

Ein integriertes Mikrodosiersystem aus Kunststoff

Zur Erlangung des akademischen Grades eines

Doktors der Ingenieurwissenschaften

von der Fakultät für Maschinenbau der

Universität Karlsruhe (TH)

genehmigte

Dissertation

von

Dietmar Wolke

aus Husum

Tag der mündlichen Prüfung: 25. Juni 2004

Hauptreferent: Prof. Dr. V. Saile

Korreferent: Prof. Dr. O. Kraft

Kurzfassung

Im Rahmen dieser Arbeit wurde ein integriertes Mikrodosiersystem für Flüssigkeiten und Gase aus Kunststoff entworfen, hergestellt und charakterisiert. In ihm wurden ein Ventil und ein Durchflusssensor kombiniert.

Das Ventil ist ein normal geschlossenes 2/2-Wege Ventil, das die kugelsphärenförmige Wölbung eines kreisförmigen piezoelektrisch-keramischen und metallischen Unimorphs beim Anlegen einer elektrischen Spannung als Aktorprinzip nutzt. Diese wenige Mikrometer messende Wölbung wird mit Hilfe eines hydraulischen Weg- und Kraftübertragungssystems in eine deutlich größere Wölbung der Ventilmembran übersetzt. Der Hydraulikmechanismus wurde bezüglich seiner Beeinflussung des thermischen Verhaltens des Ventils analytisch und experimentell untersucht, und die Ergebnisse flossen in den Entwurf der Gehäuse des Mikrodosiersystems ein, die aus dem Kunststoff Polymethylmethacrylat, PMMA, sind. Weiterhin wurde ein Verfahren entwickelt, die metallische Schicht des Unimorphs galvanisch auf der piezoelektrischen Keramik aufzubringen.

Es konnte eine Funktionsfähigkeit des Ventils in einem Temperaturbereich von 10°C bis 68°C erreicht werden.

Der Durchflusssensor nutzt zur Messung der Geschwindigkeit des Fluids das thermisch anemometrische Prinzip. Die Wärmeanemometrie macht sich zwei grundlegende physikalische Prinzipien zunutze. Erstens erwärmt sich ein stromdurchflossener Leiter. Zweitens ändert ein Fluid die Temperatur eines Körpers, den es umfließt. Der Fluidkanal in dem Flusssensor hat eine Breite von 300µm und eine Höhe von ebenfalls 300µm. Der für das angewendete Messprinzip notwendige Heizleiter wurde als Mäander mit einer Breite von 3µm aus Gold mit Hilfe des Lift-Off-Verfahrens auf einer Zunge in der Polyimidmembran strukturiert, die sich in der Mitte dieses Kanals befindet. Zur messtechnischen Umsetzung dieses Prinzips wurde in Zusammenarbeit mit dem Institut für Prozessdatenverarbeitung und Elektronik, IPE, im Forschungszentrum Karlsruhe im Rahmen einer Diplomarbeit eine Elektronik entwickelt.

Zur Montage des Mikrodosiersystems wurde ein Verfahren zur Herstellung von membranbasierten Mikrokomponenten für die Fluidik aus Kunststoff herangezogen, das am Institut für Mikrostrukturtechnik, IMT, im Forschungszentrum Karlsruhe entwickelt wird. Hierfür wurden zwei Verbindungsverfahren, an denen momentan am IMT gearbeitet wird, kombiniert. Durch die Degradation einer nur wenige Mikrometer dünnen Schicht des Kunststoffgehäuses mit Hilfe von UV-Licht konnte ein neues Verbindungsverfahren entwickelt werden, bei dem die Festigkeit der Verbindung durch ein Epoxydharz gegeben ist, das Fluid in dem Mikrodosiersystem aber keinen Kontakt zu dem Epoxy hat. Außerdem ist eine blasenfreie Verklebung garantiert, es kann bei Raumtemperatur verklebt werden, und bei dem Design der fluidischen Strukturen ist man nicht auf die bisherigen Designregeln beschränkt.

Das Regelverhalten des Mikrodosiersystems, dessen Abmessungen circa 13mm x 13mm x 1,5mm betragen, wurde in einem Bereich von 10sccm bis 30sccm anhand von Stickstoff, der unter einem Druck von 1bar stand, beschrieben.

Abstract

An integrated micromechanical dosing system for liquids and gases made of polymers has been designed, manufactured, and characterized.

It is a combination of a valve and a flow rate sensor.

The valve is a normally closed 2/2-way valve, which uses the curvature of a circular piezoelectric-ceramic/metallic Unimorph resembling a spherical segment when a control voltage is applied as actuator principle. This deflection, measuring only a few micrometers, is transmitted to a larger deflection of the valve membrane by a hydraulic load and force transmission system. This hydraulic mechanism was investigated analytically and experimentally with respect to its influence on the thermal behaviour of the valve, and the results were included in the design of the housings of the micro dosing system, which were made of Polymethylmethacrylate, PMMA. Moreover a process was developed to electro-plate the metallic layer of the Unimorph on the piezoelectric ceramic.

An operativeness in the temperature range between 10°C and 68°C was achieved for the valve.

The flow rate sensor makes use of the principle of thermo anemometry to measure the velocity of the fluid. Thermo anemometry takes advantage of two elementary physical theorems. First an electric current heats an electric conductor. Second a fluid changes the temperature of a body positioned in its flow. The fluid channel of the flow rate sensor has a width of 300µm and a height of also 300µm. The electric heating element which is essential for the used principle of measurement resembling a meander with a width of 3µm was structured in gold by a lift-off-process on a Polyimide membrane, which is positioned in the middle of this channel. In cooperation with the "Institut für Prozessdatenverarbeitung und Elektronik", IPE, at "Forschungszentrum Karlsruhe" an electronics assembly was developed within a diploma thesis to implement the metrological realisation of the measuring principle.

The micro dosing system was assembled by using a process to manufacture micro components out of polymers based on membranes for fluidics, which is under development at the "Institut für Mikrostrukturtechnik", IMT, at "Forschungszentrum Karlsruhe". Two techniques for joining parts, which are under development at IMT, were combined. A new joining technique was developed which guaranties no contact of the fluid with the epoxy resin which produces the stability by degradation of the polymer housing under UV-light. Furthermore a bonding free of blow holes is guarantied, and there is no restriction any more on present design rules.

The characteristic flux-control of the micro dosing system, with approximate dimensions 13mm x 13mm x 1,5mm, was described for nitrogen under a pressure of 2bar in a range from 5sccm until 30sccm.

Inhaltsverzeichnis

Kapitel 1	Einleitung	1
Kapitel 2	Voraussetzungen	4
2.1	Mikrofluidik	4
2.1.1	Phänomene	4
2.1.2	Mikroventile	6
2.1.3	Durchflussmessung in der Mikrotechnik	7
2.1.4	Mikrotechnische Dosierverfahren	9
2.2	Sensorik und Aktorik	10
2.2.1	Wärmeanemometrie	10
2.2.2	Piezoelektrizität	11
2.3	Technologie	16
2.3.1	Herstellung von Mikrobauteilen mit dem AMANDA-Verfahren	16
2.3.2	Anwendungsbeispiel Flusssensor	19
2.3.3	Anwendungsbeispiel Ventil	20
2.3.4	Thermische Ausdehnung	22
2.3.5	Anforderungen an ein Mikrodosiersystem	23
Kapitel 3	Fertigungskonzept	24
3.1	Vorversuche an einem Piezoventil	24
3.1.1	Untersuchung des thermischen Verhaltens	24
3.1.2	Analyse der Ursachen für das thermische Verhalten	26
3.1.3	Lösungsansätze zur Verbesserung des thermischen Verhaltens	27
3.1.4	Integrierbarkeit mit einem Flusssensor	29
3.2	Herstellungsprozess	30
3.2.1	Lift-Off-Technik	30
3.2.2	Gehäuseherstellung durch Vakuumheißprägen	33
3.2.3	Aufbau- und Verbindungstechnik	36
3.3	Materialauswahl und Erstellung eines Fertigungskonzeptes	39
Kapitel 4	Layout und Design	43
4.1	Analytische Beschreibung des Temperaturverhaltens	43
4.1.1	Thermisches Verhalten des Aktors	43
4.1.2	Thermisches Verhalten des Mikrodosiersystems	45
4.2	Layout der Abformwerkzeuge	48
4.2.1	Werkzeug 1	49
4.2.2	Werkzeug 2	49
4.3	Layout der Chrommasken	50
4.3.1	Maske A	50

Inhaltsverzeichnis

4.3.2	Maske B	52
4.3.3	Maske C	56
Kapitel 5	Fertigung	57
5.1	Strukturierung der Membran	57
5.1.1	Layer A: Polyimid	57
5.1.2	Layer B: metallische Dünnschicht	57
5.1.3	Layer C: Polyimid	60
5.2	Herstellung der Gehäuseteile durch Vakuumheißprägen	60
5.3	Herstellung der Aktoren	62
5.4	Montage der Mikrodosiersysteme	65
5.4.1	Erste Verklebung	65
5.4.2	Zweite Verklebung	65
5.4.3	Vereinzelung sowie fluidische und elektrische Kontaktierung	66
5.4.4	Befüllung mit Hydraulikmedium	67
Kapitel 6	Experimentelle Ergebnisse und Diskussion	68
6.1	Messungen am Ventil	68
6.1.1	Versuchsaufbau	68
6.1.2	Ergebnisse	69
6.2	Messungen am Mikrodosiersystem	70
6.2.1	Elektronik für den Flusssensor	70
6.2.2	PID Regelung	72
6.2.3	Versuchsaufbau	74
6.2.4	Ergebnisse	74
6.3	Diskussion der Kennlinien	75
Kapitel 7	Zusammenfassung und Ausblick	76
Kapitel 8	Anhang	80
8.1	Materialdaten	80
8.2	Literaturverzeichnis	82
8.3	Index	90
8.4	Abkürzungsverzeichnis	92
8.5	Abbildungsverzeichnis	96

Kapitel 1 Einleitung

Ein Mikrometer ist ein Millionstel von einem Meter. Der Mensch kann einen Mikrometer mit bloßem Auge nicht wahrnehmen. Er hat jedoch verschiedenste Technologien zu Hilfe genommen, um Dinge zu *sehen*, herzustellen und zu Systemen zusammenzufügen, die den Mikrometer als wesentliche Maßeinheit in sich tragen. Diese Fähigkeiten werden in der Mikrosystemtechnik zusammengefasst. Unter einem Mikrosystem wird im allgemeinen eine Gruppierung unterschiedlicher Bauteile unter Anwendung verschiedener Strukturierungs- und Verbindungstechniken zu einem miniaturisierten, intelligenten Gesamtsystem verstanden. Es *empfindet*, was im Sprachgebrauch der Ingenieurwissenschaften als Sensorik bezeichnet wird, es *entscheidet*, dies mit Hilfe einer elektronischen Signalverarbeitung, und es *reagiert*, wofür sogenannte Aktoren eingesetzt werden.

Ein Beispiel für eine Anwendung der Mikrosystemtechnik ist der Airbag in einem Automobil. Herz des Airbags ist ein Mikrosystem. In ihm realisiert ein kapazitiver Beschleunigungssensor jede Bewegung des Fahrzeugs. Die Mikrostruktur ist dabei aus zwei ineinander verschränkten Kämmen aufgebaut, deren Verschränkung bei Beschleunigung oder Abbremsen des Fahrzeugs ab- beziehungsweise zunimmt. Zwei Arme von je einem der beiden Kämmen sind wie ein miniaturisierter Kondensator zu verstehen. Ändert sich die Verschränkung der Kämmen, so lässt sich mit Hilfe einer elektronischen Schaltung eine Änderung der Kapazität feststellen. Übersteigt bei einem Aufprall des Fahrzeugs auf ein Hindernis diese Kapazitätsänderung einen vorgegebenen Sollwert, so reagiert das Mikrosystem mit der Auslösung des Airbags.

Es gibt heute unzählige weitere Beispiele für den Einsatz von Mikrosystemen. Mikrosysteme werden meist kaum bemerkt, spielen aber doch eine große Rolle, wie beispielsweise in der Telekommunikationstechnik, im Maschinen- und Anlagenbau, in der Umwelttechnik, der Chemie und Pharmazie, der Energietechnik, der Logistik, der Haus- und Gebäudetechnik, im Automobilbau und in der Medizintechnik. Sie sorgen für die Sicherheit und den Komfort in modernen Automobilen, helfen bei der Reinhaltung von Luft und Wasser, assistieren Ärzten bei Operationen und Untersuchungen, stellen Arzneimittel her, steuern Heizungs- und Lüftungsanlagen, überwachen Fertigungsprozesse und vieles mehr.

Dabei ist die Mikrosystemtechnik eine vergleichsweise junge Wissenschaft. Sie entwickelte sich aus der Mikroelektronik heraus. In der Mikroelektronik wurden nach der Entwicklung der ersten Transistoren enorme Fortschritte erzielt, die über die ersten integrierten Schaltkreise und Logikbausteine zu den heutigen Prozessoren, Speichern und Steuerlogiken moderner Computer führten. Dabei ermöglichen heute Strukturen bereits im Submikrometerbereich eine Höchstintegration von Millionen Transistoren auf Siliziumscheiben, den sogenannten Wafern.

Die Mikrosystemtechnik unterscheidet sich von der Mikrotechnik durch die Betonung auf dem Wort *System*, denn allen Mikrosystemen ist gemeinsam, dass verschiedene Funktionen, Materialien, Komponenten und Technologien in einem integrierten System miteinander verknüpft werden. Hierbei kommen meistens auch Komponenten aus der Mikroelektronik zum Einsatz. Die Basistechnologien, die in vielen Anwendungen der Mikrosystemtechnik eine Rolle spielen, sind Mechanik, Optik und Fluidik. Aber nur die intelligente Integration in kompakte Systeme ermöglicht völlig neue Funktionen.

In der Mikromechanik konnten einige sehr interessante Systeme entwickelt werden. So ist der oben erläuterte Beschleunigungssensor eine Entwicklung der Mikromechanik. Aber auch Drucksensoren, Strömungs- und Gassensoren, Mikrospiegelarrays und Mikrorelais sowie Verfahrenstechniken wie isotropes und anisotropes Ätzen und anodisches Bonden sind Beispiele für Errungenschaften der Mikromechanik.

Die Mikrooptik konnte ebenfalls eine Vielzahl makroskopischer Systeme auf den Mikrometerbereich reduzieren. So gibt es Mikrolaser, Faserlaser und LEDs als aktive Systeme. Linsenarrays und Filterarrays übernehmen passive mikrooptische Aufgaben. Es wurden weiterhin wichtige Entwicklungen in der Aufbau- und Verbindungstechnik wie zum Beispiel Hilfsmittel zur Ein- und Auskoppung von Signalen geschaffen.

Die Mikrofluidik macht sich Effekte wie etwa Kapillarität, Oberflächenspannung, die Geschwindigkeit von Diffusionsprozessen oder die Strömungslehre in kleinsten Kanälen zunutze, die in der

makroskopischen Welt häufig eine untergeordnete Rolle spielen. Vorteile der Verwendung von geringen Flüssigkeits- oder Gasmengen liegen zum Beispiel in der Pharmaindustrie in den geringeren Kosten bei der Verwendung kleinster Mengen der häufig sehr teuren Reagenzien. Auch die Sicherheit spielt eine große Rolle. Reaktionsrisiken können durch kleine Mengen reduziert werden. Beispiele für Entwicklungen aus der Mikrofluidik hierfür sind Mikro- und Nanoliter Titerplatten, Mikroanalysensysteme, sowie Mikromischer und Mikroreaktoren. Weiterhin kann die Mikrofluidik Mikrodurchflusssensoren, Mikropumpen und Mikrodosiersysteme zur Verfügung stellen.

In zunehmendem Maße nehmen Kunststoffe gegenüber dem Silizium eine wichtige Rolle in der Mikrosystemtechnik ein. Kunststoffe sind unvergleichlich vielfältig. Sie sind durch verschiedenste Mechanismen formbar. In der Mikrosystemtechnik wird hierfür zum Beispiel auf das LIGA Verfahren zurückgegriffen, das die Schritte **Lithografie**, **Galvanik** und **Abformung** zusammenfasst, siehe dazu [Bec86] und [Ehr90].

Seit Anfang der 1990er Jahre wird am Institut für Mikrostrukturtechnik, IMT, des Forschungszentrums Karlsruhe ein Verfahren zur Herstellung von membranbasierten mikrofluidischen Komponenten auf der Basis von Kunststoffen entwickelt. Es kombiniert die Verfahrensschritte Abformung, Oberflächenmikromechanik und Membranübertragung und wurde als AMANDA-Verfahren bezeichnet, siehe [Sch98]. Durch Heißprägen werden bei diesem Verfahren Kunststoffgehäuse erzeugt, die fluidische Strukturen wie Kanäle, Kavitäten oder Ventilsitze beinhalten. Die lithografische Strukturierung von Resists liefert eine Membran, die in allen auf diese Weise hergestellten Bauteilen das Herzstück ausmacht, und dieses Verfahren in den Bereich der Mikrosystemtechnik einordnet. Die kleinsten Abmessungen auf der Membran liegen typischerweise im Bereich weniger Mikrometer. Durch geeignete Verbindungsverfahren wie Kleben oder Schweißen wird diese Membran auf die Kunststoffgehäuse übertragen. Es konnten in den letzten Jahren am IMT eine Vielzahl einzelner Bauteile realisiert werden. Beispiele sind eine thermopneumatische Pumpe, ein Mikroentgaser, ein Drucksensor, ein Durchflusssensor und ein piezoelektrisches Ventil, mit dem ein mikrohydraulisches Weg- und Kraftübertragungssystem realisiert werden konnte.

Dieses piezoelektrische Ventil zeigte hervorragende Eigenschaften bezüglich der Schaltzeit, des Leckflusses und des Druckbereichs. Allerdings konnte eine starke Abhängigkeit gegenüber einer Temperaturveränderung beobachtet werden. Bereits eine Erwärmung um wenige Grad Celsius führte dazu, dass das Ventil nicht mehr funktionierte. Außerdem konnte eine bleibende Schädigung des Ventils bei einer Erwärmung bis etwa 60°C beobachtet werden. Dies verhinderte den Einsatz des Ventils in so gut wie allen technischen Anwendungen.

Diese Problematik der Temperaturempfindlichkeit ist ein typisches Problem mikrotechnischer Bauteile. In vielen Anwendungen werden verschiedene Materialien zusammengefügt, bei denen beispielsweise elektrische oder mechanische Eigenschaften abhängig von der Temperatur sind. Diese unterschiedlichen thermischen Eigenschaften beeinflussen die Funktionalität vieler mikrotechnischer Bauteile. Eine wesentliche Herausforderung war aus diesen Gründen, ein temperaturstabiles Ventil zu entwickeln. Dies wird als **Ziel 1: Temperaturkompensation des Ventils** der vorliegenden Arbeit definiert.

Das rasante Entwicklungstempo der Mikroelektronik und der aus ihr entstandenen Mikrosystemtechnik ist durch eine hohe Integration der einzelnen Bauteile erreicht worden. Die Vorteile der Integration in der Mikroelektronik liegen beispielsweise in den verkürzten Leiterbahnen auf einem Chip, was zu geringeren ohmschen Verlusten führt. Außerdem ermöglicht die Anordnung vieler identischer Designs auf einem Wafer eine deutliche Reduzierung der Prozesskosten.

In der Mikrofluidik sind die Vorteile der Integration ähnlich. Kürzere Verbindungskanäle zwischen den fluidischen Bauteilen wie Pumpen, Sensoren oder Ventilen verbessern die Ansprechzeit eines mikrofluidischen Systems wesentlich. Außerdem sind dadurch kleine Totvolumina erreichbar, die beim Schalten von teuren oder sehr gefährlichen Reagenzien wichtig sind.

Die oben angesprochenen Bauteile, die in den letzten Jahren entwickelt werden konnten, sind in der zu Beginn dieser Einleitung gegebenen Definition der Mikrosystemtechnik allerdings keine Systeme, die *empfinden*, *entscheiden* und *reagieren* können. Es sind vielmehr Einzelkomponenten. Die Integration verschiedener Komponenten sollte auch für das AMANDA-Verfahren durchgeführt werden, um ein erstes mit diesem Verfahren realisiertes echtes Mikrosystem zu erhalten. Die

Kombination eines Ventils mit einem Durchflusssensor zu einem Mikrodosiersystem zusammen mit einer elektronischen Regelung erschien als sinnvolles Konzept, um dies zu demonstrieren.

Die zweite Aufgabe der vorliegenden Arbeit kann als **Ziel 2: Integration eines Flusssensors und eines Ventils zu einem Mikrodosiersystem** formuliert werden.

Eine weitere wichtige Anforderung an mikrofluidische Komponenten, die in dieser Einleitung bisher noch nicht angesprochen wurde, ist ein chemisch unbedenkliches Verhalten gegenüber den Flüssigkeiten oder Gasen, die mit dem Bauteil in Kontakt kommen. Das Material des Bauteils sollte unempfindlich gegenüber den meisten Säuren und Laugen, sowie Lösungsmitteln, korrosiven Flüssigkeiten und Ähnlichem sein. Außerdem sollten keine Bestandteile des Bauteils zum Beispiel in biotechnischen Anwendungen ausgespült werden können, wie dies etwa bei Epoxydharzen der Fall ist.

Dieser Wunsch führte zu dem dritten Ziel dieser Arbeit. Es sollte das Verbindungsverfahren, das für AMANDA-Bauteile angewendet wird, derart verändert werden, dass der Kontakt des Fluids mit einem Epoxydharz ausgeschlossen werden kann, kurz gesagt: **Ziel 3: Entwicklung eines chemisch inerten Verbindungsverfahrens**

In der vorliegenden schriftlichen Ausarbeitung sollen die Arbeiten zu diesen drei Herausforderungen beschrieben werden. Ausgehend von den technologischen Voraussetzungen wurde ein Fertigungskonzept und ein Layout erstellt. Nach der Fertigung von Demonstratoren wurden Messungen zur Untersuchung des Konzeptes durchgeführt.

In Kapitel 2 werden die Voraussetzungen für die Entwicklung eines Dosiersystems dargestellt. Es wird zunächst ein Überblick über die Phänomene der Mikrofluidik gegeben. Anschließend werden bisher realisierte Ventilkonzepte sowie Durchflusssensoren der Mikrosystemtechnik beschrieben. Es folgt eine Darstellung von bereits entwickelten mikrotechnischen Dosierverfahren. Schließlich werden die Anforderungen an das neu zu entwickelnde Dosiersystem aufgelistet.

In Kapitel 3 wird ein Konzept für die Entwicklung eines Dosiersystems entworfen. Es werden Untersuchungen und Vorversuche zu einem der Hauptthemen dieser Arbeit, der Verringerung der Temperaturempfindlichkeit eines Ventils, beschrieben. Hinzu kommt eine Untersuchung an einem modularen Aufbau bestehend aus einem Durchflusssensor und einem Ventil. Des Weiteren wird in diesem Kapitel der Herstellungsprozess dargestellt. Zum Abschluss werden die Materialien und ein Fertigungskonzept festgelegt.

Kapitel 4 befasst sich dann mit dem Layout und Design der Bauteile. Hierzu wird eine analytische Untersuchung des Temperaturverhaltens des piezoelektrischen Aktors sowie des gesamten Dosiersystems gegeben. Anschließend folgt das Layout der Werkzeuge für die Abformung sowie der Chrommasken für die optische Lithografie.

In Kapitel 5 wird detailliert die Fertigung des Dosiersystems beschrieben. Ausgehend von einer strukturierten Membran, Kunststoffgehäusen und piezoelektrischen Aktoren wird die Montage der Dosiersysteme dargestellt. Sie besteht aus zwei Verlebeschritten, Vereinzelung der Systeme, fluidischer und elektrischer Kontaktierung sowie schließlich der Befüllung mit Hydraulikmedium.

Kapitel 6 stellt die Messungen an den Dosiersystemen vor. Zunächst wurden Untersuchungen zur Temperaturstabilität der Systeme gemacht. Weiterhin wurden Messungen zum Regelverhalten der Dosiersysteme gemacht. Hierzu werden in diesem Kapitel die Elektronik für die Durchflussmessung und das angewendete Regelprinzip beschrieben. Der Versuchsaufbau und die Ergebnisse schließen das Kapitel ab.

Im letzten Kapitel 7 werden die Inhalte dieser Arbeit zusammengefasst. Es folgt ein Ausblick auf Arbeiten, die an dem System oder an Komponenten in einer zweiten Entwicklungsphase durchgeführt werden sollten.

Kapitel 2 Voraussetzungen

Nach einer kurzen Einführung in die Mikrofluidik mit ihren speziellen Phänomenen wird in diesem Kapitel eine Zusammenstellung bereits realisierter Dosierverfahren der Mikrotechnik gegeben. Hierzu werden in einem kurzen Überblick mikrotechnisch realisierte Ventile und Durchflusssensoren dargestellt. Wesentliche Bestandteile des Mikrodosiersystems sind ein Durchflusssensor, der das thermisch anemometrische Prinzip nutzt, und ein normal geschlossenes 2/2-Wegeventil mit einem piezoelektrischen Aktor. Aus diesem Grund wird in dem folgenden Unterkapitel eine kurze Einführung in die Theorie der Wärmeanemometrie und der Piezoelektrizität gegeben. Anschließend wird ein Verfahren zur Herstellung membranbasierter Mikrosysteme aus Kunststoff erläutert. Hierfür werden beispielhaft zwei Entwicklungen des IMT vorgestellt, das bereits erwähnte piezoelektrische Ventil und der Durchflusssensor, die als Grundbausteine für den Entwurf eines ersten echten Mikrosystems, wie es in der Einleitung dieser Arbeit definiert wurde, herangezogen werden, das mit den am IMT angewendeten Prozessen hergestellt wird. Abschließend werden angelehnt an ein Lastenheft die Anforderungen an ein Mikrodosiersystem festgelegt.

2.1 Mikrofluidik

Unter Fluidik wird üblicherweise die Handhabung von Flüssigkeiten und Gasen verstanden, also das Schalten von Strömen beispielsweise mit Ventilen und Reglern sowie Pumpen. Weiterhin hat die sensorische Beobachtung von Flüssigkeiten einen hohen Stellenwert. Stichworte sind die Messung von Durchfluss, Konzentration, Druck, etc. Die Mikrofluidik stellt sich der Herausforderung, diese klassischen makroskopischen Probleme für sehr kleine Flüssigkeitsmengen im Bereich Mikroliter, Nanoliter oder Pikoliter zu lösen. Zudem wird bei einem Mikrosystem für die Fluidik eine kleine Baugröße und ein geringer Energieverbrauch vorausgesetzt. Weiterhin steht der Begriff *Mikro* für das Ausnutzen spezieller Effekte der Mikrowelt. Spezielle Phänomene, die in der Mikrofluidik eine besondere Rolle spielen, sollen deshalb im folgenden dargestellt werden.

2.1.1 Phänomene

Oberflächenspannung

Ein wichtiger Effekt ist die Oberflächenspannung von Flüssigkeiten. Der in Abb.1 gezeigte Wasserläufer etwa nutzt diesen Effekt, um nicht unterzugehen.

Zitat aus [Ger02]:

"Tropfen, Blasen, Schäume, überhaupt das Verhalten von Flüssigkeiten in kleinen Bereichen werden beherrscht durch nahewirkende Anziehungskräfte zwischen den Molekülen.

Wenn ein Tropfen auf fettiger Unterlage Kugelform annimmt, wenn Wasser im Schwamm von selbst hochsteigt, wenn Wasserläufer (kleine Insekten) über den See huschen können, ohne einzusinken, wenn Enten im eiskalten Wasser nicht frieren, dann zeigt dies alles, dass eine Flüssigkeit eine Art Haut hat, deren Spannung in sehr kleinem Maßstab der Schwerkraft entgegenarbeiten kann. Jede gespannte Haut hat minimale Energie, wenn ihre Fläche minimal ist.



Abb.1 Ein Wasserläufer nutzt die Oberflächenspannung von Flüssigkeiten

Die Oberflächenenergie ist proportional zur Oberfläche, $E_{ob} = \sigma A$, σ heißt spezifische Oberflächenenergie oder Oberflächenspannung. ... Oberflächenenergie ist ein Teil der Anziehungsenergie zwischen den Flüssigkeitsmolekülen. Ein Molekül tief in der Flüssigkeit wird von seinen Nachbarn allseitig angezogen, die Gesamtkraft ist Null. Solche Kräfte haben knapp 10^{-9} m Reichweite. Sitzt das Molekül sehr nahe der Oberfläche, dann werden die Kräfte einseitig, es bleibt eine Resultierende zur Flüssigkeit hin."

Kapillarität

Ein weiterer wichtiger Effekt, der sich beispielsweise in der Biologie oder der Geologie zeigt, aber auch in der Mikrosystemtechnik Anwendungen findet, jedoch auch häufig Probleme bereitet, ist die Kapillarität.

Benetzende Flüssigkeiten steigen in einem engen Rohr mit Radius r nach oben, wie es in der nebenstehenden Abb.2 zu sehen ist. Die Steighöhe h ist abhängig von der Oberflächenspannung σ , der Dichte ρ und der Gravitationskonstante g :

$$(1) \quad h = \frac{2\sigma}{r\rho g}$$

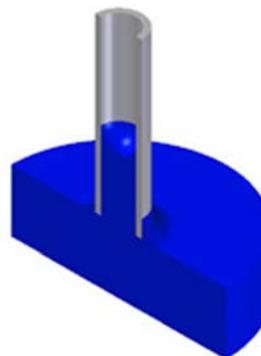


Abb.2 Wasser steigt kapillar in einem dünnen Rohr hoch

Laminare Strömungen

Möchte man für ein mikrotechnisches Problem die mathematischen Bewegungsgleichungen von Flüssigkeiten lösen, kann man vereinfachend das ebenfalls wichtige Phänomen der Mikrotechnik verwenden, dass Turbulenzen in engen Kanälen erst ab einer vergleichsweise hohen Geschwindigkeit des Fluids auftreten, typischerweise ab 10m/s. Daraus resultiert ein typisches Problem der Mikrofluidik. Das Mischen von Reagenzien in sehr engen Kanälen, wie dies zum Beispiel in Mikroreaktoren oder Mikroanalysensystemen benutzt wird, bereitet Schwierigkeiten, denn bei laminaren Strömungen in engen Kanälen gleiten die verschiedenen Medien aneinander vorbei anstatt sich zu vermischen. Mischprozesse sind deshalb sehr verlangsamt und beruhen hauptsächlich auf dem nächsten Phänomen.

Diffusion

Zitat aus [Ger02]:

"...Diffusion findet immer dann statt, wenn die Konzentration eines gelösten Stoffes, der Druck eines Gases oder der Partialdruck eines Bestandteils eines Gasgemisches, allgemein also wenn die Teilchenzahldichte n von Ort zu Ort verschieden ist. Beendet wird der Vorgang erst durch völligen Ausgleich aller Teilchenzahldichten, falls keine Teilchenquellen oder -senken vorhanden sind (chemische Reaktionen, Kernreaktionen), die auch ein stationäres Konzentrationsgefälle aufrechterhalten können."

Die Massenstromdichte j_M wird durch das Ficksche Gesetz beschrieben:

$$(2) \quad j_M = -D \frac{d\rho}{dx},$$

wobei D eine materialabhängige Diffusionskonstante und x die Länge, über die der Diffusionsprozess stattfindet, ist. Es ist leicht zu sehen, je kleiner die Geometrien sind, desto schneller gleichen sich Konzentrationsunterschiede aus.

2.1.2 Mikroventile

Das Interesse an mikrotechnischen Ventilen ist groß. Kleine und kleinste Ventile bieten für viele Anwendungen der Medizin, Pharmazie, aber auch der Ökologie und in vielen anderen Bereichen des täglichen Lebens Einsatzmöglichkeiten, denn sie vereinen mehrere Vorteile in sich. Ein kleines Totvolumen garantiert eine kurze Ansprechzeit sowie eine wirtschaftliche Ausnutzung von seltenen, teuren oder gefährlichen Reagenzien in der Pharmazie oder der Chemie. Die Ventile haben eine geringe Leistungsaufnahme, was bei implantierbaren medizinischen Dosieranwendungen von großem Nutzen ist.

Anwender und Entwickler von Ventilen finden in der Mikrotechnik eine Vielzahl von Effekten und Phänomenen vor, dieses für die Fluidik so wichtige Bauteil zu entwerfen. Es finden sich in der Literatur zur Mikrotechnik die verschiedensten Vorschläge zu und Realisierungen von Ventilen, seien es einfache passive, eingebaut in Pumpen oder als Rückschlagventile, wie für ein Siliziumrückschlagventil in [Büt97] beschrieben. Auch Mehrwegeventile, wie 2/2-Wege- oder 3/2-Wegeventile, sogar ganze Arrays sind zu finden.

Eine Einteilung bezüglich der physikalischen Hintergründe des Aktorprinzips liegt nahe, denn der Aktor ist das technische Herz eines Ventils. So verwenden viele Ventile den in Abschnitt 2.2.2 beschriebenen **piezoelektrischen Effekt**, siehe [Esa89], [Sho91], [Wat97], [Rob00], [Klu01], [Rog01], [Bar03], [Sha04] und [Yang]. Dieser direkte Aktorantrieb nutzt die Deformation eines piezoelektrisch aktiven Materials, zum Beispiel einer Keramik oder eines speziellen Polymers, beim Anlegen einer elektrischen Spannung. Piezoelektrische Ventile zeichnen sich durch geringe Leistungsaufnahme und kurze Ansprechzeiten aus. Indirekt arbeiten **pneumatische** Ventile, die durch makroskopische Stellventile betrieben werden. Solche Ventile werden beispielsweise in [Hos], [Hos00] und [Gün00] beschrieben. Ein **thermopneumatischer** Aktor kommt in anderen Ventilen zum Einsatz. Das Volumen eines Aktorfluids oder eines Festkörpers wird thermisch variiert. Viele Ventile mit diesem Aktorprinzip lassen sich in der Literatur finden, siehe [Yan], [Fah94], [Zde94], [Fah95], [Fre96], [Hen97], [Sch97], [Hae00] oder [Sel]. Sie alle haben aber den einen entscheidenden Nachteil der großen Ansprechzeit begründet durch die Wärmetransportdauer im Aktormaterial. Ein **elektromagnetischer Aktor** treibt die in [Bos02], [Fu03], [Wag90] beziehungsweise [Wag91] beschriebenen Ventile an. Aber es gibt auch exotischere Effekte als den Elektromagnetismus, die man mikrotechnisch verwenden kann. So wird in [Pap] ein **elektrolytisch** angetriebenes Ventil beschrieben. Ein **elektrorheologisches Ventil** findet sich in [Yos02]. Durch eine bestimmte Behandlung lassen sich **hydrophile** und **hydrophobe** Partien auf einem Material bestimmen. Dies wird in [And01] genutzt. Ein Ventil, welches das zu schaltende Fluid gefriert und so den Fluidkanal verschließt, wird in [Gui04] beschrieben. **Magnetisch induktiv** funktioniert ein weiteres Ventil, siehe [Kai00]. Der physikalische Effekt der **Elektrostatik** ist für die Mikrotechnik sehr gut nutzbar, denn elektrostatische Kräfte gehören zu den kurzreichweitigen Kräften. In [Sch01] und [Gol97] werden Ventilkonzepte vorgestellt, die einen elektrostatischen Aktor haben. Der **Formgedächtniseffekt** beschreibt die Eigenschaft bestimmter Materialien, eine *Erinnerung* an ihre Gestalt, wie sie vor einer thermischen oder mechanischen Behandlung war, zu haben, und diese Gestalt auch wieder annehmen zu können. Dieser Effekt wird mikrotechnisch in Ventilen beispielsweise in [Koh02], [Skr98], [Göb99], [Iku90] und [Hah] umgesetzt.

In dem in dieser Arbeit verwendeten Ventil wird ein piezoelektrischer Aktor eingesetzt. Dieser Aktor besteht aus zwei kreisförmigen Scheiben, einer piezoelektrisch aktiven Keramik- und einer Metallscheibe. Durch eine Verklebung der beiden Scheiben wird erreicht, dass bei Anlegen einer elektrischen Spannung die piezoelektrische Deformation der Keramik zu einer Deformation des Aktors führt, die einem Kugelschalenabschnitt gleicht.

2.1.3 Durchflussmessung in der Mikrotechnik

In diesem Kapitel soll ein Überblick über Verfahren zur Durchflussmessung gegeben werden. Man stelle sich eine Flüssigkeit vor, die durch eine Fläche A mit der Geschwindigkeit v fließt. Über der Fläche A soll v zunächst überall gleich sein. In der Zeit dt fließt ein Flüssigkeitsvolumen $Avdt$ mit der Masse $\rho Avdt$ durch die Fläche A . Der Buchstabe ρ steht für die Dichte des Fluids. Der Fluss durch die Fläche wird als $\Phi = \rho v A$ definiert. Ändert sich v über der Fläche A , steht aber weiterhin überall senkrecht auf ihr, muss man über die Fläche A integrieren, [Ger02]:

$$(3) \quad \Phi = \int_A \rho v dA$$

Man unterscheidet zwischen Massen- und Volumendurchfluss.

Die Dichte ρ , Masse m und Volumen V sind durch die fundamentale Gleichung

$$(4) \quad \rho = \frac{m}{V}$$

miteinander verknüpft.

Gleichung (3) beschreibt den Massendurchfluss durch die Fläche A . Betrachtet man den Volumendurchfluss, er sei mit Φ_V bezeichnet, so hat Gleichung (3) die Form:

$$(5) \quad \Phi_V = \int_A v dA$$

Der Durchfluss eines Gases oder einer Flüssigkeit wird in Standardkubikzentimeter pro Minute, sccm/min, beziehungsweise Milliliter pro Minute, ml/min, angegeben. Die Bezeichnung "Standard"kubikzentimeter bedeutet, dass die Einheit bei einer Temperatur von 0°C und einem Druck von 1013mbar festgelegt ist.

Im folgenden sollen nun einige Methoden zur Messung des Durchflusses kurz erläutert werden.

Beim **Wägeverfahren** bestimmt man die Masse einer Flüssigkeit, die durch ein Rohr fließt, mit Hilfe einer Waage. Dieses Verfahren ist beschränkt auf Flüssigkeiten und lässt keine kontinuierliche Messung zu. Es eignet sich deshalb nicht als ein mikrotechnisches Verfahren.

Man kann den Massenstrom ebenfalls über die **Corioliskraft** bestimmen. Ein Massepunkt, der sich geradlinig bewegt, erfährt von einem rotierenden Bezugssystem aus betrachtet eine scheinbare Beschleunigung. Diese Beschleunigung entspricht einer Scheinkraft, der Corioliskraft. Massenstrommesser, die dieses Phänomen benutzen, wurden in mikromechanischem Maßstab in Siliziumtechnik hergestellt, siehe [Eno96] und [Zha01].

Häufig wird zur Bestimmung des Massenstromes ein **thermischer Massenstrommesser** herangezogen. Hierbei misst man den von einem Fluid mit bekannter Wärmekapazität transportierten Wärmestrom, meist mittels Widerstandsthermometern zwischen Ein- und Auslauf eines Rohres, in dem sich ein Heizgitter befindet.

Volumenstrommesser werden in **volumetrische Zähler** und in **Strömungszähler** unterteilt. Volumetrische Zähler sind solche, bei denen das Messgut kontinuierlich in fest definierte Messraum-inhalte aufgeteilt wird. In Strömungszählern erfolgt die Bestimmung des mittleren durch einen bekannten Querschnitt geflossenen Volumens aus der mittleren Geschwindigkeit des Fluids. Ein Beispiel für ein Verfahren, mit dem man die lokale Geschwindigkeit eines Fluids messen kann, ist die **Laserdoppleranemometrie**. Grundlage des Verfahrens ist der optische Dopplereffekt, der das Vorhandensein von Streuteilchen im Fluid voraussetzt. Diese bewegen sich in Hauptströmungsrichtung und erzeugen eine Frequenzverschiebung des Laserstrahls in Abhängigkeit von ihrer Geschwindigkeit. Es ist für optisch transparente Flüssigkeiten und Gase geeignet. Die Detektierung kleinster Volumenströme ist theoretisch möglich.

Das **Wirkdruckverfahren** ist eines der am meisten verwendeten Durchflussmessverfahren in der industriellen makroskopischen Durchflussmesstechnik. Man misst hier die Druckabsenkung, den sogenannten Wirkdruck, zwischen einem normalen Rohrquerschnitt und dem verengten Querschnitt. Eine Miniaturisierung ist möglich und wurde in [Oos97] und [Ber98] gezeigt. Dabei erfolgte die

Bestimmung der Mediumsgeschwindigkeit einerseits nach dem Gesetz von Hagen-Poiseuille, das heißt infolge von Druckverlusten aufgrund von Reibung, andererseits mit einem Prandtl'schen Staurohr. Mit dem AMANDA-Verfahren wurde bereits in einer früheren Arbeit ein Durchflusssensor nach dem Gesetz von Hagen-Poiseuille realisiert, [Mar98]. Fließt eine Flüssigkeit durch ein gekrümmtes Rohr, entsteht infolge der Zentrifugalkraft ein Druckgefälle senkrecht zur Strömungsrichtung. Der Differenzdruck ist wiederum ein Maß für den Volumenstrom.

Zur Messung von Gas- und Flüssigkeitsströmen in Rohrleitungen werden **Flügelräder** eingesetzt, deren Messflügel den Messquerschnitt weitgehend ausfüllen. Die Messgröße zur Volumenstrombestimmung ist die Drehzahl des Flügelrades. Mit dem LIGA-Verfahren, das die Schritte **Lithografie**, **Galvanik** und **Abformung** vereint, wurde am Forschungszentrum Karlsruhe die in Abb.3 gezeigte Mikroturbine hergestellt, die als Turbinenradzähler für große Durchflüsse eingesetzt werden kann, [Wal96]. Dieses Verfahren ist für Flüssigkeiten und Gase nur bedingt für Volumenströme kleiner als $50\mu\text{l}/\text{min}$ geeignet. Ein Teil des Fluids strömt aufgrund der Spalte zwischen Turbinenrad und Kanal nicht messbar durch die Turbine hindurch. Dies ist aufgrund der Reibung in dem Gleitlager der Turbine bei kleinen Strömen besonders stark.

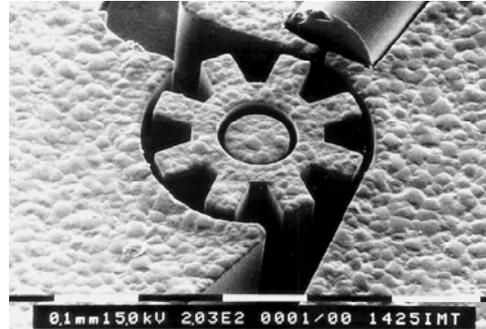


Abb.3 *LIGA Mikroturbine zur Durchflussmessung*

Nach dem Faradayschen Induktionsgesetz entsteht in einer Flüssigkeit, die Ladungsträger mit sich führt und durch ein Magnetfeld fließt, eine elektrische Feldstärke senkrecht zur Strömungsrichtung und zum Magnetfeld. Die von Faraday 1832 vorgeschlagene **magnetisch induktive Durchflussmessung** basiert auf dieser Tatsache. Fließt das zu messende Medium durch ein isoliert ausgekleidetes Rohr, in dessen Wand senkrecht zu Magnetfeld und Fließrichtung zwei Elektroden symmetrisch gegenüber angeordnet sind, entsteht zwischen diesen eine elektrische Potentialdifferenz, welche der über den Rohrquerschnitt gemittelten Strömungsgeschwindigkeit proportional ist. Allerdings ist dieses Verfahren nur für Flüssigkeiten mit einer Mindestleitfähigkeit von mehr als $0,05\mu\text{S}$ geeignet. Und die Messspannung ist denkbar klein. Ein Volumenstrom von $0,1\mu\text{l}/\text{min}$ induziert bei bestmöglichen Bedingungen eine Messspannung von gerade einmal 10^{-8}V . Eine Miniaturisierung wurde in [Str98] vorgestellt.

Füllt man eine Flüssigkeit oder ein Gas mit markierten Teilchen, die sich in Hauptströmungsrichtung des Fluids bewegen, so kann über die Messung der Laufzeit die Strömungsgeschwindigkeit des Fluids bestimmt werden. Voraussetzung für dieses sogenannte **Laufzeitverfahren** ist, dass sich die Teilchen genau mit der Geschwindigkeit des Fluids bewegen. Hierfür werden Feststoffteilchen oder Gasbläschen aber auch Ultraschall- und Temperaturimpulse verwendet. Eine Miniaturisierungsmöglichkeit ist in [Yan92] dargestellt. Es wurden zwei Siliziumsäulen in ein Fluid eingetaucht. Der von einer Säule ausgehende Temperaturimpuls wird je nach Strömungsgeschwindigkeit von der zweiten Säule in Abhängigkeit der Zeit detektiert.

Ein Draht, der sich in einem Luftstrom befindet, gerät in Schwingungen. Es wurde beobachtet, dass die Schwingungsfrequenz zu der Strömungsgeschwindigkeit proportional ist. Dies ist begründet durch die periodische Entstehung von Wirbeln auf der strömungsabgewandten Seite des Drahtes. Man verwendet diese Tatsache bei sogenannten **Wirbelzählern**. Hier ist die Strömungsgeschwindigkeit der Wirbelnfolgefrequenz hinter einem im Strömungskanal befindlichen Staukörpers proportional.

Die wohl bekannteste Durchflussmessung mittels der Kraft auf angeströmte Körper ist das **Schwebekörperprinzip**. Es ist besonders für die Messung von optisch transparenten Flüssigkeiten und Gasen geeignet, da diese Medien eine einfache optische Lagedetektierung des meist konischen Schwebekörpers ermöglichen. Ein möglicher Ansatz für die Durchflussmessung mittels der Kraft auf angeströmte Körper ist die Verwendung von **Lochblenden**, die sich aufgrund einer vorhandenen Strömung biegen. Diese Durchbiegung kann zum Beispiel mittels Dehnungsmessstreifen erfasst werden und ist ein Maß für den Durchfluss.

