a] Smela, E.; Inganäs, O.; Lundström, I.  
Differential Adhesion Method for Microstructure Release: An Alternative to the Sacrificial Layer Method, *Transducers '95, Eurosensors IX*, Stockholm, Sweden, pp. 218–219, 1995
- [Smel99] Smela, E.  
Microfabrication of PPy Microactuators and Other Conjugated Polymer Devices, *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 9, pp. 1–18, 1999
- [Thie00] Thiel, K.  
Persönliche Mitteilung, Arch Semiconductor Chemicals GmbH, München, 15.03.2000
- [Thro96] Throne, J. L.  
Technology of Thermoforming, Hanser, München, 1996
- [Thro99] Throne, J. L.; Beine, J.  
Thermoformen: Werkstoffe – Verfahren – Anwendung, Hanser, München, 1999
- [Trel75] Treloar, L. R. G.  
The Physics of Rubber Elasticity, 3rd ed., Clarendon, Oxford, U.K., 1975
- [Truc01] Truckenmüller, R.  
Verfahren zur Herstellung von mikrofluidischen Hohlstrukturen aus Kunststoff, Deutsche Patentanmeldung Nr. 10134040, 2001
- [Truc01a] Truckenmüller, R.; Rummler, Z.; Schaller, Th.; Schomburg, W. K.  
Low-Cost Production of Single-Use Polymer Capillary Electrophoresis Structures by Microthermoforming, *Proc. Micromechanics Europe Workshop (MME)*, Cork, Ireland, pp. 39–42, 2001
- [Truc02] Truckenmüller, R.; Rummler, Z.; Schaller, Th.; Schomburg, W. K.  
Low-Cost Thermoforming of Micro Fluidic Analysis Chips, *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 12, no. 4, pp. 375–379, 2002
- [Truc02a] Truckenmüller, R.  
Herstellung polymerer, fluidischer Mikrostrukturen durch Mikrothermoformen, Symposium 'Schnittpunkt Kunststoff- und Mikrosystemtechnik', RICON GmbH, Prien am Chiemsee, 2002
- [Tsen99] Tseng, F. G.; Frodis, U.; Zhang, G.; Cohen, A.; Mansfeld, F.; Will, P.  
EFAB: High Aspect Ratio, Arbitrary 3-D Metal Microstructures Using a Low-Cost

- Automated Batch Process, High Aspect Ratio Micro Structure Technology (HARMST), Kisarazu, Japan, pp. 8–11, 1999
- [TSIM97] T-SIM User's Guide and Reference, Accuform, Zlin, Tschechische Republik, 1997
- [Viet91] Vieth, W. R.  
Diffusion In and Through Polymers – Principles and Applications, Hanser, München, 1991
- [Wack96] Wacker RTV-2 Siliconkautschuke – Gießmassen, Klebstoffe, Schäume – Eigenschaften, Wacker-Chemie GmbH, München, 1996
- [Wein87] Weinand, Dieter  
Modellbildung zum Aufheizen und Verstrecken beim Thermoformen, Dissertation, RWTH Aachen, 1987
- [Weng97] Wengelink, J.  
Photolithographie mit semitransparenten Masken – Entwicklung einer Methode zur photolithographischen Erzeugung reliefartiger Strukturen für Elemente der Integrierten Optik, Dissertation, Universität Ulm, 1997
- [Wulf00] Wulff, K.  
Persönliche Mitteilung, Institut für Mikrostrukturtechnik, Forschungszentrum Karlsruhe, 2000