Bei der **Wärmeanemometrie** werden Heizdrähte oder Heizfilme mit dem Fluid in Kontakt gebracht. Das Messprinzip beruht auf der Detektion von Änderungen im Wärmeübergang eines elektrisch erwärmten Körpers an das ihn umströmende Fluid. Sind Temperatur, Zusammensetzung und Druck des Fluids konstant, ist die einzige Variable, die den Wärmeübergang beeinflusst, die Strömungsgeschwindigkeit. Einige thermisch anemometrische Durchflusssensoren wurden bereits mikromechanisch hergestellt, zum Beispiel [Put74], [Mul95].

Zum Prinzip der Wärmeanemometrie sei auf den späteren Abschnitt 2.2.1 verwiesen, in dem die theoretischen Hintergründe dieses Messverfahrens erläutert werden. In dem in dieser Arbeit beschriebenen Mikrodosiersystem wird ein Durchflusssensor verwendet, der nach diesem Prinzip funktioniert, siehe [Dit02].

2.1.4 Mikrotechnische Dosierverfahren

Unter dem Begriff *Dosierung* werden in der Mikrotechnik mehrere verwandte Begriffe zusammengefasst. Man versteht darunter zum Beispiel das Erzeugen von Tropfen mit einem Volumen weniger Nanoliter, wie dies schon früh mit Hilfe von Siliziumätztechniken, siehe [Pet76] und [Bas77], durch die Herstellung feinsten Düsen geschafft wurde. Diese Errungenschaft ist die Grundlage moderner Tintenstrahldrucker. Ein weiterer Begriff, der unter den Oberbegriff *Dosierung* fällt, ist das Regeln von Flüssen. Hier ist ein konstanter Strom der Reagenzien oder des Medikaments gewünscht. Viele Arbeiten aus dem Bereich der Dosierung befassen sich mit diesem Thema. Sie unterscheiden sich durch drei Grundsätze.

Erstens kann man im einfachsten Fall einen Wirkstoff, etwa ein Kontrazeptivum, durch **Diffusion** aus einem unter die Haut gepflanzten Trägerstäbchen dosieren. Zweitens werden vergleichbar einfache Ansätze verfolgt, wie in [Too96], [Hei02] und [Kol02] zu finden. Der Durchfluss eines unter Druck stehenden Fluids wird über die Länge eines Kanals geregelt, beziehungsweise mit Hilfe eines makroskopischen Stempels durch ein Reihe von Düsen gedrückt. Diese Konzepte haben alle eine von außen getriebene oder **passive Aktorik**. Eigene mikrotechnische Aktorik oder Sensorik fehlen.

Der dritte Lösungsweg zur Dosierung kleiner Flüssigkeitsmengen ist die **Kombination aktiver Bauteile**, wie Pumpen oder Ventile, Durchfluss-, oder Drucksensoren und eines elektronischen Regelkreises. Die meisten Beispiele hierzu lassen sich in der Siliziumtechnik finden. Einige sollen hier kurz erläutert werden, denn sie geben einen interessanten Einblick in die Vielfalt mikrotechnischer Phänomene und Anwendungen. So wird in [Lam93] eine Pumpe mit thermopneumatischem Aktor zusammen mit einem Flussensor beschrieben, der nach dem thermisch anemometrischen Prinzip arbeitet, welche auf einem Siliziumwafer mit KOH geätzt werden. Ein Röhrchen aus einem piezoelektrischen Material dient in [Roß95] als Füllstandssensor, indem die Resonanzfrequenz des Röhrchens in Abhängigkeit des Niveaus der Flüssigkeit im Röhrchen als Messsignal verwendet wird, um ein piezoelektrisches Ventil zu regeln. In [Fra96] wird ein Dosiersystem beschrieben, bei dem aus einem unter Druck stehenden Reservoir ein Fluid durch ein normal geschlossenes, thermisch angetriebenes Bimorphventil strömt. Der Fluss wird durch einen kalorimetrischen Flussensor detektiert. Eine weitere Kombination einer Pumpe und eines Ventils ist in [Ste96] zu finden. Eine Besonderheit hierbei ist, dass das System keine Vorzugsrichtung hat. Ein implantierbares Medikamentendosiersystem auf Basis von Formgedächtnisaktoren wird in [Rey96] vorgestellt. Weitere Beispiele für Dosiersysteme sind in [Oho97], [Fit98], [Hir01], [Cab01], [Cou01], [Lo01] und [Mai01] zu finden. In [Liu03] wird ein ebenfalls am IMT entwickeltes Dosiersystem beschrieben, das auch auf der Basis eines Aktors aus einer Formgedächtnislegierung und einem Flussensor besteht. Und in [Wai03] wird mit einem "electronic fountain pen" ein weit fortgeschrittenes integriertes System mit Reservoir, Ventil, Durchflusssensor und Elektronik dargestellt. Zusätzlich zu Dosieranwendungen, die mittels Sensoren den Durchfluss überwachen, und mit Hilfe einer Elektronik einen Aktor, wie etwa ein Ventil regeln, lassen sich Flüsse auch durch einfaches **Pumpen** stellen. Durch die elektrolytische Erzeugung von Blasen in einer Flüssigkeit wird in [Böh99] und [Böh00] eine elektrochemische Pumpe angetrieben. Eine Pumpe, bestehend aus zwei mit LIGA gefertigten Zahnrädern, ist in der Lage, eine viskose Flüssigkeit, im beschriebenen Fall ein Öl, zu fördern, siehe [Döp99].

2.2 Sensorik und Aktorik

2.2.1 Wärmeanemometrie

Die Wärmeanemometrie, siehe Abb.4, macht sich zwei grundlegende physikalische Prinzipien zunutze. Erstens erwärmt sich ein stromdurchflossener Leiter. Zweitens ändert eine Flüssigkeit oder ein Gas, im weiteren einfach Fluid genannt, die Temperatur eines Körpers, den es umfließt. Diese Änderung ist bei konstanter Temperatur, Konzentration und Druck des Fluids einzig und allein abhängig von der Strömungsgeschwindigkeit. Der erwärmte Körper gibt durch Konvektion oder Strahlung seine Wärme in die Umgebung ab. Der Strahlungsanteil ist proportional zur vierten Potenz der Temperatur. Er wird in den Betrachtungen zur Wärmeanemometrie vernachlässigt, weil die Temperatur sehr gering gehalten wird.

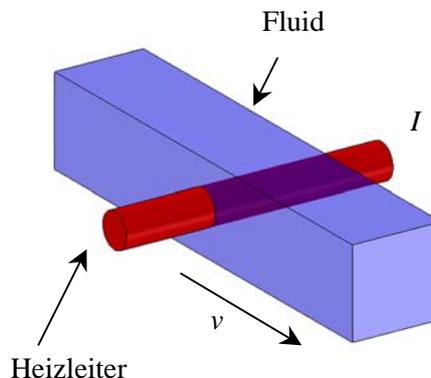


Abb.4 Ein Fluid ändert die Temperatur eines umflossenen Heizleiters

Die ersten systematischen Untersuchungen sind 1914 von L.V. King sowohl theoretisch als auch experimentell durchgeführt worden. Die dabei erhaltene Beziehung für die Änderung der Wärme Q eines senkrecht angeströmten stromdurchflossenen Leiters in Abhängigkeit der Zeit ist deshalb unter der Bezeichnung "Kingsche Formel" bekannt.

$$(6) \quad \dot{Q} = (a + b \sqrt{v}) \Delta T,$$

wobei v für die Fluidgeschwindigkeit und ΔT für die Temperaturdifferenz zwischen Fluid und erhitztem Körper stehen. Die Zahlen a und b sind Materialkonstanten, die abhängig vom Strömungsmedium, also zum Beispiel seiner spezifischen Wärme und Wärmeleitfähigkeit sind. Diese Konstanten werden durch die Aufnahme einer Kennlinie des benutzten Sensors bestimmt.

Erreicht man mittels der Leistung, die zum Heizen des Körpers notwendig ist, eine Balance zwischen Wärmeableitung durch das Fluid und elektrischer Erzeugung von Wärme, so erhält man eine ausgeglichene Wärmebilanz:

$$(7) \quad \dot{Q} = I^2 R,$$

wobei I und R für den Heizstrom beziehungsweise für den Widerstand des Körpers stehen.

Bringt man dies mit der Kingschen Formel in Zusammenhang, so erhält man eine Beziehung zwischen Fluidgeschwindigkeit v und Heizstrom I :

$$(8) \quad I^2 R = (a + b \sqrt{v}) \Delta T$$

Dies ist äquivalent zu dem Ausdruck

$$(9) \quad v = \left(\left(\frac{I^2 R}{\Delta T} - a \right) \cdot b^{-1} \right)^2$$

2.2.2 Piezoelektrizität

Der Aktor des Mikrodosiersystems ist ein kreisförmiger Unimorph, bestehend aus einer Keramikscheibe und einer Metallscheibe, die durch einen Epoxydharzklebstoff miteinander verbunden sind. Der Begriff *Unimorph* bedeutet im Gegensatz zu der Bezeichnung *Bimorph*, dass nur ein Teil des Aktors zu seiner Deformation beiträgt, anstatt zweien. Zum Verständnis dieses Aktorprinzips und seines thermischen Verhaltens erscheint eine kurze Einführung in die Theorie der Piezokeramiken angebracht.

Der Oberbegriff *Piezoelektrizität* steht für zwei miteinander gekoppelte und entgegengesetzte Effekte, die man bei dielektrischen Festkörpern, häufig Keramiken, beobachtet. Sie ist mikroskopisch eine Folge der Kristallstruktur dieser Stoffe, die keine freien Ladungsträger besitzen und somit nicht leitend sind. Die in Folge einer Belastung auftretende Deformation einer Probe der Keramik bewirkt eine Ladungstrennung zu den Oberflächen der Probe hin und somit eine elektrische Spannung, die an den sich gegenüberliegenden Angriffsflächen der Belastung gemessen werden kann. Diesen Effekt nennt man direkten piezoelektrischen Effekt.

Wird eine Probe eines piezoelektrischen Materials mit einem elektrischen Feld belastet, lässt sich eine Verformung der Probe feststellen, was gemeinhin als inverser piezoelektrischer Effekt bezeichnet wird.

Es handelt sich bei dem verwendeten piezoelektrischen Material um eine Blei-Zirkonat-Titanat-Keramik, kurz PZT-Keramik genannt. Eine PZT-Keramik hat eine polykristalline Struktur, deren Elementarzellen oberhalb der sogenannten "Curie-Temperatur", T_C , ihrer Gitterstruktur nach wie ein "Perowskit-Kristall" aufgebaut sind. Diese Kristalle zeichnen sich dadurch aus, dass die Seitenlängen ihrer Elementarzellen gleich lang sind, wie es in Abb.5 zu sehen ist, was in der Kristallographie üblicherweise mit dem Kürzel a-a-a symbolisiert wird.

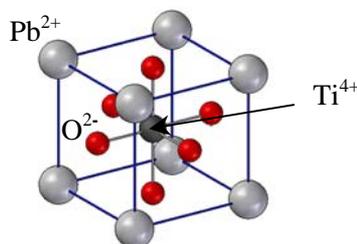


Abb.5 Kubisch raumzentrierte Elementarzelle von PZT aus Blei-, Titan-, oder Zirkon-, und Oxidionen

Solche Elementarzellen werden kubisch raumzentriert genannt. Zweiwertige Blei-Ionen, Pb^{2+} , besetzen die Ecken des Würfels, ein vierwertiges Titan- oder Zirkon-Ionen, Ti^{4+} oder Zr^{4+} , liegt raumzentriert in der Mitte des Würfels, und die Oxidionen, O^{2-} , sind an den Seiten des Würfels flächenzentriert zu finden. In diesem Zustand fallen der positive und der negative Ladungsschwerpunkt in der Mitte der Elementarzelle zusammen. Man spricht von der paraelektrischen Phase, in der kein piezoelektrischer Effekt zu beobachten ist. Ohne die Entstehung von Dipolen in dem Material kann kein piezoelektrischer Effekt entstehen. Unterhalb der Curie-Temperatur jedoch findet in dem Kristall eine Veränderung statt:

Das Titan-Ion verlagert sich in Richtung eines Oxid-Ions. Dies ist in Abb.6 zu sehen. Die Elementarzelle ist jetzt tetragonal, nach der kristallographischen Bezeichnungsweise a-a-c. Positive und negative Ladungsschwerpunkte sind räumlich voneinander getrennt. Es ist ein Dipol entstanden. Nach diesem Vorgang, der "spontane Polarisation" genannt wird, befindet sich die Elementarzelle in der "ferroelektrischen Phase", in der sie piezoelektrische Eigenschaften vorweist. Die spontane

Polarisation der Elementarzellen bewirkt allerdings keine spontane Polarisation der makroskopischen PZT-Keramik.

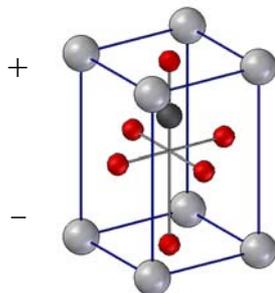


Abb.6 *Tetragonale Elementarzelle unterhalb der Curie-Temperatur: Es hat sich ein Dipol gebildet.*

Im unpolarisierten Zustand, also ohne Einfluss eines äußeren Feldes, sind die Orientierungen der Dipole im Innern des Kristalls stochastisch verteilt, denn die Bewegungsrichtung des Titan-Ions ist zufällig. Dabei gibt es kleinere Bereiche, in denen mehrere Elementarzellen in gleicher Weise ausgerichtet sind. Solche Bereiche heißen, in Analogie zu den Weißschen Bezirken des Magnetismus, Domänen. Diese Domänen entsprechen einem makroskopischen Dipol. Sie sind ihrerseits polar. Im gesamten Kristall ist ihre Polarität jedoch wiederum stochastisch verteilt, so dass der Kristall nach außen hin keine Polarität aufweist.

Lässt sich aber die spontane Polarisation der Elementarzellen durch ein äußeres, hinreichend großes elektrisches Feld beeinflussen, was bei den sogenannten "ferroelektrischen Materialien" möglich ist, kann man eine makroskopische Polarisation der gesamten PZT-Keramik erreichen. Bei Verwendung sehr starker elektrischer Gleichfelder, typischerweise einiger kV pro mm Länge, und Temperaturen knapp unter der Curie-Temperatur, bleibt der polarisierte Zustand nach Abschalten des Feldes erhalten. Die Dipole im Kristall entspannen sich zwar, bleiben aber im wesentlichen ausgerichtet.

Piezoelektrizität stellt nun eine Kopplung zwischen diesen soeben beschriebenen mechanischen und elektrischen Größen dar. Aus diesem Grund wird sie häufig auch als elektromechanisches Koppelphänomen bezeichnet. Der direkte piezoelektrische Effekt tritt auf, wenn auf einen dielektrischen Festkörper, zum Beispiel auf eine PZT-Keramik, eine mechanische Druck- oder Zugbelastung wirkt. Diese Belastung verursacht eine Verschiebung der Ladungsschwerpunkte in den Elementarzellen und somit eine veränderte Lage der Dipole. Dabei lässt sich eine Polarisation messen. Der lineare Zusammenhang zwischen der mechanisch induzierten Druck- oder Zugbelastung S und der auftretenden Polarisation P , beschrieben durch eine sogenannte Piezokonstante d , lautet:

$$(10) \quad P = d \cdot S$$

Der inverse Effekt beschreibt den Zusammenhang zwischen einer elektrisch induzierten Belastung, wie etwa einem elektrischen Feld, und einer geometrischen Deformation der Elementarzelle und somit der gesamten PZT-Keramik. Dabei werden die Dipole der Elementarzellen in Richtung des elektrischen Feldes ausgerichtet und gleichzeitig ihre Ladungsschwerpunkte gegeneinander verschoben. Der lineare Zusammenhang zwischen dem elektrischen Feld U und der Dehnung S wird durch dieselbe Piezokonstante d beschrieben wie im Fall des direkten piezoelektrischen Effektes:

$$(11) \quad S = d \cdot U$$

Die Wirkung eines hinreichend großen elektrischen Wechselfeldes auf eine PZT-Keramik wird nun anhand von dielektrischen Hysteresekurven veranschaulicht. Dabei werden die bereits erwähnten zwei relevanten Größen, die Polarisation P und die Dehnung S , über einem hinreichend großen elektrischen Feld aufgetragen.

Abb.7 zeigt die schematische Darstellung der Polarisierung als Funktion des elektrischen Feldes. Für eine ungepolte und somit makroskopisch unpolarierte PZT-Probe startet die Hysteresekurve im Koordinatenursprung. Zunächst bewegt sich die Hysteresekurve linear mit einer geringen Steigung bis kurz vor die Koerzitivfeldstärke E_C . Nach dem Verlassen des linearen Bereiches und dem Erreichen der Koerzitivfeldstärke nimmt die Polarisation stark zu. Dabei kommt es zum Umklappen der Domänen in Richtung des elektrischen Feldes. Wenn alle Domänen umgeklappt und somit in Richtung des elektrischen Feldes ausgerichtet sind, spricht man von der Sättigungspolarisation P_{sat} .

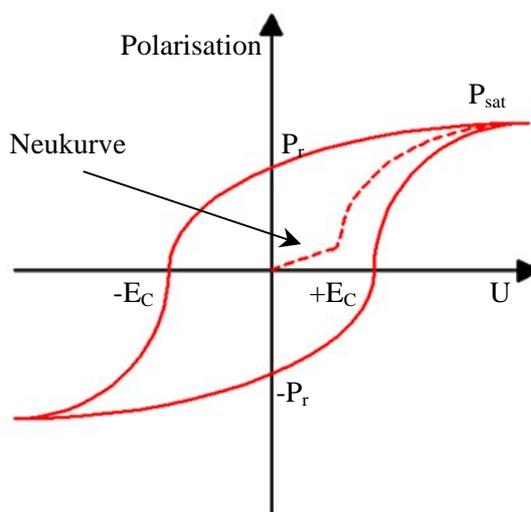


Abb.7 Schematischer Verlauf der Polarisationshysterese für eine PZT-Probe

Der erste Teil der Hysterese wird Neukurve genannt, da sie nur beim ersten Anlegen eines elektrischen Feldes und somit beim Polungsvorgang zu beobachten ist.

Beim Reduzieren des elektrischen Feldes bis auf Null erreicht die Polarisation den sogenannten Remanenzpunkt, P_r . Sie behält einen positiven Wert. Die Reduktion von P_{sat} zu P_r ist nicht nur das Resultat der sich bei einer Entlastung wieder zusammenziehenden Dipole, sondern auch von Umklappprozessen der Domänen auf Grund von mechanischen Spannungen in der PZT-Probe. Wird nun der Remanenzpunkt unterschritten und das elektrische Feld in entgegengesetzte Richtung aufgebracht, dann finden wieder Umklappprozesse von Domänen in Feldrichtung statt. Dabei ist wiederum die negative Koerzitivfeldstärke, $-E_C$, von großer Bedeutung. Sie kennzeichnet den Punkt in der Hysteresekurve, an dem mehr oder weniger keine makroskopische Polarisation mehr auftritt. Eine weitere Belastung mit dem elektrischen Feld führt zum Erreichen eines negativen Sättigungsgebietes. Die folgende Entlastung bis zum negativen Remanenzpunkt, $-P_r$, definiert eine zur positiven remanenten Polarisation analoge negative remanente Polarisation.

Durchfährt man mehrmals die Hysteresekurve mit einem zyklischen Wechselfeld, so stellt man fest, dass die Hystereseschleifen bezüglich des Koordinatenursprungs punktsymmetrisch verlaufen.

Wird eine PZT-Keramik mit einem elektrischen Feld belastet, so ruft das nicht nur eine Polarisation im Material hervor, sondern auch eine Dehnung. Der Verlauf des Betrages der Dehnung, aufgetragen über dem elektrischen Feld, weist wie der Polarisationsverlauf einen hystereseartigen Charakter auf. Auf Grund seiner Ähnlichkeit mit einem Schmetterling wird dieser Verlauf als Schmetterlingshysterese bezeichnet. Abb.8 zeigt einen schematischen Verlauf einer Schmetterlingshysterese für eine anfangs ungepolte PZT-Probe. Die Schmetterlingshysterese einer ungepolten PZT-Keramik zeichnet sich ebenso wie die Polarisationshysterese dadurch aus, dass sie in ihrem Anfang eine Neukurve besitzt, in eine Sättigung führt und einen positiven Remanenzpunkt hat.

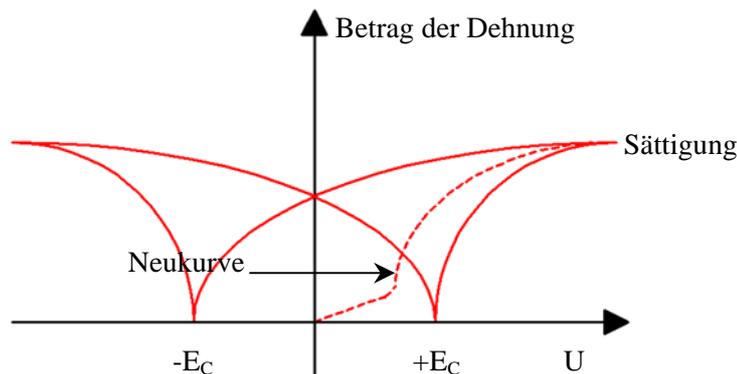


Abb.8 Schmetterlingskurve des Betrages der Dehnung einer piezoelektrischen Keramik

Eine wichtige Kenngröße eines piezoelektrischen Materials ist der piezoelektrische Tensor d . Betrachtet man das piezoelektrische Material in den drei Raumdimensionen, so spricht man von dem Piezo-Modul d_{ij} . Er stellt die unmittelbare Beziehung zwischen einem angelegten elektrischen Feld U und der damit hervorgerufenen Längenänderung $\Delta L/L$ her. Wie bereits in Gleichung (11) beschrieben, ist die Beziehung zwischen anliegender Spannung und mechanischer Dehnung linear. Diese Definition soll nun für alle drei Raumrichtungen wiederholt werden, denn bei den meisten piezoelektrischen Materialien sind die Dehnungen in den Raumrichtungen unterschiedlich. Das Material wird als anisotrop bezeichnet. Es gilt für den Piezo-Modul d_{ij} , das angelegte Feld U und die Längenänderung ΔL der Ausgangslänge L :

$$(12) \quad \Delta L = d_{ij} \cdot U \cdot L$$

Dabei steht der Index i des Piezo-Moduls für die Richtung des elektrischen Feldes und der Index j für die Richtung der Deformation, mit welcher der Kristall reagiert.

In Abb.9 wird verdeutlicht, wie die Ladungskonstanten zu verstehen sind. Es ist schematisch eine runde Keramikscheibe und eine quaderförmige Teilmenge davon zu sehen. Der piezoelektrische Aktor des Ventils enthält eine kreisförmige Keramikscheibe aus dem Material PIC151 der Firma pi-ceramic. Dieses Material hat die Eigenschaft, dass die Konstanten d_{32} und d_{31} gleich sind. Die Keramikscheiben aus PIC151 sind entsprechend der Abb.9 in Richtung der Achse 3 gepolt.

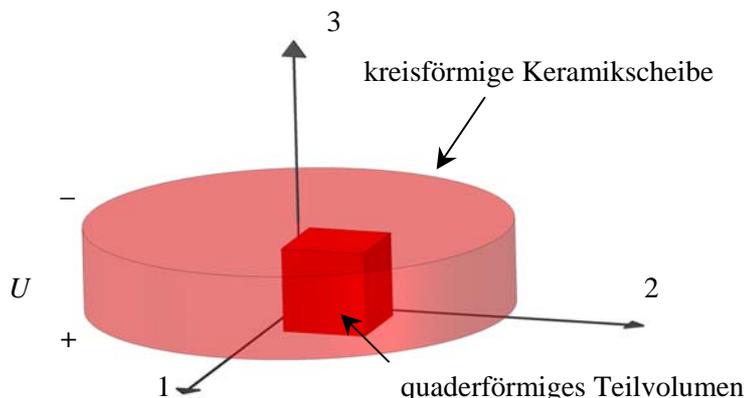


Abb.9 Schematische Veranschaulichung zu der radialen Kontraktion einer kreisförmigen piezoelektrischen Keramik

Die in dieser Anwendung relevanten piezoelektrischen Ladungskonstanten von PIC151 sind nach Angaben des Herstellers gleich:

$$(13) \quad d_{32} = d_{31} = -210 \cdot 10^{-12} \frac{\text{m}}{\text{V}}$$

Beim Anlegen einer Spannung in Richtung der Achse 3 beziehungsweise der Polung verändert sich ein quaderförmiges Teilvolumen entsprechend der piezoelektrischen Konstanten. Es zieht sich in den Richtungen 1 und 2 zusammen, siehe das negative Vorzeichen der Konstanten, und dehnt sich in Richtung 3 aus. Da d_{32} und d_{31} gleich sind, kann man das obige Koordinatensystem in ein zylindrisches Koordinatensystem übertragen, so dass die kreisförmige Keramikscheibe beim Anlegen einer Spannung eine radiale Kontraktion durchführt.

Effekte, die bei einem piezoelektrischen Material bei Temperaturänderungen auftreten, sollen in einem späteren Kapitel erläutert werden. Hier soll stattdessen der Biegeaktor des Ventils genauer beschrieben werden.

Der piezoelektrische Aktor nun besteht aus einer piezoelektrisch aktiven Scheibe des Materials PIC151 und einer Metallscheibe. Die Scheiben haben einen Durchmesser von 10mm. In Abb.10, Abb.11 und Abb.12 ist schematisch gezeigt, wie es zu der kugelschalenförmigen Wölbung des Aktors kommt. Ohne eine feste Verbindung der beiden Scheiben führt das Anlegen einer elektrischen Spannung nur zu einer radialen Kontraktion der piezoelektrischen Schicht. Dies ist in Abb.11 verdeutlicht, wobei der Wert der Kontraktion zur Visualisierung vergrößert wurde. Sind die Scheiben fest miteinander verbunden, so zwingt die piezoelektrisch bedingte Deformation der Keramikscheibe den Aktor zu einer Wölbung.

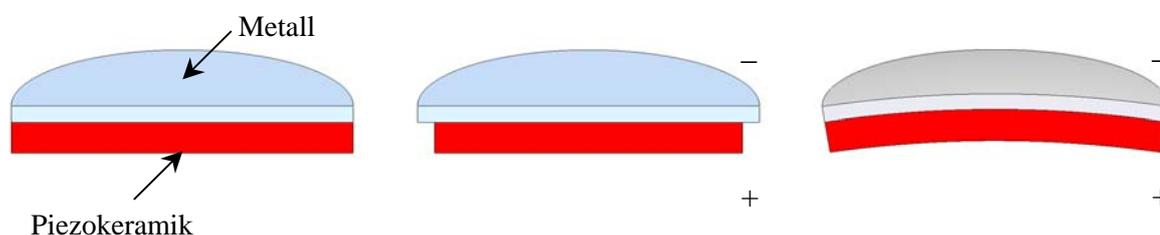


Abb.10 Aktor aus Keramik und Metall ohne elektrisches Feld

Abb.11 Ohne Verklebung der Scheiben: Es entsteht keine Wölbung.

Abb.12 Mit Verklebung der beiden Scheiben bildet sich eine Wölbung aus.

Eine ähnliche Wölbung ist zu beobachten, wenn der Aktor erwärmt wird. Die Keramik und das Metall haben verschiedene thermische Ausdehnungskoeffizienten, wobei der des Metalls deutlich größer ist als derjenige der Keramik. Die Scheiben werden bei einer von dem verwendeten Klebstoff abhängigen Temperatur in einer Presse verklebt. Bei dieser Temperatur ist der Aktor eben, was Abb.10 entspricht. Bei einer Erwärmung des Aktors über die Verklebetemperatur zeigt der Aktor begründet durch die größere thermische Ausdehnung des Metalls eine mit Abb.12 vergleichbare Wölbung.

2.3 Technologie

In diesem Abschnitt soll der Stand der Technik beschrieben werden. Es wird schematisch das AMANDA-Verfahren erläutert. Anschließend wird ein Flusssensor beschrieben, der am Institut für Mikrostrukturtechnik im Forschungszentrum Karlsruhe entwickelt wurde. Es folgt eine Erläuterung einer weiteren Entwicklung des Instituts für Mikrostrukturtechnik, ein piezoelektrisches Ventil. Eine Definition der thermischen Ausdehnung und ein Lastenheft für die Entwicklung eines Mikrodosiersystems schließen diesen Abschnitt ab.

2.3.1 Herstellung von Mikroteilen mit dem AMANDA-Verfahren

Zur Herstellung des Mikrodosiersystems wird ein Verfahren herangezogen, das seit Anfang der 1990er Jahre am Institut für Mikrostrukturtechnik, IMT, des Forschungszentrums Karlsruhe entwickelt wird. Es kombiniert die Verfahrensschritte Abformung, Oberflächenmikromechanik und Membranübertragung, [Sch98], und wird als AMANDA-Verfahren bezeichnet.

Bisher wurden eine Vielzahl von Mikrokomponenten für die Fluidik entwickelt, so eine thermopneumatische Mikropumpe, [Büs94], ein Mikroentgaser, [Rum00], Drucksensoren, [Mar98] und [Wul01], ein Dosiersystem für den Nanoliter Bereich, [Sha03] sowie Ventile, [Gol97] und [Rog01].

In der Literatur werden die einzelnen Verfahrensschritte ausführlich beschrieben, [Sch00]. Sie sollen hier beispielhaft an einem Durchflusssensor, [Dit02], dargestellt werden.

Abformung

Unter Abformung wird die Formgebung von Kunststoffen durch Heißprägen oder Spritzguss verstanden. Beide Verfahren eignen sich für die Herstellung von Mikroteilen, wie in der Literatur beschrieben, [Hec98], [Bot95] und [Rup00]. Man benötigt für beide Verfahren ein mikromechanisch hergestelltes Werkzeug, schematisch dargestellt in Abb.13, oder ein durch lithografische Resiststrukturierung und Galvanik hergestelltes Werkzeug, dessen Form auf den Kunststoff übertragen wird. Beim Spritzguss wird der Kunststoff als viskose Schmelze unter hohem Druck in das Werkzeug eingespritzt. Beim Heißprägen benutzt man folien- oder plattenförmige Kunststoffhalbzeuge.

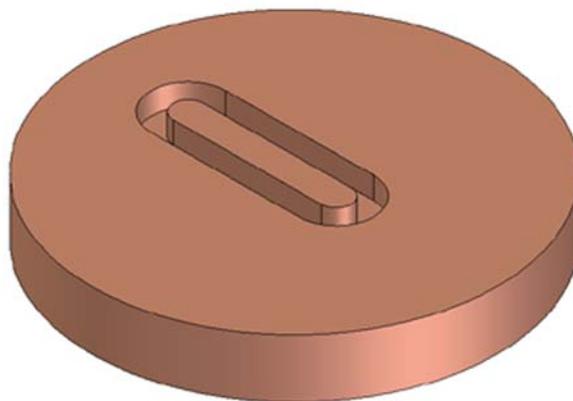


Abb.13 *Ausschnitt aus einem Werkzeug für das Heißprägeverfahren, schematisch*

Mit dem Werkzeug, das in Abb.13 gezeigt wird, entsteht beim Heißprägeprozess ein Kunststoffteil, das einen von einem Steg umgebenen Kanal hat, was in Abb.14 zu sehen ist.

Das erhitzte Werkzeug wird unter Vakuum in das Halbzeug eingepresst, siehe [Pio02], [Hec98], [Hec99] und [Hec00]. Jedes der beiden Formgebungsverfahren hat Vor- und Nachteile, wobei der Spritzguss durch sehr kurze Zykluszeiten besticht. Mit Spritzguss hergestellte Teile haben in den meisten Fällen keine Restschicht. Teile, die durch Heißprägen hergestellt wurden, zeichnen sich jedoch durch ein größeres Aspektverhältnis und Strukturtreue sowie geringere innere Spannungen aus, was bei Mikrobautteilen wichtige Vorteile sind. Das Heißprägen hat geringere Schmelzflussrestriktionen. Man kann beim Heißprägen je nach Anwendungsbereich aus einer großen Zahl an Kunststoffen wählen.

Fluidische Funktionsstruktur (Kanal)

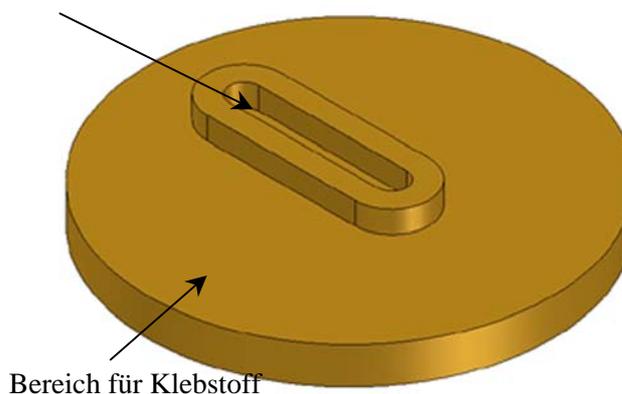


Abb.14 Durch Heißprägen hergestelltes Kunststoffteil

Dies sind zum Beispiel PMMA¹, POM², PVDF³, PEEK⁴, PA⁵, PSU⁶, PC⁷ etc.

An diesem Kunststoffteil soll beispielhaft der AMANDA-Prozess zur Herstellung des Durchflusssensors aus [Dit02] veranschaulicht werden.

Oberflächenmikromechanik

Als mikrotechnische Funktionsstruktur wird üblicherweise eine Membran aus Polyimid, PI, einer Dicke zwischen 1µm und 4µm verwendet. Abb.15 zeigt einen Ausschnitt aus einer PI-Membran. Man kann sehen, dass die Membran im Bereich der Funktionsstruktur als Zunge mit einer mäanderförmigen Leiterbahn strukturiert ist, die nach einem Verbindungsprozess in dem Kanal des Kunststoffteiles aus Abb.14 frei hängen soll. Auf der Membran sind die elektrischen Zuleitungen zu der Messstruktur zu erkennen.

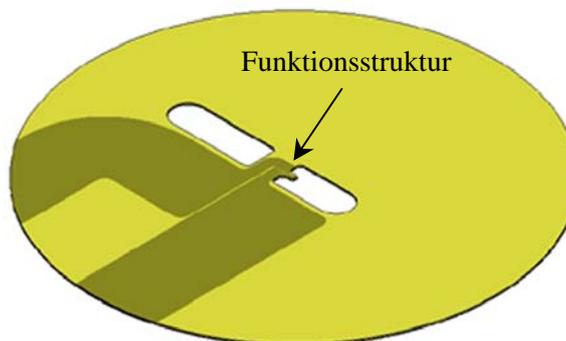


Abb.15 Ausschnitt aus einer Polyimidmembran mit Funktionsstruktur

Polyimide gehören zu den Hochleistungskunststoffen, die eine außergewöhnlich hohe Temperaturbeständigkeit haben. Polyimide sind in der Regel amorphe, duroplastische Kunststoffe, aber es gibt auch thermoplastische Polyimide. Sie zeigen eine hohe Wasseraufnahme, wodurch sie zum Einsatz in Feuchtesensoren geeignet sind, haben eine hohe Festigkeit, Steifigkeit und Härte bei allerdings geringer Zähigkeit. Das in diesem Prozess eingesetzte lineare Polyimid zeigt allerdings eine

¹ PMMA =Polymethylmethacrylat

² POM =Polyacetal

³ PVDF =Polyvinylidenfluorid

⁴ PEEK =Polyetheretherketon

⁵ PA =Polyamid

⁶ PSU =Polysulfon

⁷ PC =Polycarbonat

Reißdehnung von 80%. Ausgezeichnete elektrische Widerstandswerte auch bei hohen Temperaturen und geringe dielektrische Verluste machen Polyimide besonders geeignet zum Beispiel im Kondensatorbau. PI kann von -240°C bis $+240^{\circ}\text{C}$ eingesetzt werden. Kurzzeitige Erwärmungen bis auf 400°C sind möglich. Die Wärmeausdehnung ist für Polymere vergleichsweise gering. Polyimide haben eine gute Beständigkeit gegen aliphatische und aromatische Lösungsmittel, Ether, Ester, Alkohole, Hydraulikflüssigkeiten und verdünnte Säuren. Geringe Beständigkeit hingegen herrscht bei Polyimiden gegen starke Säuren und Laugen, wässrige Ammoniaklösungen und heißes Wasser. Formmassen aus Polyimid lassen sich durch Spritzgießen oder Heißprägen formen. Dieser Prozess ist im Gegensatz zu Thermoplasten allerdings irreversibel, denn diese Formmassen härten zu einem Duromer aus.

Das Verkleben mit Acrylat- und Epoxydharzklebstoffen führt zu einer Verbindung mit einer verhältnismäßig schlechten Festigkeit, die jedoch für viele mikrotechnische Anwendungen ausreichend ist. Die Polyimidmembran, wie sie in einem Flusssensor oder einem Ventil verwendet wird, wird durch einen oder mehrere Aufschleuder-, Back-, Belichtungs- und Entwicklungsschritte auf einem Siliziumwafer hergestellt. Abschließender Schritt, der bei den meisten anderen Photoresists wie beispielsweise SU-8 nicht stattfindet, ist ein Backschritt bei 400°C .

Eine unstrukturierte PI-Membran kann zum Beispiel in einem Ventil als Dichtmembran verwendet werden. Metallische Leiterbahnen auf der Membran wie Dehnungsmessstreifen werden beispielsweise in Drucksensoren eingesetzt. In dem anemometrischen Flusssensor ist die metallische Funktionsstruktur eine mäanderförmige Leiterbahn. Sie kann durch verschiedene Verfahren hergestellt werden. Durch Aufdampfen oder Sputtern wird auf einem Substrat, das mit einer Polyimidschicht bedeckt ist, eine Metallschicht abgeschieden. Diese wird anschließend durch optische Lithografie und chemische Prozesse wie Nass- oder Trockenätzen strukturiert. Anders geht da der Lift-Off-Prozess vor. Auf einen durch optische Lithografie strukturierten Resist wird eine Metallschicht durch Aufdampfen oder Sputtern abgeschieden. Nach dem Entfernen des Resists verbleibt an den Stellen auf dem Substrat, die der Resist nicht bedeckt hat, das zuvor abgeschiedene Metall zurück.

Membranübertragung

In Abb.16 ist ausschnittthaft ein fertig verklebtes Teil zu sehen, wobei der Klebstoff eine rotbraune Farbe hat.

Es werden Verbindungsverfahren wie Kleben oder Schweißen angewendet, um die Membran positioniert von dem Siliziumwafer auf das Kunststoffgehäuse zu übertragen, siehe [Wul01]. Für das Verkleben von mikrotechnischen Bauteilen stehen drei Verfahren zur Verfügung. Kapillarkleben, [Maa96], Kleben mit beidseitig klebenden Filmen, siehe [Fu04], oder das Kammerkleben.

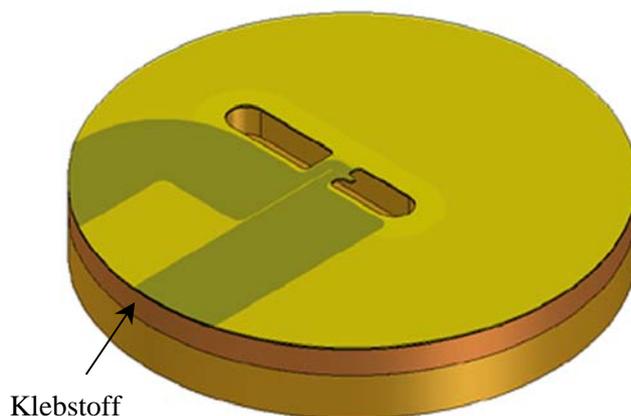


Abb.16 Membran verklebt mit Gehäuse

Das Kammerklebeverfahren lässt sich gut als ein Reaktionsspritzguss verstehen, bei dem man die Form und das eingespritzte Material, im allgemeinen ein Epoxy, nach dem Aushärten des Klebstoffs nicht voneinander trennt. In den zu verklebenden Kunststoffteilen werden Kavitäten wie Kanäle, Pumpen- oder Ventilkammern etc. für die Fluidströme konstruiert, die im folgenden mit Funktionskammern bezeichnet werden. Sie sind von Hohlräumen umgeben, in die der Klebstoff bei einer material- und designabhängigen Temperatur und einem ebenfalls einzustellenden Druck eingespritzt wird. Diese Hohlräume werden als Klebstoffkammern bezeichnet. Die beiden Fügepartner, Membran

auf Siliziumwafer und Kunststoffgehäuse werden aufeinander gepresst, so dass der Spalt zwischen dem Kunststoffteil und der Membran sehr klein wird. Klebstoff wird eingespritzt. Kapillareffekte sorgen dafür, dass der Klebstoff in diesem Spalt bis zur Kante der Funktionskammer kriechen kann. Sind Aushärtezeit des Klebstoffes und die Zeit, die der Klebstoff benötigt, um durch den Spalt zwischen Gehäuse und Membran zu kriechen, in Abhängigkeit von der Temperatur bekannt, so kann bei den meisten Designs ein Überlaufen des Klebstoffs in den Funktionskanal vermieden werden.

2.3.2 Anwendungsbeispiel Flusssensor

Zur Realisierung des Mikrodosiersystems wird neben dem piezoelektrischen Ventil ein Durchflusssensor benötigt. In [Dit02] wird die Entwicklung, Herstellung und Charakterisierung eines mikromechanischen Durchflusssensors für Flüssigkeiten und Gase auf Polymerbasis beschrieben.

Dieser mit dem AMANDA-Verfahren hergestellte Sensor arbeitet nach dem thermisch anemometrischen Prinzip. Es wird die durchflussabhängige Leistungsabgabe eines elektrisch erwärmten Körpers an das ihn umströmende Fluid gemessen. Der Sensor wurde so entworfen, dass er gegenüber Dehnungen unempfindlich ist, die durch innere Erwärmung oder äußere Temperaturschwankungen beziehungsweise äußeren Stress auf das Gehäuse auftreten. Es wurde ein einseitig am Gehäuse befestigter und über einem Fluidkanal liegender Trägerkörper in Form einer Zunge konzipiert. Auf dem über dem Kanal frei beweglichen Teil des Trägerkörpers wurden mäanderförmige Leiterbahnen appliziert.

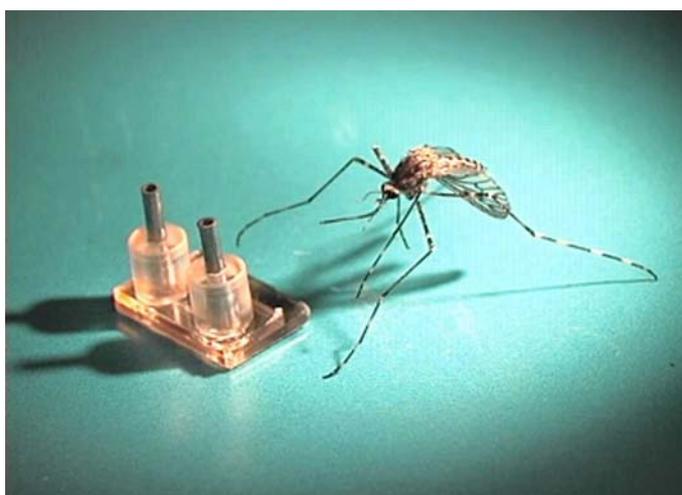


Abb.17 Flusssensor im Größenvergleich mit einer Stechmücke

Die Leiterbahnen besitzen aufgrund der gestalterischen Maßnahmen bei möglichen Temperaturänderungen im Sensorbetrieb keinen den Messwert verfälschenden Dehnungsmessstreifeneffekt. Es wurde eine mit der Trägerkörpergeometrie und Trägerkörperdicke identische Schicht vorgesehen. Die gleichen Dicken waren notwendig, um die Leiterbahnen in die neutrale Phase der Biegelinie des Sensorelements zu legen. Dadurch ergab sich bei einem im Sensorbetrieb flatternden beziehungsweise oszillierenden Trägerkörper wiederum kein unerwünschter Dehnungsmessstreifeneffekt. Diese zweite Schicht Polyimid diente auch zur elektrischen Isolation der Leiterbahn.

Die Leistungsdaten dieses Sensors werden in Tab.1 zusammengefasst.

Anforderung	Leistungsdaten
Messbereich	0,1 bis über 1000 $\mu\text{l}/\text{min}$ für Wasser 0,1 bis über 1000 sccm für Stickstoff bei 1bar
Kanalgeometrie	Min. 100 x 100 μm^2
Ansprechzeit	2,5ms

Tab.1 Leistungsdaten des Flusssensors

2.3.3 Anwendungsbeispiel Ventil

Wesentlicher Bestandteil der Arbeit ist die Integration eines Ventils und eines Durchflusssensors. Im Rahmen einer Doktorarbeit am IMT, [Rog01], wurde ein neuartiges Ventilkonzept vorgestellt. Es handelt sich um eine normal geschlossenes 2/2-Wegeventil mit einem Ventilsitzdurchmesser von 200µm. Dieses Ventil wird in Abb.18 im Größenvergleich zu einer 1 Cent Münze gezeigt.

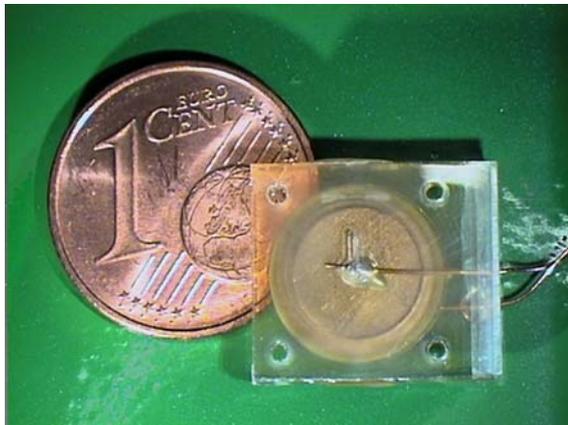


Abb.18 Piezovenil im Größenvergleich zu einer 1Cent Münze

In Abb.19 ist ein Schnitt durch das Ventil zu sehen. Das Ventil ist geschlossen. Die zwei Bohrungen an der Unterseite sind Ventileinlass, links, beziehungsweise Ventilauslass, rechts. Das Kunststoffgehäuse hat braune Farbe, und der Klebstoff, der beim Kammerkleben eingespritzt wurde, hat eine rotbraune Färbung. Der Aktor des Ventils ist eine piezoelektrisch aktive Keramikscheibe, in Abb.19 rot gezeichnet, die mit einer Metallscheibe, hellblau, verklebt wird. Ein Klebstoffring, grau, sorgt für eine feste Verbindung des Aktors zum Gehäuse.

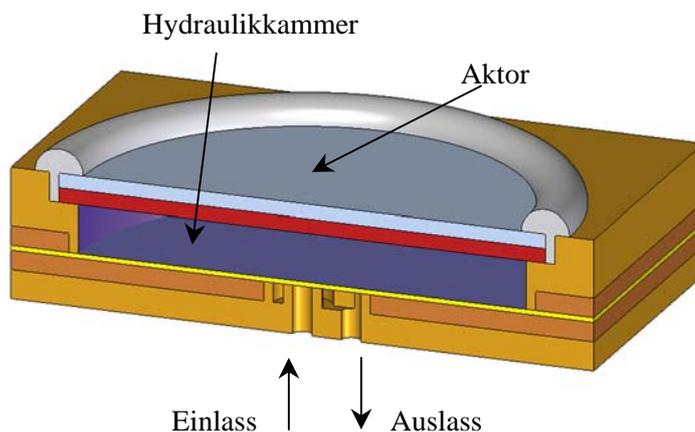


Abb.19 Piezoelektrisches Ventil geschlossen

Bei Anlegen einer elektrischen Spannung, typischerweise im Bereich bis 300V, zeigt die piezoelektrisch aktive Scheibe eine Kontraktion in radialer Richtung. Die Metallscheibe ist nicht piezoelektrisch aktiv, verändert also ihre Form in einem elektrischen Feld nicht. Durch die feste Verbindung der Keramik mit dem Metall führt dies zu einer Deformation des Aktors, die einem Kugelschalenabschnitt ähnelt. Dies ist in Abb.20 zu erkennen. Diese Wölbung ist sehr klein, etwa 10µm bis 20µm.

Deswegen und aufgrund von Montageungenauigkeiten ist dieser Aktor nicht geeignet, direkt den Ventilsitz abzudichten. Zur Lösung dieses Problems wurde in [Rog01] ein hydraulischer Übersetzungsmechanismus entworfen, der die kleine Deformation des Aktors in eine große Deformation

einer Polyimidmembran Abb.19 und Abb.20 als dünne gelbe Trennschicht zwischen der oberen und unteren Gehäusehälfte zu erkennen, übersetzt, die mittels Kammerklebetechnik auf das Ventilsitzgehäuse geklebt wird.

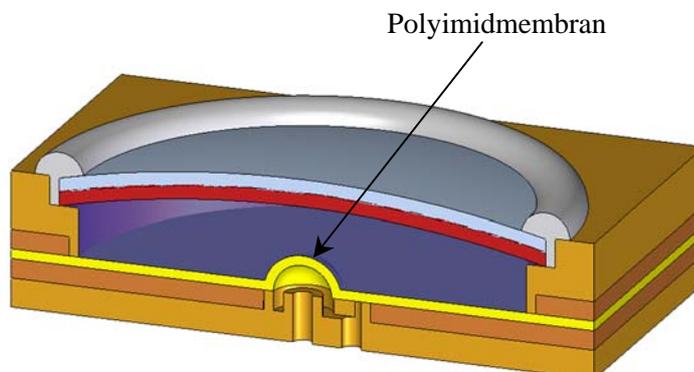


Abb.20 Piezoelektrisches Ventil offen

In Abb.20 ist das Ventil in geöffnetem Zustand gezeigt. Auf eine Flüssigkeit als hydraulisches Medium wird aus Montagegründen verzichtet. Es wird ein Silikongel herangezogen, das sich flüssig in das Hydrauliksystem einfüllen lässt. Nach einer Aushärtezeit ist das Silikongel als elastischer Körper anzusehen. Es ist in Abb.19 und Abb.20 blau dargestellt.

Das Ventil zeigt hervorragende Eigenschaften, wie in Tab.2 zu sehen:

Anforderung	Leistungsdaten
Maximaldurchfluss	16,5 ml/min für Wasser 500 sccm für Gas
Totvolumen	0,33µl
Druckbereich	0,5bar bis 1,5bar
Leckfluss	< 13 nl/min für Wasser
Ansprechzeit	< 1,8 ms
Leistungsaufnahme	Circa 130µW Bei einer Schaltfrequenz von 1Hz und einer Schaltspannung von 200V

Tab.2 Eigenschaften des piezoelektrischen Ventils

Aufgrund der Bauweise des in das Kunststoffgehäuse verkapselten Hydraulikmediums, das ein Elastomer ist, hat das Ventil allerdings ein großes Manko. Es ist sehr empfindlich gegenüber Temperaturschwankungen. Diese Empfindlichkeit macht sich bereits bei einer Erwärmung um wenige Grad Celsius über der Fertigungstemperatur so stark bemerkbar, dass sich das Ventil nicht mehr öffnen lässt. Kühlt man das Ventil umgekehrt um wenige Grad Celsius ab, so öffnet es selbständig. Diese Problematik zu verstehen und zu lösen ist in der Einleitung als Ziel 1 dieser Arbeit formuliert worden, weshalb im nächsten Abschnitt genauer darauf eingegangen werden soll.

2.3.4 Thermische Ausdehnung

Nahezu jeder Festkörper und jede Flüssigkeit zeigt das gleiche Verhalten bei Erwärmung. Der Körper beziehungsweise die Flüssigkeit vergrößern ihr Volumen. Bei Abkühlung zeigen fast alle Materialien eine Volumenverkleinerung. Ausnahmen sind zum Beispiel spezielle Gläser und Keramiken, deren Volumenzunahme oder -abnahme vernachlässigbar klein sind, oder das Wasser, dessen bekannte Anomalie dazu führt, dass Eis einen Felsen sprengen kann.

Man kann jedem festen Material eine spezifische Größe zuordnen, welche die Längenänderung zum Beispiel eines Stabes aus diesem Material in einer Richtung beschreibt, der sogenannte thermische Ausdehnungskoeffizient α . Sei L die Länge eines Stabes des Materials, das ausgehend von einer Referenztemperatur, oft 0°C oder 23°C , eine Temperaturveränderung um ΔT erfährt. Das Material sei von keiner irgendartigen Anomalie belastet. Der Stab zeigt also eine Längenänderung. Sie sei mit ΔL bezeichnet. Dann definiert Gleichung (14) den thermischen Ausdehnungskoeffizienten des Materials:

$$(14) \quad \frac{\Delta L}{L} = \alpha \cdot \Delta T$$

Der thermische Volumenausdehnungskoeffizient für Flüssigkeiten ist ähnlich definiert. Sei V das Volumen einer Flüssigkeit, die von der Referenztemperatur eine Temperaturveränderung um ΔT erfährt.

Die Volumenänderung, die man nun beobachtet, sei mit ΔV bezeichnet. Dann definiert Gleichung (15) den thermischen Volumenausdehnungskoeffizienten des Materials:

$$(15) \quad \frac{\Delta V}{V} = \beta \cdot \Delta T$$

Für Materialien, deren thermische Ausdehnung in allen Richtungen gleich ist, besteht zwischen α und β ein einfacher näherungsweise Zusammenhang, der sich durch eine leichte Rechnung erkennen lässt.

$$(16) \quad \beta \approx 3\alpha$$

In Abb.21 sieht man rechts einen Metallstab beispielsweise bei Raumtemperatur. Links, blau gezeichnet, ist das vergrößerte Volumen des Stabes nach einer Temperaturerhöhung zu sehen. In dem Temperaturbereich, der für das Mikrosensorsystem spezifiziert ist, haben die verwendeten Materialien einen Ausdehnungskoeffizienten, der linear ist, er wird dementsprechend als mittlerer linearer Ausdehnungskoeffizient bezeichnet. Manche Materialien zeigen in den drei Raumrichtungen unterschiedliche thermische Ausdehnung.

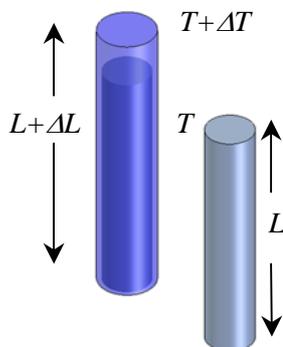


Abb.21 Ausdehnung eines Stabes der Länge L bei einer Änderung der nach $T+\Delta T$

Nach diesen grundlegenden Definitionen der spezifischen Materialeigenschaft der thermischen Ausdehnung lässt sich nun leicht verstehen, warum es bei dem oben beschriebenen piezoelektrischen

Ventil zu einer derart starken Empfindlichkeit auf Temperaturschwankungen kommt. Das Gehäusematerial ist ein Kunststoff. Der Aktor ist eine Komposition einer Keramik und eines Metalls.

Das Hydraulikmedium schließlich ist ein elastomerer Kunststoff. Nun haben diese Materialien stark unterschiedliche thermische Ausdehnungskoeffizienten, wobei derjenige der Keramik der kleinste ist. Das Metall hat einen deutlich höheren Ausdehnungskoeffizienten. Dies ergibt durch die feste Verklebung der beiden eine Scheibe, die sich bei Erwärmung aufwölbt, einen sogenannten thermischen Bimorph. Diese Wölbung ist vergleichbar mit der piezoelektrischen Deformation des Aktors, sie ist aber deutlich kleiner als diese.

Erwärmt man nun das Ventil, so dehnen sich alle Materialien entsprechend ihrer thermischen Ausdehnungskoeffizienten aus. Das Silikongel, das den deutlich größten Wert hat, ist in der Hydraulikkammer eingekapselt. Da das Gehäuse als steif angesehen werden kann, bleibt dem Silikon keine andere Möglichkeit als den Deckel der Hydraulikkammer, dies ist die Aktorscheibe, nach außen zu wölben. So erfährt also der Aktor bei einer Temperaturerhöhung zwei Wölbungen, eine erste begründet durch seine Eigenschaft als thermischer Bimorph und eine zweite aufgrund des Silikons. Überschreitet die Summe dieser beiden Wölbungen die Wölbung, die man durch Anlegen einer elektrischen Spannung erreichen kann, bleibt das Ventil bei der erhöhten Temperatur geschlossen. Bei Abkühlung führen die selben Effekte zu einem permanenten Öffnen des Ventils.

Auf eine genauere Beschreibung dieses Sachverhaltes und Vorschlägen zur Lösung dieses Problems wird in späteren Kapiteln eingegangen.

2.3.5 Anforderungen an ein Mikrodosiersystem

Im Lastenheft für die Entwicklung des Mikrodosiersystems stand als wichtigster Punkt die Erweiterung des thermischen Einsatzbereichs. Das System sollte bis zu einer Temperatur von 60°C einsetzbar sein.

Weiterhin war gefordert, dass das System chemisch inert ist, also die zu schaltenden Fluide nicht in Kontakt kommen mit Stoffen, wie zum Beispiel Epoxydharzen.

Zusätzlich zu diesen Forderungen war gewünscht, dass das Mikrodosiersystem eine kurze Ansprechzeit hat, und einen Druckbereich im Bereich von einem bis zwei bar schalten kann.

Kapitel 3 Fertigungskonzept

Im vorangehenden Kapitel wurden als Voraussetzungen für die Entwicklung des Mikrodosiersystems ein piezoelektrisches Ventil, der in ihm verwendete piezoelektrische Aktor, und ein Durchflusssensor beschrieben.

In diesem Kapitel wird zunächst eine Beschreibung experimenteller Voruntersuchungen an dem Ventil gegeben. Es werden Versuche zum Verhalten des Ventils bei Temperaturschwankungen dargestellt. Diese Versuche werden analysiert, und es werden Lösungsansätze zur Behebung der Temperaturanfälligkeit des Ventils gefunden. Anschließend wird ein Versuch beschrieben, der eine Aussage über die Integrierbarkeit von Ventil und Flusssensor trifft. In einem weiteren Unterkapitel werden verschiedene Vorversuche zur Aufbau- und Verbindungstechnik dargestellt.

Es folgt eine Beschreibung zweier Verfahrensschritte, dem Lift-Off-Verfahren und dem Prägen von Durchlöchern in Kunststoff.

Die Verfahrensverfeinerung bei der Kammerklebetechnik durch evakuierte Klebstoffkammern wird in diesem Kapitel erstmals beschrieben.

Zum Abschluss werden die Voruntersuchungen in einem Fertigungskonzept zusammengefasst. Es wird eine integrierte Verbindung des Ventils und des Flusssensors konzipiert, bei dem der Flusssensor in Durchflussrichtung nach dem Ventil geschaltet ist. Es werden die einzusetzenden Materialien festgelegt, das Konzept des Mikrodosiersystems skizziert und ein Aufbauverfahren festgelegt.

3.1 Vorversuche an einem Piezovenil

3.1.1 Untersuchung des thermischen Verhaltens

Das piezoelektrische Ventil, das in dem Mikrodosiersystem zum Einsatz kommen soll, ist, wie schon in Abschnitt 2.3.3 erwähnt, sehr empfindlich gegen Schwankungen der Umgebungstemperatur. Diese zunächst qualitative Beobachtung wurde durch ein Experiment quantitativ untersucht. Bei diesem Experiment wurde Stickstoff als zu schaltendes Fluid gewählt, der in einem Reservoir unter einem Druck von 1bar stand. Ein Ventil der Bauart, wie sie in [Rog01] dargestellt wurde, wurde in einem Klimaschrank platziert. Das Ventil wurde über einen PC angesteuert, der auch die Datenerfassung des Flusssensors vornahm, der hinter dem Ventil angebracht war. Abb.22 zeigt schematisch den Versuchsaufbau.

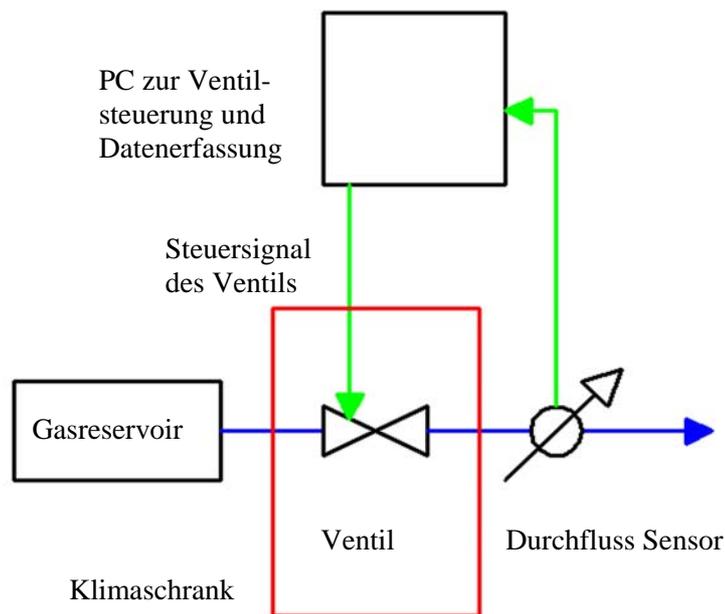


Abb.22 Versuchsaufbau zur Bestimmung des Temperaturverhaltens eines piezoelektrischen Ventils

Das Ventil wurde mit einer Hochspannung von bis zu 1kV pro mm Dicke der piezoelektrischen Scheibe betrieben. Bei der verwendeten piezoelektrischen Scheibe mit einer Dicke von 200µm waren dies bis zu 200V.

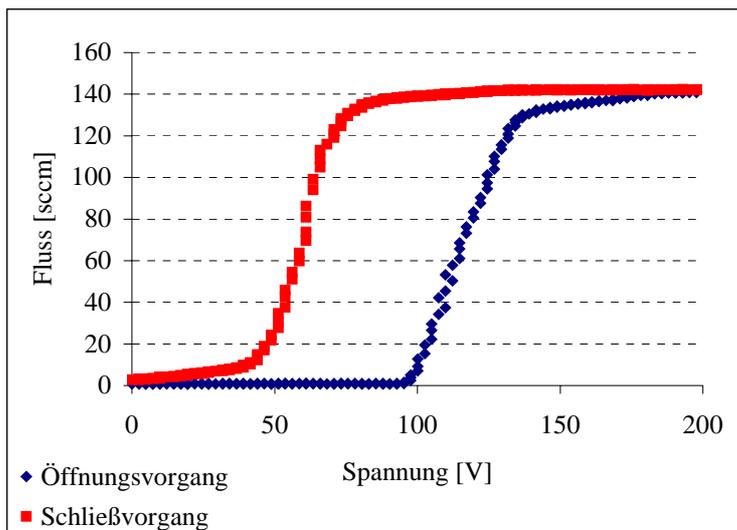


Abb.23 Hysterese des Öffnungs- und Schließvorgangs eines Ventils herkömmlicher Bauweise

Um den Öffnungs- und Schließvorgang des Ventils zu messen, wurde die Spannung ausgehend von 0V linear bis auf die maximal zulässige Spannung von 200V erhöht, und dann wieder linear bis auf 0V reduziert. Man erhielt die für das Ventil charakteristische Hysterese des Öffnungs- und Schließvorgangs, wie sie in nebenstehender Abb.23 gezeigt wird. Diese Hysterese begründet sich in der in Abschnitt 2.2.2 beschriebenen Hysterese der piezoelektrischen Polarisation des Aktors und weiteren unsymmetrischen Vorgängen des Ventils. Man kann in dieser Abbildung diejenige Spannung ablesen, bei der sich das Ventil öffnete. Sie lag hier bei etwa 100V. Dieser Versuch wurde zunächst bei Raumtemperatur durchgeführt.

Um nun das Verhalten des piezoelektrischen Ventils bei einer Veränderung der Temperatur zu beobachten, wurde ein Exemplar ausgehend von 20°C in Schritten von 2° bis auf 30°C erwärmt, und bei jeder Temperatur die Hysterese des Öffnungs- und Schließvorgangs aufgenommen und aus ihr die Spannung entnommen, die zum Öffnen des Ventils notwendig war.

Die Ergebnisse dieses Versuchs sind in Abb.24 zu sehen. Da die Verschiebung der Öffnungsspannung über der Temperatur einen linearen Verlauf zeigte, wurde eine lineare Näherungslinie durch die Messpunkte gelegt, die eine Steigung von 12V/°C aufweist. Grundsätzlich lässt sich ein Ventil dieser Bauart nicht mehr öffnen, wenn die Öffnungsspannung den maximal möglichen Wert von 200V übersteigt. Dies war interpoliert bei dem Ventil in dem Experiment bei circa 36°C der Fall.

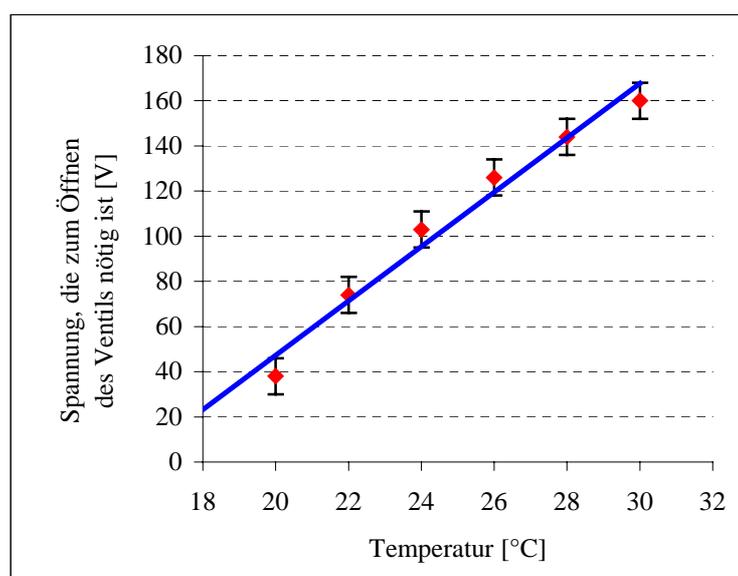


Abb.24 Temperaturempfindlichkeit eines Piezoventils: Darstellung der Spannung, die zum Öffnen des Ventil nötig ist, in Abhängigkeit der Temperatur

3.1.2 Analyse der Ursachen für das thermische Verhalten

Durch eine einfache Rechnung ist ersichtlich, dass es zwei Möglichkeiten gibt, das Ventil temperaturkompensiert zu machen. Die mit dem Silikongel gefüllte Hydraulikkammer ist zylinderförmig. Sie ist von oben mit der Aktorscheibe verschlossen. Steigt nun die Temperatur, so dehnt sich das Silikon stärker aus als das Kunststoffgehäuse des Ventils, das aus PMMA ist, was zu einer Wölbung der Aktorscheibe führt. Diese Wölbung ist unerwünscht. Der Aktor kann beim Anlegen eines elektrischen Feldes aufgrund des piezoelektrischen Effekts eine gewisse Wölbung machen. Übersteigt die Aufwölbung des Aktors aufgrund der relativen Volumenzunahme des Silikongels zum PMMA des Gehäuses die piezoelektrisch mögliche Wölbung des Aktors, so lässt sich das Ventil nicht mehr schalten.

Bei einer Höhe h_K der Hydraulikkammer gilt für das Kammervolumen V_K bei gegebenem Kammerradius r_K : Bei einer Temperaturveränderung um ein Kelvin vergrößert sich das Kammervolumen nach den Gleichungen (14) und (16) mit dem thermischen Ausdehnungskoeffizienten α_G des Gehäusematerials:

$$(17) \quad \Delta V_K = 3 \cdot V_K \cdot \alpha_G \cdot 1K = 3 \cdot \pi \cdot r_K^2 \cdot h_K \cdot \alpha_G \cdot 1K$$

Das Hydraulikmedium hingegen verändert sein Volumen V_M mit dem thermischen Ausdehnungskoeffizienten α_M des Hydraulikmediums:

$$(18) \quad \Delta V_M = 3 \cdot V_K \cdot \alpha_M \cdot 1K = 3 \cdot \pi \cdot r_K^2 \cdot h_K \cdot \alpha_M \cdot 1K$$

Das ergibt eine Differenz von:

$$(19) \quad \Delta V_M - \Delta V_K = 3 \cdot \pi \cdot r_K^2 \cdot h_K \cdot (\alpha_M - \alpha_G) \cdot 1K$$

Diese Differenz sei mit V_W bezeichnet. V_W entspricht einem Kugelabschnittsvolumen, dessen Höhe in Anlehnung an den Hydraulikmechanismus mit s_H bezeichnet sei, und sich nach [Bro] berechnen lässt:

$$(20) \quad s_H = \frac{2 V_W}{\pi R_A^2} = \frac{6 \cdot \pi \cdot r_K^2 \cdot h_K \cdot (\alpha_M - \alpha_G) \cdot 1K}{\pi R_A^2},$$

wobei R_A für den Aktorradius steht.

Diese Definition der Höhe s_H des Kugelabschnittsvolumens ist hier nicht notwendig, aber für spätere Betrachtungen recht hilfreich. Da der Radius der Kammer nahezu gleich dem Aktorradius ist, ergibt sich:

$$(21) \quad s_H = 6 \cdot h_K \cdot (\alpha_M - \alpha_G) \cdot 1K$$

Wie schon in Abschnitt 2.2.2 angesprochen, hat der piezoelektrische Aktor eine maximale Auslenkung, die durch das maximal erlaubte elektrische Feld gegeben ist. Sie sei mit s_U bezeichnet. Weiterhin ist der Aktor ein thermischer Bimorph. Die Wölbung, die aufgrund dieser Eigenschaft bei einer Temperaturveränderung eintritt, sei mit s_B bezeichnet.

Man kann vereinfacht annehmen, dass die Wölbung s_H , hervorgerufen durch die unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten der Materialien, die Summe der thermischen und der maximal piezoelektrisch zu erreichenden Wölbungen des Aktors $s_B + s_U$ nicht übersteigen darf:

$$(22) \quad s_H < s_B + s_U$$

Um die linke Seite dieser Ungleichung zu verkleinern, ergeben sich aus Gleichung (21) nun zwei Möglichkeiten, um die thermisch begründete Wölbung des Aktors zu verringern, was dann zur Kompensation des Temperaturproblems des Ventils führt:

Erstens Verwendung eines anderen Gehäusematerials beziehungsweise Hydraulikmediums, so dass die Differenz der thermischen Ausdehnungskoeffizienten kleiner wird. Zweitens Verringerung der Übersetzungskammerhöhe h_K .

3.1.3 Lösungsansätze zur Verbesserung des thermischen Verhaltens

In diesem Kapitel sollen zwei Ideen zur Lösung des Temperaturproblems des piezoelektrischen Ventils und die Erfahrungen, die aus diesen Ansätzen gewonnen werden konnten, beschrieben werden.

Versuche mit Polypropylen als Gehäusematerial

Das Ventil der ursprünglichen Bauart wurde aus dem Kunststoff PSU hergestellt. Im vorangegangenen Abschnitt 3.1.2 wurde vorgeschlagen, ein Material für die Gehäuseherstellung zu wählen, das einen höheren thermischen Ausdehnungskoeffizienten hat als PSU.

Ein Kunststoff, der diese Forderung erfüllt, sich gleichzeitig gut heißprägen lässt und hervorragende Beständigkeit gegen eine große Zahl von Medien hat, die im pharmazeutischen und medizintechnischen Bereich verwendet werden, ist Polypropylen, im folgenden mit PP abgekürzt. Es wurden die Gehäuse des Ventils aus [Rog01] in PP abgeformt und ähnlich, wie die PSU Gehäuse verklebt. Die Verklebung konnte erfolgreich durchgeführt werden, jedoch zeigten die verklebten Ventilmembranen aufgrund der deutlich unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten des PPs und des Siliziumwafers, auf dem sich bei der Verklebung die Ventilmembran befindet, eine starke Wellung, wie dies in Abb.25 zu sehen ist. Dies würde zu einer hohen Leckrate des Ventils führen.



Abb.25 *Faltenwurf der Ventilmembran nach Verklebung mit Polypropylen*

Aus diesen Versuchen konnte geschlossen werden, dass eine Verklebung eines Kunststoffes mit einem hohen thermischen Ausdehnungskoeffizienten nicht wie üblicherweise bei 120°C sondern bei Raumtemperatur durchgeführt werden sollte.

Ventilkonzept mit Gummi O-Ring

Der zweite Vorschlag in Abschnitt 3.1.2 zur Verringerung der Temperaturempfindlichkeit des Ventils war die Verringerung der Höhe der Hydraulikkammer. Dies wurde im Rahmen der Entwicklung des Fertigungskonzeptes an einem Ventil untersucht, das einige Änderungen zu dem alten Ventil bezüglich der Aufbautechnik zeigte.

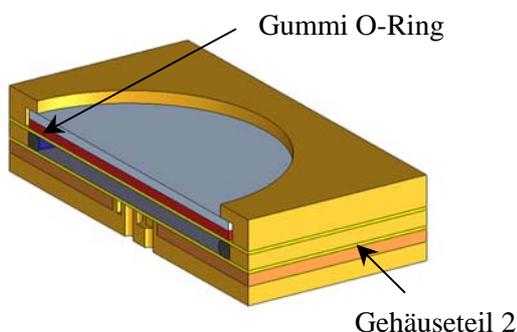


Abb.26 *Ventil mit Gummi O-Ring*

Es wurde ein Konzept entworfen, dessen Details hier nicht genauer erläutert werden sollen, es soll aber auf einige wichtige Bestandteile kurz eingegangen werden. Dieses Ventilkonzept, im weiteren häufig als "Ventil mit O-Ring" bezeichnet, bestand aus drei Gehäuseteilen. Das erste, in unten stehender Abb.26 als unterstes Gehäuse zu sehen, war mit dem Ventilsitzgehäuse aus [Rog01] identisch.

Eine Polyimidmembran, die mittels Kammerklebetechnik auf dieses Gehäuse geklebt wurde, diente als Ventilmembran. Ein weiteres Gehäuseteil, das in Abb.26 mit "Gehäuseteil 2" gekennzeichnet ist,

diente zur Definition der Höhe der Hydraulikkammer. Und ein drittes Gehäuseteil hatte die Halterung des piezoelektrischen Aktors zur Aufgabe. Zwischen dem zweiten und dem dritten Gehäuseteil war eine weitere Polyimidmembran angebracht, die für die Trennung des Hydraulikmediums von der piezoelektrischen Keramik und für die elektrische Kontaktierung des Aktors sorgte. Ein O-Ring aus Gummi hatte in diesem Konzept eine wesentliche Bedeutung.

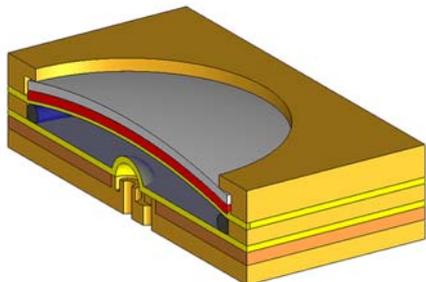


Abb.27 Ventil mit Gummi O-Ring offen

Er dichtete die Hydraulikkammer ab, die von "unten" mit dem Hydraulikmedium befüllt wurde. Das zweite und dritte Gehäuseteil mussten nicht durch weitere Kammerklebschritte mit dem ersten Gehäuseteil verbunden werden, es reichte eine Verpressung und Fixierung, denn die Dichtigkeit der Hydraulikkammer war durch den O-Ring gegeben.

Mit einem auf der oben beschriebenen Art hergestellten Ventil wurde der selbe Versuch unternommen, der in Abschnitt 3.1.1 beschrieben wurde.

Es handelte sich dabei um ein Ventil mit einer Höhe der Hydraulikkammer von 500µm. Allerdings wurde durch die Änderung der Aktorhalterung im Vergleich zu einem alten Ventil, dessen Temperaturempfindlichkeit in Abb.24 gezeigt wird, das Volumen der Hydraulikkammer nur geringfügig verändert.

Dies ist ein Grund, weshalb Abb.28, welche die Spannung, die zum Öffnen des Ventils notwendig ist, in Bezug mit der Temperatur setzt, eine mit Abb.24 vergleichbare Steigung der linearen Näherung von circa 11V/°C aufweist. Aufgrund der vergleichsweise aufwendigen Montage des Ventils mit O-Ring wurde von diesem Konzept wieder Abstand genommen. Es konnten aber wichtige Ergebnisse für die Erstellung eines Fertigungskonzeptes für ein temperaturunempfindliches Ventil gefunden werden. Die deutliche Verringerung des Volumens des Hydraulikmediums führte zu einer Verringerung der Temperaturempfindlichkeit des Ventils.

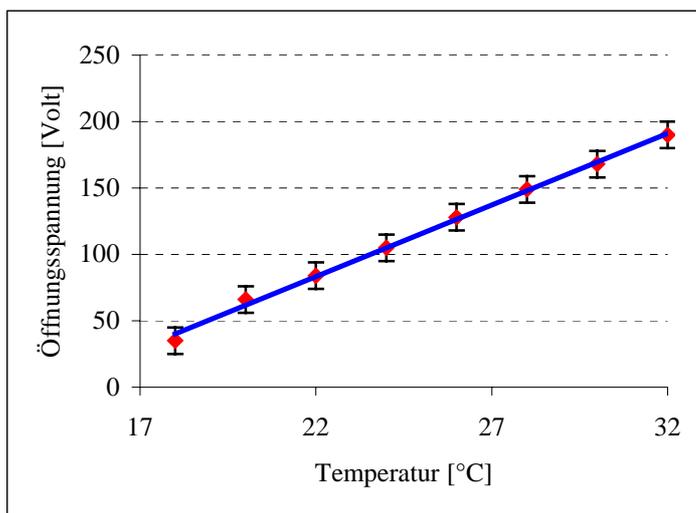


Abb.28 Temperaturempfindlichkeit eines Ventils mit O-Ring: Darstellung der Spannung, die zum Öffnen des Ventil nötig ist, in Abhängigkeit der Temperatur

3.1.4 Integrierbarkeit mit einem Flusssensor

Zur Untersuchung, inwieweit sich das Piezoventil und der Flusssensor zum Aufbau eines Mikrodosiersystems eignen, wurde ein Vorversuch gemacht, bei dem ein Ventil und ein Sensor miteinander mit Schläuchen verbunden wurden. Der Flusssensor wurde in Strömungsrichtung hinter dem Ventil platziert.

Betrachtet man die Hysterese des Öffnungs- und Schließvorgangs in Abb.23, so lässt sich vermuten, dass das Ventil nicht sehr gut zur Flussregelung geeignet ist, denn der sprunghafte Übergang zwischen offen und geschlossen könnte bei einer Regelung, bei der das Ventil nicht im Pulsbetrieb arbeitet, zu einer Instabilität der Regelung führen.

Nach dem Flusssensor wurde ein Massenstrommessgerät der Firma MKS geschaltet, der für die Kalibrierung des AMANDA-Sensors eingesetzt wurde. Dieser Aufbau ist schematisch in Abb.29 dargestellt. Zur Regelung des Ventils wurde das Signal des AMANDA-Flusssensors an einen Rechner geleitet, der mittels einer PID Routine ein Steuersignal für das Ventil erzeugte. Eine genauere Beschreibung der mathematischen Hintergründe einer PID Regelung folgt in Abschnitt 6.2.2.

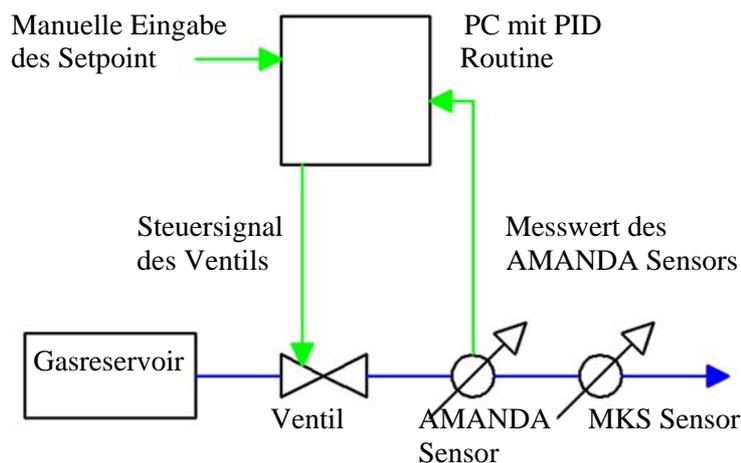


Abb.29 Schematischer Versuchsaufbau

Bei diesem Aufbau wurde nicht auf möglichst kleine Reaktionszeit der Regelung Wert gelegt, es stand vielmehr die Frage im Vordergrund, ob man das piezoelektrisch angetriebene Ventil als Regelventil benutzen kann, oder ob es nur für eine offen/geschlossen Funktion geeignet ist.

In Abb.30 wird nun das Ergebnis dieses Experiments dargestellt. Die rote Linie, die mit "Setpoint" bezeichnet wurde, zeigt die manuelle Eingabe des gewünschten Flusses. Die blaue Linie zeigt das nachgeregelte Flusssensorsignal.

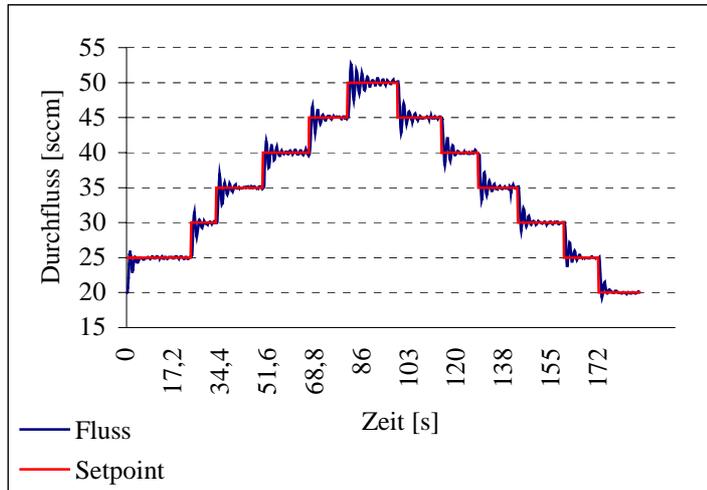


Abb.30 Verhalten der PID Regelung Flusssensor/Ventil

Mit diesem Versuch konnte nachgewiesen werden, dass das Konzept eines Mikrodosiersystems bestehend aus dem piezoelektrischen Ventil und dem Flusssensor sinnvoll ist.

3.2 Herstellungsprozess

Zur Konzipierung des Herstellungsprozesses eines integrierten Ventil-Flusssensor-Systems ist eine Betrachtung des AMANDA-Herstellungsprozesses notwendig. Dabei soll auf einige Verfahrensschritte eingegangen werden, die entsprechend den Anforderungen des neuen Systems entwickelt wurden.

3.2.1 Lift-Off-Technik

Zur Herstellung der Funktionsstrukturen des Flusssensors wurde ein Verfahren angewendet, das als Lift-Off-Verfahren bezeichnet wird. Es wird in [Mor88] beschrieben. Zur Messung des Flusses nach dem wärmeanemometrischen Prinzip, wie es in Abschnitt 2.2.1 beschrieben wurde, benötigt man einen Hitzdraht, der in der Mitte eines Kanals platziert werden kann. Dieser Hitzdraht hat, wie in Abschnitt 4.3.2 dargestellt werden wird, eine mäanderförmige Struktur mit einer Leiterbahnbreite von $3\mu\text{m}$. In Abb.31 sieht man die gewünschte Leiterbahn, schwarz, auf einer Zunge aus Polyimid, gelb.

Hier soll nun die Herstellung dieser Leiterbahnstruktur beschrieben werden. Der gesamte Prozess wird auf einem Siliziumwafer durchgeführt, auf den eine 200nm dicke Schicht aus Gold aufgedampft wurde. Diese ist als Trennschicht zwischen dem im nächsten Arbeitsschritt aufzubringenden Polyimid und dem Silizium vorgesehen. Polyimid zeigt eine hervorragende Haftung auf Silizium. Da die fertige Membran im weiteren Verlauf der Herstellung des Mikrodosiersystems von dem Siliziumwafer entfernt werden soll, ist die Trennschicht zwischen Silizium und Polyimid notwendig.



Abb.31 *Gewünschte Metallstruktur*

In einem zweiten Schritt wird Polyimid Photoresist mit einer Dicke von $1,2\mu\text{m}$ auf dem Wafer aufgeschleudert. Dieser Resist ist lichtempfindlich und kann lithografisch strukturiert werden.

Als folgender Schritt zur Herstellung der Leiterbahnstruktur wird in einem weiteren Spin On Prozess ein spezieller Photoresist auf Novolack-Basis, in diesem Fall AZ-Lack der Firma Clariant, der sich für das Lift-Off-Verfahren eignet, aufgebracht und vorgetrocknet. Mit diesem positiven Photoresist besteht die Möglichkeit, durch eine Tonumkehr, was üblicherweise als Image-Reverse Schritt bezeichnet wird, ein tonumgekehrtes Bild der verwendeten Maske zu erstellen, [Pro00]. In einem ersten Schritt erfolgt eine kurze und niederenergetische Flutbelichtung, um die photoaktiven Komponenten an der Oberfläche des Resists zu generieren. Der folgende Image-Reverse Schritt wandelt die Oberflächenbereiche um, so dass sie unlöslich und lichtunempfindlich werden. Dies wird durch einen speziellen vernetzenden Wirkstoff im Resist, der erst ab einer bestimmten Temperatur und nur in den belichteten Gebieten des Resists aktiv wird, ausgelöst. Dieser Wirkstoff führt zusammen mit der belichteten, photoaktiven Komponente zu einer für normale Entwickler unlöslichen und nun lichtunempfindlichen Substanz, während die unbelichteten Bereiche sich wie ein unbelichteter positiver Photoresist verhalten. Nach dem Image-Reverse Schritt kann der Resist wie

ein normaler positiver Photoresist weiterbehandelt werden. Der Resist wird mit einer geeigneten Maske positioniert zu der im ersten Verfahrensschritt erzeugten Polyimidschicht belichtet. Im anschließenden Entwicklungsschritt diffundiert der Entwickler durch die unlösliche Oberschicht und löst die belichteten Gebiete heraus. Das Resultat ist ein tonumgekehrtes Bild der verwendeten Maske mit einem negativen Winkel des Wandprofils und einem T-förmigen Überhang, was ideal für den Lift-Off-Prozess ist. Der Hinterschnitt kommt aufgrund der zweiten Belichtung des positiven Photoresist und des daraus erhaltenen positiven Profilwinkels zustande. In Abb.32 ist der fertig entwickelte Resist, grün, zu sehen.

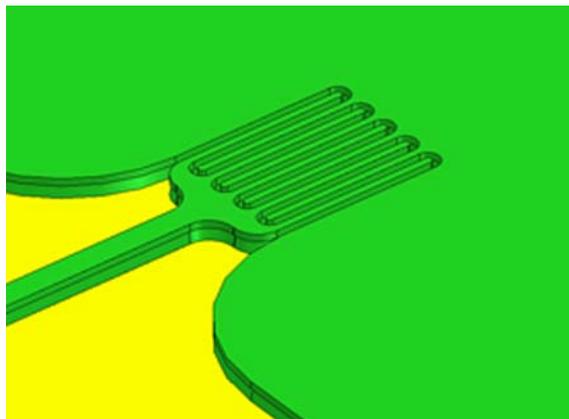


Abb.32 *Strukturierter AZ Lack*

Im folgenden Prozessschritt wird das Leiterbahnmaterial, eine 120nm dicke Goldschicht, oder zwei Schichten bestehend aus 20nm Chrom und 100nm Platin auf den gesamten Wafer aufgedampft. Aufgrund des Hinterschnitts und der T-Form der Resiststruktur erhält man zwei voneinander getrennte Metallbereiche, siehe Abb.33. Eine am Boden der Mäander und eine auf dem Oberseite des Resists.

Diese Abbildung macht den Hinterschnitt und die T-Form in dem Resist deutlich. Der Photoresist weist im allgemeinen nach einer Belichtung einen positiven Winkel von circa 87° auf. Dieser Winkel kommt aufgrund der Beugung des Lichtes an der Maskenkante und durch Absorption an den photoaktiven Komponenten und der daraus folgenden Abschwächung des Lichtes beim Durchdringen des Resists zustande.

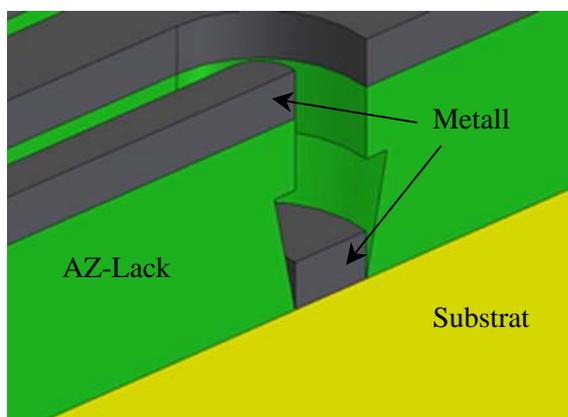


Abb.33 *Detailschnitt durch eines metallisierten Mäanders mit T-Form*

Im folgenden Schritt wird der Photoresist durch ein geeignetes Lösungsmittel wieder von dem Wafer entfernt, man sagt "strippen". Es verbleibt die gewünschte Leiterbahnstruktur an den Stellen auf der Membran, an denen kein Lack nach dem Entwickeln verblieben ist.

Die beschriebenen Lift-Off-Herstellungsschritte verzichten vollkommen auf eine nasschemische Strukturierung der Leiterbahnen, so dass Funktionselemente mit beliebigen Materialien hergestellt werden können.

In Abb.34 ist eine rasterelektronenmikroskopische Detailaufnahme eines metallisierten Mänders zu sehen.

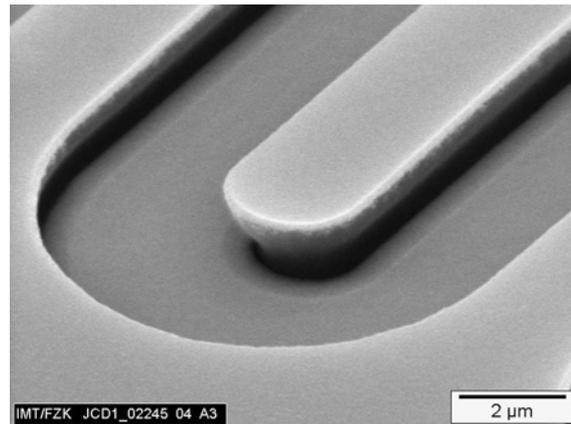


Abb.34 *REM Aufnahme eines Details des Lift-Off-Verfahrens*

In einem letzten Schritt zur Membranherstellung wird eine weitere Schicht Polyimid auf dem Wafer aufgebracht. Auch sie wird positioniert zu der ersten Polyimidschicht mittels optischer Lithografie strukturiert. In Abb.35 ist diese zweite Polyimidschicht als gelb transparente Schicht über der Leiterbahnstruktur dargestellt.

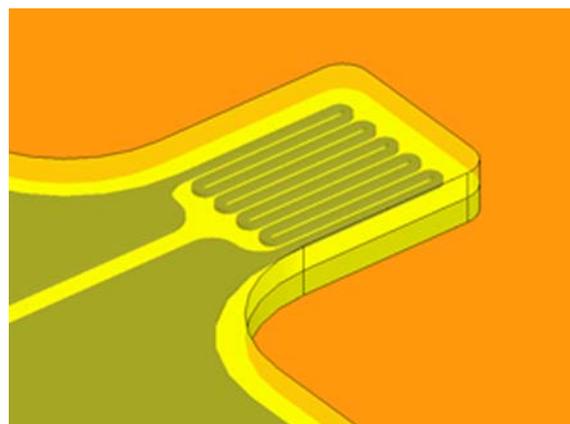


Abb.35 *Fertige Zunge mit zweiter PI Schicht*

3.2.2 Gehäuseherstellung durch Vakuumheißprägen

Die Gehäuse des Mikrodosiersystems werden mit dem Heißprägeverfahren, das schon in Abschnitt 2.3.1 erwähnt wurde, hergestellt.

Hier sollen nun die Verfahrensschritte des Heißprägens erläutert werden, und es wird auf eine Neuentwicklung eingegangen, die dem Anwender die Möglichkeit gibt, Kunststoffteile mit Durchlöchern zu realisieren. Dies ist die Umsetzung eines am Institut für Mikrostrukturtechnik entwickelten Patents, [Hec04]. Die Werkzeuge für das Heißprägeverfahren werden entweder galvanisch in einem durch Röntgenlithografie strukturierten Resist hergestellt, oder sie werden aus einem polierten oder geläpften Messing- oder Stahlrohling mit Diamant- oder Hartmetallfräsern auf einer CNC-Maschine herausgearbeitet. Solch ein Werkzeug ist in Abb.36 zu sehen.

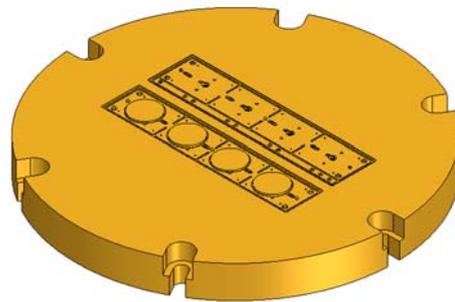


Abb.36 *Formwerkzeug aus Messing*

Nachfolgend sind anhand einiger Abbildungen die Arbeitsschritte des Heißprägeverfahrens dargestellt. Die Formwerkzeuge werden in die Heißprägeapparatur eingebaut. Die Apparatur ist so konzipiert, dass beide Werkzeuge beheizt werden können. Das untere Werkzeug kann hydraulisch vertikal bewegt werden. Der gesamte Bereich um die Werkzeuge herum kann evakuiert werden. Dann wird ein Halbzeug aus dem zu prägenden Kunststoff auf das unten angebrachte Werkzeug gelegt. In Abb.37 ist dieses Halbzeug als rotes Plättchen dargestellt. Jetzt kann die Apparatur geschlossen werden.

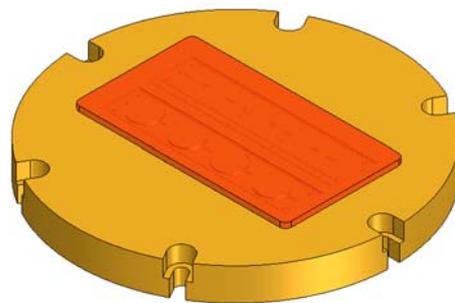


Abb.37 *Kunststoffhalbzeug auf dem Messingwerkzeug*

In Abb.38 ist dargestellt, wie das zweite Werkzeug, grün transparent, auf das Halbzeug gepresst wird.

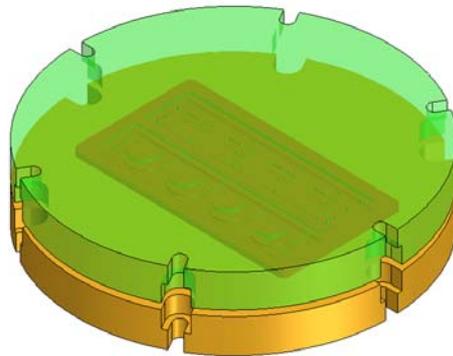


Abb.38 Beide Formwerkzeuge auf dem Kunststoffhalbzeug

Durch geschickte Wahl des Ablaufs von Erwärmung, Anpresskraft und Abkühlung wird erreicht, dass der Kunststoff soweit erweicht wird, dass er die Struktur der Formwerkzeuge völlig ausfüllt. Dies ist schematisch in Abb.39 zu sehen, wobei das untere Werkzeug braun, das obere grün und der Kunststoff rot transparent dargestellt werden. Die Werkzeuge können durch ein eingebautes Mikroskop und Bilderkennungsprogramme anhand charakteristischer Strukturen der Werkzeuge zueinander positioniert werden.

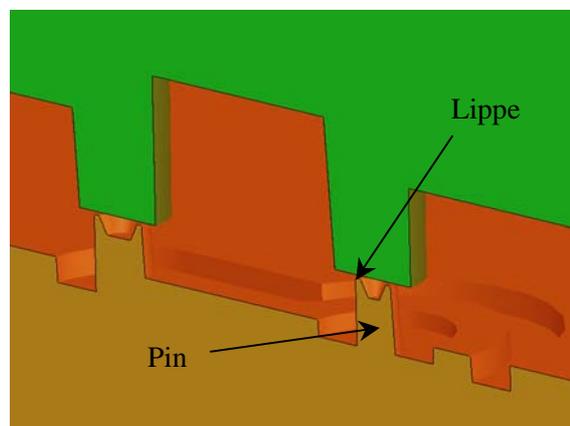


Abb.39 Detail des Prägeprozesses

Nach einem Abkühlschritt werden die beiden Formwerkzeuge voneinander getrennt und das fertige Kunststoffteil kann herausgenommen werden.

Durch eine hohe Anpresskraft während des Prägeprozesses kann die Kunststoffschicht, die beim Heißprägen zwischen den Werkzeugen verbleibt, üblicherweise Restschicht genannt, reduziert werden. Im Allgemeinen liegt sie bei etwa 100µm. Je dünner man diese Schicht machen möchte, desto höher muss die Anpresskraft gewählt werden, was zu einer übermäßigen Durchbiegung der Formwerkzeuge führen kann, wodurch beim Entformen kleine Strukturen wie beispielsweise Pins abbrechen können.

Um Durchlöcher zu prägen, wurden deshalb an den für Löcher vorgesehenen Stellen im Formwerkzeug Vertiefungen in die Pins eingefräst, so dass an den Rändern Lippen stehen blieben. Dies ist in Abb.39 in dem unteren Werkzeug zu erkennen. Das obere Werkzeug mit den größeren Pins hingegen wurde so gearbeitet, dass diese Pins um 80µm aus dem gesamten Werkzeug herausstehen. Dies ermöglicht dem Abformer nun, die Restschichtdicke von 100µm über fast die gesamte Fläche der Werkzeuge einzuhalten, wohingegen im Bereich der Löcher die Werkzeuge nur noch einen Abstand von 20µm haben. Damit erzeugt man in dem fertig abgeformten Kunststoff eine Sollbruchstelle, so dass die Restschicht mit einem geeigneten Stift entfernt werden kann, wie dies in Abb.40 zu sehen ist. Abb.41 schließlich zeigt ein Detail eines fertigen Kunststoffteils.

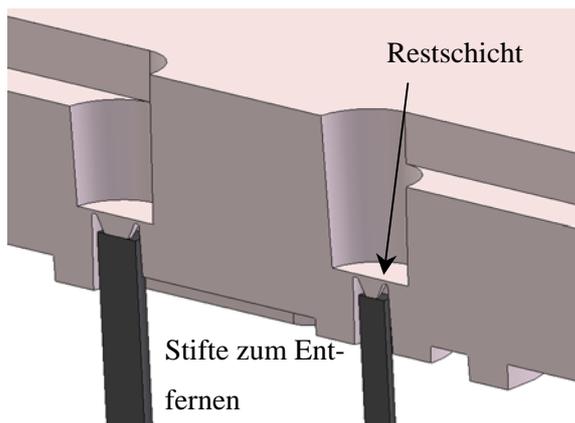


Abb.40 Entfernung der Restschicht mittels Stiften

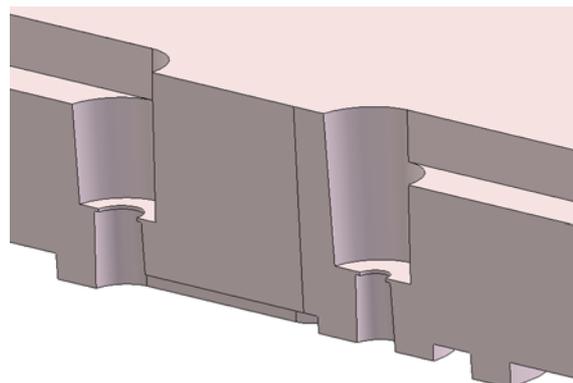


Abb.41 Detail eines abgeformten Teiles: Durchlöcher im Kunststoff

Für das Heißprägeverfahren stehen eine Vielzahl von Kunststoffen zur Verfügung. Bei dem hier beschriebenen Ventil, dem Flussensor und dem Mikrodosiersystem kommen Polysulfon, PSU, und Polymethylmethacrylat, PMMA, zum Einsatz.

Polysulfone sind amorphe Thermoplaste und sind meist transparent, [Obe98]. Dies ermöglicht eine optische Positionierung der abgeformten Kunststoffteile auf die mit Metallstrukturen versehene Polyimidmembran. PSU hat zudem eine hohe Härte und Festigkeit, zeigt ein gutes Zeitstandverhalten, hat eine Wärmeformbeständigkeit von bis zu 150°C und nimmt wenig Wasser auf. Außerdem ist PSU beständig gegen Säuren, Laugen, Benzine, Fette, Öle, Detergentien und Salzlösungen. Das macht diesen Kunststoff geeignet für mikrotechnische Anwendungen, die häufig im medizinischen oder pharmazeutischen Bereich eingesetzt werden. PSU ist nicht beständig gegen Wasser bei höheren Temperaturen, Ketone, polare organische Lösungsmittel, sowie aromatische und chlorierte Kohlenwasserstoffe.

Polymethylmethacrylate, bekannt durch den Handelsnamen Plexiglas (Röhm), sind amorphe Thermoplaste mit hoher Feuchte- und Wasseraufnahme. Sie sind glasklar mit hochwertigen optischen Eigenschaften. PMMA ist hart und steif, aber spröde. Es hat eine gute Zug-, Druck- und Biegefestigkeit bei nur geringer Verformungsfähigkeit. Weiterhin hat es einen guten Oberflächenwiderstand und eine gute elektrische Kriechstromfestigkeit. Der thermische Einsatzbereich beschränkt sich auf -40°C bis +70°C, bei manchen wärmeständigen Typen bis 100°C. PMMA ist beständig gegen aliphatische Kohlenwasserstoffe, unpolare Lösungsmittel, wässrige Säuren und Laugen, Fette und Alkohol bis 30%. Eine geringe Beständigkeit zeigt PMMA gegen polare Lösungsmittel, Alkohol über 30%, benzolhaltiges Benzin, Spiritus, Nitrolacke, Nitroverdüner, konzentrierte Säuren und bestimmte Weichmacher. Physiologisch ist PMMA für die meisten Anwendungen unbedenklich. PMMA ist im Vergleich zu PSU weniger temperaturbeständig und chemisch resistent.

3.2.3 Aufbau- und Verbindungstechnik

Wie auch in vielen anderen Systemen der Mikrotechnik, spielt die Aufbau- und Verbindungstechnik beim Entwurf des Mikrodosiersystems eine zentrale Rolle.

Wie bereits in Abschnitt 2.3.1 kurz erläutert, werden bei dem angewendeten AMANDA-Verfahren durch Spritzguss oder Heißprägen hergestellte Kunststoffgehäuse mit Epoxydharzklebstoffen auf eine strukturierte oder unstrukturierte Polyimidmembran geklebt. Die Verklebemethode, häufig "Kammerklebeverfahren" genannt, lässt sich gut als Reaktionsspritzguss verstehen, wobei der eingespritzte Stoff als verbindendes Element zwischen Gehäuse und Polyimidmembran in der Spritzkammer verbleibt.

Neben diesem Verbindungsverfahren wurden am IMT in den letzten Jahren eine Vielzahl anderer Klebetechniken untersucht. So wurde mit photovernetzbaren Klebstoffen gearbeitet, [Wul]. In [Kai00] wurde erstmals mit geschlossenen Klebstoffkammern und einer Druckmodulation gearbeitet, um das Überlaufen des Klebstoffs in die Funktionskammern zu verhindern. Neben der Methode der UV-Degradation, siehe [Tru03], wurde mit einer auf einem Wafer aufgeschleuderten Klebstoffschicht experimentiert, um nach einem Übertrag dieser Schicht auf die Stege des Kunststoffgehäuses die Kammern, in die bei der Verklebung der Klebstoff eingespritzt wird, abzudichten. Es wurde auch mit in Klebstoff getränkten Fliesen gearbeitet von denen vergleichbar mit einer Stempeltechnik der Klebstoff auf das Gehäuse übertragen wurde, [Sha].

Kammerkleben:

Vor dem Verkleben werden PVC Schläuche durch in dem Gehäuse vorgesehene Löcher gezogen, und das Gehäuse und die Membran in einer speziellen Apparatur aufeinander gepresst. Diese Apparatur ist beheizbar und verfügt über eine druckgesteuerte Dosiereinrichtung für den Klebstoff. Die folgenden Abbildungen sollen diesen Prozess verdeutlichen und auf einige Schwierigkeiten hinweisen. Abb.42 zeigt ein Kunststoffgehäuse für ein piezoelektrisches Ventil, [Rog01], das mit einem Schlauch in einer der beiden in dem Gehäuse vorgesehenen Klebstoffkammern versehen ist, auf einem Siliziumwafer mit einer Polyimidmembran, und sie zeigt, wie der Klebstoff, er ist rot dargestellt, mittels der Dosiereinrichtung in die Klebstoffkammer eingespritzt wird.

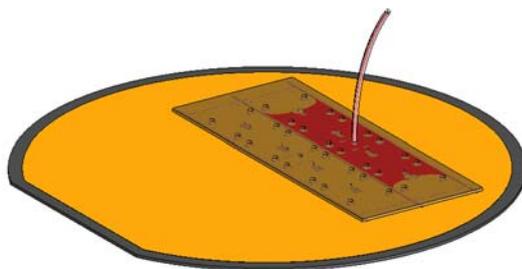


Abb.42 *Einspritzen des Klebstoffs*

Die Apparatur zum Verkleben ist nicht gezeigt. Die beiden Fügepartner, Gehäuse und PI Membran, seien aufeinander gepresst, und die Verklebetemperatur sei eingestellt. Bei dem üblicherweise verwendeten Klebstoff 353ND der Firma Polytec beträgt die Verklebetemperatur 120°C.

In dem Detailbild Abb.43 erkennt man das Fortschreiten der Klebstofffront durch die Kammer. Die Klebstoffkammer hat einen Auslauf, aus welcher der Klebstoff mehr oder weniger unkontrolliert austritt. Das Austreten des Klebstoffs hat häufig zu Beschädigungen der Gehäuse und der Verklebeapparatur geführt, weshalb nach einer Möglichkeit gesucht wurde, die Kammern mit einem definierten Auslauf für den Klebstoff zu versehen.

Ein weiteres Problem, das sich bei dem Verkleben darstellte, ist, dass Klebstoff oft in die funktionalen Bereiche des Gehäuses, also Ventilkammern oder Kanäle, eingedrungen ist.

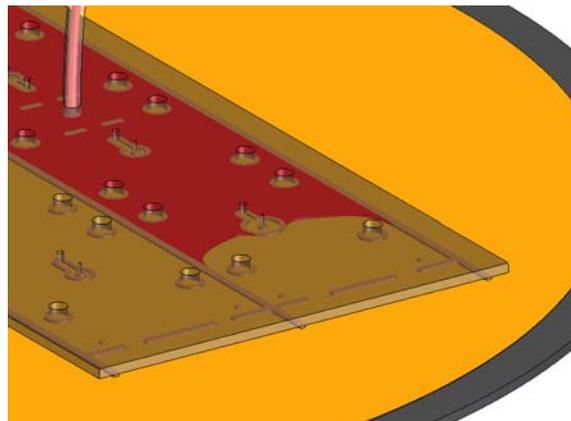


Abb.43 Detail des Einspritzvorgangs

Dies ist zu verstehen, wenn man, wie in Abschnitt 2.1.1 beschrieben, den Effekt der Kapillarität berücksichtigt. Durch die raue Oberfläche der Stege, welche die Klebstoffkammern begrenzen, ist es trotz Aufeinanderpressen der Fügepartner nicht möglich, die Klebstoffkammer und die funktionalen Bereiche vollständig voneinander zu trennen. Klebstoff kann in dem meist nur wenige Mikrometer hohen Spalt zwischen Gehäuse und Polyimidmembran kapillar hindurch kriechen. Da in diesem engen Bereich der Aushärtvorgang des Klebstoffs kürzer ist als in der relativ hohen Klebstoffkammer, weil schnelle Wärmeübertragung diesen begünstigt, kann man bei geeigneter hoher Temperatur weitgehend ein Vollaufen der funktionalen Bereiche eines Gehäuses vermeiden. Eine Verklebung etwa bei Raumtemperatur ist allerdings nur möglich, wenn ein Klebstoff mit ausgesprochen hoher Viskosität gewählt wird.

Die Rauigkeit der Stege wurde meist durch Polieren oder Abfräsen verkleinert. Dies hilft bei den meisten Entwürfen, die bei hoher Temperatur verklebt werden, das Problem des Überlaufens des Klebstoffs weitgehend zu vermeiden. Druckdicht lässt sich dadurch die Klebstoffkammer allerdings nicht machen.

Ein weiteres Problem, das sich beim heißen Verkleben ergibt, sind Blasen im Klebstoff. Diese lassen sich durch den undefinierten Auslauf des Klebstoffs und die durch die Aushärtedauer des Klebstoffs begrenzte Verklebedauer, üblicherweise wenige Minuten, nicht aus der Klebstoffkammer ausspülen, was besonders bei dem piezoelektrischen Ventil zu viel Ausschuss führte.

In diesem Abschnitt soll nun eine Variation dieser Klebetechniken dargestellt werden, die mehrere Vorteile miteinander vereint. Zunächst kann auf eine "heiße" Verklebung verzichtet werden, was einem ermöglicht, auch Kunststoffe zu verarbeiten, die nicht sehr temperaturbeständig sind. Weiterhin wird vermieden, dass Klebstoff in die funktionalen Bereiche eines Gehäuses gelangt. Eine spezielle Abdichttechnik schafft fluidische Bereiche, also zum Beispiel Ventilkammern oder Kanäle, in denen das Fluid nicht in Kontakt mit einem Epoxydharzklebstoff kommt.

In [Tru] wird ein Verfahren beschrieben, das die Degradation von Polymeren unter Einfluss von ultraviolettem Licht, UV-Licht, benutzt. Unter Degradation versteht man einen Alterungsprozess des Polymers unter Einfluss von zum Beispiel Sonnenlicht oder hohen Temperaturen. Ein Aufbrechen zum Beispiel der Hauptketten des Polymers führt zu einer Verringerung des Molekulargewichts und damit zu strukturellen Veränderungen des Kunststoffes. Diese bedeuten Veränderungen der mechanischen Eigenschaften, der Farbe (Gelbfärbung), der optischen Transparenz und des Benetzungswinkels. Thermomechanische Eigenschaften verändern sich ebenfalls. Bei einem thermoplastischen Polymer, wie PMMA, führt eine Verringerung des Molekulargewichts zu einer Verringerung der Glasübergangstemperatur.

Bei PMMA findet die Photodegradation im UV-C Licht Bereich, ungefähr bei 260nm Wellenlänge, statt. In [Tru] wird dargestellt, wie sich abhängig von der Bestrahlungsdosis die Glasübergangstemperatur verhält. Weiterhin wird beschrieben, dass die Eindringtiefe, in dem die Photodegradation im wesentlichen stattfindet, nur wenige Mikrometer beträgt.

Ein Kunststoffgehäuse, das mit Hilfe einer geeigneten Maskierung unter UV-Licht, siehe Abb.44, derart verändert wird, dass die Oberfläche der Stege, welche die Klebstoffkammern und die funktionalen Bereiche voneinander trennen, bis zu einer Tiefe von circa 5µm eine verringerte Glasübergangstemperatur erhält, siehe Abb.45, wird mit einer Polyimidmembran, die sich auf einem Siliziumwafer befindet, verpresst. Nach einem Verpressen mindestens knapp über der Glasübergangstemperatur der degradierten Schicht und einem Abkühlschritt auf Raumtemperatur kann Klebstoff, in Abb.46 rot, in die Klebstoffkammern eingespritzt werden. Bei einem UV-transparenten Gehäusematerial kann dies ein UV-Licht aushärtender Epoxydharz- oder Acrylatklebstoff sein.

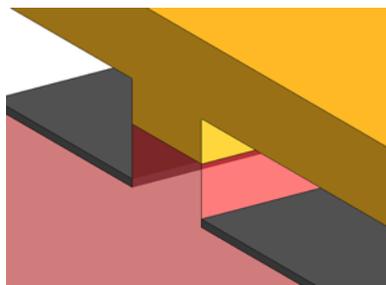


Abb.44 UV-Degradation

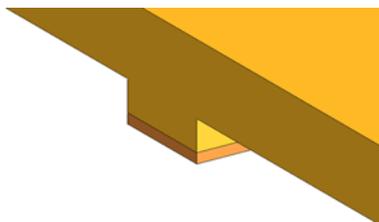


Abb.45 Degradierte Schicht

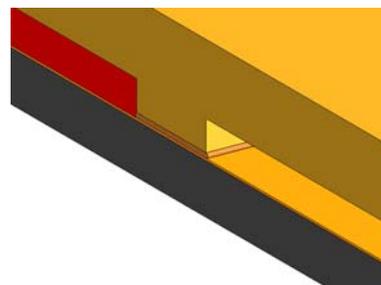


Abb.46 Verklebung

Mit dem Entwurf einer geschlossenen Klebstoffkammer ist es nun möglich, diese vor dem Verklebeschritt zu evakuieren, was dem Entstehen von Blasen entgegenwirkt und den Verklebeschritt beschleunigt.

Die folgenden Grafiken sollen diesen Verklebevorgang deutlich machen. Das Gehäuse sei mit UV-Licht degradiert worden, die Verklebeapparatur sei geschlossen, die beiden Fügepartner PI Membran und Gehäuse seien aufeinander gepresst. Nach einer Erwärmung über die Glasübergangstemperatur der degradierten Schicht sei die Apparatur wieder abgekühlt worden. In das Gehäuse sind zwei Schläuche eingezogen, einer zum Einspritzen des Klebstoffs und einer zum Evakuieren der Klebstoffkammer. In Abb.47 sieht man, wie der Klebstoff in die Kammer eingespritzt wird.

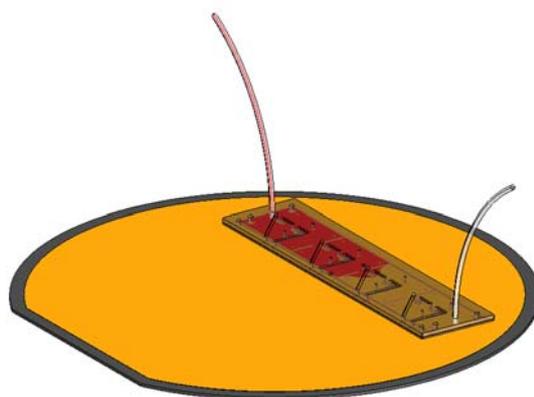


Abb.47 Einspritzen des Klebstoffs

Abb.48 zeigt detailliert den Klebstofffluss beziehungsweise den definierten Auslauf des Klebstoffs am Schlauch, der zum Evakuieren dient. Zusätzlich zu den oben erwähnten Vorteilen dieses Verfahrens ist zu nennen, dass es weitaus kompliziertere Formen der funktionalen Bereiche zulässt, denn die Klebstoffkammern müssen nicht mehr strömungsgünstig ausgelegt sein. Darunter ist zu verstehen, dass Gehäuse-Designs möglich sind, deren Kammern beispielsweise Hinterschnitte haben. Solche Formen waren mit der bisherigen Kammerklebetechnik nicht zu verkleben weil sich in derartigen Kammern Luftblasen nicht ausspülen ließen.

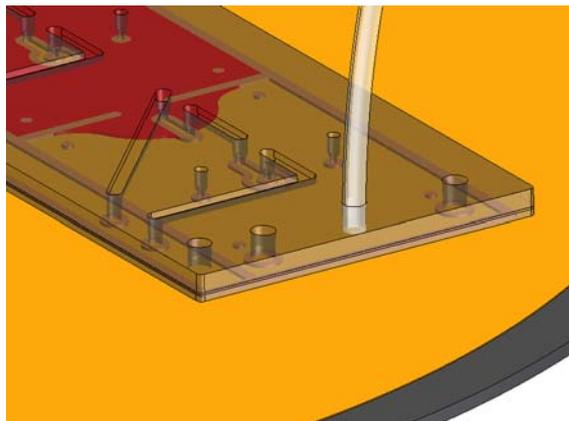


Abb.48 Auslass mit Vakuumschlauch

3.3 Materialauswahl und Erstellung eines Fertigungskonzeptes

Zum Abschluss dieses dritten Kapitels soll nun das gewonnene Fertigungskonzept für das integrierte Mikrodosiersystem beschrieben werden. Zunächst soll eine Skizze, siehe Abb.49, die grundsätzliche Funktion des Mikrodosiersystems darstellen, das in den folgenden Abbildungen mit MDS abgekürzt wird. Das piezoelektrische Ventil aus [Rog01] wird in Richtung des Gasflusses vor den Durchflusssensor aus [Dit02] platziert.

Dies erfordert ein Gehäusedesign, bei dem der Gasfluss durch Kanäle auf der "Unterseite" des Mikrodosiersystems von einer Komponente zur nächsten geführt wird. Das Wort "Unterseite" wurde in Anführungsstriche gesetzt, weil das System keine Abhängigkeit von der Lage zeigt, es in den nun folgenden Abbildungen jedoch immer in einer bestimmten Lage gezeigt wird, die diese Unterscheidung zwischen "oben" und "unten" suggeriert.

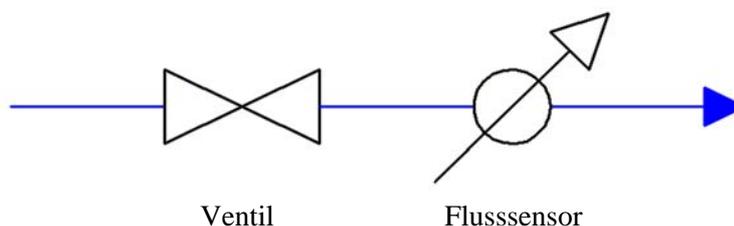


Abb.49 Skizze des MDS

Der Herstellungsprozess folgt den in den vorangegangenen Kapiteln beschriebenen Verfahrensschritten. Es wird eine Membran benötigt, auf der Durchlöcher und metallische Leiterbahnstrukturen vorhanden sind. Diese werden mit dem in Abschnitt 3.2.1 beschriebenen Lift-Off-Verfahren realisiert. In den folgenden Abbildungen ist ein Wafer mit strukturierter Polyimid-Membran gezeigt, wobei hier aus Gründen der Übersichtlichkeit auf alle Strukturen, die nicht unmittelbar zur Funktion des Mikrodosiersystems beitragen, verzichtet wurde. Der Wafer ist in zwei Felder geteilt, in denen sich jeweils vier Funktionsstrukturen für das Mikrodosiersystem befinden. Die Beschränkung auf eine verhältnismäßig kleine genutzte Fläche begründet sich dabei erstens durch das begrenzte Fenster der optischen Lithografie der Polyimidmembran und zweitens durch ein kleineres Fenster, das die Verklebeapparatur vorgibt. Bei modifizierten Apparaturen ließe sich die Ausbeute eines 4-Zoll-Wafers in etwa verdoppeln.

Die Gehäuse werden aus PMMA entsprechend der in Abschnitt 3.2.2 beschriebenen Schritte abgeformt. Das erste Gehäuse wird auf die erste Hälfte des Wafers mit Hilfe einer in der Verklebeapparatur integrierten Stereolupe anhand von Positionierhilfen auf dem Wafer positioniert.

Das erste Gehäuse wird entsprechend des in Abschnitt 3.2.3 beschriebenen Verfahrens bei Raumtemperatur mit einem unter ultraviolettem Licht aushärtenden Klebstoff mit der Membran verklebt, Abb.50. Es wird UVO-114 der Firma Polytec verwendet. Nach der Verklebung kann das Gehäuse samt Membran von dem Wafer abgehoben werden und die Goldstrennschicht, die sich zwischen PI Membran und Silizium Wafer befindet, kann entweder nasschemisch oder durch einen RIE-Ätzschritt entfernt werden. Das fertig verklebte Gehäuse wird in Abb.51 gezeigt.

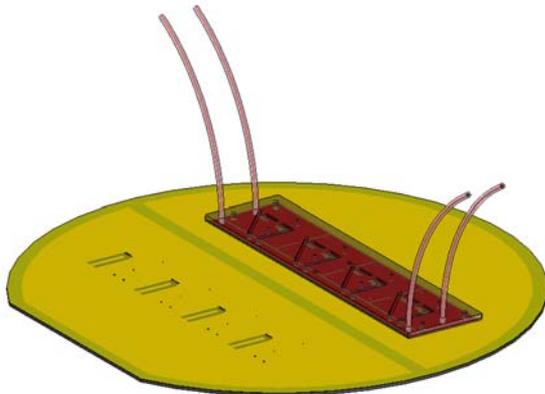


Abb.50 Erste Verklebung

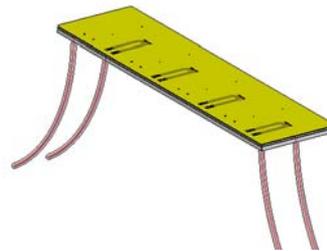


Abb.51 Erstes Gehäuses nach Entfernen vom Wafer

In der folgenden Abb.52 ist zu sehen, wie ein zweites Gehäuseteil auf das nun umgedrehte erste Gehäuse positioniert verklebt wird.

Dabei soll hier auf eine wichtige Veränderung zu dem Ventil aus [Rog01] hingewiesen werden. Die piezoelektrischen Biegeaktoren werden in dem Konzept des Mikrodosiersystems vor der zweiten Verklebung in das zweite Gehäuseteil eingesetzt. Sie lagern auf dafür vorgesehenen Stufen in dem Gehäuse und werden vor der zweiten Verklebung am Rand mit dem ersten Gehäuse ebenfalls mit Klebstoff verklebt, der unter ultraviolettem Licht aushärtet. Dies verhindert Ermüdungserscheinungen der Aktorhalterung und lässt eine gute Abdichtung der Hydraulikkammer zu.

Nach der zweiten Verklebung werden die Klebstoffschläuche entfernt, und der Nutzen mit den vier Mikrodosiersystemen kann mit einer Säge vereinzelt werden, siehe Abb.53.

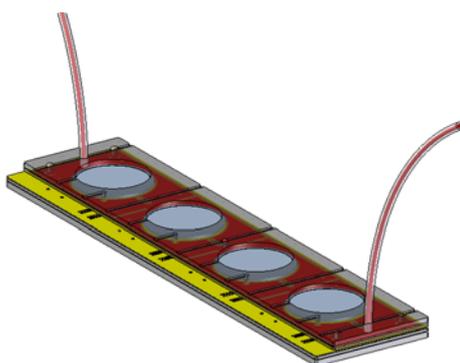


Abb.52 Zweite Verklebung

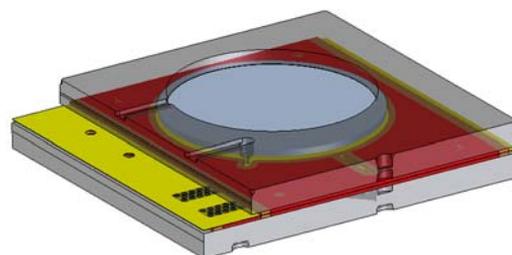


Abb.53 Ein MDS nach Vereinzelung

Nun wird das Mikrodosiersystem auf eine Platine geklebt sowie mit zwei Schläuchen und mit Hilfe zweier Kupferringe, deren Funktion in dem späteren Abschnitt 5.4.3 erläutert werden soll, für die elektrische Kontaktierung vorbereitet, siehe Abb.54.

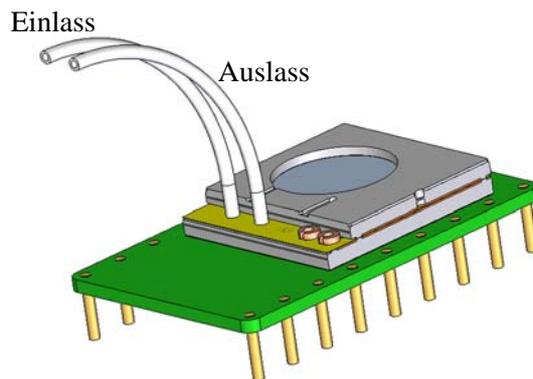


Abb.54 MDS auf Platine

In dem ersten Gehäuse sind für jede Hydraulikkammer zwei Löcher vorgesehen, in die Kupferkapillare gesteckt werden können, durch die das Hydraulikmedium in die Hydraulikkammer, blau, eingespritzt werden kann. Diese Kapillare lassen sich nach dem Befüllungsvorgang druckdicht mit Hilfe einer speziellen Zange verschließen. Abb.55 zeigt einen Schnitt durch das fertige System, um den Befüllungsvorgang mit dem Hydraulikmedium zu verdeutlichen.

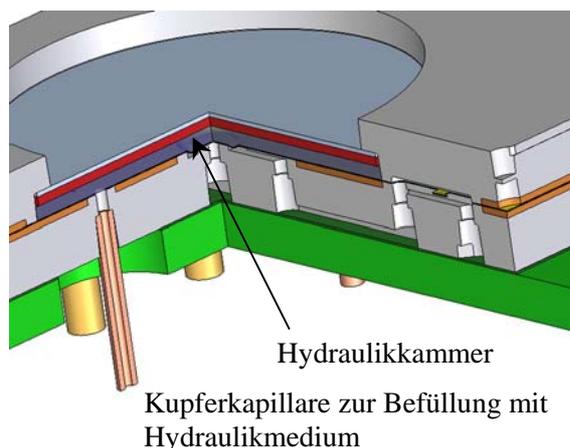


Abb.55 Detail: Befüllung mit Hydraulikmedium

In Abb.56 lässt sich die Position der Polyimidmembran in dem Mikrodosiersystem erkennen. Sie verdeutlicht die Position des Ventils und des Flusssensors in dem integrierten Mikrodosiersystem.

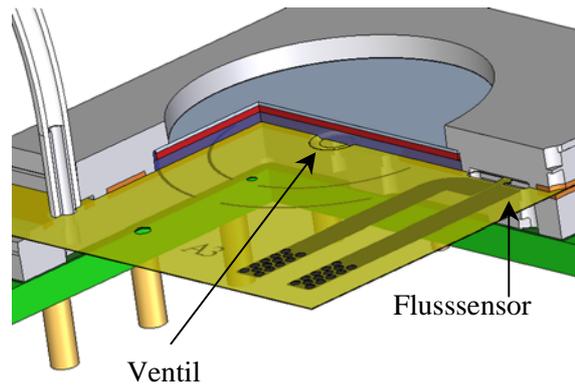


Abb.56 Detailschnitt zur Membran

In nachfolgender Liste sind alle Materialien des Mikrodosiersystems und ihr Einsatzzweck aufgelistet:

Bauteil	Material
Kunststoffgehäuse	PMMA
Membran	Polyimid
Metallische Leitebahn	Chrom/Platin oder Gold
Piezoelektrischer Aktor	PIC151 Firma Polytec
Metallscheibe	Edelstahl, Messing oder galvanisiertes Nickel
Hydraulikmedium	Silikongel Silgel 612 der Firma Wacker, Glycerin
Fluidische Kontaktierung	Edelstahl Kanülen und PVC Schläuche
Elektrische Kontaktierung	Kupferringe und Lötzinn
Elektrische Kontaktierung des Aktors	Leitkleber Epotek E4110 und 50µm Edelstahl-draht
Klebstoff zur Gehäuseverklebung	Epotek UVO114
Klebstoff zur Aktorverklebung	Epotek 353ND

Tab.3 Im Mikrodosiersystem eingesetzte Materialien

Kapitel 4 Layout und Design

Nach den Beschreibungen des Fertigungskonzeptes des Mikrodosiersystems im vorangehenden Kapitel, widmet sich dieses Kapitel nun dem Layout und Design der Bauteile.

In einem ersten Abschnitt wird das thermische Verhalten des Aktors untersucht. Es folgt eine Betrachtung des Mikrodosiersystems unter Temperaturschwankungen. Ausgehend von diesen Berechnungen können dann die Formwerkzeuge entworfen werden.

Es folgt das Design der Chrommasken für den Lift-Off-Prozess der Polyimidmembran. Dafür werden die Messstruktur des Flusssensors ausgelegt und die verschiedenen Strukturen auf der Chrommaske, das sind zum Beispiel Hilfsstrukturen, Beschriftungen oder Positionierhilfen, beschrieben.

4.1 Analytische Beschreibung des Temperaturverhaltens

Wie bereits in den Abschnitten 2.3.3, 3.1.1 und 3.1.3 beschrieben, zeigt das Ventil aus [Rog01] eine starke Empfindlichkeit gegenüber Temperaturveränderungen. Um für das Ventil und damit das Mikrodosiersystem dieses Problem zu verringern, ist in Abschnitt 3.1.2 bereits vorgeschlagen worden, das Gehäuse- beziehungsweise das Hydraulikmaterial und das Volumen der Hydraulikkammer zu variieren.

Im vorangegangenen Kapitel wurde in dem Fertigungskonzept festgelegt, dass das Gehäuse aus PMMA gefertigt werden soll. PMMA zeigt einen um ein Drittel höheren thermischen Ausdehnungskoeffizienten als PSU.

In diesem Abschnitt soll nun für den Entwurf der Formwerkzeuge eine Höhe der Hydraulikkammer bestimmt werden, die sicherstellt, dass das System in dem geforderten Temperaturbereich bis 60°C arbeitsfähig ist. Zu beachten ist hierbei, dass die Kammerhöhe, wie in [Rog01] dargestellt, nicht unter einem kritischen Wert von circa 250µm sein sollte, denn eine zu niedrige Hydraulikkammer und damit eine sehr dünne Schicht des Hydraulikmediums, in [Rog01] das Silikongel Silgel 612 der Firma Wacker, führt dazu, dass sehr viel Kraft des Aktors rein zur Deformation benötigt wird. Bei einem flüssigen Hydraulikmedium, wie etwa Glycerin, das zudem einen kleineren thermischen Ausdehnungskoeffizienten als das Silikongel hat, ist die Deformationskraft deutlich kleiner, und die Kammerhöhe kann kleiner als 250µm sein. Zu den Materialeigenschaften des Silikongels siehe [Wac], und von Glycerin siehe [Lan98].

4.1.1 Thermisches Verhalten des Aktors

Im folgenden soll ein Aktor betrachtet werden, der aus einer piezoelektrisch aktiven Keramikscheibe und einer piezoelektrisch inaktiven Metallscheibe besteht. Als Metall soll entweder Edelstahl oder Messing verwendet werden. Sei d_p die Dicke der piezoelektrisch aktiven Scheibe. Für die jeweiligen Elastizitätsmoduln werden die Bezeichnungen E_p und E_{np} der piezoelektrischen beziehungsweise nichtpiezoelektrischen Schicht eingeführt. Die Klebstoffschicht zwischen den Scheiben wird als besonders dünn und deshalb als in dieser Theorie vernachlässigbar angesehen. Es wird angenommen, dass eine perfekte Verklebung der beiden Scheiben erreicht wurde. Beim Anlegen eines elektrischen Feldes U senkrecht zur Aktorscheibe wird, wie bereits in Abschnitt 2.2.2 gesagt, eine laterale Dehnung $d_{31}U$ in der piezoelektrischen Schicht erzeugt, wodurch sich der Aktor wölbt.

Es wird weiterhin angenommen, dass der Aktor momentfrei am Rand gelagert wird. Hierdurch entspricht die Wölbung des Aktors der Form eines Kugelschalenabschnitts mit Radius r . In [Xia99] findet sich eine Berechnung zu der maximalen Auslenkung $f_{\max, Piezo}$ der Aktorscheibe in Abhängigkeit der Dicken der piezoelektrischen und metallischen Scheiben.

$$(23) \quad f_{\max, Piezo}(x) = 3R_A^2 \frac{1}{d_p} \frac{E_p E_{np} x(1+x)}{E_p^2 + E_{np}^2 x^4 + 2E_p E_{np} x(2+2x^2+3x)} d_{31} U(1-\nu),$$

wobei R_A der Aktorradius und $\nu=0,3$ die Poissonzahl der piezoelektrischen und nichtpiezoelektrischen Schicht sind. Das Verhältnis der Dicke der nicht piezoelektrischen zu der Dicke der piezoelekt-

rischen Scheibe sei mit x bezeichnet. Diese Funktion hat für Messing, mit $E_{np}=102,5\text{GPa}$, [Goo], den in Abb.57 gezeigten Verlauf. Ihr Maximum liegt bei etwa 0,5. Somit kann festgehalten werden, dass für Messing als piezoelektrisch inaktive Scheibe eine maximale Auslenkung des Aktors bei einer Scheibendicke von $100\mu\text{m}$ zu erwarten ist, denn die piezoelektrische Scheibe ist $200\mu\text{m}$ dick. Die maximal zulässige Feldstärke für den Betrieb des Aktors ist $U=200\text{V}$. Damit ergibt sich aus Abb.57 bei Messing für $x=0,5$ eine maximal zu erwartende piezoelektrische Auslenkung des Aktors von:

$$(24) \quad f_{\max, \text{Piezo}}(0,5) = 8,7 \mu\text{m}$$

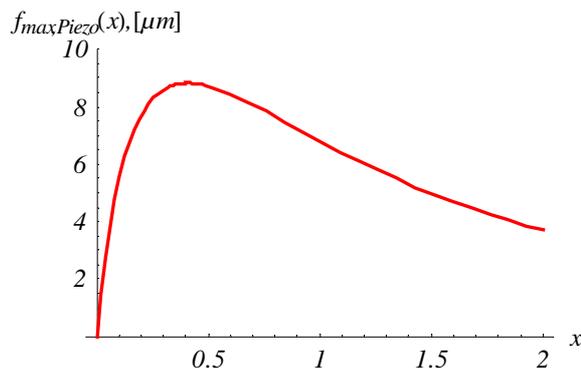


Abb.57 Maximale Auslenkung in der Mitte einer kreisförmigen Aktorscheibe in Abhängigkeit des Verhältnisses x der Dicken der Scheiben

Die grundlegenden Charakteristika piezoelektrischer Materialien, die es erlauben sie in Sensoren und Aktoren einzusetzen, sind der direkte piezoelektrische Effekt, der inverse piezoelektrische Effekt und der pyroelektrische Effekt. Beim direkten piezoelektrischen Effekt löst eine mechanische Belastung eine elektrische Antwort aus. Durch die Messung dieser Spannung kann die Deformation des Materials beobachtet werden, was zu sensortechnischen Anwendungen führt. Beim inversen piezoelektrischen Effekt hingegen zeigt das piezoelektrische Material in einem elektrischen Feld eine mechanische Deformation, womit sich aktorische Anwendungen erzielen lassen. Die dritte charakteristische Eigenschaft piezoelektrischer Materialien wird pyroelektrischer Effekt genannt. Ein piezoelektrisches Material reagiert auf eine Temperaturänderung mit einer elektrischen Antwort, was den direkten und inversen piezoelektrischen Effekt gleichermaßen beeinflusst. Weiterhin führt eine aktorische Anwendung des piezoelektrischen Materials zu einer Eigenerwärmung, was den pyroelektrischen und damit die piezoelektrischen Effekte berührt. In [Lee01] ist ein umfangreicher Überblick über die zu diesem Thema angefertigten analytischen und numerischen Arbeiten gegeben.

Trotz der mannigfachen Verknüpfungen der Effekte, die in einem piezoelektrischen Material zu beobachten sind, soll im folgenden nur eine ausgesprochen einfache Betrachtungsweise, die ausschließlich den inversen piezoelektrischen Effekt und die thermisch mechanische Dehnung der Aktorscheibe berücksichtigt, herangezogen werden, denn die Effekte sind so klein, beziehungsweise nur in Temperaturbereichen relevant, die für das Mikrodosiersystem unwichtig sind, dass sie bei der hier verfolgten Anwendung keinen signifikanten Beitrag zeigen.

Im folgenden wird der Aktor zunächst getrennt von seinen piezoelektrischen Eigenschaften als thermischer Bimorph betrachtet.

Seien α_p und α_{np} die linearen Ausdehnungskoeffizienten des piezoelektrischen beziehungsweise nicht piezoelektrischen Materials. Die Berechnung für die maximale piezoelektrische Auslenkung kann für eine thermische Belastung des Bimaterials analog wiederholt werden. Dies führt dann zu einer Funktion

$$(25) \quad f_{\max, \text{Temp}}(\Delta T) = -\frac{R_A^2}{2} \frac{E_p E_{np} x(1+x)}{E_p^2 + E_{np}^2 x^4 + E_p E_{np} x(2+2x^2+3x)} (\alpha_p - \alpha_{np})(1-\nu) \frac{\Delta T}{d_p},$$

welche die maximale thermisch begründete Auslenkung des Aktors beschreibt. Dabei muss vorausgesetzt werden, dass der Aktor bei der Referenztemperatur, meist Raumtemperatur, verklebt wurde, also plan ist.

Lassen sich thermische und piezoelektrische Auslenkung addieren, so erhält man eine maximal zu erwartende Auslenkung bei 200V und einer Temperaturschwankung um Raumtemperatur, die in folgender Grafik Abb.58 dargestellt ist.

Diese Funktion sei im folgenden mit $s(\Delta T)$ bezeichnet:

$$(26) \quad s(\Delta T) = f_{\max, Piezo}(0,5) + f_{\max, Temp}(\Delta T)$$

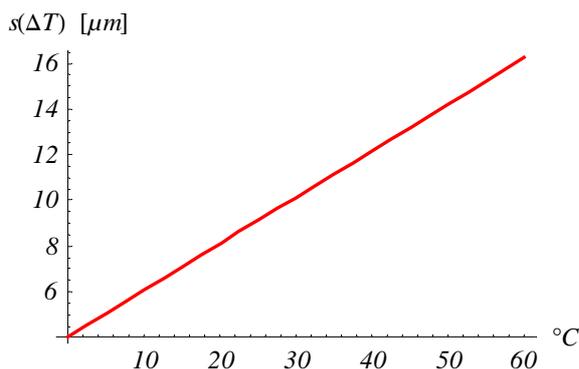


Abb.58 Maximale Auslenkung bei 200V und unter Temperatureinfluss

Die angenommene Summierbarkeit von piezoelektrischer und thermischer Auslenkung ist nach [Lee01] nur näherungsweise korrekt. Diese ungefähre Annahme reicht aber hier für das Layout des Mikrodosiersystems aus.

4.1.2 Thermisches Verhalten des Mikrodosiersystems

Für die Betrachtung des thermischen Verhaltens des Mikrodosiersystems ist der Durchflusssensor irrelevant. Er ist unempfindlich gegenüber Temperaturschwankungen. Es soll deswegen hier nur das Ventil betrachtet werden.

Die Übersetzungskammer wird in einem einfachen Modell als zylinderförmiges Volumen mit Radius R_K und Höhe h_K angenommen, das starre Seitenwände und Boden und einen biegeweichen Deckel hat, der das Verhalten einer elastischen, am Rand gehaltenen Kreisscheibe mit Radius R_A hat. Das Hydraulikumedium füllt die Kammer vollständig aus. Die Kammer ist bis auf die Oberseite umgeben von dem Gehäusematerial. Als Piezobieger wird eine Scheibe verwendet, die aus einer 200 μm dicken PZT Scheibe und einer Messingscheibe der Dicke 100 μm zusammengesetzt ist. Die Gesamtdicke des Aktors wird mit D_A bezeichnet. Das Übersetzungsmedium wird mit einem Druck p eingespritzt. Dies führt zu einer Wölbung der Aktorscheibe, sie sei mit $w(p)$ bezeichnet. Es sei V_K das Volumen der Hydraulikkammer bei unausgelenktem Bieger.

$$(27) \quad V_K(h_K) = \pi R_K^2 h_K$$

Zur Berechnung der Deformation des Aktors unter dem Druck des eingespritzten Hydraulikumediums und der Deformation begründet durch die unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten des Hydraulikumediums und des Gehäusematerials wird die Plattentheorie herangezogen, siehe [Gir54]. Diese beschreibt unter anderem das elastische Verhalten dünner Platten im Bereich kleiner Auslenkungen unter Flächenlast. In [Dub90] findet man die Gleichung zur Berechnung der Durchbiegung $w(r, \Delta p)$ von frei gelagerten Kreisplatten mit Radius R_A , Elastizitätsmodul E und Dicke D_A unter gleichmäßig verteilter Flächenlast Δp .

$$(28) \quad w(r, \Delta p) = \frac{(R_A^2 - r^2) \cdot \Delta p}{64N} \cdot \left(\frac{5 + \nu}{1 + \nu} \cdot R_A^2 - r^2 \right),$$

wobei mit N die sogenannte Plattensteifigkeit bezeichnet wird, die folgendermaßen definiert ist:

$$(29) \quad N = \frac{E \cdot D_A^3}{12(1 - \nu^2)}$$

Bei den Berechnungen zur Aktorauslenkung wurde immer nur der Ort der größten Durchbiegung berücksichtigt. Dies ist auch hier ausreichend. Man kann also $r=0$ setzen und Gleichung (28) vereinfachen:

$$(30) \quad w(\Delta p) = \frac{R_A^4 \cdot \Delta p}{64N} \cdot \frac{5 + \nu}{1 + \nu}$$

Unter kleinen Auslenkungen versteht man üblicherweise das 0,2 bis 0,3 fache der Plattendicke.

Für das Volumen $V(r, s)$ eines Kugelsegments mit Radius r und Höhe s gilt:

$$(31) \quad V(r, s) = \frac{1}{3} \pi s^2 \left(3 \frac{r^2 + s^2}{2s} - s \right) = \frac{1}{2} \pi (sr^2 - s^3) \approx \frac{1}{2} \pi sr^2$$

Die Vereinfachung im letzten Schritt lässt sich machen, wenn s klein ist.

Mit der Gleichung (31) kann man nun das Volumen, es sei mit V_p bezeichnet, unter dem Aktor berechnen, das durch die Deformation begründet durch das Einspritzen des Hydraulikmediums entsteht:

$$(32) \quad V_p(\Delta p) = \frac{1}{2} \pi R_A^2 w(\Delta p)$$

Nach dem Einspritzen hat man also ein Gesamtvolumen an Hydraulikmedium von:

$$(33) \quad V(h_K, \Delta p) = V_K(h_K) + V_p(\Delta p)$$

Bei einer Temperaturveränderung um ΔT verändert das Hydraulikmedium sein Volumen mit einem anderen thermischen Ausdehnungskoeffizienten als das Gehäusematerial. Beide haben bei Raumtemperatur das selbe Volumen $V(h_K, \Delta p)$. Die unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten begründen eine Deformation des Aktors um das Differenzvolumen. Es sei mit V_T bezeichnet:

$$(34) \quad V_T(h_K, \Delta p, \Delta T) = 3 V(h_K, \Delta p) \Delta T (\alpha_H - \alpha_G),$$

wobei α_H und α_G für die thermischen Ausdehnungskoeffizienten des Hydraulikmediums beziehungsweise des Gehäusematerials stehen.

Auch an dieser Stelle sei darauf hingewiesen, dass diese Berechnung nur näherungsweise korrekt ist, denn die Hydraulikkammer ist nach oben nicht mit dem Gehäusematerial begrenzt, sondern durch die Aktorscheibe.

Löst man Gleichung (31) nach der Höhe s des Kugelsegments auf, so kann man eine Funktion ableiten, welche die Wölbung des Aktors begründet durch die unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten der Materialien beschreibt. Sie sei mit a bezeichnet.

$$(35) \quad a(h_K, \Delta p, \Delta T) = 2 \frac{V_T(h_K, \Delta p, \Delta T)}{\pi R_K^2}$$

Nun fehlt noch zu untersuchen, für welche Höhe h_K der Hydraulikkammer diese Wölbung a immer kleiner ist als die Wölbung s , die in Gleichung (26) als die Summe von maximal piezoelektrischer und thermischer Wölbung des Aktors definiert wurde. Denn überschreitet a diese maximal mögliche Wölbung s , so kann das Ventil nicht betrieben werden:

$$(36) \quad a(h_K, \Delta p, \Delta T) < s(\Delta T)$$

Es ist für die Betrachtung dieser Ungleichung sinnvoll, die linke von der rechten Seite abzuziehen:

$$(37) \quad g(h_K, \Delta p, \Delta T) = s(\Delta T) - a(h_K, \Delta p, \Delta T)$$

Die folgende Abb.59 zeigt für drei Höhen der Hydraulikkammer, 200 μm , 300 μm und 600 μm diese Funktion g . Die Abbildung ist so zu verstehen:

Ist a größer als s , so ist die Ungleichung (36) nicht mehr erfüllt, beziehungsweise g aus Gleichung (37) wird zu Null. Es ist in Abb.59 deutlich zu erkennen, dass für eine Höhe von 600 μm der Hydraulikkammer nach dieser recht einfachen Rechnung zu erwarten ist, dass ab einer Temperatur von circa 40 $^{\circ}\text{C}$ die Wölbung hervorgerufen durch die unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten der Materialien zu einem Verschließen des Ventils führt. Bei einer Höhe von 300 μm oder 200 μm kann man durch Anlegen einer Spannung bis 200V in einem Temperaturbereich bis 60 $^{\circ}\text{C}$ immer erreichen, dass das Ventil öffnet, wenn auch mit in höhere Spannungen verschobener Öffnungsspannung und mit geringerem Maximaldurchfluss.

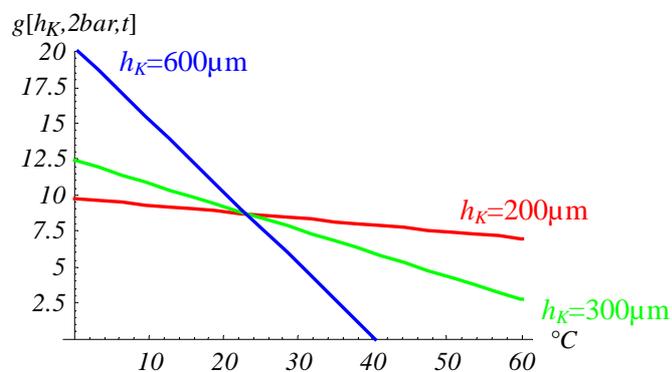


Abb.59 Funktionsbereich des MDS in Abhängigkeit von der Höhe der Übersetzungskammer und der Temperatur. Die Nullstelle der Geraden kennzeichnet die Grenze des Einsatzbereichs

4.2 Layout der Abformwerkzeuge

Formwerkzeuge für das Heißprägeverfahren lassen sich auf verschiedene Arten herstellen. Beispielsweise durch mikromechanische Techniken, durch Laserbearbeitung oder galvanisch im Rahmen der LIGA-Technik. Mikromechanische Formeinsätze werden durch Drehen, Bohren oder Fräsen also durch spanende Bearbeitung mit Hilfe von Hartmetall- oder Diamantwerkzeugen aus einem Metallrohling beispielsweise aus Messing, Aluminium oder Stahl herausgearbeitet.

In Abb.60 ist ein solcher Diamantfräser mit einem Spitzendurchmesser von $50\mu\text{m}$ und einer ungefähren Seitenschräge von 2° gezeigt. Entsprechend der kleinsten Fräser ergibt sich bei mikromechanischen Formwerkzeugen ein Aspektverhältnis von maximal 10, und kleinste Abmessungen in der Tiefenbearbeitung von circa $50\mu\text{m}$. Kleinste erhabene Strukturen in einem Formeinsatz können mit circa $5\mu\text{m}$ deutlich kleiner sein. Sie sind begrenzt durch die horizontale Genauigkeit der eingesetzten CNC-Maschinen und die Seitenschräge der Fräser. Großer Vorteil der mikromechanischen Bearbeitung ist die Möglichkeit mehrfach gestufte Formeinsätze zu erzeugen. Auch Schrägen oder sphärische Formen sind realisierbar. Nachteil der mikrotechnischen Bearbeitung mit Fräsern sind die Fräsriefen in den Strukturen, wie sie in Abb.61 am Beispiel eines Ventilsitzes gezeigt werden. Diese Riefen, die in das abgeformte Kunststoffteil übertragen werden, lassen sich nur durch Polieren oder Abfräsen der abgeformten Teile beseitigen.

Mit Laserbearbeitung lassen sich Formeinsätze beispielsweise aus den Materialien Stahl, Silizium oder Wolframkarbid herstellen. Die Lasertechnologie bietet neben trennenden Anwendungen wie dem Schneiden oder Bohren auch die Möglichkeit zu fügen, also zu schweißen. Man kann ein Aspektverhältnis von maximal 10 erreichen.

Die kleinsten Abmessungen liegen bei etwa $40\mu\text{m}$. Es zeigen sich Oberflächen- und Randveränderungen in Form von Oxiden und Schlacken. Mit dem verhältnismäßig schnellen Laserstrukturieren lassen sich mehrstufige Formeinsätze mit Auswerferschrägen auf einem relativ großen Bereich von circa $150 \times 150\text{mm}^2$ herstellen.

Galvanisch in Nickel oder Nickellegierungen erzeugte Formwerkzeuge im LIGA-Prozess, also durch röntgenlithografische Resiststrukturierung, zeichnen sich durch ein Aspektverhältnis von maximal 50 aus. Die kleinsten Abmessungen betragen $0,2\mu\text{m}$. Es wurden bisher ein- und zweistufige Formeinsätze realisiert. Es ergeben sich Seitenwände mit einer sehr geringen für optische Anwendungen geeigneten Rauigkeit und einer Höhe von über 1mm.

Durch lithografische Strukturierung beispielsweise von UV-empfindlichen Resistsystemen lassen sich galvanisch abgeschiedene Formwerkzeuge mit einem Aspektverhältnis von etwa 5 und einer Höhe von circa $100\mu\text{m}$ erzeugen. Allerdings sind deutlich größere Flächen strukturierbar als mit dem LIGA-Verfahren.

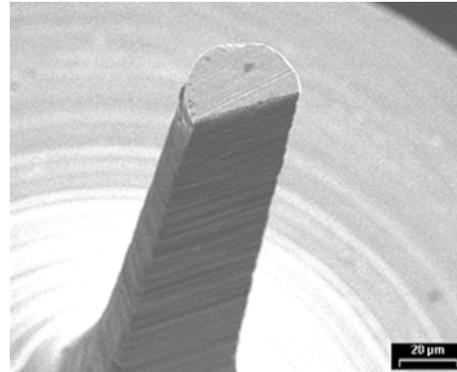


Abb.60 *Diamantfräser mit einem Spitzendurchmesser von $50\mu\text{m}$ und einer ungefähren Seitenschräge von 2°*



Abb.61 *Rauigkeit eines mikromechanisch hergestellten Ventilsitzes*

Für das hier entwickelte Mikrodosiersystem wurden mikromechanisch hergestellte Formwerkzeuge entworfen, denn es bestand der Bedarf an tiefen, mehrfach gestuften Strukturen, mit relativ zur etwas teureren LIGA-Technik geringeren Genauigkeiten.

Nach der Bestimmung der Höhe der Hydraulikkammer, wie sie in Abschnitt 4.1.2 durchgeführt wurde, können nun die Formwerkzeuge für das Heißprägeverfahren entworfen werden. Sie werden aus einem Messingrohling gefertigt. Auf den Werkzeugen können zwei Formnester platziert werden. Die Formwerkzeuge werden so entworfen, dass bei einem Prägeschritt aus einem Kunststoffhalbzeug beide Gehäusehälften entstehen. Die Gehäuse sollten so entworfen werden, dass die Formnester gleich tief sind.

4.2.1 Werkzeug 1

Das erste Werkzeug, siehe Abb.62, beinhaltet die Funktionsstrukturen, also Ventilsitz und Flusssensor, siehe Abb.63. Wie in Abschnitt 3.2.2 beschrieben, werden die Pins auf dem Werkzeug, die beim Heißprägen Löcher erzeugen sollen, mit einer Lippe versehen. Außerdem beinhaltet dieses Werkzeug die Strukturen für die Stege für das Kammerklebeverfahren und die Hydraulikkammern.

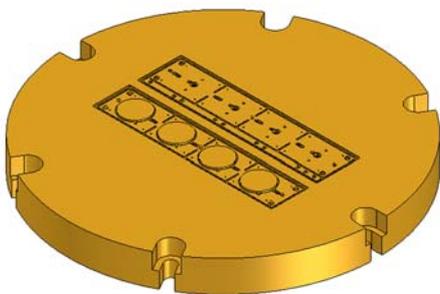


Abb.62 Formwerkzeug 1



Abb.63 Detail Flusssensor und Ventilsitz

4.2.2 Werkzeug 2

Das zweite Werkzeug, siehe Abb.64, beinhaltet Zuführungskanäle für das Fluid und Führungen für Drähte zur Kontaktierung des Aktors. Zu beachten ist bei diesem Werkzeug, dass aus dem gesamten Werkzeug Inseln um $80\mu\text{m}$ herausstehen. Diese finden sich an den Stellen, an denen Durchlöcher geprägt werden sollen, siehe Abschnitt 3.2.2.

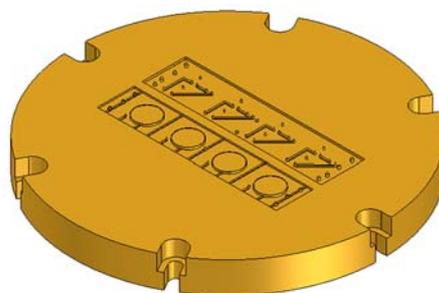


Abb.64 Formwerkzeug 2

4.3 Layout der Chrommasken

Die Strukturierung der Polyimidschichten der Membran und des Lacks für den Lift-Off-Prozess wurde mittels optischer Lithografie durchgeführt. Dazu wurden geeignete Masken benötigt. Dies sind üblicherweise Quarzglasplatten der Abmessung 10cm x 10cm, auf denen eine Chromschicht mit Hilfe der Elektronenstrahlschreiberlithografie entsprechend den Anforderungen strukturiert wird.

Die Membran des Mikrodosiersystems ist dreischichtig aufgebaut. Zwei Schichten Polyimid umschließen eine metallische Dünnschicht. Entsprechend werden drei Masken benötigt, die im folgenden erläutert werden sollen. Sie werden entsprechend der Reihenfolge bei der Herstellung, siehe Abschnitt 3.2.1, mit Maske A, B und C bezeichnet.

Grundsätzlich ist bei allen Abbildungen zu beachten, dass sie eine Draufsicht auf die Maske zeigen, bei der die Glasplatte unten liegt. Bei der optischen Lithografie müssen sich dann allerdings das Chrom und das Polyimid möglichst nah sein, die Maske wird umgedreht. Dies entspricht einer Spiegelung. Aus diesem Grund erscheinen alle hier abgebildeten Masken seitenverkehrt.

4.3.1 Maske A

Diese erste Maske wird zur Strukturierung der ersten Polyimidschicht benötigt.

Der verwendete Polyimidresist Durimide™ 7505 ist ein Negativresist, siehe dazu auch 5.1.1. Das bedeutet, dass an den Stellen im unvernnetzten Polyimid nach der Belichtung mit ultraviolettem Licht Material verbleibt, an denen Licht auf das Polyimid getroffen ist. Also müssen an den Stellen, an denen in der Membran später Löcher verbleiben sollen, Chrompunkte vorgesehen werden.

Funktionale Strukturen

Die Maske bestand aus zwei Feldern, um auf dem Wafer zwei Felder mit Funktionsstrukturen zu erzeugen, wie dies schon in Abschnitt 3.3 erwähnt wurde. In Abb.65 ist eine Gesamtansicht der Maske A zu sehen.

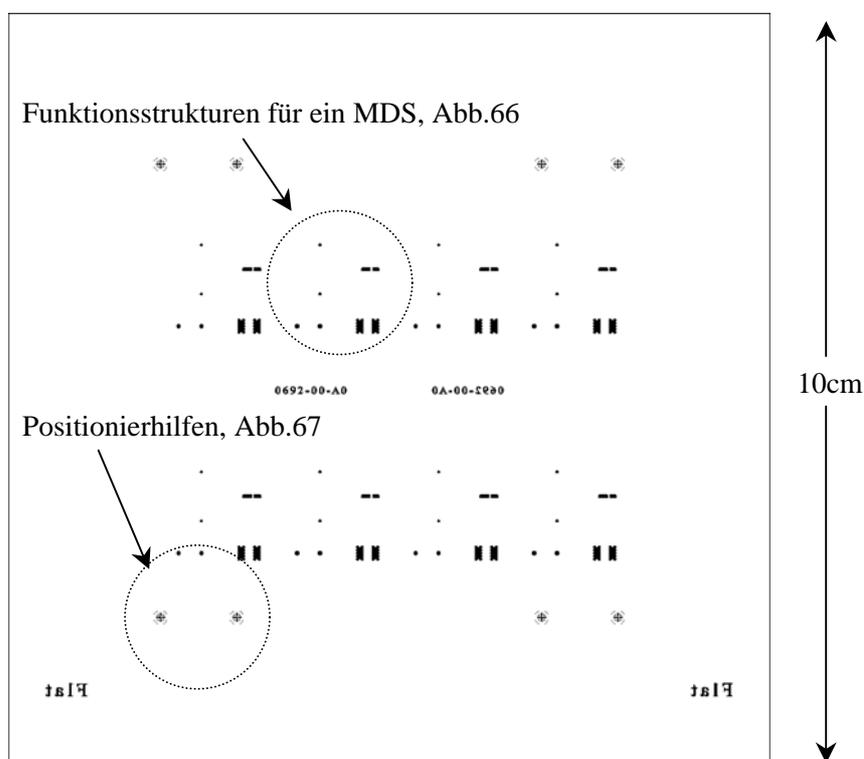


Abb.65 Chrommaske A Gesamtansicht

In den folgenden Grafiken sollen einige Details der Maske beschrieben werden.

Da in den Gehäuseteilen jeweils vier Mikrodosiersysteme in einem Nutzen vorgesehen sind, finden sich in jeder Hälfte der Chrommaske vier identische Strukturen. Eine Chromstruktur zur Erzeugung der Zungenstruktur des Flusssensors ist in nebenstehender Abb.66 zu sehen. Die Zunge hat eine Breite von $77\mu\text{m}$. Die Kanalbreite beträgt $400\mu\text{m}$.



Abb.66 Chrommaske A: Detail

Hilfsstrukturen für die optische Lithografie

Zur Positionierung der Maske B auf die fertig entwickelte Polyimidschicht A wurden neue Positionierhilfen entwickelt. Der Bedarf dafür bestand, denn die üblicherweise benutzten Positionierhilfen waren derart entworfen, dass die Polyimidschicht A an den Stellen der Positionierkreuze einriss. Dies konnte verhindert werden, indem in der Schicht A ein Kreuz aus Löchern geformt wurde, für welches das zugehörige Maskendetail in Abb.67 gezeigt wird. Zu beachten ist, dass jedes dieser acht Positionierkreuze, vier für Maske B und vier für Maske C, eine andere Form hat, um Verdrehungen der Masken zueinander zu vermeiden. Dieses Positionierkreuz wird ein weiteres Mal in Abb.72 zu sehen sein, um zu verdeutlichen, wie die Maske B dazu ausgerichtet wurde.

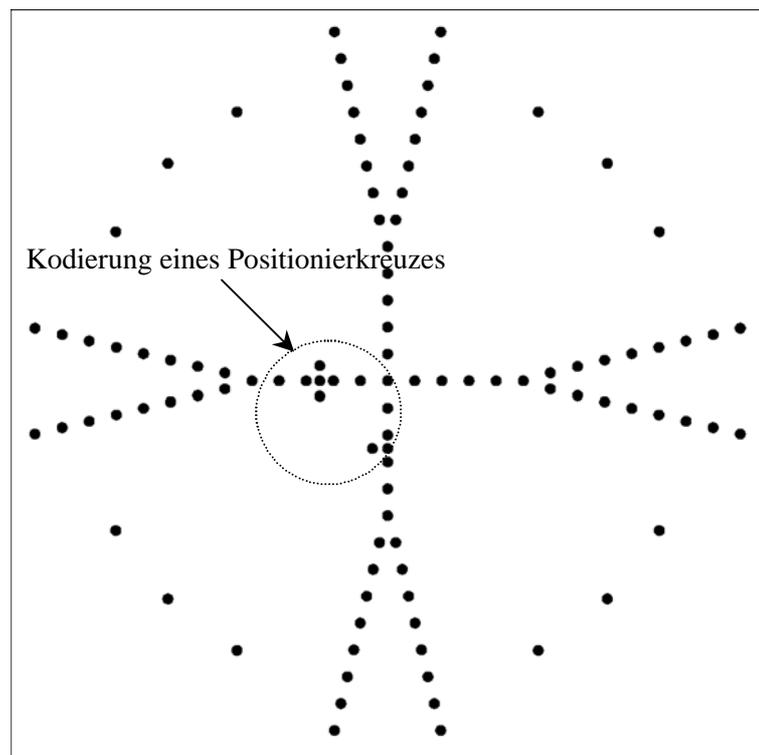


Abb.67 Chrommaske A: Detail Positionierhilfe

Weitere Hilfsstrukturen und Beschriftungen

Neben den Funktionsstrukturen für die Kanalgeometrie und die Zunge wurden in der Maske A weitere Strukturen eingefügt, wie man sie in Abb.68 erkennen kann. Einmal war dies eine Nummerierung, die doppelt und gespiegelt vorhanden war.

Zum anderen wurden Kontaktpads als weitere Strukturen vorgesehen. Diese Löcher in der Schicht A werden für die elektrische Kontaktierung des Flussensors benötigt. Vergewenwärtigt man sich noch einmal die Fertigungsschritte für ein Mikrodosiersystem, wie sie in Abschnitt 3.3 beschrieben wurden, so erkennt man, dass Löcher in der Schicht A bei dem Aufdampfen der metallischen Schicht mit diesem Metall gefüllt werden.

Nach dem ersten Verklebeschritt wird das Gehäuse von dem Wafer abgehoben und umgedreht, was dazu führt, dass die Kontaktpads nun auf der Oberseite sind, und das in dem noch folgenden Abschnitt 5.4.3 beschriebene Kontaktierungsverfahren durchgeführt werden kann.

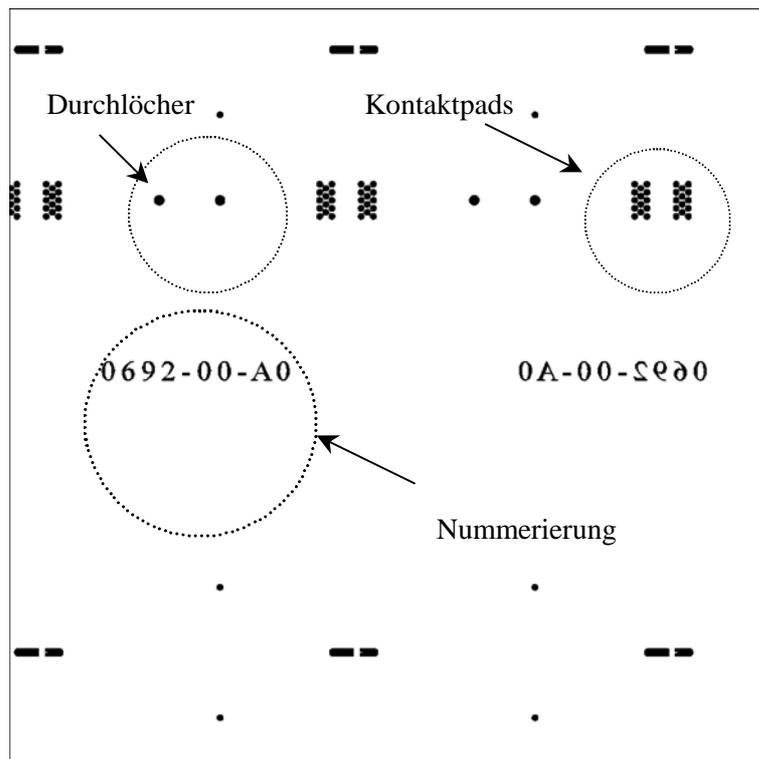


Abb.68 Chrommaske A: Kontaktflächen, Durchlöcher und Beschriftung

4.3.2 Maske B

Für die Erstellung der Metallstruktur der Membran wurde eine Maske benötigt, wie sie in Abb.69 gezeigt wird, siehe dazu auch Kapitel 3.2.1. Die Maske B hat wie Maske A zwei Felder, in denen je vier Funktionsstrukturen für ein Mikrodosiersystem vorgesehen sind. Weiterhin sind Hilfsstrukturen für das Lift-Off-Verfahren vorgesehen, Positionierhilfen und Teststrukturen, die mit den Funktionsstrukturen identisch sind, im Mikrodosiersystem selbst aber keine Verwendung finden. Sie dienen zur Überprüfung der Metallschicht vor der Verklebung. In der dritten Maske C wurden an den Stellen der Teststrukturen Chromflächen vorgesehen, damit der Widerstand der Leiterbahn direkt auf dem Wafer gemessen werden konnte.

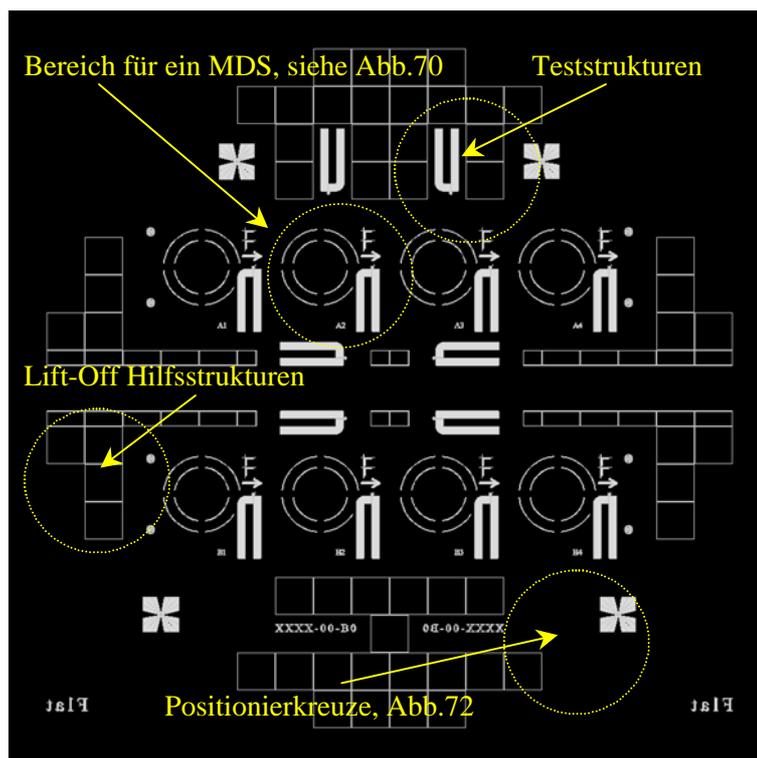


Abb.69 Chrommaske B

Funktionale Strukturen

Als funktionale Strukturen werden die Leiterbahnen für den Flusssensor bezeichnet. Eine solche Struktur ist in nebenstehender Abb.70 zu sehen. Um sie herum sind weitere Strukturen gruppiert, die zur Funktionalität nicht direkt beitragen. Ein Pfeil gibt die Flussrichtung an, und ist so groß dimensioniert, dass man ihn durch das Gehäuse eines fertigen Mikrodosiersystems erkennen kann. Links neben der breiten Zuführung zu der Flusssensormessstruktur ist eine Nummerierung angebracht. Die beiden Hälften der Maske wurden mit A beziehungsweise B bezeichnet, und die einzelnen Systeme mit 1 bis 4 durchnummeriert. Zusätzlich sind Kreisformen zu sehen, die bei der Positionierung der zweiten Verklebung helfen.

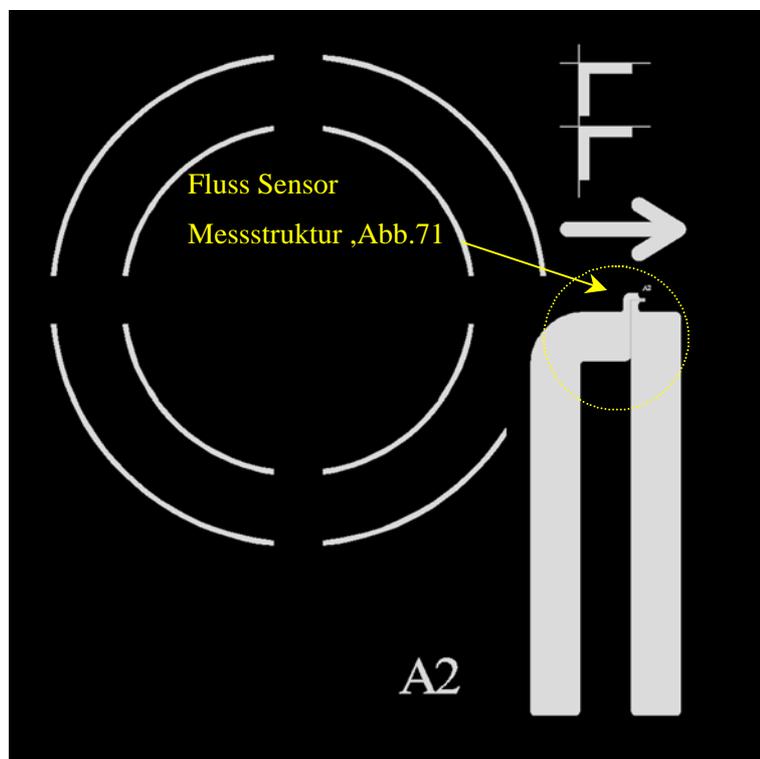


Abb.70 Chrommaske B: Detail

Im Bereich der Messstruktur des Flusssensors ist die gleiche Nummer in der Maske vorgesehen, wie auch neben der elektrischen Zuleitung, damit bei einer mikroskopischen Untersuchung der Struktur die Zuordnung eindeutig ist.

Die Messstruktur für den Flusssensor soll im folgenden genauer beschrieben werden. Sie ist in Abb.71 zu sehen, wobei zur Verdeutlichung die Struktur der Maske A als rote Linie dargestellt wurde. Diese Linie ist auf der Maske B nicht vorhanden.

Es handelt sich um einen ohmschen Widerstand, der einer Glühwendel gleich in der Mitte des Fluidkanals platziert wurde. Voraussetzung für eine möglichst genaue Messung der Strömungsgeschwindigkeit ist ein punktuelltes Einbringen der Wärme in den Fluidstrom. Aus diesem Grund wurde die Leiterbahn zu einem Mäander "zusammengefaltet". Die Zuführungen wurden, um ihren Widerstand möglichst klein zu halten, so breit wie möglich ausgelegt.

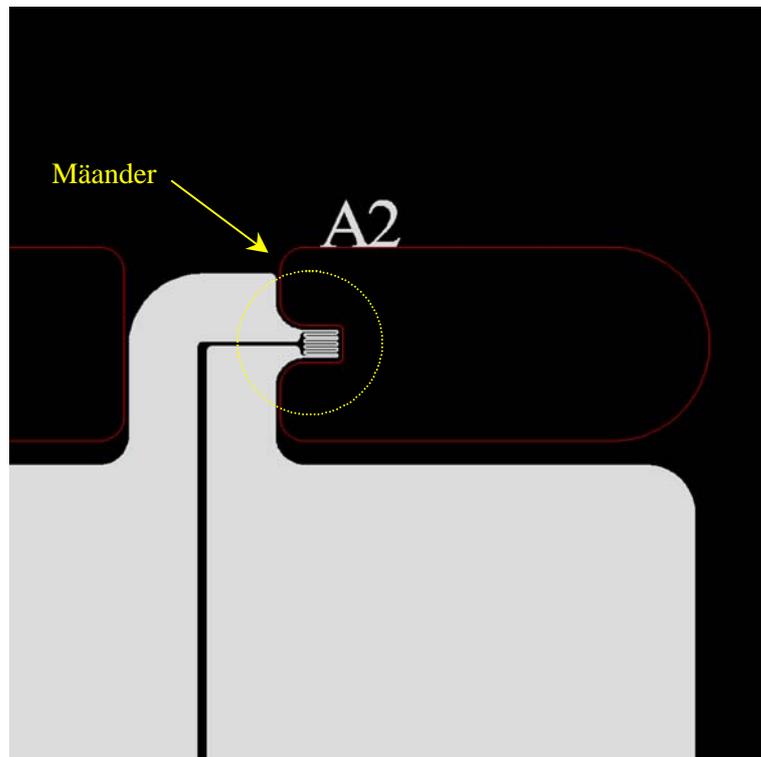


Abb.71 Chrommaske B: Detail Flusssensor

Bei der Auslegung der Leiterbahn wurde zunächst festgelegt, dass die Leiterbahnbreite und der Raum zwischen den Leiterbahnen $3\mu\text{m}$ betragen sollte. Dieser Wert lässt sich noch gut mit dem Lift-Off-Verfahren realisieren.

Der Widerstandswert R eines Leiters ist eine Funktion der Geometrie und des Materials. Im Falle eines Widerstandsdrahts mit der Länge l , dem Querschnitt A und dem spezifischen Widerstand ρ des Drahtmaterials gilt:

$$(38) \quad R = \rho \frac{l}{A}$$

Der spezifische Widerstand bei 20°C von Platin ist $10,58\mu\Omega\text{cm}$ und von Chrom $13,2\mu\Omega\text{cm}$.

Hilfsstrukturen für die optische Lithografie

Für die Positionierung der Maske B auf die mit der Maske A geformte Polyimidschicht wurden in der Maske B vier Positionierkreuze vorgesehen. In Abb.67 war eine Positionierhilfe auf der Maske A gezeigt worden. Abb.72 zeigt nun das Gegenstück auf der Maske B. In der Abbildung sind die Strukturen, die durch die Maske A entstanden sind, rot gezeichnet. Sie kommen auf Maske B nicht vor. In dem Kreuz ist die gleiche Kodierung angebracht, wie auf Maske A, so dass eine Verdrehung der Masken zueinander bei der zweiten Belichtung erkannt werden kann.

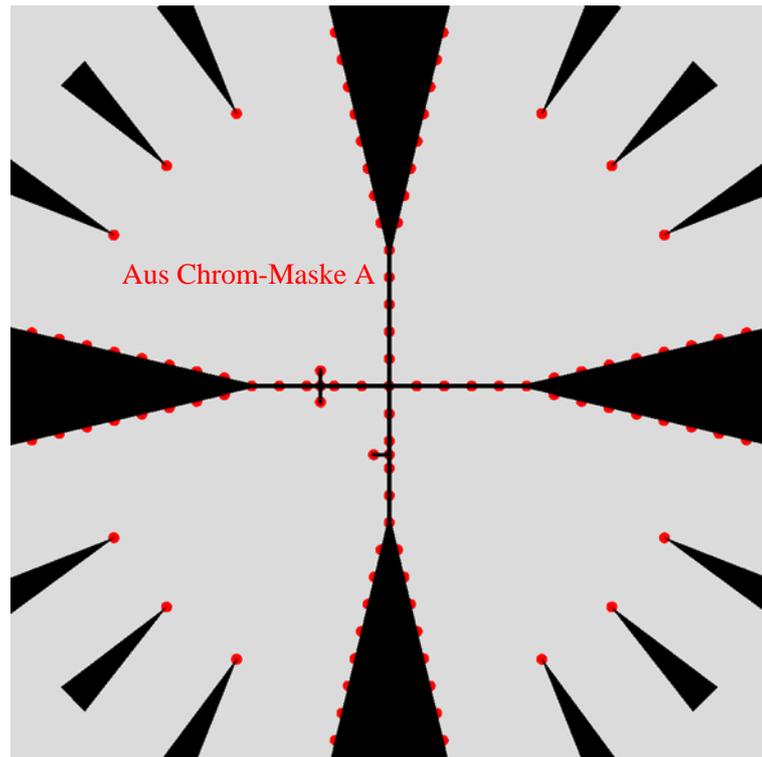


Abb.72 Chrommaske B: Positionierungshilfe

Weitere Hilfsstrukturen und Beschriftungen

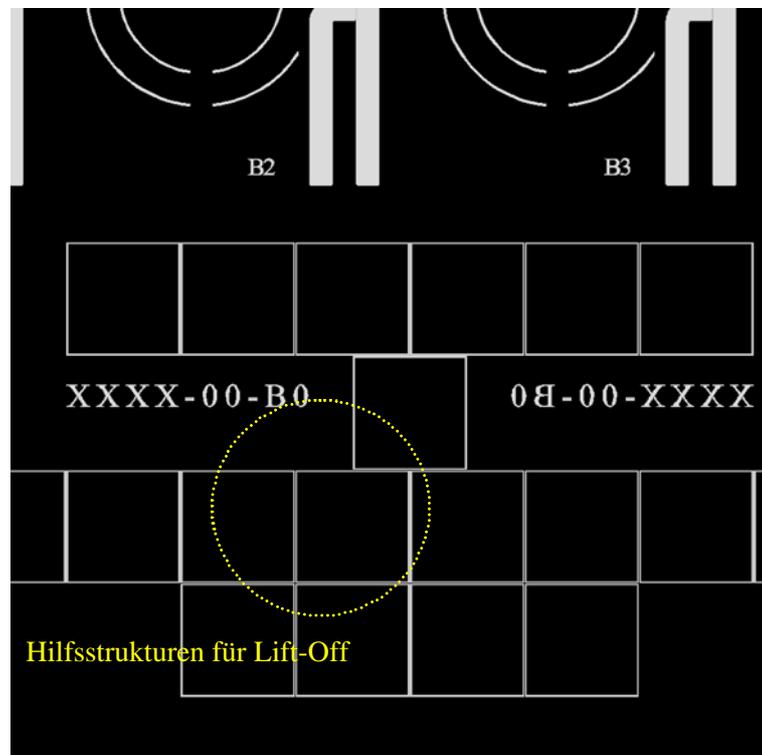


Abb.73 Chrommaske B: Beschriftung und Hilfsstrukturen

Weiterhin sind auf der Maske B Hilfsstrukturen für den Lift-Off-Prozess zu erkennen, siehe Abb.73. Dies sind Quadrate mit einer Linienbreite von $50\mu\text{m}$, die so gut wie an allen freien Stellen der Chrommaske zu finden sind. Sie erleichtern das Strippen des AZ Lacks, denn das Innere des

Quadrats, in der Chrommaske schwarz, löst sich leichter ab, weil die Chemikalie, die für das Strippen verwendet wird, mehr Angriffspunkte hat. Zusätzlich zu den Hilfsstrukturen ist die Nummer der Chrommaske, in diesem Fall eine fiktive XXXX-00-B0, doppelt und gespiegelt auf der Maske vorhanden.

4.3.3 Maske C

Die Maske C, wie sie in Abb.74 zu sehen ist, für die zweite Polyimidschicht ist mit der Maske A identisch, bis auf drei Ausnahmen. Sie hat keine Struktur an den Stellen der Kontaktpads. Außerdem sind Öffnungen auf der Polyimidmembran vorgesehen an den Stellen der Teststrukturen. Und schließlich haben die Positionierkreuze eine mit denen von Maske B identische Form.

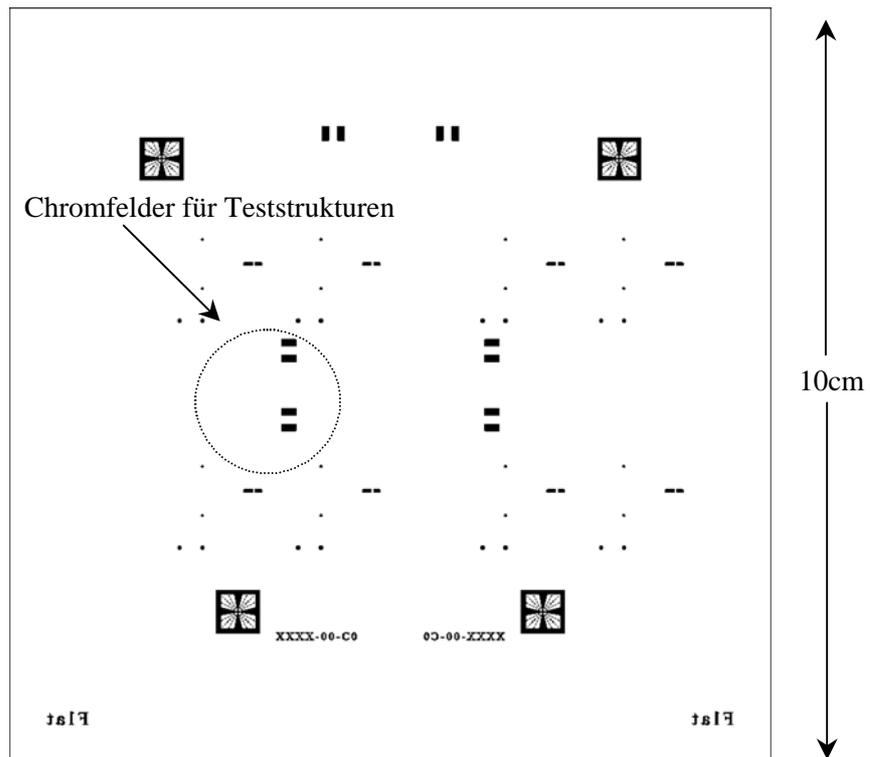


Abb.74 Chrommaske C

Kapitel 5 Fertigung

In diesem technischen Kapitel wird der Fertigungsprozess des Mikrodosiersystems detailliert beschrieben. Zunächst werden die Ergebnisse der Membranherstellung dargestellt. Wichtige Punkte sind hier Positioniergenauigkeit und Maßhaltigkeit. Diese werden anhand von Bildern dokumentiert.

Weiterhin wird beschrieben, welche Ergebnisse das Prägen der Gehäuseteile lieferte.

In einem weiteren Abschnitt folgt eine Darstellung eines neu entwickelten Verfahrens zur Herstellung der Aktoren mit Hilfe eines galvanischen Prozesses, das in den bisherigen Kapiteln noch nicht beschrieben wurde.

Es folgt eine Beschreibung der Verklebung der Mikrodosiersysteme, wobei auf spezielle Verfahrensschritte hingewiesen wird und die Güte der Verklebungen anhand von Bildern dargestellt wird.

5.1 Strukturierung der Membran

5.1.1 Layer A: Polyimid

Auf einen 4" Siliziumwafer mit einer 200nm dicken Goldschicht, die in einem Aufdampfschritt aufgebracht wurde, wurde der Polyimidphotoresist Durimide™ 7505 aufgeschleudert.

Durimide™ 7505 ist ein photosensitives Polyimidvormaterial, das im wesentlichen aus folgenden Bestandteilen aufgebaut ist. Ein photovernetzendes Polyimid, ein Photo-Initiator, ein Verbesserer der Adhäsion zu Siliziumsubstraten und ein Lösungsmittel. Weiterhin enthält es einen Quervernetzer, Stabilisatoren und optische Modifikatoren.

Das Polyimidvormaterial ist ein Polymergemisch, das durch die Bildung freier Radikale quervernetzt werden kann. Wenn es quervernetzt ist, wird es unlöslich. Wird das quervernetzte Polymer stark erwärmt, entwickeln die quervernetzenden Gruppen ein Gas, und das Molekül, das übrig bleibt, wandelt sich von einem Polyamidester zu einem Polyimid. Dieses Polyimid ist im wesentlichen ein lineares nicht quervernetztes Polymer, aber begründet durch seine Chemie ist es praktisch gegenüber allen Lösungsmitteln unlöslich.

Die Quervernetzungsreaktion kann durch einen Photoinitiator gestartet werden, der ein Molekül ist, das bei einer UV-Belichtung aufbricht und ein reaktives freies Radikal erzeugt. Diese freien Radikale verursachen das Quervernetzen des Polyimidvormaterials. Auf diese Art kann also UV-Licht benutzt werden, um ein Bild in dem Polyimidvormaterial zu erzeugen, denn es wird unlöslich, wo es dem UV-Licht ausgesetzt wurde, verbleibt aber löslich, wo eine Maske die Belichtung verhindert hat, und kann während eines Entwicklungsschritts ausgespült werden. Photoempfindliche Polyimidsysteme, die diesen Prozess verwenden, sind aus diesem Grund negativ reagierende Systeme.

Die Spinparameter für eine Solldicke von 1,2µm betragen 4600/15/120s. Der aufgeschleuderte Photoresist wurde mit der Maske A, die in Abschnitt 4.3 beschrieben wurde, mit einer Dosis von 200mJ/cm² belichtet. Es schlossen sich ein Post Exposure Bake und ein Entwicklungsschritt an.

5.1.2 Layer B: metallische Dünnschicht

Für die Herstellung wurde das Lift-Off-Verfahren, wie es in Abschnitt 3.2.1 beschrieben wurde, angewendet.

Auf den 4" Siliziumwafer mit der mit Hilfe der Maske A strukturierten Polyimidmembran wurde der Resist AZ 5214 E der Firma Clariant aufgeschleudert. Die Spinparameter waren 5000/15/60s. Der Resist wurde für 50 Sekunden bei 110°C getrocknet. Es folgte eine Flutbelichtung ohne Maske mit 8mJ/cm². Der Image Reverse Schritt wurde bei 119°C für 2 Minuten durchgeführt. Anschließend wurde mit Maske B, wie sie in Abschnitt 4.3 beschrieben wurde, die optische Lithografie mit einer Dosis von 250mJ/cm² durchgeführt. Der AZ Lack konnte nun entwickelt werden: 210s bei 28°C.

Abb.75 zeigt ein Positionierkreuz, mit dem die Maske B auf die Polyimidschicht A positioniert wurde. Diese Abbildung ist vergleichbar mit Abb.72. Anhand dieser Abbildung lässt sich die Positioniergenauigkeit zur Polyimidschicht entnehmen: Sie betrug etwa $3\mu\text{m}$.

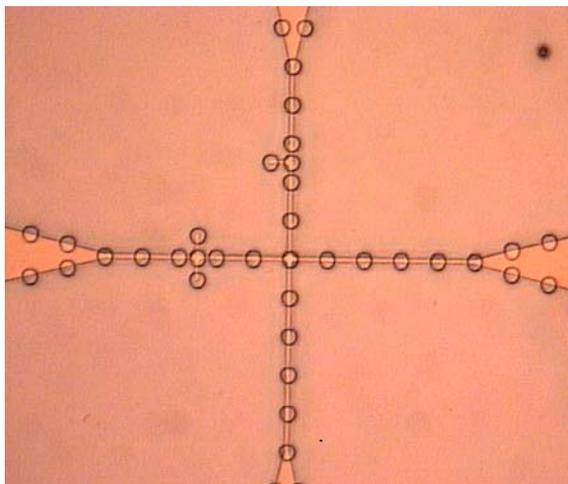


Abb.75 *Positionierkreuz in Polyimid erzeugt durch Maske B. Ausschnittgröße: $160\mu\text{m} \times 188\mu\text{m}$*

In Abb.76 kann man die Struktur des Resists nach diesem Schritt erkennen.

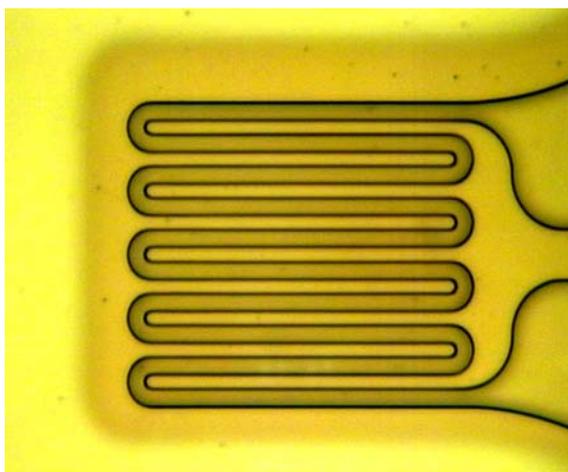


Abb.76 *Lichtmikroskopische Aufnahme des Lift-Off-Resists AZ 5214 E nach optischer Lithografie. Ausschnittgröße: $85\mu\text{m} \times 105\mu\text{m}$*

Der Wafer wurde nun mit einer Metallschicht versehen. Dies geschah durch einen Aufdampfprozess. Die Güte der T-Form für den Lift-Off-Prozess ließ sich danach mit Hilfe eines Rasterelektronenmikroskops analysieren, wie man dies in Abb.77 sehen kann. Danach wurde der AZ Lack wieder entfernt, und es konnte die Metallschichtdicke mit einem Tastschnittgerät gemessen werden. Abb.78 zeigt einen Mäander aus Gold auf der ersten Polyimidschicht. Messungen ergaben, dass die Metallleiterbahn breiter ausgefallen ist als gewünscht. Diesen Effekt muss man bei einem erneuten Entwurf der Maske B berücksichtigen. Bei der Auslegung der Mäander war davon ausgegangen worden, sie aus einer 20nm dicken Chromschicht als Haftvermittler und einer 100nm dicken Platinschicht aufzubauen. Das Design der Mäander wurde mit Hilfe von Gleichung (38) so ausgelegt, dass bei der Chrom/Platin Leiterbahn ein Widerstand der Messstruktur von 500Ω entsteht.

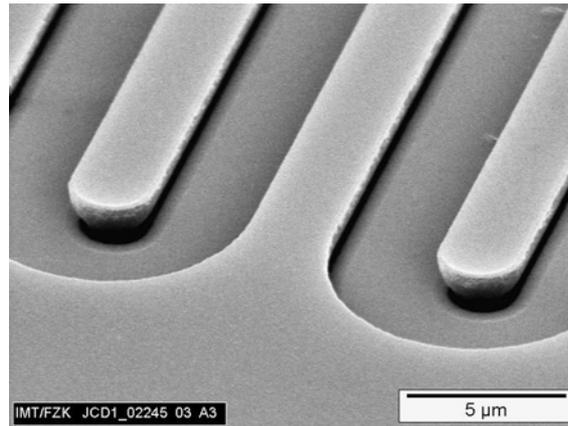


Abb.77 *Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme der metallisierten Resiststruktur während des Lift-Off-Verfahrens*

Allerdings hat sich bei der Herstellung herausgestellt, dass der angenommene spezifische Widerstand der Chrom/Platin Schicht abhängig von Temperaturbehandlungen des Wafers ist, wie sie bei Trocknungen oder Backschritten auftreten.

Grundsätzlich treten bei Metallen durch hohe Temperaturen begünstigte Diffusionsprozesse auf, die zu Legierungsbildung führen. Diese Legierungen haben einen anderen Widerstand als die Ausgangsmaterialien. Entsprechend haben sich Chrom und Platin miteinander zu einer Legierung verbunden. Es war zu beobachten, dass der Widerstand der Messstruktur sich während des Betriebs des Mikrodosiersystems irreversibel verändert hatte.

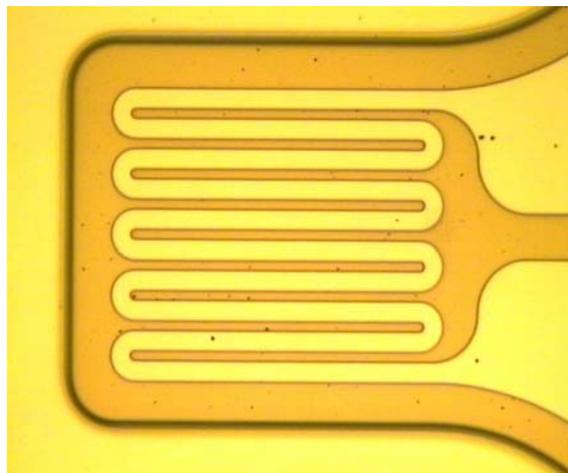


Abb.78 *Lichtmikroskopische Aufnahme der Goldstruktur nach dem Strippen des Lift-Off-Lacks. Ausschnittgröße: 85µm x 105µm*

Für die Funktion des Mikrodosiersystems ist eine Erwärmung der Leiterbahn jedoch notwendig. Aus diesem Grund wurde die Leiterbahn aus nur einem einzigen Material strukturiert. Es wurde Gold gewählt.

Gold hat einen spezifischen Widerstand von $2,2\mu\Omega\text{cm}$. Die Verwendung eines Metalls anstatt zwei führte zwar zu einem bezüglich Erwärmungen langzeitstabilen Widerstandswert der Messstruktur. Allerdings war er mit circa 50Ω deutlich kleiner. Aus diesem Grund mussten an der Auflösung des Mikrodosiersystems Abstriche gemacht werden.

5.1.3 Layer C: Polyimid

Die Prozessierung der zweiten Polyimidschicht, die zur Abdeckung der Metalleiterbahn benötigt wird, wurde analog zu den in Abschnitt 5.1.1 beschriebenen Schritten durchgeführt.

Die Positioniergenauigkeit mit Hilfe der in Abschnitt 4.3 beschriebenen Positionierhilfen führte zu guten Ergebnissen. In Abb.79 sieht man einen Ausschnitt eines Positionierkreuzes, wie es durch die Maske C in Polyimid auf der Membran übertragen wurde. Die Kreise unter der Kreuzstruktur waren durch die Maske A entstanden. Sie haben einen Durchmesser von $5\mu\text{m}$. Die Positioniergenauigkeit betrug, wie man der Abbildung entnehmen kann, circa $\pm 1\mu\text{m}$

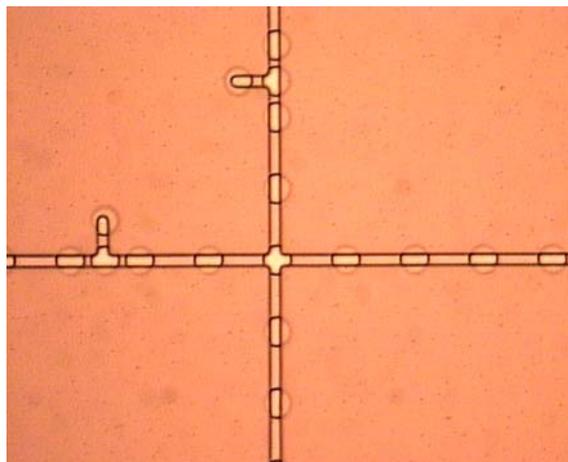


Abb.79 *Positionierkreuz aus Polyimid entstanden durch Maske C, Ausschnittgröße: $102\mu\text{m} \times 125\mu\text{m}$*

5.2 Herstellung der Gehäuseteile durch Vakuumheißprägen

Die Werkzeuge für das Heißprägeverfahren wurden nach den Entwürfen, wie sie in Abschnitt 4.2 beschrieben wurden, von der Firma i-sys, Karlsruhe, gefertigt. Mit einem Diamantfräser mit einem Radius von circa $150\mu\text{m}$ und einer Seitenschräge von circa 2° , die bereits in das Layout eingearbeitet war, wurden aus einem Messingrohling die Strukturen herausgearbeitet.

Die Strukturen für die Ventilkammer und den Kanal des Flusssensors wurden mit Hilfe eines Rasterelektronenmikroskops begutachtet, was in Abb.80 beziehungsweise Abb.81 zu sehen ist.

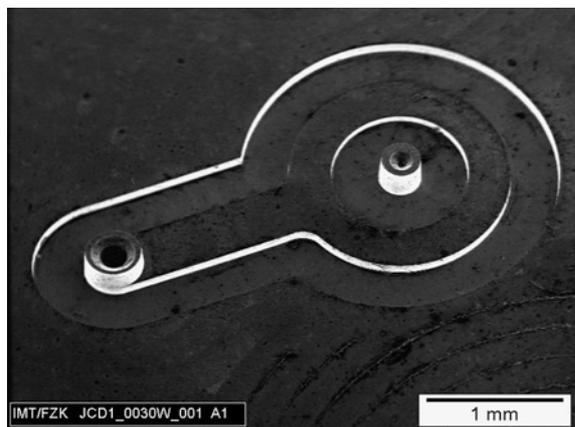


Abb.80 *REM Aufnahme eines Details von Werkzeug 1: Ventilkammer*

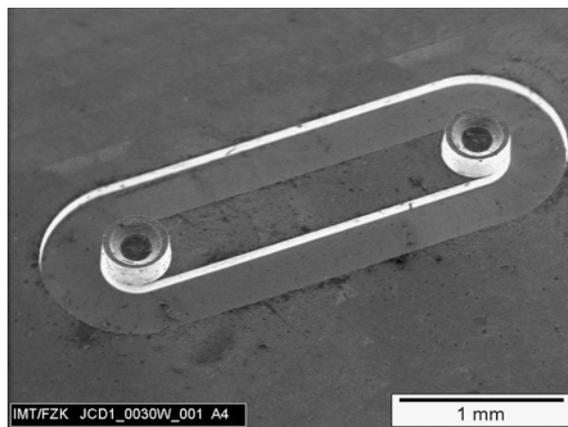


Abb.81 *REM Aufnahme eines Details von Werkzeug 1: Sensor Kanal*

Die bereits in Abschnitt 3.2.2 beschriebenen Lippen auf den Pins, die für die Erzeugung einer Sollbruchstelle in der Restschicht im Bereich der vorgesehenen Durchlöcher geplant waren, wurden nach der Bearbeitung des Werkzeuges mit dem Diamantfräser mit einem Edelstahlstichel geformt. Die Ergebnisse dieser Bearbeitung werden in zwei weiteren Abbildungen gezeigt, wobei Abb.82 ein Pin für die Erzeugung eines Ventileinlassloches, und Abb.83 ein Pin für die Erzeugung eines Einlassloches im Flusssensor zeigt.

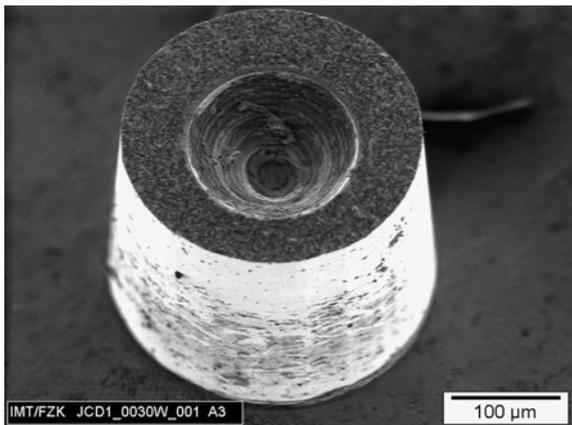


Abb.82 REM Aufnahme eines Details in Werkzeug 1: Pin zur Erzeugung des Ventileinlassloches

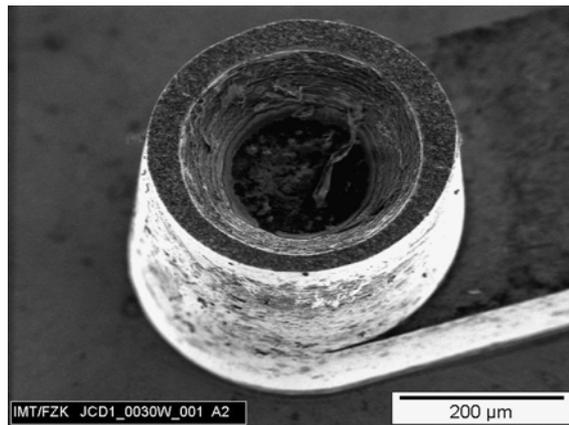


Abb.83 REM Aufnahme eines Details in Werkzeug 1: Pin zur Erzeugung des Einlassloches im Flusssensor

Beim Heißprägen von PMMA ließ sich eine ausreichend dünne Sollbruchstelle im Bereich von Durchlöchern erzeugen, wie es in den folgenden Abb.84 und Abb.85 zu sehen ist. Diese Abbildungen zeigen Schlitze durch das Gehäuse im Bereich einer fluidischen Durchführung beziehungsweise eines Loches für Klebstoff.

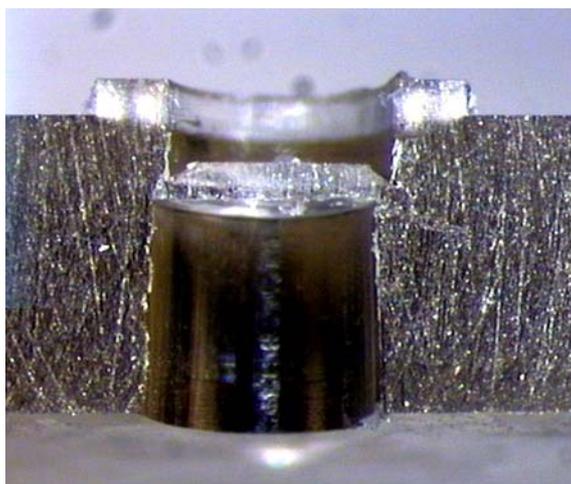


Abb.84 Aufnahme der Restschicht mit Sollbruchstelle in einem durch beidseitiges Abformen hergestelltes PMMA Gehäuse im Bereich einer fluidischen Zuführung

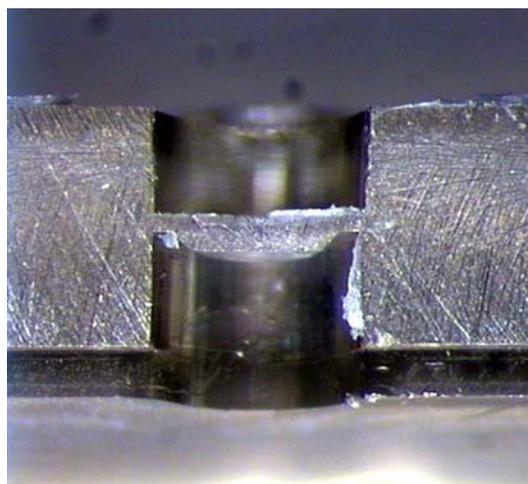


Abb.85 Aufnahme der Restschicht mit Sollbruchstelle in einem durch beidseitiges Abformen hergestelltes PMMA Gehäuse im Bereich eines Durchloches für Klebstoff

5.3 Herstellung der Aktoren

Die Aktoren wurden auf zwei Arten hergestellt, durch Verkleben mit einer Metallschicht oder durch Aufgalvanisieren einer solchen. Für die Verklebung wurde die Keramikscheibe in eine im Rahmen dieser Arbeit eigens entwickelten Presse eingelegt, ein Tropfen Epoxydharzklebstoff in die Mitte der Scheibe dosiert, die Metallscheibe positioniert zu der Keramikscheibe aufgelegt und mit Hilfe der Presse die beiden Scheiben miteinander bei Raumtemperatur verklebt. Damit konnte eine Klebstoffdicke von circa $5\mu\text{m}$ erreicht werden und eine laterale Passgenauigkeit von circa $20\mu\text{m}$. Zudem konnte eine Parallelität der Scheiben von circa $\pm 1\mu\text{m}$ erreicht werden.

Zur Untersuchung des Aktors wurden zwei Experimente unternommen. In einem ersten Experiment wurde die Form der Wölbung der Aktoren mit einem Laservibrometer mit freundlicher Unterstützung der Firma Polytec, Waldbronn, gemessen, was in den Grafiken Abb.86 und Abb.87 zu sehen ist. Es handelte sich hierbei um einen Aktor mit einer $100\mu\text{m}$ dicken Messingscheibe. Der weiße Fleck in der Abbildung des Aktors ist der Klebstofftropfen, mit dem das Minuspolkabel an dem Aktor festgeklebt war. Er wurde aus der Messung herausgenommen.

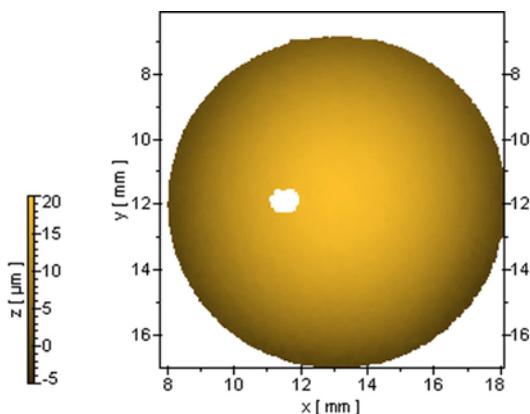


Abb.86 Laservibrometrische Messung der Oberflächentopologie eines Aktors bei 200V

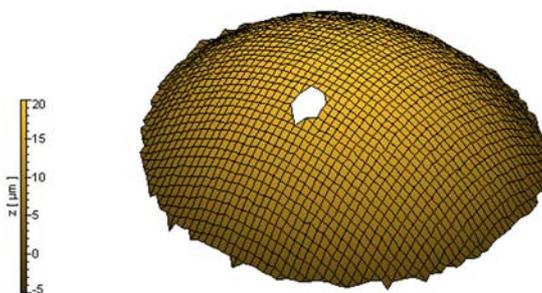


Abb.87 Darstellung der Kugelschalenform der Oberflächentopologie eines Aktors bei 200V

In einem zweiten Experiment wurde die Auslenkung der Aktoren mit Hilfe eines z-Achsen Tasters gemessen. In Abb.88 ist als typisches Beispiel dieser Untersuchungen die Hysterese des Hubes in der Mitte eines Aktors dargestellt. Der Aktor bestand aus $200\mu\text{m}$ PIC151 und $100\mu\text{m}$ Edelstahl. Es wurde ein langsames Wechselfeld in der Form eines Dreiecksprofils zwischen -50V und $+300\text{V}$ angelegt.

Nach den Berechnungen, die in Abschnitt 4.1.1 durchgeführt wurden, müsste die maximale Auslenkung des Aktors deutlich kleiner sein, als in diesem Experiment erreicht.

Tatsächlich muss diese Rechnung aber nach Auskunft der Firma pi-ceramic als stark fehlerbehaftet angesehen werden.

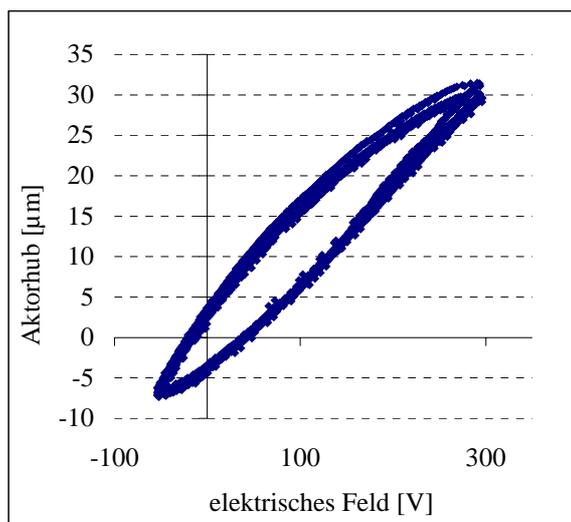


Abb.88 Hysterese des Aktorhubes

Die Piezokonstante d_{31} kann danach relativ zu ihrem Literaturwert von Charge zu Charge um bis zu das doppelte größer sein. Der Wert der Konstante schwankt innerhalb einer Charge allerdings nur um wenige Prozent. Diese Tatsache wurde nach dem Fehlerfortpflanzungsgesetz in die Berechnungen der maximalen piezoelektrisch erreichbaren Auslenkung $f_{max,Piezo}(x)$ eingearbeitet. Dabei versteht man unter dem Fehlerfortpflanzungsgesetz folgendes:

Alle Konstanten sind fehlerbehaftet. Die hier berechneten Funktionen beinhalten verschiedene Konstanten. Hierbei gilt, dass eine Konstante y , den Wert y_0 mit dem Fehler Δy hat, wenn sich ihr tatsächlicher Wert in dem Intervall $[y_0 - \Delta y, y_0 + \Delta y]$ befindet.

Sei $f(x_1, \dots, x_m, y_1, \dots, y_n)$ eine Funktion, die von den Variablen x_1, \dots, x_m und den fehlerbehafteten Konstanten y_1, \dots, y_n abhängt, so berechnet sich ihr Fehler $\Delta f(x_1, \dots, x_m, y_1, \dots, y_n)$ als

$$(39) \quad \Delta f(x_1, \dots, x_m, y_1, \dots, y_n) = \sum_{i=1}^n \left| \frac{\partial f(x_1, \dots, x_m, y_1, \dots, y_n)}{\partial y_i} \right| \Delta y_i$$

Die sogenannte obere Einhüllende wird dann als $f(x_1, \dots, x_m, y_1, \dots, y_n) + \Delta f(x_1, \dots, x_m, y_1, \dots, y_n)$ und die untere Einhüllende wird als $f(x_1, \dots, x_m, y_1, \dots, y_n) - \Delta f(x_1, \dots, x_m, y_1, \dots, y_n)$ definiert.

Abb.89 zeigt die Funktion $f_{max,Piezo}(x)$ und ihre obere Einhüllende bei einem Fehler von 100% für d_{31} . Die obere Einhüllende zeigt bei dem verwendeten Verhältnis x der Dicken der Scheiben von 0,5 einen ungefähren Wert von 28 μm . Dies deckt sich nun mit den Messungen der Hysterese des Aktorhubes in Abb.88.

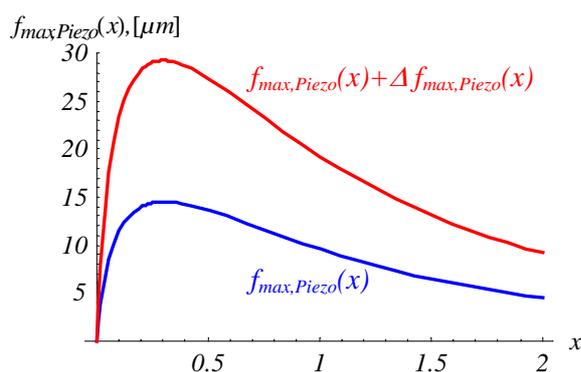
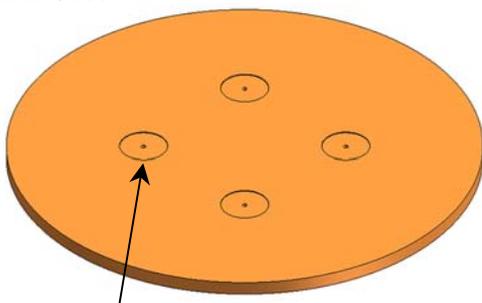


Abb.89 Zu erwartende Auslenkung eines Aktors aus Edelstahl und PIC151 bei 300V in Abhängigkeit des Verhältnisses x der Dicken der Scheiben mit oberer einhüllender Fehlerfunktion bei einem Fehler von 100% von d_{31}

Bei vielen verklebten Aktoren musste festgestellt werden, dass der Klebstoff sich nicht gleichmäßig zwischen den beiden Scheiben verteilt. Teilweise war eine Fläche von bis zu einem Drittel der Gesamtfläche des Aktors nicht verklebt. Aus diesem Grund wurde nach einer neuen Möglichkeit gesucht, die piezoelektrische Keramik mit dem Metall zu verbinden.

Für die Aktorherstellung mittels galvanischer Abscheidung wurde ein Halter, siehe Abb.90, aus PEEK konstruiert, in den vier Keramikscheiben eingelegt werden konnten, wie dies in Abb.91 zu sehen ist. Die Vertiefungen waren 200 μm tief, was der Dicke der Piezoscheiben entsprach. Danach wurden mit Hilfe des aus dem Lift-Off-Prozess bekannten Resist AZ 5214 E gesputterte Leiterbahnen aus Chrom als Galvanikstartschichten mit einer Dicke von circa 100nm strukturiert, Abb.92.

PEEK-Substrat



Vertiefungen mit Vakuumsauglöchern

Abb.90 Halter für die Piezoscheiben

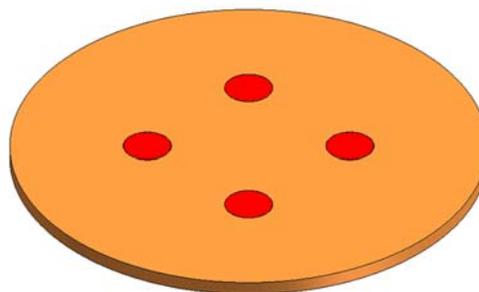


Abb.91 Piezoscheiben im Halter

Eine weitere Schicht AZ 5214 E, Abb.93, sorgte für eine Abdeckung der elektrischen Leiterbahnen, so dass nur in den freigelassenen Bereichen über den Keramikscheiben in der nun folgenden Galvanik, siehe Abb.94, Nickel aufgalvanisiert wurde. Nach der Galvanik wurde der AZ Lack wieder entfernt, siehe Abb.95, und die Aktoren konnten aus dem Halter entfernt werden.

lithografisch strukturierte
Galvanikstartschichten

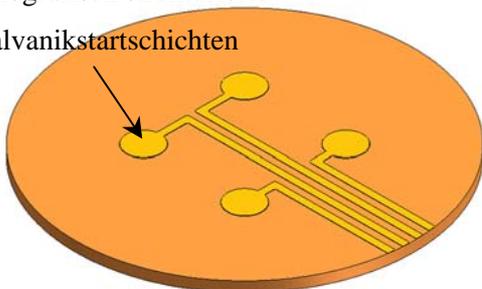


Abb.92 Elektrische Kontaktierung

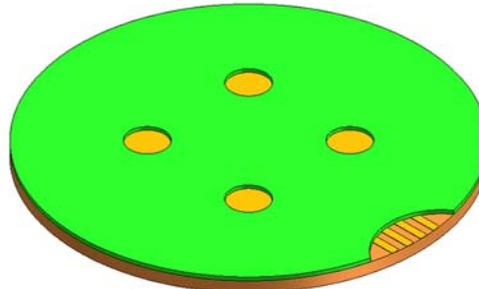


Abb.93 Lithografisch strukturierter Lack

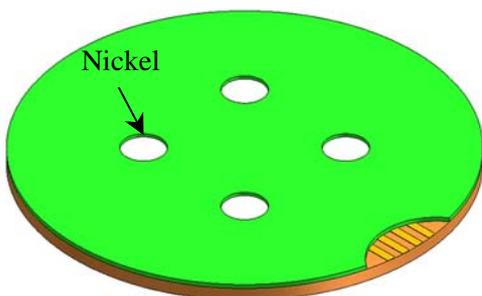


Abb.94 In einer Galvanik wird Nickel in den freien Flächen über den Keramikscheiben abgeschieden.

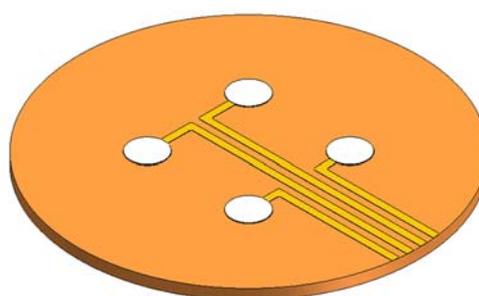


Abb.95 Nach Entfernung des Abdecklacks können die fertigen Aktoren von dem Substrat entfernt werden.

Die so gewonnenen Aktoren zeigten eine Auslenkung von circa 13µm.

Der Vorteil dieses Verfahrens liegt in der garantierten vollflächigen Verbindung von Metall und Keramik, sowie in einem völligen Verzicht auf Klebstoff, womit eine ungleichmäßige Verklebung und ein Nachlassen der Verbindung vermieden werden kann.

5.4 Montage der Mikrodosiersysteme

Die Montage der Mikrodosiersysteme verlief, wie im Fertigungskonzept in Abschnitt 3.3 dargestellt.

In diesem Abschnitt sollen neue über den aktuellen Stand der Technik hinausgehende Erfahrungen, die bei der Montage gewonnen werden konnten, festgehalten werden.

5.4.1 Erste Verklebung

Die abgeformten Teile zeigten einen Fehler. Sie waren über ihre gesamte Länge nicht eben. Diese Unebenheit betrug etwa 10 bis 20 μm .

Begründet durch diese Fehlerhaftigkeit musste bei der Verklebung das in Abschnitt 3.2.3 beschriebene Verfahren geringfügig abgeändert werden. Die Abdichtung der Stege, welche die funktionalen Bereiche in den Gehäusen von den Klebstoffkammern trennen, konnte nicht vollständig über die gesamte Länge des Gehäuses realisiert werden.

Die Verklebung konnte allerdings trotzdem mit Hilfe einer geschickten Balance zwischen Vordruck an dem Schlauch, durch den der Klebstoff eingespritzt wurde, und dem Schlauch durch den die Klebstoffkammer evakuiert wurde, durchgeführt werden. Diese Situation soll in Abb.96 verdeutlicht werden. An einer Fehlstelle ist ein Spalt vorhanden, durch den Klebstoff, in Abb.96 rot dargestellt, durch Kapillarkräfte einer Pumpe gleich von der Klebstoffkammer in den funktionalen Bereich geführt wird. Wird beim Verkleben nun ein Gleichgewicht zwischen dem Druck p_1 in der Klebstoffkammer, der durch die Vakuumpumpe erzeugt wird und durch einen Druckminderer gesteuert werden kann, und dem Druck p_2 in den funktionalen Bereichen, der dem Atmosphärendruck entspricht, und dem Druck den die "kapillare Pumpe" aufbauen kann, eingestellt, so kann die Verklebung trotz Fehlstelle erfolgreich durchgeführt werden.

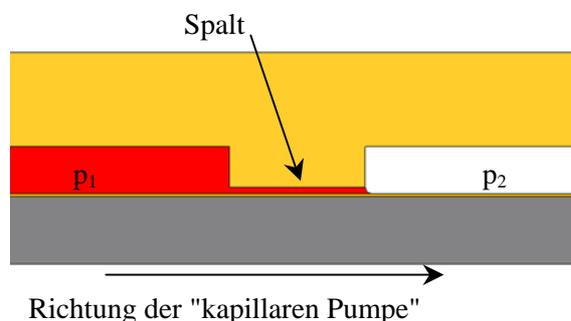


Abb.96 Druckbalance zur Verklebung trotz Fehlstelle

5.4.2 Zweite Verklebung

Nachdem das erste Gehäuse mitsamt der Membran von dem Wafer abgehoben worden war, wurde die Goldtrennschicht durch reaktives Ionenätzen im Argonplasma entfernt. Es hat sich hier nebenbei bemerkt bewährt, den Wafer in Wasser zu legen, denn dadurch trennt sich die Membran völlig ohne Beanspruchung der Zunge von dem Wafer.

Vor der zweiten Verklebung wurden die Aktoren in das zweite Gehäuse eingeklebt. Die zweite Verklebung erfolgte dann positioniert zu dem ersten Gehäuse analog zu der ersten.

Nach der Verklebung wurden durch das transparente PMMA Gehäuse hindurch Aufnahmen der Zunge mit der Mäanderstruktur gemacht, um die Güte der Verklebung zu beurteilen. Dies ist in Abb.97 zu sehen. Es konnte eine Positioniergenauigkeit von unter 10 μm erreicht werden. Dieses Bild wurde weiterhin ausgewählt, um den in Abschnitt 5.4.1 beschriebenen Klebstoffeintritt im Bereich

einer Fehlstelle in dem Gehäuse zu dokumentieren. Es ist zu erkennen, wie Klebstoff circa 20µm weit in den Funktionskanal eingedrungen ist.

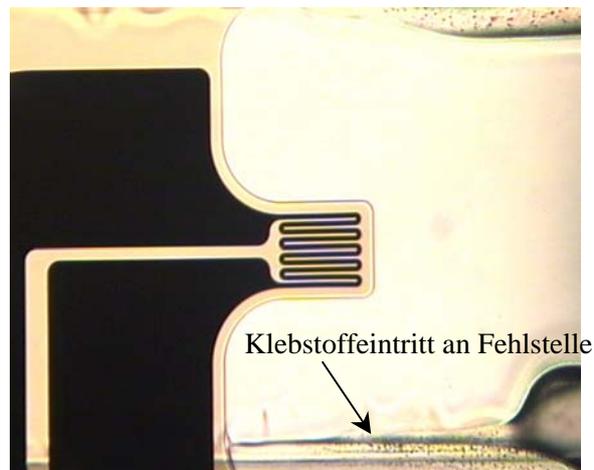


Abb.97 Draufsicht auf eine Zunge nach der zweiten Verklebung

5.4.3 Vereinzelnung sowie fluidische und elektrische Kontaktierung

Nach den Verklebungen wurden die Nutzen entlang im zweiten Gehäuse vorgesehenen Sägeföhrungen mit einem 500µm breiten Sägeblatt auf einer konventionellen Tischkreissäge vereinzelt.

Zur fluidischen Kontaktierung steht entweder eine Platine zur Verfügung, auf die ein einzelnes Mikrodosiersystem mittels eines doppelseitigen Klebebandes, der in Abschnitt 3.2.3 dargestellten UV-Klebetchnik oder mit einem Kapillarklebstoff geklebt wird. Alternativ können Ventil beziehungsweise Flussensor separat voneinander mit Schläuchen fluidisch kontaktiert werden, die in auf der Unterseite des Gehäuses vorgesehene Sacklöcher gesteckt und mit einem unter UV-Licht aushärtenden Klebstoff befestigt werden.

Zur elektrischen Kontaktierung wurde ein neues Kontaktierungsverfahren benötigt, denn die bisherige Methode, Bauteile aus Kunststoff, die mit dem AMANDA-Verfahren hergestellt wurden, zu kontaktieren, kam für das Mikrodosiersystem nicht in Frage, weil hier ein Kunststoff verwendet wurde, welcher der hohen Temperatur, 10s bei 270°C, des alten Kontaktierungsverfahrens mit anisotropem Leitklebeband nicht standhält.

Verschiedene Kontaktierungsverfahren wurden in Erwägung gezogen. Darunter **Drahtbonden**, das allerdings für die nur etwa 100nm dünne Metallschicht auf der Polyimidmembran nicht eingesetzt werden konnte. Weiterhin wurde **Laserschweißen** betrachtet, das ebenfalls wegen der eingesetzten Kunststoffgehäuse nicht verwendet werden konnte. Ein **elektrischer Leitklebstoff** könnte eingesetzt werden, er hat aber einen recht hohen Übergangswiderstand, was für sehr genaue Messungen ungeeignet erschien. **Löten** erschien wegen des sehr kleinen Übergangswiderstands als besonders geeignet. Allerdings ist die Haftung des Lötzinns auf der dünnen Metallschicht sehr schlecht. Um die Haftung zu verbessern, wurde nun das in den folgenden Bildern dargestellte Verfahren entwickelt.

Auf die Kontaktpads, die in Abb.98 gezeigt werden, wurde im Falle von Chrom/Platin eine gut zu lötende Schicht, zum Beispiel Gold, gesputtert. Bestand die Leiterbahn bereits aus Gold, so war dieser Schritt nicht notwendig. Wesentlicher Bestandteil zur Verbesserung der Haftung des Lötzinns auf dem Kontaktpad ist ein Kupferring, der mittels Drahterosion aus einem 50µm dicken Blech herausgearbeitet wurde. Solch ein Ring ist in Abb.99 zu sehen. Die Spitze an der linken Seite des Ringes hat keine Funktion. Sie entsteht beim Drahterodieren an der Stelle, an welcher der Erodierdraht die Ringform "anföhrt".

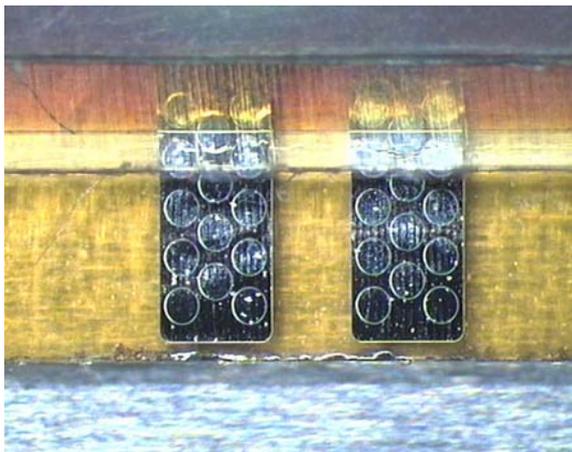


Abb.98 Anschlusspads aus Platin auf einem Kunststoffgehäuse

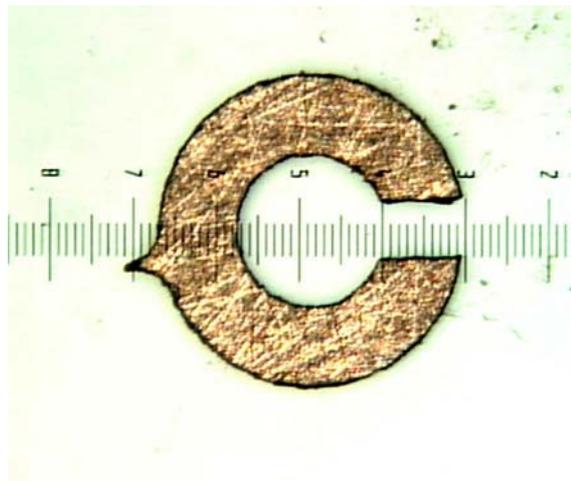


Abb.99 Kupferring zur Festigung der Lötverbindung. Durchmesser: 2mm

Im folgenden Schritt wurden zwei Kupferringe auf die Kontaktpads gelegt, Abb.100, und mit einem unter ultraviolettem Licht aushärtenden Klebstoff festgeklebt. Anschließend konnten mit einem Lötzinn für niedrige Temperaturen Kabel in die Kupferringe gelötet werden. Das Ergebnis kann man in Abb.101 betrachten.

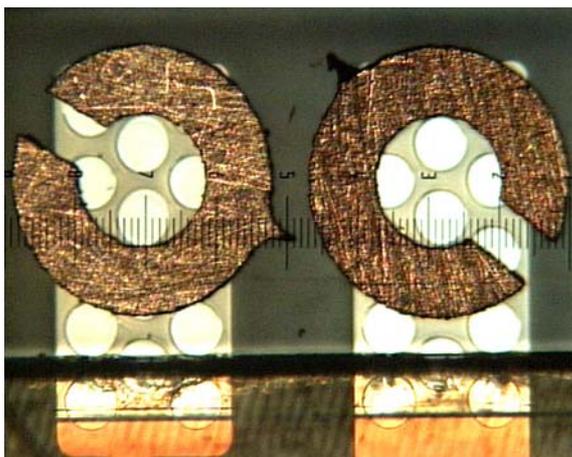


Abb.100 Kupferringe auf den Pads



Abb.101 Nach dem Verlöten

5.4.4 Befüllung mit Hydraulikmedium

Zur Befüllung mit dem Hydraulikmedium wurden in jeder Hydraulikkammer zwei Löcher auf der Unterseite vorgesehen, in die, wie schon in Abschnitt 3.3 beschrieben, Kupferkapillare mit einem Innendurchmesser von $200\mu\text{m}$ und einem Außendurchmesser von $500\mu\text{m}$ gesteckt werden konnten. Diese Kapillare wurden mit einem UV-Licht aushärtenden Klebstoff fixiert. Auf die Kapillare wurden Schläuche gesteckt und ebenfalls festgeklebt.

Für den Befüllvorgang wurden die Hydraulikkammern zunächst evakuiert, und dann das Hydraulikmedium mit einem Druck von 2bar eingespritzt. Es handelte sich hierbei um Glycerin 85% verdünnt in Wasser beziehungsweise das Silikongel Silgel 612 der Firma Wacker. Die Vorteile des Glycerins sind eine deutlich kürzere Prozessdauer, wenige Minuten im Vergleich zu 5 Stunden Aushärtezeit bei Silikon, ein geringerer thermischer Ausdehnungskoeffizient als das Silikon und eine deutlich geringerer Elastizitätsmodul.

Kapitel 6 Experimentelle Ergebnisse und Diskussion

Nachdem im vorangegangenen Kapitel 5.4 die einzelnen Schritte bei der Montage einzelner Mikrodosiersysteme beschrieben wurden, folgt nun eine Beschreibung der an diesen Systemen unternommenen Messungen und der gewonnenen Ergebnisse.

Zunächst wurde das Ventil in dem Mikrodosiersystem in einem Temperaturbereich von 23°C bis 68°C untersucht. Die Messungen zeigten, dass sich der Funktionsbereich verglichen mit dem Ventil aus [Rog01] deutlich vergrößert hatte.

Im weiteren Verlauf dieses Kapitels werden Messungen beschrieben, die an dem gesamten Mikrodosiersystem gemacht wurden. Hierzu wird eine kurze Erläuterung der Elektronik des Flusssensors gegeben, die zusammen mit dem Institut für Prozessdatenverarbeitung und Elektronik, IPE, im Forschungszentrum Karlsruhe im Rahmen einer Diplomarbeit entwickelt wurde. Außerdem wird ein kurzer Exkurs über das Regeln mit PID Reglern gegeben.

Schließlich werden die Ergebnisse der Messungen dargestellt und diskutiert.

6.1 Messungen am Ventil

6.1.1 Versuchsaufbau

Ein Mikrodosiersystem, bei dem nur das Ventil fluidisch kontaktiert war, wurde in einem Ofen platziert. Bei diesem System wurde Silikon als Hydraulikmedium eingesetzt.

Das Ventil wurde über einen PC angesteuert, der auch die Datenerfassung des Flusssensors vornahm, der hinter dem Ventil angebracht war. Abb.102 zeigt schematisch den Versuchsaufbau.

Das Ventil wurde mit einer Hochspannung von bis zu 200V betrieben. Um den Öffnungs- und Schließvorgang des Ventils zu messen, wurde die Spannung ausgehend von 0V linear bis auf die maximal zulässige Spannung von 200V erhöht, und dann wieder linear bis auf 0V reduziert. Man erhält die für das Ventil charakteristische Hysterese des Öffnungs- und Schließvorgangs. Dieser Versuch wurde zunächst bei Raumtemperatur, 23°C, durchgeführt. Dann wurde die Temperatur in Schritten von 3° bis auf 68°C erhöht, und der Versuch bei jeder Temperatur wiederholt.

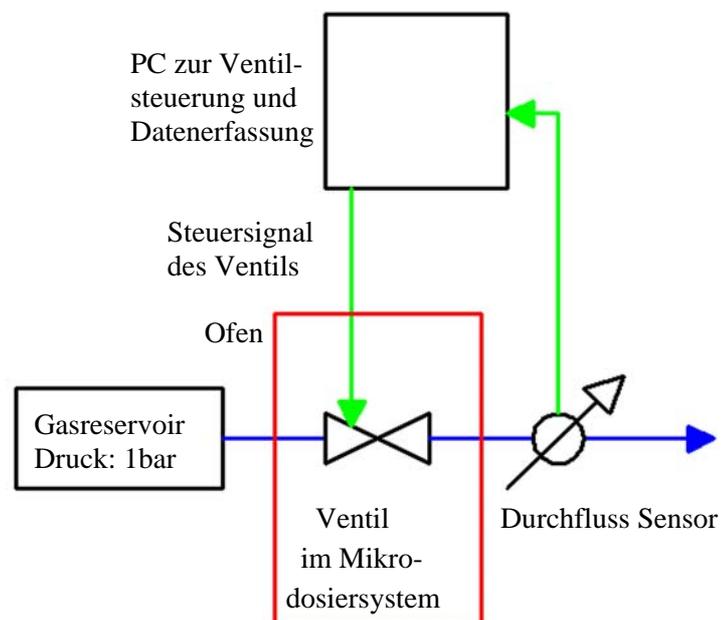


Abb.102 Versuchsaufbau zur Beobachtung des thermischen Verhaltens des Mikrodosiersystems

6.1.2 Ergebnisse

In der unten zu sehenden Abb.103 soll nun das Ergebnis dieses Experiments dargestellt werden. Bei 23°C lag die Öffnungsspannung bei etwa 64V. Sie erhöhte sich bis 68°C auf 93V.

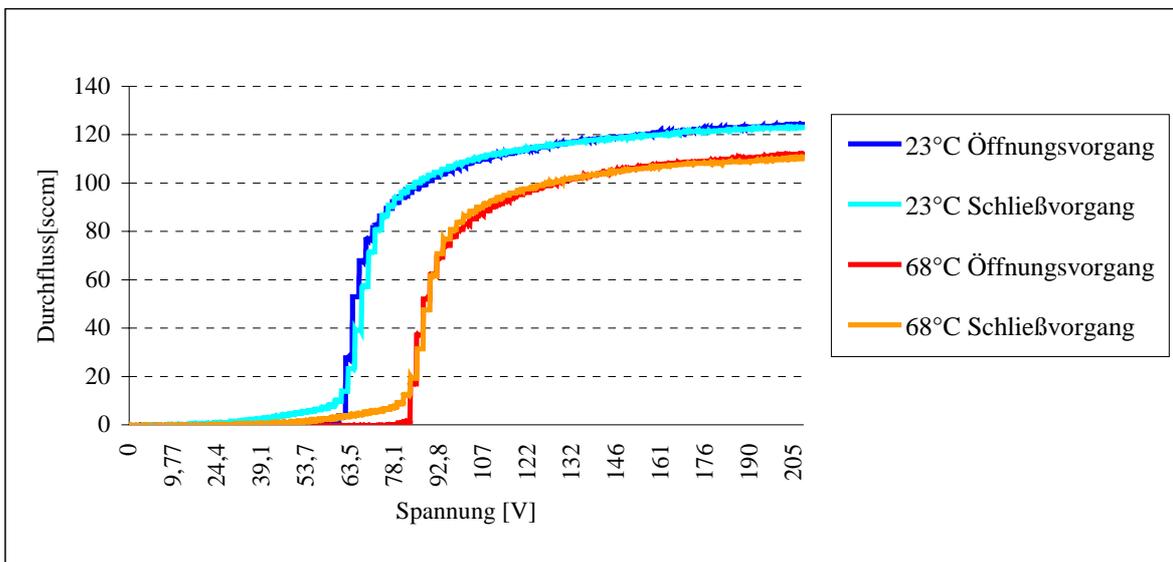


Abb.103 Öffnungs- und Schließhysterese eines Ventils bei 23°C und 68°C

In einer weiteren Abbildung, siehe Abb.104, kann man erkennen, wie sich die Öffnungsspannung während der Temperaturerhöhung verhält. Für jeden Temperaturwert wurde aus einer der Abb.103 ähnlichen Grafik die Öffnungsspannung entnommen. Die Öffnungsspannungen zeigten über der Temperatur einen annähernd linearen Verlauf mit einer Steigung von 0,4V pro Grad Celsius. Dies ist eine deutliche Verbesserung im Vergleich zu den in Abschnitt 3.1.1 vorgestellten Ergebnissen aus den Voruntersuchungen.

Weiterhin konnte durch einen einfachen Versuch mit einer Kühlung des Systems nachgewiesen werden, dass auch eine Abkühlung auf 10°C möglich ist.

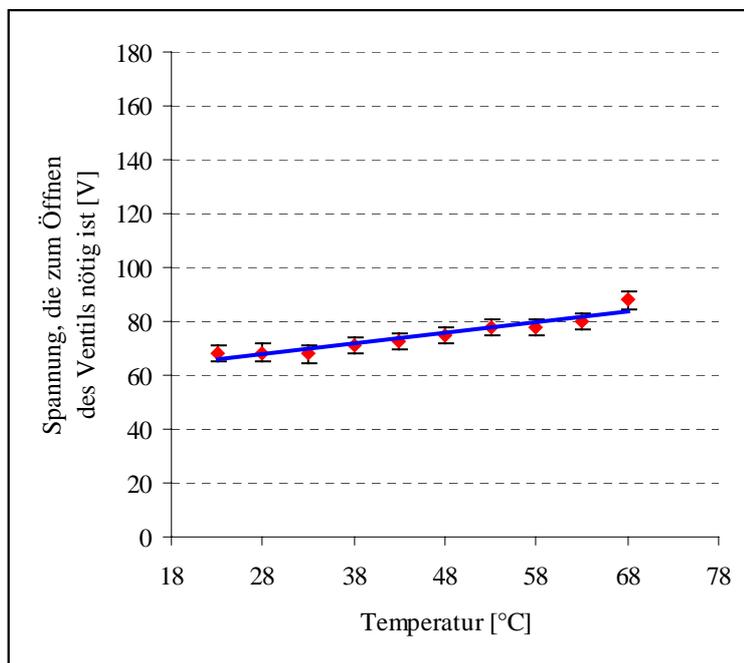


Abb.104 Abhängigkeit der Öffnungsspannung eines Ventils

6.2 Messungen am Mikrodosiersystem

6.2.1 Elektronik für den Flusssensor

Bereits in Abschnitt 2.2.1 wurde der theoretische Hintergrund des Messverfahrens erläutert, das sich der Änderung der Wärme eines elektrisch beheizten Körpers bedient, der von einem Fluid umströmt wird.

In diesem Abschnitt soll nun die Funktionsweise der Messelektronik für die Durchflussmessung dargestellt werden. Die Elektronik wurde in Zusammenarbeit mit dem Institut für Prozessdatenverarbeitung und Elektronik, IPE, im Forschungszentrum Karlsruhe, im Rahmen einer Diplomarbeit, siehe [Hen03], entwickelt.

Häufig wird in der thermischen Durchflussmesstechnik eine Messbrücke eingesetzt. Man verwendet die sogenannte Konstanttemperaturanemometerschaltung. Bei dieser Schaltung wird die Sensortemperatur, also auch der Sensorwiderstand oberhalb der Mediumtemperatur konstant gehalten.

Die schematische Messanordnung wird in Abb.105 gezeigt. Hierbei sind die Brückenschaltung und ein Differenzverstärker, RV , zu einem Regelkreis verbunden. Dabei sind R_S der Sensorwiderstand, der zur Strömungsgeschwindigkeitsmessung verwendet wird, und R_K der Widerstand, der zur Temperaturkompensation verwendet wird. R_1 und R_2 sind feste Vergleichswiderstände und R_3 ein einstellbarer, zum Brückenabgleich notwendiger Widerstand.

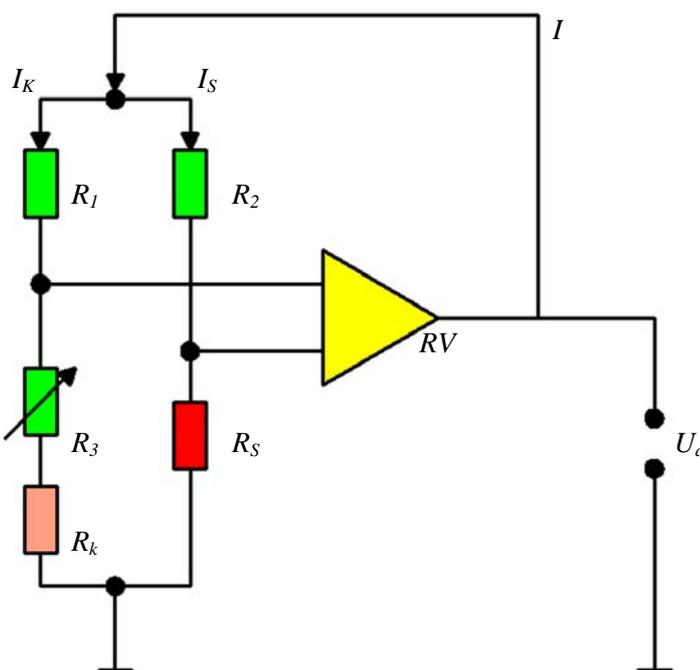


Abb.105 Konstanttemperaturanemometer

Durch eine Strömung wird dem Sensor Wärme entzogen, was eine veränderte Temperatur am Sensor bewirkt. Die daraus resultierende Änderung des ohmschen Widerstands R_S bewirkt eine Brückenverstimmung und somit eine Spannungsdifferenz am Eingang des Verstärkers. Dem Vorzeichen entsprechend verringert oder erhöht sich am Ausgang des Verstärkers die Brückenspeisespannung U_a . Somit wird auch der Speisestrom I , der für die Erwärmung des Sensors verantwortlich ist, nachgeregelt bis die Brücke wieder auf Null abgeglichen ist. Auf diese Weise bleibt die Sensortemperatur und somit der Sensorwiderstand auf einem konstanten Wert. Auf diese Art kompensiert der Regelkreis die durch die Strömung verursachte Abkühlung des Widerstandes. Die Brückenspeisespannung ist proportional zum Speisestrom und ein Maß für die Strömungsgeschwindigkeit und damit auch für die Größe des Durchflusses, was bereits in Gleichung (9) in Abschnitt 2.2.1 dargestellt wurde.

Aus Abb.105 ist ersichtlich, dass die beiden Widerstände R_S und R_K in dem Fluid liegen müssen. Die Temperatur von R_K darf allerdings durch das Aufheizen von R_S nicht beeinflusst werden.

Die Sensoren haben einen sehr wichtigen Vorteil. Sie haben, wie dies in [Dit02] gezeigt wird, eine sehr kurze Ansprechzeit von circa 5ms.

Aufgrund dieser kurzen Ansprechzeit konnte das Messprinzip der Konstanttemperaturmessung modifiziert werden. Die Messung von Temperatur und Fluss wird nicht mehr laufend parallel an zwei verschiedenen Widerständen gemessen, sondern nacheinander an einem Sensorwiderstand. Die Schaltung beruht auf einem Pulsbetrieb, bei dem der Heizleiter durch einen Energiepuls auf den vorgegebenen Sollwert gebracht und für eine festgelegte Zeit auf diesem Niveau gehalten wird. Danach wird der Puls abgeschaltet. Bevor der nächste Energiepuls eingespeist wird, hat sich der Leiter bereits abgekühlt und die Fluidtemperatur angenommen.

In nebenstehender Abb.106 ist schematisch die Funktionsweise dieses Pulsverfahrens gezeigt. Der Takt gibt die Länge t_s der Durchflussmessung und der Temperaturmessung t_T vor. Weiterhin sind der Strom I_s dargestellt, der in den Leiter geführt wird, und das Spannungssignal U_T , das ein Maß für die Temperatur des Fluids ist. Der Strom I_s ist für verschiedene Strömungsgeschwindigkeiten, die hier mit C_1 beziehungsweise C_2 bezeichnet werden, wobei $C_1 > C_2$ ist, dargestellt. Die Strömungsgeschwindigkeit wird während der mit t_s gekennzeichneten Zeit bestimmt. Die Leiterbahn des Sensors wird dabei durch Anlegen einer konstanten Spannung erwärmt. Daraufhin erhöht sich der ohmsche Widerstand der Leiterbahn, bis er die vorher eingestellte Widerstandsdifferenz, was zu einer Temperaturdifferenz analog ist, erreicht hat.

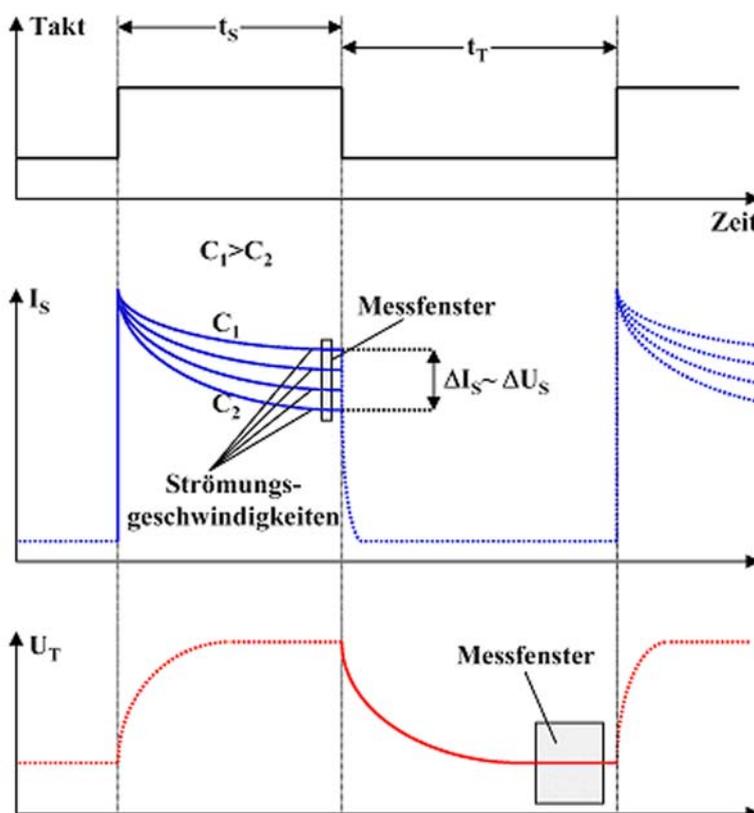


Abb.106 Pulsverfahren zur Durchflussmessung: t_s ist das Intervall zur Geschwindigkeitsmessung, t_T das Intervall zur Temperaturmessung

Im gleichen Maß wie sich der Widerstand erhöht wird der Leiterbahnstrom I_s abgesenkt, wie es für verschiedene Strömungsgeschwindigkeiten dargestellt ist. Dabei muss, um die gewählte Temperaturdifferenz zu erreichen, um so mehr Strom zugeführt werden, je mehr das strömende Medium die Leiterbahn abkühlt, das heißt je höher die Strömungsgeschwindigkeit ist. Während der Zeit t_s stellt sich der stationäre Zustand ein, das heißt alle den Messwert beeinflussende Größen sind zeitunabhängig.

Die Strömungsmessung kann, aufgrund der gemessenen Ansprechzeiten nach mindestens 5ms und die Temperaturmessung nach mindestens 50ms erfolgen.

Der Vorteil der gepulsten Messung mit nur einem Widerstand gegenüber einer kontinuierlichen Messung mit zwei Widerständen ist die große fertigungstechnische Vereinfachung, den Sensor auf einen Widerstand reduzieren zu können. Außerdem lässt sich der Stromverbrauch wesentlich reduzieren, was besonders für batteriebetriebene Systeme vorteilhaft ist. Ein weiterer Vorteil des Pulsbetriebs ist, dass bei geöffnetem Regelkreis und einer Ansteuerung der D/A-Wandler für ein Ausgangssignal von 0V der Offset für die gesamten Signalfade der Anlogschaltung bestimmt und bei der Messung berücksichtigt werden kann.

Die folgende Abb.107 gibt einen Überblick über die Funktionsweise der gesamten Elektronik.

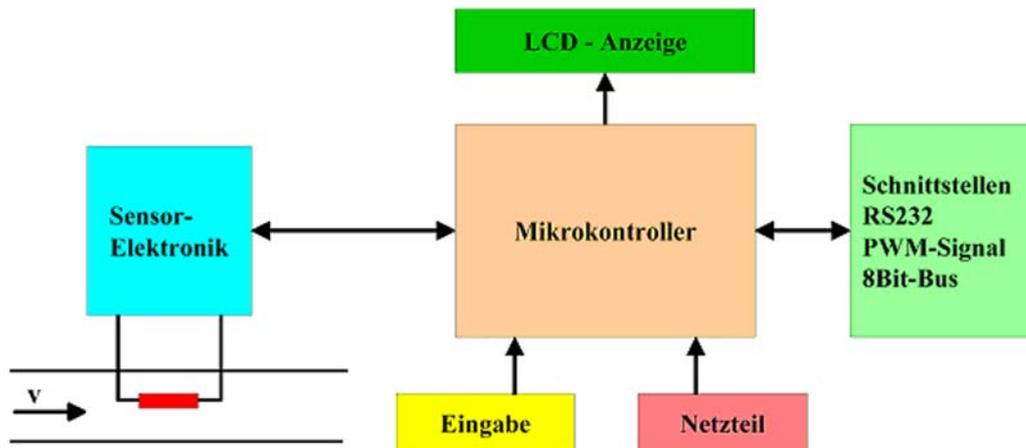


Abb.107 Blockschaltbild des Messsystems

Die analogen Signale, die durch die Sensor-Elektronik nach dem beschriebenen Pulsverfahren erzeugt werden, werden über einen A/D-Wandler an den Mikrokontroller übergeben und dort weiterverarbeitet. Der Verbindungspfeil ist bidirektional, weil aus den berechneten Werten auch Regelparameter und Kompensationswerte vom Mikrokontroller über D/A-Wandler an die Sensor-Elektronik übergeben werden müssen.

Der Wert des Durchflusses kann über ein LCD-Display abgelesen werden oder über Schnittstellen an einen Datenerfassungsrechner gegeben werden.

6.2.2 PID Regelung

Für das Mikrodosiersystem wird eine Regelung benötigt. Hierfür bietet sich eine sogenannte PID Regelung an. Die mathematischen Hintergründe der PID Regelung sollen in diesem Abschnitt erläutert werden.

Regeln ist ein technischer Vorgang in einem abgegrenzten System, bei dem eine physikalische Größe, die Regelgröße, oder Istwert, fortlaufend erfasst und mit einem vorgegebenen Wert, der Führungsgröße, dem Sollwert, verglichen wird. Bei Abweichungen des Istwerts vom Sollwert beeinflusst der Regler die Regelstrecke mit dem Ziel, den Istwert dem Sollwert anzugleichen. Im Allgemeinen ist eine solche zunächst eingestellte Gleichheit nicht von Dauer. Störgrößen verschiedenster Art verändern die Regelgröße und verlangen ein Nachregeln. Dabei kann es vorkommen, dass das Nachregeln keinen Erfolg hat, das heißt Gleichheit von Ist- und Sollwert nicht einstellbar ist, vielmehr ist der Istwert mal größer und mal kleiner als der Sollwert. Man sagt der Regelkreis schwingt.

Es sind hier einige Begriffsdefinitionen nötig.

Die **Strecke** ist derjenige Teil eines Systems, in dem physikalische Größen mit einem bestimmten Ziel beeinflusst werden sollen.

Ein **Regler** ist eine Schaltung oder ein programmierter Prozessor zur Durchführung der Regelung. Diese muss verschiedene Zielvorgaben erfüllen. Die Güte einer Regelung wird beispielsweise durch die Genauigkeit bestimmt, mit welcher der Sollwert eingestellt werden kann. Auch die Verzögerung, mit welcher der Istwert dem Sollwert folgt, ist eine wichtige Kenngröße.

Systeme verarbeiten Eingangssignale, im weiteren mit $x(t)$ bezeichnet, dadurch, dass sie wieder andere Signale an ihrem Ausgang erzeugen, die mit $y(t)=S(x(t))$ bezeichnet werden.

Eine analytische Beschreibung einzelner Elemente eines Regelsystems S kann mit Hilfe dieser Beziehung erfolgen.

Ein **P-Glied** wird definiert durch die funktionale Beziehung:

$$(40) \quad y(t) = k_P \cdot x(t),$$

wobei k_P der sogenannte Proportionalbeiwert des P-Gliedes ist.

Das **I-Glied** hat die funktionale Beziehung:

$$(41) \quad y(t) = k_I \cdot \int_0^t x(\tau) d\tau,$$

mit dem Integrierbeiwert k_I .

Die funktionale Beziehung des **D-Gliedes** lautet:

$$(42) \quad y(t) = k_D \cdot \frac{dx}{dt},$$

mit dem Differenzierbeiwert k_D .

Der **PID-Regler** bildet das Stellsignal aus der Regeldifferenz durch proportionale Verstärkung, P-Anteil, durch Integration der Regeldifferenz, I-Anteil, und durch Differentiation der Regeldifferenz, D-Anteil.

Die funktionale Beschreibung eines PID-Reglers lautet:

$$(43) \quad y(t) = k_P \cdot x(t) + k_I \cdot \int_0^t x(\tau) d\tau + k_D \cdot \frac{dx}{dt}$$

Der P-Anteil sorgt bei Auftreten einer Regeldifferenz sofort für ein Stellsignal, da ein P-Regler ohne Verzögerung reagiert; allerdings verbleibt häufig dauerhaft eine Regeldifferenz. In Kombination mit einem I-Regler wird das Stellsignal solange verändert, bis die Regeldifferenz zu Null wird. Der D-Anteil macht sich nur bei Änderungen bemerkbar und lässt den Regler schnell auf Änderungen reagieren. PID-Regler sind Universalregler.

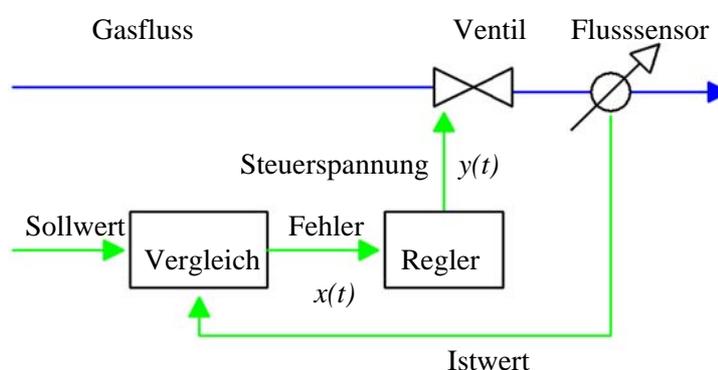


Abb.108 Schematische Darstellung der Regelstrecke der PID-Regelung

Ihr Hauptnachteil ist die Vielfalt möglicher Parameterwerte, die geeignet auszuwählen sind, um einen optimalen Regler zu erhalten. Wenn möglich setzt man daher die einfacheren P- oder PI-Regler ein. Das Regelglied hat die Aufgabe einer stabilen Durchflusskontrolle mit hoher Regelungsgenauigkeit. Die richtig eingestellten Konstanten k_P , k_I und k_D verändern ständig die Prozessvariable in die gewünschte Richtung, um eine Abweichung zwischen Soll- und Istwert zu beseitigen.

Es gibt unterschiedliche Methoden, um die Konstanten zu bestimmen, zum Beispiel die üblicherweise verwendete Ziegler-Nichols-Methode, [Zie42], oder andere mathematische Modelle, wie sie in [Ast93] oder [Lor97] beschrieben werden. Da hier ein Vorabentwurf der mathematischen Zusammenhänge der Regelstrecke in dem Mikrodosiersystem nicht möglich ist, verbleibt nur die Möglichkeit, die Konstanten durch "Ausprobieren" zu optimieren.

6.2.3 Versuchsaufbau

Zur Untersuchung des Regelverhaltens des Mikrodosiersystems wurde ein Experiment aufgebaut, das schematisch in Abb.109 gezeigt wird. Aus einem Gasreservoir, in dem ein Druck von 1,0bar herrschte, wurde Stickstoff zu einem Mikrodosiersystem geleitet. Das Ventil in dem Mikrodosiersystem wurde über einen PC gesteuert. Dieser erhielt ein analoges Spannungssignal von der in Abschnitt 6.2.1 beschriebenen Elektronik des Flusssensors. Diesen Wert verglich der PC mit einer manuellen Vorgabe und erzeugte entsprechend des PID-Algorithmus das Steuersignal des Ventils.

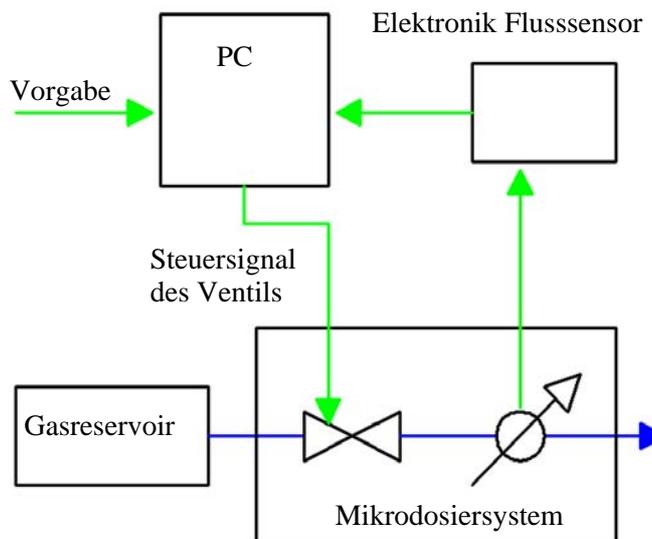


Abb.109 Schematische Darstellung des Versuchsaufbaus zum Mikrodosiersystem

Die Messstruktur des Flusssensors war aus Gold gefertigt und hatte einen Widerstand von 50Ω . Es wurde in einem Bereich von 10sccm bis 30sccm gemessen, da die Kennlinie des Flusssensors in diesem Bereich die größte Steigung aufwies, also trotz des kleinen Widerstands eine gute Auflösung zu erreichen war.

6.2.4 Ergebnisse

In Abb.110 sieht man die Regelungscharakteristik des Mikrodosiersystems anhand einer Sprungfunktion als Vorgabe. Die Vorgabe ist als rote Linie zu erkennen. Sie springt zwischen den Spannungswerten, die bei diesem Sensor den Bereich von 10sccm und 30sccm entsprechen.

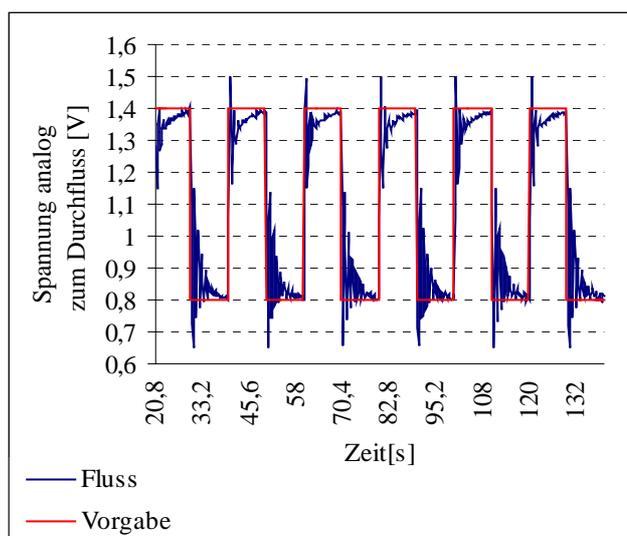


Abb.110 Regelungscharakteristik eines MDS anhand einer Sprungfunktion als Vorgabe

Der Durchfluss wurde in der Grafik entsprechend der Ausgabe der Flusssensorelektronik als Spannungswert angegeben. Es ist eine gewisse Trägheit des Systems bis zum Erreichen des Sollwerts

zu erkennen. Dies ist nach [Hen03] zu erklären durch eine große Reaktionszeit von circa 700ms der Flusssensorelektronik, deren elektronische Schaltung zur Unterdrückung von Rauschen eine Mittelung über mehrere Messwerte macht.

In einem weiteren Experiment mit gleichem Versuchsaufbau wurde die Vorgabe für den Durchfluss durch das Dosiersystem entsprechend einer Treppenfunktion gegeben. In Abb.111 ist wieder die Vorgabe als rote Linie, und die Reaktion des Mikrodosiersystems als blaue Linie zu sehen. Es ist deutlich zu sehen, dass im Unterschied zu der Sprungfunktion in Abb.110 das Überschwingen kleiner ist.

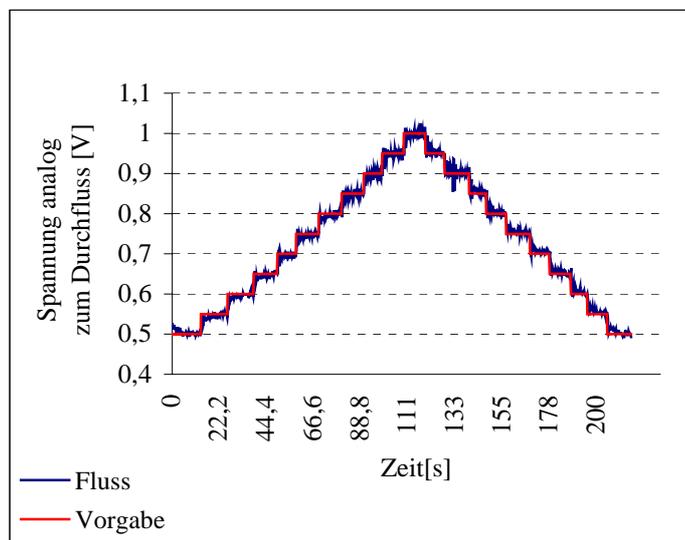


Abb.111 *Regelungscharakteristik eines MDS anhand einer Treppenfunktion als Vorgabe*

6.3 Diskussion der Kennlinien

In diesem Abschnitt, welcher das Kapitel 6 abschließt, sollen die Ergebnisse der Messungen diskutiert werden.

Es konnte nachgewiesen werden, dass die Funktionsfähigkeit des Ventils im Mikrodosiersystem, wie es in dieser Arbeit entworfen und realisiert wurde, in einem Temperaturbereich von 10°C bis 68°C gegeben ist. Dies ist eine deutliche Verbesserung gegenüber dem Ventil aus [Rog01]. Drücke von bis zu 2bar sind schaltbar. Höhere Vordrücke sind durch eine Variation des Drucks, unter dem das Hydraulikmedium steht, realisierbar.

Weiterhin konnte anhand von Sprungfunktionen und Treppenfunktionen die Regelungscharakteristik des Mikrodosiersystems dargestellt werden.

Die hohe Reaktionszeit des Systems, die man in den Abbildungen erkennen kann, ist begründet durch eine Mittelung, die in der Elektronik des Flusssensors gemacht wird. Außerdem konnte nur auf einen PC zurückgegriffen werden, der die Routine des PID Algorithmus nur alle 200ms durchführen konnte. In [Rog01] und [Dit01] wurden für das piezoelektrische Ventil und den Flusssensor eine Ansprechzeit von unter 1,8ms beziehungsweise 2,5ms angegeben. Durch den nur 2mm langen Verbindungskanal zwischen Ventil und Flusssensor im Mikrodosiersystem, ist eine theoretische Ansprechzeit von ebenfalls wenigen Millisekunden zu erwarten.

Kapitel 7 Zusammenfassung und Ausblick

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde ein integriertes Mikrodosiersystem aus Kunststoff entwickelt, hergestellt und charakterisiert.

Die Arbeit baut, wie viele vergleichbare Dissertationen, auf einigen vorangegangenen Arbeiten auf. Im wesentlichen sind dies die Dissertationen von T.Rogge und D.Dittmann, [Rog01] beziehungsweise [Dit02]. Neu in dieser Arbeit ist die deutliche Absenkung der Temperaturempfindlichkeit des in [Rog01] beschriebenen Ventils. Eine weitere Neuentwicklung ist die erstmals durchgeführte Kombination zweier Bauteile, die mit dem am Institut benutzten Verfahren zur Herstellung mikrofluidischer Komponenten realisiert wurden, zu einem integrierten Mikrosystem. Schließlich wurde im Bereich der Aufbau- und Verbindungstechnik eine Neuentwicklung geschaffen: Die Evakuierbarkeit der Klebstoffkammern.

Für die Entwicklung dieses Mikrodosiersystems wurde ein Verfahren zur Herstellung von mikrofluidischen Komponenten auf der Basis von Kunststoffen benutzt, das seit Anfang der 1990er Jahre am Institut für Mikrostrukturtechnik, IMT, des Forschungszentrums Karlsruhe entwickelt wird. Dieses Verfahren kombiniert die Schritte Abformung, Oberflächenmikromechanik und Membranübertragung. Es wird als AMANDA-Verfahren bezeichnet. Durch Heißprägen oder Spritzguss erzeugt man Kunststoffgehäuse, in denen fluidische Strukturen wie zum Beispiel Kanäle, Pumpenkammern oder Ventilsitze enthalten sind. Mikromechanische Verfahren wie etwa die lithografische Strukturierung von Resists liefern eine Membran. Diese Membran ist der wesentliche Bestandteil eines jeden AMANDA-Bauteils. Durch geeignete Verbindungsverfahren wie Kleben oder Schweißen wird die Membran auf das Kunststoffgehäuse übertragen.

Es konnten in den letzten Jahren eine Vielzahl von mikrofluidischen Bauteilen mit dem AMANDA-Verfahren realisiert werden. Anwendungsbeispiele sind eine thermopneumatische Pumpe, ein Mikroentgaser, ein piezoelektrisches Ventil, ein Drucksensor und ein Durchflusssensor.

Dieses piezoelektrische Ventil bestach durch ausgezeichnete Eigenschaften. Es hatte eine Schaltzeit von unter zwei Millisekunden, einen außergewöhnlich kleinen Leckfluss und konnte einen Druckbereich bis 2bar schalten. Allerdings musste eine starke Abhängigkeit gegenüber einer Veränderung der Umgebungs- oder Fluidtemperatur beobachtet werden. Bereits eine Erwärmung um wenige Grad Celsius über die Fertigungstemperatur führte dazu, dass das Ventil nicht mehr funktionierte. Dies verhinderte den Einsatz des Ventils in so gut wie allen technischen Anwendungen.

Aus diesem Grund war eine Hauptaufgabe der vorliegenden Dissertation, das Design des Ventils so zu verändern, dass ein Funktionsbereich von circa 10°C bis 60°C erreicht werden kann. Diese Aufgabe wurde mit "Ziel 1: Temperaturkompensation des Ventils" bezeichnet.

Die Untersuchungen und Ergebnisse zu diesem Ziel werden nach der Formulierung von zwei weiteren Zielen im Rahmen dieses Kapitels zusammengefasst.

In der Einleitung dieser Dissertation ist ein Aspekt der Mikrosystemtechnik angesprochen worden, der als ein wesentliches Charakteristikum dieser Technologie angesehen werden kann: Die Integration verschiedener Bauteile zu einem Mikrosystem, das *empfinden*, *entscheiden* und *reagieren* kann. Die Bauteile, die bis heute mit dem AMANDA-Verfahren entwickelt wurden, waren bezüglich dieser Betrachtungsweise keine Mikrosysteme, sondern nur Einzelkomponenten.

Als zweites Ziel dieser Arbeit wurde aus diesem Grund folgendes formuliert: "Ziel 2: Integration eines Flusssensors und eines Ventils zu einem Mikrodosiersystem".

Grundsätzlich besteht der Wunsch bei Anwendern mikrofluidischer Systeme, den Kontakt des Gases oder der Flüssigkeit, die mit Hilfe des Bauteils geschaltet werden, auf Stoffe zu reduzieren, die in ihren Eigenschaften chemisch oder biologisch unbedenklich sind. Bei dem AMANDA-Verfahren wird üblicherweise eine Klebtechnik angewendet, bei der Epoxydharzklebstoffe zum Einsatz kommen. Der unvermeidbare Kontakt dieser Klebstoffe mit dem Fluid war von vielen Interessenten für AMANDA-Komponenten als äußerst unerwünscht kritisiert worden.

Folglich wurde eine dritte Aufgabe für diese Dissertation als "Ziel 3: Entwicklung eines chemisch inerten Verbindungsverfahrens" formuliert.

Die Untersuchungen, die zum Erreichen dieser drei Ziele gemacht wurden, und die Ergebnisse, die im Rahmen dieser Dissertation erzielt werden konnten, werden im folgenden dargestellt. In dieser Zusammenfassung wird zwar eine Trennung der Ziele vorgenommen. Dies aber nur zur einfachen Gliederung dieses Kapitels. Tatsächlich gingen die Arbeiten zu den drei Zielen meist parallel.

Ziel 1: Temperaturkompensation des Ventils

Das Ventil, das in einer vorangegangenen Dissertation entwickelt worden war, war aus verschiedenen Materialien aufgebaut. Das Gehäuse war aus dem Kunststoff PSU. Es fixierte eine Polyimidmembran, die den Ventilsitz am Einlass abdichtete. Eine Keramikscheibe aus einem piezoelektrisch aktiven Material war mit einer Trägerscheibe aus Metall verklebt. Diese Kombination bildete den Aktor. Das Anlegen einer elektrischen Spannung führte in der piezoelektrischen Schicht dieses Unimorphs zu einer radialen Kontraktion, die aufgrund der festen Verbindung der Keramik- mit der Metallscheibe zu einer Wölbung des Aktors entsprechend eines Kugelschalenabschnitts führte. Diese Wölbung war sehr klein, sie betrug nur circa $15\mu\text{m}$. Der kleine Hub wurde in dem Ventil mit Hilfe eines hydraulischen Mechanismus auf einen größeren Hub der Ventilmembran über dem Ventilsitz übersetzt. Das Hydraulikmedium war ein Silikon, das in dem Ventil verkapselt war. Dieses Silikon wurde aus zwei Komponenten gemischt, die in der Hydraulikkammer zu einem Zustand reagierten, der sich als weichelastisch, oder als sehr hoch viskos beschreiben lässt.

In der vorliegenden Dissertation wurden zum Erreichen des ersten Zieles analytische und experimentelle Untersuchungen des thermischen Verhaltens des Ventils angestellt. Es konnte erkannt werden, dass die Ursache der Temperaturempfindlichkeit des Ventils in den unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten der eingesetzten Materialien liegt. So haben das Gehäusematerial und das Hydraulikmedium einen um den Faktor fünf unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten. Es wurden Lösungsansätze zur Verbesserung des thermischen Verhaltens verfolgt. Aus diesen Voruntersuchungen ließ sich ein Konzept ableiten, das im Wesentlichen daraus bestand, das Volumen des Hydraulikmediums zu reduzieren und die Halterung des Aktors zu verändern. Der Hydraulikmechanismus und das Aktorkonzept wurden beibehalten. Eine Neuerung ist allerdings die Möglichkeit der Verwendung einer Hydraulikflüssigkeit anstatt des Silikons. Vorteil einer Flüssigkeit zur Weg- und Kraftübertragung ist die deutlich geringere Kraft, die zur Deformation nötig ist. Dies zeigt sich theoretisch in einer reduzierten Ansprechzeit, was allerdings im Rahmen dieser Dissertation experimentell nicht überprüft wurde. Es wurden nur Ventile mit Silikon als Hydraulikmedium untersucht. Das temperaturkompensierte Ventilkonzept wurde im Layout des Mikrodosiersystems umgesetzt.

Es konnte im Rahmen dieser Arbeit ein Design des Ventils entwickelt werden, das es erlaubt, das Ventil in einem Temperaturbereich von 10°C bis 68°C ohne deutliche Einbußen in der Funktionalität zu betreiben. Dies ist eine wesentliche Verbesserung gegenüber dem bestehenden Ventil.

Damit wurde das Ziel 1 erreicht.

Ziel 2: Integration eines Flusssensors und eines Ventils zu einem Mikrodosiersystem

Die Integration eines Flusssensors, der in einer vorangegangenen Dissertation entwickelt worden war, und des piezoelektrischen Ventils wurde parallel zu den Arbeiten an der Verringerung der Temperaturempfindlichkeit des Ventils durchgeführt. Zunächst wurden Vorversuche unternommen, bei denen Ventil und Flusssensor in dieser Reihenfolge mit Schläuchen fluidisch kontaktiert wurden, um die Eignung dieser Kombination für die Integration in ein Mikrodosiersystem zu untersuchen. Wie dies in Abschnitt 3.1.4 dieser Dissertation beschrieben wurde, konnte erfolgreich gezeigt werden, dass das Ventil gut als Regelventil geeignet ist. Zur Realisierung des integrierten Mikrodosiersystems wurde dann ein Konzept entwickelt, bei dem in Flussrichtung zunächst das Ventil und dann der Flusssensor platziert sind. Das Fluid wird in diesem Konzept auf der Unterseite des Systems in Kanälen geführt und durch entsprechende Durchlöcher in dem Gehäuse des Mikrodosiersystems in das Ventil beziehungsweise den Flusssensor geleitet.

Nach der konzeptionellen Phase wurden Werkzeuge für das Heißprägeverfahren entworfen. In diesen Werkzeugen wurde erstmals eine bestimmte Oberfläche entworfen, um im Bereich der Durchlöcher, die in dem Kunststoffteil entstehen sollten, Sollbruchstellen zu erzeugen, die das Entfernen der Restschicht, die üblicherweise beim Heißprägeprozess übrig bleibt, erleichtern. Es wurde im Rahmen

dieser Arbeit gezeigt, dass sich dieses Konzept erfolgreich umsetzen lässt. Weiterhin wurden drei Chrommasken für die lithografische Strukturierung der Polyimidmembran und der elektrischen Leiterbahn entworfen. Diese Membran fungierte als Ventilmembran, und es wurde in ihr eine Struktur für die Durchflussmessung integriert.

Das Durchflussmessverfahren basiert auf dem thermisch anemometrischen Prinzip. Darunter versteht man die messtechnische Ausnutzung der folgenden physikalischen Effekte. Erstens erwärmt sich ein stromdurchflossener Leiter. Zweitens ändert eine Flüssigkeit oder ein Gas die Temperatur eines Körpers, den es umfließt. Diese Prinzipien wurden in Zusammenarbeit mit dem Institut für Prozessdatenverarbeitung und Elektronik, IPE, im Forschungszentrum Karlsruhe im Rahmen einer dort angefertigten Diplomarbeit, die sich mit der Entwicklung einer geeigneten Sensorelektronik beschäftigte, messtechnisch umgesetzt.

Wie in Abschnitt 6.2.4 dieser Dissertation beschrieben, wurden an den Mikrodosiersystemen Messungen zur Charakterisierung des Regelverhaltens mit Stickstoff durchgeführt. Es war eine hohe Güte der Regelung festzustellen. Allerdings führte die Implementierung des PID Algorithmus auf einem langsamen Rechner ohne externen Zeitgeber zu einer hohen Ansprechzeit. Dieses Problem ist leicht lösbar, wenn man eine geeignete Elektronik entwickelt. Dies wurde im Rahmen dieser Arbeit nicht gemacht, denn es stand nur die Untersuchung der Realisierbarkeit eines integrierten Mikrodosiersystems mit dem AMANDA-Verfahren im Vordergrund. Dies konnte gezeigt werden.

Somit kann auch das Ziel 2 als erfüllt betrachtet werden.

Ziel 3: Entwicklung eines chemisch inerten Verbindungsverfahrens

AMANDA-Bauteile wurden bisher mit einem Verbindungsverfahren hergestellt, das Kammerklebverfahren genannt wird. Es lässt sich gut als ein Reaktionsspritzguss verstehen, bei dem das Kunststoffgehäuse, in dem neben den fluidischen Strukturen Hohlräume für den Klebstoff vorgesehen sind, und der Siliziumwafer, auf dem sich eine Polyimidmembran befindet, den Raum definieren, in den ein Epoxydharzklebstoff eingespritzt wird. Dieser Klebstoff reagiert abhängig von der Temperatur aus und verbindet so das Gehäuse und die Membran.

Es hatten sich im Laufe der Voruntersuchungen zur Erstellung eines Fertigungskonzeptes für ein integriertes Mikrodosiersystem einige Nachteile dieses Verfahrens herausgestellt. Dadurch dass sich trotz Verpressung der Fügepartner Gehäuse und Membran keine Dichtheit zwischen fluidischen Funktionsbereichen und Klebstoffkammern erzeugen ließ, kam es häufig zu einem Überlaufen des Klebstoffs in die Fluidstrukturen. Dies konnte nur durch eine hohe Aushärtetemperatur, die den Reaktionsvorgang verkürzt, leidlich vermieden werden. Weiterhin entstanden häufig Luftblasen, die sich begründet durch die kurze Aushärtezeit nicht aus der Kammer ausspülen ließen. Hinzu kam ein in den bisher verwendeten Gehäusen für das AMANDA-Verfahren undefinierter Auslauf für den Klebstoff, was nicht selten zu einer Beschädigung der Verklebeapparatur führte.

Zur Lösung dieser Probleme wurde ein Verklebeverfahren entwickelt, welches das Phänomen der Photodegradation von einigen wenigen Polymeren, zu denen PMMA gehört, zu Hilfe nahm. Darunter versteht man die Veränderung zum Beispiel mechanischer Eigenschaften eines Polymers unter UV-Lichteinfluss. Hier wurde eine Reduzierung der Glasübergangstemperatur in der nur wenige Mikrometer tiefen Schicht, die das UV-Licht in das Polymer eindringt, erreicht. Damit ließen sich die Klebstoffkammern von den fluidischen Strukturen druckdicht trennen. Auf diese Weise konnten Klebstoffkammern entworfen werden, die evakuierbar sind, was das Ausspülen von Blasen ermöglicht. Evakuierte Klebstoffkammern bieten zudem den Vorteil, dass man beim Layout der Gehäuse nicht auf strömungsgünstige Formen beschränkt ist, wie dies bisher der Fall war. Hinzu kommt der Vorteil, bei Raumtemperatur verkleben zu können.

Bei der Montage des Mikrodosiersystems konnte erfolgreich nachgewiesen werden, dass dieses Fügekonzept sehr gut funktioniert. Es verzeiht sogar Fehler in den Gehäusen, was in Abschnitt 5.4.1 dieser Dissertation beschrieben wurde. Somit wurde auch Ziel 3 erreicht.

Allerdings muss berücksichtigt werden, dass das degradierte PMMA, das für die Versiegelung der Klebstoffhohlräume benötigt wird, in Kontakt mit dem Fluid kommt. Durch die Degradation haben sich in der Siegelschicht leicht lösliche Bestandteile des PMMA gebildet. Diese Substanzen sind

möglicherweise in einigen Anwendungen unerwünscht und müssten durch ein Spülen des Systems vor der Benutzung entfernt werden.

Es konnten also, wie in dieser Zusammenfassung erläutert, alle drei Ziele der hier vorliegenden Dissertation erreicht werden. Allerdings sind noch einige Fragen offen geblieben, die teilweise bereits in den Kapiteln dieser Arbeit angesprochen wurden.

So wurde keine experimentelle Untersuchung des Ansprechverhaltens des Mikrodosiersystems gemacht. Theoretisch müsste die Ansprechzeit im Bereich von 2 bis 5 Millisekunden liegen. Ein Experiment sollte dies klären. Es konnten im Rahmen dieser Arbeit keine vergleichenden Untersuchungen zwischen mit Silikon beziehungsweise Glycerin befüllten Ventilen bezüglich der Temperaturempfindlichkeit, des Langzeitverhaltens und der Ansprechzeit gemacht werden. Weiterhin sollte durch ein Redesign der Gehäuse und entsprechend der Chrommasken die Größe des Mikrodosiersystems verkleinert werden. Allerdings ist bedingt durch den Durchmesser des Aktors von 10mm eine Verkleinerung auf 11mm x 11mm nicht möglich. Das in Abschnitt 5.3 erläuterte Verfahren zur galvanischen Herstellung der Aktoren, das in dieser Zusammenfassung noch gar nicht erwähnt wurde, bietet eine Vielzahl von Verbesserungsmöglichkeiten. So sollten systematische Untersuchungen helfen, die Auslenkung und Kraft der Aktoren mit Hilfe der galvanischen Parameter zu beschreiben. Eine Untersuchung der Regelungscharakteristik des Mikrodosiersystems bei Flüssigkeiten sollte sich anschließen.

Den Abschluss dieser Arbeit bildet eine Aufnahme des fertigen integrierten Mikrodosiersystems aus Kunststoff, wie es auf einer Platine festgeklebt ist.

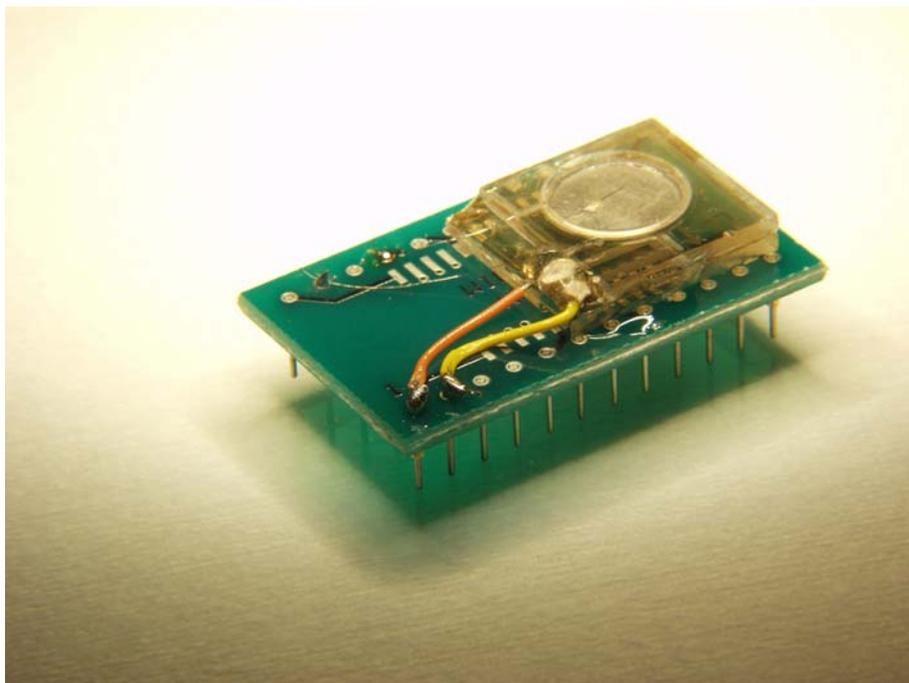


Abb.112 *Ein integriertes Mikrodosiersystem aus Kunststoff*

Kapitel 8 Anhang

8.1 Materialdaten

Material	Spez. Widerstand bei 20°C [$\mu\Omega\text{cm}$]	Temperaturkoeffizient bei 0-100°C [1/K]	Spez. Wärmeausdehnung 0-100°C 10^{-6} [1/K]
Chrom	13,2	0,00214	6,5
Gold	2,2	0,0040	14,1
Platin	10,58	0,00392	9

Tab.4 Elektrische und thermische Eigenschaften einiger Metalle [Lan98]

Material	Elastizitätsmodul	Poisson Faktor μ	Thermischer Ausdehnungskoeffizient	d_{31}
PIC 151	66,6 GPa	0,3	$5 \cdot 10^{-6} K^{-1}$	$-210 \cdot 10^{-12} mV^{-1}$

Tab.5 Materialeigenschaften von PIC 151 [Pi-cer]

Material	Elastizitätsmodul
Messing	110GPa
Stahl (kaltgewalzt)	190GPa
Aluminium	71 GPa
PMMA	2,1 GPa

Tab.6 Elastizitätsmodul einiger Metalle, [Lan98]

Material	Thermische Ausdehnung α
Polyimid	$30 \cdot 10^{-6} K^{-1}$
PSU	$60 \cdot 10^{-6} K^{-1}$
PMMA	$70 \cdot 10^{-6} K^{-1}$
PP	$160 \cdot 10^{-6} K^{-1}$
Silgel 612	$250 \cdot 10^{-6} K^{-1}$ [Wac]

Glycerin	$170 \cdot 10^{-6} K^{-1}$ [Lan98]
Edelstahl Typ 304	$17,3 \cdot 10^{-6} K^{-1}$ [Lan98]
Messing	$19,5 \cdot 10^{-6} K^{-1}$
Nickel	$13,3 \cdot 10^{-6} K^{-1}$
Silizium	$2,6 \cdot 10^{-6} K^{-1}$

8.2 Literaturverzeichnis

Abkürzung	Quelle
[And01]	H.Anderson: <i>"Hydrophobic valves of plasma deposited octafluorocyclobutane in DRIE channels"</i> , Sensors and Actuators B 75 (2001) 136-141
[Ast93]	K.J.Astrom, T.Hagglund: <i>"Automatic tuning and adaptation for PID controllers- a survey"</i> , Control engineering Practice, Vol.1, (1993), pp.669-714.
[Bar03]	<i>"Microvalves – controlling elements in microfluidics"</i> Bartels Mikrotechnik Product Information
[Bas77]	E.Bassous, H.H.Taub, L.Kuhn: <i>"Ink jet printing nozzle arrays etched in silicon"</i> , Appl. Phys. Lett., Vol.31, (1977), pp.135-137
[Bec86]	E.W.Becker, W.Ehrfeld, P.Hagmann, A.Maner, D.Münchmeyer: <i>"Fabrication of microstructures with high aspect ratios and great structural heights by synchrotron radiation lithography, galvanofforming, and plastic molding."</i> , Microelectron. Eng. 4:35-56. (1986)
[Ber98]	Berberig, Nottmeyer, Mizuno, Kanai, Kobayashi: <i>"The Prandtl micro flow sensor: a novel silicon diaphragm capacitive sensor for flow-velocity measurements"</i> , Sensors and Actuators A66, 1998, S.93 – 98
[Böh00]	S.Böhm, B.Timmer, W.Olthuis, P.Bergveld: <i>"A closed-loop controlled electro-chemically actuated micro-dosing system"</i> , J. Micromech. Microeng. 10 (2000) 498–504
[Böh99]	S.Böhm, W.Olthuis, P.Bergveld: <i>"An integrated Micromachined Electrochemical Pump and Dosing System"</i> , Journal of Biomedical Microdevices 1:2, 121-130, 1999, 1999 Kluwer Academic Publishers, Boston, Manufactured in the Netherlands
[Bos02]	D.Bosch, B.Heimhofer, G.Mück, H.Seidel, U.Thumser, W.Welser: <i>"A silicon microvalve with combined electromagnetic/electrostatic actuation"</i> , Deutsche Aerospace AG, P.O. Box 801109, D-8000 Munich 80 Germany, Available online 9 January 2002
[Bot95]	A.Both, W.Bacher, M.Heckeke, K.D.Müller, R.Ruprecht, M.Strohrmann: <i>"Molding process with high alignment precision for the LIGA technology"</i> , Proc. MEMS'95, Amsterdam, Netherlands
[Bro]	Bronstein: <i>"Taschenbuch der Mathematik"</i> ,
[Büs94]	B.Büstgens, W.Bacher, W.Bier, R.Ehnes, D.Maas, R.Ruprecht, W.K.Schomburg, L.Keydel: <i>"Micromembrane Pump Manufactured by Molding"</i> , Poster and Proceedings of the 4 th International Conference on New Actuators, Actuator '94, Bremen, June 15-17 (1994) S. 86-90
[Büt97]	S.Büttgenbach: <i>"Rückschlagventil"</i> , Institut für Mikrotechnik, TU Braunschweig, Arbeitsgruppe Mikrofluidik 1997
[Cab01]	E.Cabuz, J.Schwichtenberg, B.DeMers, E.Satren, A.Padmanabhan, C.Cabuz: <i>"MEMS-based Flow Controller for Flow Cytometry"</i> , Honeywell Intl. Plymouth, 2001

- [Cou01] P.Cousseau, R.Hirschi, B.Frehner, S.Gamper, D.Maillefer: *"Improved Micro-Flow Regulator for Drug Delivery Systems"*, Debiotech S.A., 2001, Lausanne, 0-7803-5998-4/01 @2001 IEEE
- [Dit02] D.Dittmann, Z.Rummler, K.Schlote-Holubek, W.K.Schomburg: *"Durchflusssensoren aus Kunststoff für sehr kleine Volumenströme auf der Basis des AMANDA-Verfahrens"*, FZKA Bericht 6710 (2002)
- [Döp99] J.Döpfer, M.Clemens, W.Ehrfeld, S.Jung, K.P.Kämper, H.Lehr: *"Micro gear pumps for dosing of viscous fluids"*, Journal of Micromech. Microeng. 7, 1997, 230-232
- [Dub90] W.Beitz, K.H.Küttner: *"Dubbel – Taschenbuch für den Maschinenbau"*, 17. neubearbeitete Auflage, Springer Verlag 1990. Seite C38
- [Ehr90] W.Ehrfeld: *"The LIGA process for microsystems."*, Micro System Technologies 1990 (ed. by H.Reichl) 521-528 Springer-Verlag, Heidelberg.
- [Eno96] Enoksson, G.Stemme, E.Stemme: *"A Coriolis Mass Flow Sensor Structure in Silicon"*, Royal Institute of Technology, Stockholm, IEEE 96, 1996, S. 156 – 161
- [Esa89] M.Esashi, S.Shoji, A.Nakano: *"Normally closed Microvalve and Micropump Fabricated on a Silicon Wafer"*, Sensors and Actuators 20, (1989), pp. 163-169
- [Fah94] J.Fahrenberg, D.Maas, W.Menz, W.Schomburg: *"Active microvalve system manufactured by LIGA"*, Proc. Of 4th International Conference on New Actuators Actuator'94 (Bremen, June 15–17) pp 71–74
- [Fah95] J.Fahrenberg, W.Bier, D.Mass, W.Menz, R.Ruprecht, W.K.Schomburg: *"Microvalve System Fabricated by Plastic Molding"*, J. Micromech. Microeng. 5 (1995) S. 169-171
- [Fit98] J.S.Fitch, A.K.Henning, E.B.Arkilic, J.M.Harris: *"Pressure based mass flow control using thermopneumatically actuated microvalves"*, Proceedings, Sensors and Actuators Workshop, 1998, 162-165
- [Fra96] J.Franz, H.Baumann, H.P.Trah: *"A monolithic silicon micro-liquid handling system with bimetallic valve and calorimetric flow sensor"*, ACTUATOR '96, 5th Conference on New Actuators, 26-28 June 1996, Bremen
- [Fre96] M.Freygang, H.Glosch, H.Haffner, S.Messner: *"Thermal actuation units for microvalves and micropumps"*, ACTUATOR '96, 5th Conference on New Actuators, 26-28 June 1996, Bremen
- [Fu03] C.Fu: *"Magnetically driven micro ball valves fabricated by multilayer adhesive film bonding"*, J. Micromech. Microeng. 13 (2003) S96–S102
- [Fu04] C.Fu, R.Truckenmüller, Z.Rummler, W.K.Schomburg: *"Magnetically driven micro ball valves fabricated by multilayer adhesive film bonding"*, FZKA-Bericht Nr. 6960; Januar 2004, Dissertation C. Fu
- [Ger02] D.Meschede: *"Gerthsen Physik"*, Springer-Verlag, 21. Auflage, 2002
- [Gir54] K.Girkmann: *"Flächentragwerke"*, Springer-Verlag 1954

Literaturverzeichnis

- [Göb99] J.Göbes, M.Kohl, V.Saile: *"Entwicklung von Normally Closed Mikroventilen mit Formgedächtnis-Dickfilmen"*, Diplomarbeit, Forschungszentrum Karlsruhe und Universität Karlsruhe (TH), 1999
- [Gol97] C.Goll, W.Bacher, B.Büstgens, D.Maas, R.Ruprecht, W.K.Schomburg: *"Electrostatically Actuated Polymer Microvalve Equipped with a moveable Membrane Electrode"*, J. Micromech. Microeng. 7 (1997) S. 224-226
- [Goo] Materialdaten für Messing, Goodfellow, <http://www.goodfellow.com>
- [Gui04] L.Gui, J.Liu: *"Ice valve for a mini/micro flow channel"*, Journal of Micromechanics and Microengineering 14 (2004) 242–246
- [Gün00] G.Günther: *"Entwicklung eines pneumatischen Mikroventils"*, Ölhydraulik und Pneumatik, 44 (2000) Nr. 9
- [Hae00] D.Haeffliger, D.Baechi, J.Dual, R.Buser: *"Thermal optimization of a micro valve array"*, Microsys. Technol. 6 229–234
- [Hah] G.Hahm: *"Fully microfabricated, silicon spring biased, shape memory actuated microvalve"*, Department of Electrical Engineering and Computer Science, Materials Science and Engineering Case Western Reserve University Cleveland, Ohio 44 106-722
- [Hec04] M.Heckeke, D.Hermann, A.Muslija, T.Schaller: *"Struktur auf einem Bauteil sowie Verfahren unter Verwendung der Struktur"*, Patentschrift DE 102 24 843 B3 2004.02.26, Anmeldetag: 05.06.2002, Veröffentlichungstag der Patenterteilung: 26.02.2004
- [Hec00] M.Heckeke, H.Dittrich: *"Prägen von Mikrobauteilen ohne Restschicht"*, 4.Statuskolloquium PMT, FZKA 6423, Forschungszentrum Karlsruhe (2000) S. 195
- [Hec98] M.Heckeke, W.Bacher, K.D.Müller: *"Hot embossing – The molding technique for plastic microstructures"*, Microsystem Technologies 4 (1998) S. 122-124
- [Hec99] M.Heckeke, K.D.Müller, W.Bacher: *"Microstructured Plastic Foils Produced by Hot Embossing"*, HARMST, Kisarazu (1999) S. 84-85
- [Hei02] B.deHeij, C.Steinert, H.Sandmaier, R.Zengerle: *"A Tunable and Highly-Parallel Picoliter-Dispenser Based on Direct Liquid Displacement"*, IMTEK, University of Freiburg (Germany), Georges-Koehler-Allee 103, D-79110 Freiburg, Germany, 0-7803-7185-2/02
- [Hen03] J.Henker: Diplomarbeit zur Flusssensor Elektronik, Forschungszentrum Karlsruhe 2003
- [Hen97] A.K.Henning, J.Fitch, D.Hopkins, L.Lilly, R.Faeth, E.Falsken, M.Zdebelik: *"A thermopneumatically actuated microvalve for liquid expansion and proportional control"*, Proceedings Transducers '97, 1997 Solid State Sensors and Actuators Conference, pp. 825-828, IEEE Press, Piscataway, NJ, 1997
- [Hir01] K.Hirata, D.Y.Sim, M.Esashi: *"Stainless Steel-Based integrated Mass-Flow Controller for reactive and Corrosive Gases"*, Transducers '01, Munich, June 10-14, 2001

- [Hos] K.Hosokawa, R. Maeda: *"Low-cost technology for high density microvalve arrays using polydimethylsiloxane (PDMS)"*, Surface & Interface Technology Division, Mechanical Engineering Laboratory, AIST, Japan
- [Hos00] K.Hosokawa: *"A pneumatically-actuated three-way microvalve fabricated with polymethylsiloxane using the membrane transfer technique"*, J. Micromech. Microeng. 10 (2000) 415-420
- [Iku90] K.Ikuta, T.Hasegawa, T.Adachi, S.Maru: *"Fluid drive chips containing multiple pumps and switching valves for biochemical IC family"*, MEMS'90 739-744
- [Kai00] S.C.Kaiser: *"Entwicklung eines magnetisch-induktiven Mikroventils nach dem AMANDA-Verfahren"*, Dissertation, Universität Karlsruhe (2000)
- [Klu01] S.Kluge: *"Pneumatic silicon microvalves with piezoelectric actuation"*, Transducers '01, Munich, June 10-14, 2001
- [Koh02] M.Kohl: *"Entwicklung von Mikroaktoren aus Formgedächtnislegierungen"*, Habilitation an der Universität Karlsruhe, 2002
- [Kol02] P.Koltay, B.Birkenmeier, R.Steger, H.Sandmaier, R.Zengerle: *"Massive parallel liquid dispensing in the nanoliter range by pneumatic actuation"*, Acuator '02, 8th International Conference on New Actuators, 10-12 June 2002, Bremen, Germany
- [Lam93] T.S.J.Lammerink, M.Elvenspoek, J.H.J.Fluitman: *"Integrated micro-liquid dosing system"*, 0-7803-0957-2/93 1993 IEEE
- [Lan98] J.Dean: *"Langes Handbook of Chemistry"*, Mc Graw Hill 1998
- [Lee01] H-J.Lee: *"Finite Element Analysis of Active and Sensory Thermopiezoelectric Composite Materials"*, NASA/TM—2001-210892, Glenn Research Center, Cleveland, Ohio
- [Liu03] Y.Liu, S.Dürr, D.Dittmann, M.Kohl: *"A modular Integrated Microfluidic Controller"*, Forschungszentrum Karlsruhe, Institut für Mikrostrukturtechnik, Karlsruhe, Germany, 2003
- [Lo01] L.Lo, *"A silicon mass flow control micro-system"*, Mec. Ind. 2001, 2, 363-369
- [Lor97] L.Loron: *"Tuning of PID controllers by the nonsymmetrical optimum method"*, Automatica, Vol.33, (1997), pp.103-107.
- [Maa96] D.Maas, B.Büstgens, J.Fahrenberg, W.Keller, P.Ruther, W.K.Schomburg, D.Seidel: *"Fabrication of Micro components using Adhesive Bonding Techniques"*, Proceedings des International Workshop on Micro Electro Mechanical Systems, MEMS '96, vom 11. bis 15.2.96 in San Diego, USA (1996) 331-336
- [Mai01] D.Maillefer, S.Gamper, B.Frehner, P.Balmer, H.vanLintel, P.Renaud: *"A High-Performance Silicon Micropump for Disposable Drug Delivery Systems"*, 0-7803-5998-4/01 @2001 IEEE
- [Mar98] J.Martin, W.Bacher, O.F.Hagena, W.K.Schomburg: *"Strain Gauge Pressure and Volume-Flow Transducer Made by Thermoplastic Molding and Membrane Transfer"*, Proceedings of the International Workshop on Micro Electro Mechanical Systems, MEMS, Heidelberg (1998) S. 361-366

Literaturverzeichnis

- [Mor88] W.M.Moreau: *"Semiconductor Lithography-Principles Practices and Materials"*, Plenum Press New York, 1988
- [Mul95] Mullins, van Putten, Bayford, Butcher: *"Potential for a smart sensor based on an integrated silicon anemometer"*, Sensors and Actuators A 46-47, 1995, S.342-348
- [Ngu04] N-T.Nguyen, TQ.Truong, K-K.Wong, S-S.Ho, C.L-N.Low: *"Micro check valves for integration into polymeric microfluidic devices"*, J. Micromech. Microeng. 14 (2004) 69–75
- [Obe98] K.Oberbach: *"Kunststoff-Taschenbuch"*, 27.Ausgabe Carl Hanser Verlag München Wien (1998)
- [Oho97] T.Ohori, S.Shoji, K.Miura, A.Yotumoto: *"Three-way microvalve for blood flow control in medical micro total analysis systems (μ TAS)"*, MEMS '97, 0-7803-3744-1/97, 1997 IEEE
- [Oos97] Oosterbroek, Lammerink, Berenschot, van den Berg, Elwenspoek: *"Designing, realization and characterization of a novel capacitive sensor/flow sensor"*, Transducers 97, S.151 – 154, June 16-19, 1997, Chicago, USA
- [Pap] A.P.Papavasiliou: *"Electrolysis-Bubble Actuated Gate Valve"*, Berkeley Sensor and Actuator Center, University of California Berkeley
- [Pet76] K.E.Petersen: *"Fabrication of an integrated planar silicon ink-jet structure"*, IEEE Trans. Electron Devices, ED-26, (1979), pp.1918-1920
- [Pi-cer] Pi-ceramic: *"Micro Positioning, Nano Positioning, Nano Automation, Solutions for Cutting-Edge Technologies"*
- [Pio02] V.Piotter, T.Hanemann, K.Müller, R.Ruprecht, H.Dittrich, M.Heckele, M.Worgull: *"Mikroabformung in Kunststoff – von der Machbarkeitsstudie zur Vorserienfertigung"*, NACHRICHTEN - Forschungszentrum Karlsruhe Jahrg. 34 2-3/2002 S. 160-168
- [Pro00] Product Data Sheet, AZ5214E Image Reversal Photoresist
- [Put74] G.A.F.P. van Putten, S.Middelhoek: *"Integrated silicon anemometer"*, Electronic letters 10, 1974, S. 425-426
- [Rey96] D.Reynaerts, J.Peirs, H.vanBrussel: *"Design of a Shape Memory Alloy Actuated Implantable Drug Delivery System"*, Eurosensors X, Leuven, Belgium, 8-11 September 1996
- [Rob00] D.C.Roberts: *"Design of a Piezoelectrically-Driven Hydraulic Amplification Microvalve for High Pressure, High Frequency Applications"*, Smart Structures and Integrated Systems, Norman M. Wereley, Editor, Proceedings of SPIE Vol. 3985 (2000), 0277-786X/00/
- [Rog01] T.Rogge, Z.Rummler, W.K.Schomburg: *"Entwicklung eines piezogetriebenen Mikroventils - von der Idee bis zur Vorserienfertigung"*, FZKA Bericht 6671, (2001)
- [Roß95] R.Roßberg, B.Schmidt, S.Büttgenbach: *"Micro liquid dosing system"*, Microsystem Technologies 2, 1995, 11-16

- [Rum00] Z.Rummler, M.Berndt, H.G.Härtl, M.Hempel, R.Peters, W.K.Schomburg: *"Micro Degasser Made of Inert Polymers for HPLC Devices"*, ASME Winter Annual Meeting, 5.-10. November 2000 in Orlando, Florida, USA (2000)
- [Rup00] R.Ruprecht, T.Giezelt, M.Guttmann, T.Hanemann, M.Heckeke, K.Müller, V.Piotter: *"Abformverfahren für mikrostrukturierte Bauteile aus Kunststoff und Metall"*, 4.Statuskolloquium PMT, FZKA 6423, Forschungszentrum Karlsruhe (2000) S. 31
- [Sch00] W.K.Schomburg, S.Kaiser: *"Fertigung marktgerechter mikrofluidischer Systeme mit dem AMANDA-Verfahren"*, 4.Statuskolloquium PMT, FZKA 6423, Forschungszentrum Karlsruhe (2000) S. 159-164
- [Sch01] J.Schaible: *"Electrostatic microvalves in silicon with 2-way-function for industrial applications"*, Transducers `01, Munich, June 10-14, 2001
- [Sch96] A.Schäufele: *"Ferroelastische Eigenschaften von Blei-Zirkonat-Titanat Keramiken"*, Dissertation, Universität Karlsruhe, Fortschritt-Berichte VDI, Reihe 5, Nr. 445, Düsseldorf, (1996)
- [Sch97] W.K.Schomburg, S.Goll: *"Design optimization of bistable microdiaphragm valves"*, Sensors and Actuators A 64 (1998) 259-264
- [Sch98] W.K.Schomburg, R.Ahrens, W.Bacher, C.Goll, S.Meinzer, A.Quinte: *"AMANDA – Low Cost Production of Microfluidic Devices"*, Transducers `97 Special Volume of Sensors and Actuators, A 70 (1998) S. 153-158
- [Sel] P.Selvaganapathy: *"Thermally actuated paraffin based inline microvalve"*
- [Sha] P.Shao, Persönliche Mitteilung, Institut für Mikrostrukturtechnik, Forschungszentrum Karlsruhe
- [Sha03] P.Shao, Z.Rummler, W.K.Schomburg: *"Dosing System for the nano liter range, fabricated with the AMANDA-Process"*, J. Micromech. Microeng. 13 (2003) S85–S90, Received 24 February 2003, in final form 24 April 2003
- [Sha04] P.Shao, Z.Rummler² and W.K.Schomburg: *"Polymer micro piezo valve with a small dead volume"*, J. Micromech. Microeng. 14 (2004) 305–309
- [Sho91] S.Shoji, B.van der Schoot, N.De Rooij, M.Esashi: *"Smallest Dead Volume Microvalve for integrated Chemical Analyzing Systems"*, Proc. Transducers `91, San Francisco, (1991), pp. 1052-1055
- [Skr98] K.D.Skrobanek: *"Entwicklung von Mikromembranaktoren mit NiTi-Formgedächtnislegierungen"*, FZK-Bericht 6052, 1998
- [Ste96] M.Stehr, S.Messner, H.Sandmaier, R.Zengerle: *"The VAMP - a new device for handling liquids or gases"*, Sensors and Actuators A 57, 1996, 153-157
- [Str98] A.Stratmann: *"Realisation elektrodenloser magnetisch-induktiver Durchflussmesser (MID) in Mikrosystemtechnik"*, Ruhr-Universität Bochum, ITG Fachtagung 9.-11.03.1998
- [Too96] M.W.vanToor, T.S.J.Lammerink, M.Elwenspoek, D.Monsma: *"A novel micromechanical flow controller"*, The 7. Micromechanics Europe Workshop, MME `96, 21-22 October 1996, Barcelona, Spain, Proceedings

Literaturverzeichnis

- [Tru03] R.Truckenmüller, P.Henzi, D.Herrmann, V.Saile, W.K.Schomburg: "*A New Bonding Process for Polymer Micro- and Nanostructures Based on Near-Surface Degradation*"
- [Wac] Produktdatenblatt zu Silgel 612 der Firma Wacker
- [Wag90] B.Wagner, W.Benecke: "*Magnetically Driven Microactuator: Design Considerations*", *Microsystem Technologies* 90, H.Reichel (ed.), Springer-Verlag (1990), pp. 838-843
- [Wag91] B.Wagner, W.Benecke: "*Microfabricated actuator with moving permanent magnet*", *Proc. MEMS Workshop, Nara, Japan* (1991), pp. 27-32
- [Wai03] G.Waibel, J.Kohnle, R.Cernosa, M.Storz, M.Schmitt, H.Ernst, H.Sandmaier, R.Zengerle, T.Strobel: "*Highly integrated autonomous microdosage system*", *Sensors and Actuators A* 103 (2003) 225-230
- [Wal96] U. Wallrabe, J. Mohr, *Proc. MEMS '96*, S.462, 1996
- [Wat97] T.Watanabe: "*A microvalve matrix using piezoelectric actuators*", *Microsystem Technologies* (1997) 107-111 (Springer-Verlag 1997)
- [Wul] K.Wulff, Persönliche Mitteilung, Institut für Mikrostrukturtechnik, Forschungszentrum Karlsruhe
- [Wul01] K.Wulff: "*Hybride Drucksensoren aus Kunststoff und Glas nach dem AMANDA-Verfahren*", *FZKA Bericht* 6682 (2001)
- [Xia99] L.Xiaoping, W.Y.Shih, I.A.Aksay, W.H.Shih: "Electromechanical Behaviour of PZT-Brass Unimorphs", *J. Am. Ceram. Soc.* 82, 1999, 1733-1740
- [Yan] X.Yang, C.Grosjean, Y-C. Tai, C-M.Ho, "*A MEMS thermopneumatic silicone membrane valve*", Department of Electrical Engineering, California Institute of Technology
- [Yan92] Yang, Soeberg: "*Monolithic Flow Sensor for Measuring Millilitre per Minute Liquid Flow*", *Sensors and Actuators A* 33, 1992, S.143-153
- [Yang] E-H.Yang, C.Lee, J.Mueller: "*Normally-closed, leak-tight piezoelectric microvalve under ultra-high upstream pressure for integrated micropropulsion*", Jet Propulsion Laboratory, California Institute of Technology 4800 Oak Grove Drive, Pasadena, CA 91109
- [Yos02] K.Yoshida: "*Fabrication of micro electro-rheological valves (ER valves) by micromachining and experiments*", *Sensors and Actuators A* 95, 2002, 227-233
- [Yue00] P.K.Yuen: "*Semi-disposable microvalves for use with microfabricated devices or microchips*", *J. Micromech. Microeng.* 10 (2000) 401-409
- [Zde94] M.J.Zdeblick, R.Anderson, J.Jankowski, B.Kline-Schoder, L.Christel, R.Miles, W.Weber: "*Thermopneumatically actuated microvalves and integrated electrofluidic circuits*", *Proc. Actuator '94, 4th Int. Conf. On New Actuators* (Bremen 15.-17.06.1994), 1994, pp. 56-60

- [Zha01] Zhang, Tadigadapa, Najafi: "*A micromachined Coriolis-Force-Based mass flowmeter for direct mass flow and fluid density measurement*", Transducers01, 1460-1463, 10.-14.06.01 Munich, Germany
- [Zie42] J.G.Ziegler, N.B.Nichols: "*Optimum settings for automatic controller*", Trans. ASME, Vol.42, (1942), pp.759-768.

8.3 Index

Abformung	16	Laminare Strömungen	5
AMANDA-Verfahren	16	Laserdoppleranemometrie	7
anisotropes Leitklebeband	66	Laserschweißen.....	66
Ansprechzeit	70	Laufzeitverfahren.....	8
AZ 5214 E	57	Lift-Off-Verfahren	30
Bimorph.....	11	Lochblenden	8
Corioliskraft.....	7	Löten	66
Curie-Temperatur	11	magnetisch induktive Durchflussmessung...8	
Degradation von Polymeren	37	magnetisch induktives Ventil.....	6
D-Glied	73	Massendurchfluss	7
Diffusion.....	5	Membranübertragung	18
direkter piezoelektrischer Effekt	11	negative Koerzitivfeldstärke	13
Drahtbonden	66	Negativresist	50
Durimide™ 7505	57	Neukurve	13
elektrolytisches Ventil.....	6	Oberflächenenergie	5
elektromagnetische Ventile	6	Oberflächenmikromechanik.....	17
elektrorheologisches Ventil.....	6	Oberflächenspannung	4
Elektrostatische Ventile.....	6	Perowskit-Kristall	11
ferroelektrische Phase.....	11	P-Glied	73
ferroelektrisches Material	12	PID Regelung.....	72
Flügelräder.....	8	piezoelektrische Ladungskonstante	15
Fluss	7	piezoelektrische Ventile.....	6
Formgedächtniseffekt	6	Piezoelektrizität	11
Führungsgröße.....	72	Piezokonstante	12
Heißprägen	16	Piezo-Modul	14
I-Glied	73	pneumatische Ventile.....	6
Image-Reverse Schritt	30	Polyimid.....	17
inverser piezoelektrischer Effekt.....	11	Polymethylmethacrylat	35
Istwert.....	72	Polypropylen.....	27
Kammerkleben	18	Polysulfon	35
Kammerklebeverfahren	36	Pulsverfahren	71
Kapillarität.....	5	pyroelektrischer Effekt	44
Kapillarkleben	18	Regelgröße	72
Kingsche Formel	10	Regler.....	72
Koerzitivfeldstärke	13	Remanenzpunkt	13
Konstanttemperaturanemometerschaltung	70	Remove Schritt	32

Sättigungspolarisation	13	thermopneumatische Ventile	6
Schmetterlingshysterese	13	Unimorph.....	11
Schwebekörperprinzip.....	8	Ventil	20
Sollwert	72	Ventil mit O-Ring.....	27
spontane Polarisaton.....	11	Volumendurchfluss.....	7
Spritzguss	16	Volumenstrommesser	7
Strecke.....	72	Wägeverfahren.....	7
strippen.....	32	Wärmeanemometrie.....	9, 10
Systeme	72	Wirbelzähler	8
thermische Ausdehnungskoeffizient	22	Wirkdruckverfahren.....	7
thermischer Massenstrommesser.....	7		

8.4 Abkürzungsverzeichnis

Symbol	Beschreibung	Seite
α	Linearer Ausdehnungskoeffizient	22
ν	Poisson Zahl	43
α_G	Linearer thermischer Ausdehnungskoeffizient des Gehäusematerials	46
α_H	Linearer thermischer Ausdehnungskoeffizient des Hydraulikmediums	46
ΔL	Längenänderung	14
ΔT	Temperaturänderung	22
Φ_V	Volumendurchfluss	7
σ	Spezifische Oberflächenenergie	4
a	Materialkonstante	10
Ω	Ohm, Einheit für den elektrischen Widerstand	
A	Querschnitt eines elektrischen Leiters	
$a(h_K, \Delta p, \Delta T)$	Definition in Gleichung (35)	46
b	Materialkonstante	10
C_1, C_2	verschiedene Strömungsgeschwindigkeiten	71
d	Piezokonstante	12
d_{31}	Piezoelektrischer Dehnungsfaktor	15
D_A	Dicke des Aktors	46
d_{ij}	Piezo-Modul	14
d_p	Dicken der piezoelektrisch aktiven Scheibe	43
E_C	Koerzitivfeldstärke	13
E_{np}	Elastizitätsmodul der piezoelektrisch nicht aktiven Scheibe	43
E_{Ob}	Oberflächenenergie	4
E_p	Elastizitätsmodul der piezoelektrisch aktiven Scheibe	43
$f_{max, Piezo}$	Maximale piezoelektrische Auslenkung in der Mitte der Kreisscheibe	43
$f_{max, Temp}$	Maximale Auslenkung einer Kreisscheibe begründet durch ihr thermisches Bimorph Verhalten	44

g	Gravitationskonstante	5
h	Steighöhe in einer Kapillare	5
h_K	Höhe der Hydraulikkammer	45
I	Strom	70
I_S	Strom im Sensor	70
k_D	Proportionalbeiwert des D-Gliedes	73
k_I	Proportionalbeiwert des I-Gliedes	73
k_P	Proportionalbeiwert des P-Gliedes	73
l	Länge eines elektrischen Leiters	
L	Länge eines Körpers	22
Q	Wärme	10
\dot{Q}	Änderung der Wärme über die Zeit	10
N	Plattensteifigkeit	46
P	Polarisation	12
p_1	Druckwert	65
p_2	Druckwert	65
Φ	Durchfluss	7
P_r	Remanenzpunkt der Polarisation	13
P_{sat}	Sättigungspolarisation	13
PZT	Blei-Zirkonat-Titanat Keramik	11
ρ	Spezifischer Widerstand eines Materials	54
R	Widerstandswert eines elektrischen Leiters	
r	Radius einer Kapillare und Kugelschalenabschnittsradius	5
R_1	fester Vergleichswiderstand	70
R_2	fester Vergleichswiderstand	70
R_3	einstellbarer, zum Brückenabgleich notwendiger Widerstand	70
R_A	Aktorradius	26
R_K	Widerstand, der zur Temperaturkompensation verwendet wird	70

Abkürzungsverzeichnis

R_K	Radius der Hydraulikkammer	45
r_K	Radius der Hydraulikkammer	26
R_S	Sensorwiderstand	70
S	Dehnung	12
s	Höhe eines Kugelsegments	46
S	Regelsystem	72
scm	Standardkubikzentimeter	7
$s(\Delta T)$	Definition in Gleichung (26)	45
μW	Mikrowatt	
$\mu \Omega cm$	Einheit des spezifischen Widerstands	
bar	SI-Einheit des Druckes	
μl	Mikroliter	
μm	Mikrometer	
s	Sekunde	
min	Minute	
μS	Mikrosievert	
REM	Rasterelektronenmikroskop	
s_B	Wölbung des Aktors, die aufgrund seiner Bimorph Eigenschaft bei einer Temperaturveränderung eintritt	26
s_H	Kugelabschnittsvolumen.	26
T_C	Curie-Temperatur	11
t_S	Länge der Durchflussmessung	71
t_T	Länge der Temperaturmessung	71
v	Strömungsgeschwindigkeit	7
U	Elektrische Feldstärke	12
U_a	Brückenspeisespannung	70
U_T	Spannungssignal, das ein Maß für die Temperatur des Fluids ist	71
$V(h_K, \Delta p)$	Siehe Gleichung (33)	46
$V(r, s)$	Volumen eines Kugelsegments	46

V_K	Volumen der Hydraulikkammer	26
V_M	Volumen des Mediums	26
V_p	Volumen unter dem Aktor, das durch die Deformation begründet durch das Einspritzen des Hydraulikmediums entsteht	46
V_T	Siehe Gleichung (34)	46
$w(r, \Delta p)$	Durchbiegung von frei gelagerten Kreisplatten unter gleichmäßig verteilter Flächenlast	46
x	Verhältnis der Dicken der nichtpiezoelektrischen zur piezoelektrischen Scheibe	43
$x(t)$	Eingangssignal	72
$y(t)$	Ausgangssignal	72

8.5 Abbildungsverzeichnis

Abbildung.....	Seite
Abb.1 Ein Wasserläufer nutzt die Oberflächenspannung von Flüssigkeiten.....	4
Abb.2 Wasser steigt kapillar in einem dünnen Rohr hoch.....	5
Abb.3 LIGA Mikroturbine zur Durchflussmessung.....	8
Abb.4 Ein Fluid ändert die Temperatur eines umflossenen Heizleiters.....	10
Abb.5 Kubisch raumzentrierte Elementarzelle von PZT aus Blei-, Titan-, oder Zirkon-, und Oxidionen.....	11
Abb.6 Tetragonale Elementarzelle unterhalb der Curie-Temperatur: Es hat sich ein Dipol gebildet.....	12
Abb.7 Schematischer Verlauf der Polarisationshysterese für eine PZT-Probe.....	13
Abb.8 Schmetterlingskurve des Betrages der Dehnung einer piezoelektrischen Keramik.....	14
Abb.9 Schematische Veranschaulichung zu der radialen Kontraktion einer kreisförmigen piezoelektrischen Keramik.....	14
Abb.10 Aktor aus Keramik und Metall ohne elektrisches Feld.....	15
Abb.11 Ohne Verklebung der Scheiben: Es entsteht keine Wölbung.	15
Abb.12 Mit Verklebung der beiden Scheiben bildet sich eine Wölbung aus.	15
Abb.13 Ausschnitt aus einem Werkzeug für das Heißprägeverfahren, schematisch.....	16
Abb.14 Durch Heißprägen hergestelltes Kunststoffteil.....	17
Abb.15 Ausschnitt aus einer Polyimidmembran mit Funktionsstruktur.....	17
Abb.16 Membran verklebt mit Gehäuse.....	18
Abb.17 Flusssensor im Größenvergleich mit einer Stechmücke.....	19
Abb.18 Piezoventil im Größenvergleich zu einer 1Cent Münze.....	20
Abb.19 Piezoelektrisches Ventil geschlossen.....	20
Abb.20 Piezoelektrisches Ventil offen.....	21
Abb.21 Ausdehnung eines Stabes der Länge L bei einer Änderung der nach $T+\Delta T$	22
Abb.22 Versuchsaufbau zur Bestimmung des Temperaturverhaltens eines piezoelektrischen Ventils.....	24
Abb.23 Hysterese des Öffnungs- und Schließvorgangs eines Ventils herkömmlicher Bauweise.....	25
Abb.24 Temperaturempfindlichkeit eines Piezoventils: Darstellung der Spannung, die zum Öffnen des Ventil nötig ist, in Abhängigkeit der Temperatur.....	25
Abb.25 Faltenwurf der Ventilmembran nach Verklebung mit Polypropylen.....	27
Abb.26 Ventil mit Gummi O-Ring.....	27
Abb.27 Ventil mit Gummi O-Ring offen.....	28
Abb.28 Temperaturempfindlichkeit eines Ventils mit O-Ring: Darstellung der Spannung, die zum Öffnen des Ventil nötig ist, in Abhängigkeit der Temperatur.....	28
Abb.29 Schematischer Versuchsaufbau.....	29

Abb.30	Verhalten der PID Regelung Flusssensor/Ventil	29
Abb.31	Gewünschte Metallstruktur	30
Abb.32	Strukturierter AZ Lack.....	31
Abb.33	Detailschnitt durch eines metallisierten Mäanders mit T-Form.....	31
Abb.34	REM Aufnahme eines Details des Lift-Off-Verfahrens	32
Abb.35	Fertige Zunge mit zweiter PI Schicht	32
Abb.36	Formwerkzeug aus Messing	33
Abb.37	Kunststoffhalbzeug auf dem Messingwerkzeug	33
Abb.38	Beide Formwerkzeuge auf dem Kunststoffhalbzeug	34
Abb.39	Detail des Prägeprozesses	34
Abb.40	Entfernen der Restschicht mittels Stiften.....	35
Abb.41	Detail eines abgeformten Teiles: Durchlöcher im Kunststoff	35
Abb.42	Einspritzen des Klebstoffs	36
Abb.43	Detail des Einspritzvorgangs	37
Abb.44	UV-Degradation.....	38
Abb.45	Degradierte Schicht.....	38
Abb.46	Verklebung.....	38
Abb.47	Einspritzen des Klebstoffs	38
Abb.48	Auslass mit Vakuumschlauch.....	39
Abb.49	Skizze des MDS.....	39
Abb.50	Erste Verklebung	40
Abb.51	Erstes Gehäuses nach Entfernen vom Wafer	40
Abb.52	Zweite Verklebung	40
Abb.53	Ein MDS nach Vereinzelung	40
Abb.54	MDS auf Platine.....	41
Abb.55	Detail: Befüllung mit Hydraulikmedium.....	41
Abb.56	Detailschnitt zur Membran	42
Abb.57	Maximale Auslenkung in der Mitte einer kreisförmigen Aktorscheibe in Abhängigkeit des Verhältnisses x der Dicken der Scheiben.....	44
Abb.58	Maximale Auslenkung bei 200V und unter Temperatureinfluss	45
Abb.59	Funktionsbereich des MDS in Abhängigkeit von der Höhe der Übersetzungskammer und der Temperatur. Die Nullstelle der Geraden kennzeichnet die Grenze des Einsatzbereichs.....	47
Abb.60	Diamantfräser mit einem Spitzendurchmesser von $50\mu\text{m}$ und einer ungefähren Seitenschräge von 2°	48
Abb.61	Rauhigkeit eines mikromechanisch hergestellten Ventilsitzes	48
Abb.62	Formwerkzeug 1	49
Abb.63	Detail Flusssensor und Ventilsitz.....	49
Abb.64	Formwerkzeug 2	49

Abbildungsverzeichnis

Abb.65	Chrommaske A Gesamtansicht.....	50
Abb.66	Chrommaske A: Detail.....	51
Abb.67	Chrommaske A: Detail Positionierhilfe.....	51
Abb.68	Chrommaske A: Kontaktflächen, Durchlöcher und Beschriftung.....	52
Abb.69	Chrommaske B.....	53
Abb.70	Chrommaske B: Detail.....	53
Abb.71	Chrommaske B: Detail Flusssensor.....	54
Abb.72	Chrommaske B: Positionierungshilfe.....	55
Abb.73	Chrommaske B: Beschriftung und Hilfsstrukturen.....	55
Abb.74	Chrommaske C.....	56
Abb.75	Positionierkreuz in Polyimid erzeugt durch Maske B. Ausschnittgröße: 160µm x 188µm.....	58
Abb.76	Lichtmikroskopische Aufnahme des Lift-Off-Resists AZ 5214 E nach optischer Lithografie. Ausschnittgröße: 85µm x 105µm.....	58
Abb.77	Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme der metallisierten Resiststruktur während des Lift-Off-Verfahrens.....	59
Abb.78	Lichtmikroskopische Aufnahme der Goldstruktur nach dem Strippen des Lift- Off-Lacks. Ausschnittgröße: 85µm x 105µm.....	59
Abb.79	Positionierkreuz aus Polyimid entstanden durch Maske C, Ausschnittgröße: 102µm x 125µm.....	60
Abb.80	REM Aufnahme eines Details von Werkzeug 1: Ventilkammer.....	60
Abb.81	REM Aufnahme eines Details von Werkzeug 1: Sensor Kanal.....	60
Abb.82	REM Aufnahme eines Details in Werkzeug 1: Pin zur Erzeugung des Ventileinlassloches.....	61
Abb.83	REM Aufnahme eines Details in Werkzeug 1: Pin zur Erzeugung des Einlassloches im Flusssensor.....	61
Abb.84	Aufnahme der Restschicht mit Sollbruchstelle in einem durch beidseitiges Abformen hergestelltes PMMA Gehäuse im Bereich einer fluidischen Zuführung.....	61
Abb.85	Aufnahme der Restschicht mit Sollbruchstelle in einem durch beidseitiges Abformen hergestelltes PMMA Gehäuse im Bereich eines Durchloches für Klebstoff.....	61
Abb.86	Laservibrometrische Messung der Oberflächentopologie eines Aktors bei 200V.....	62
Abb.87	Darstellung der Kugelschalenform der Oberflächentopologie eines Aktors bei 200V.....	62
Abb.88	Hysterese des Aktorhubes.....	62
Abb.89	Zu erwartende Auslenkung eines Aktors aus Edelstahl und PIC151 bei 300V in Abhängigkeit des Verhältnisses x der Dicken der Scheiben mit oberer einhüllender Fehlerfunktion bei einem Fehler von 100% von d_{31}	63
Abb.90	Halter für die Piezoscheiben.....	64
Abb.91	Piezoscheiben im Halter.....	64
Abb.92	Elektrische Kontaktierung.....	64

Abb.93 Lithografisch strukturierter Lack	64
Abb.94 In einer Galvanik wird Nickel in den freien Flächen über den Keramikscheiben abgeschieden	64
Abb.95 Nach Entfernung des Abdecklacks können die fertigen Aktoren von dem Substrat entfernt werden.	64
Abb.96 Druckbalance zur Verklebung trotz Fehlstelle	65
Abb.97 Draufsicht auf eine Zunge nach der zweiten Verklebung.....	66
Abb.98 Anschlusspads aus Platin auf einem Kunststoffgehäuse.....	67
Abb.99 Kupferring zur Festigung der Lötverbindung. Durchmesser: 2mm.....	67
Abb.100 Kupferringe auf den Pads	67
Abb.101 Nach dem Verlöten	67
Abb.102 Versuchsaufbau zur Beobachtung des thermischen Verhaltens des Mikrodosiersystems	68
Abb.103 Öffnungs- und Schließhysterese eines Ventils bei 23°C und 68°C	69
Abb.104 Abhängigkeit der Öffnungsspannung eines Ventils.....	69
Abb.105 Konstanttemperaturanemometer	70
Abb.106 Pulsverfahren zur Durchflussmessung: t_s ist das Intervall zur Geschwindigkeitsmessung, t_T das Intervall zur Temperaturmessung.....	71
Abb.107 Blockschaltbild des Messsystems	72
Abb.108 Schematische Darstellung der Regelstrecke der PID Regelung	73
Abb.109 Schematische Darstellung des Versuchsaufbaus zum Mikrodosiersystem.....	74
Abb.110 Regelungscharakteristik eines MDS anhand einer Sprungfunktion als Vorgabe	74
Abb.111 Regelungscharakteristik eines MDS anhand einer Treppenfunktion als Vorgabe.....	75
Abb.112 Ein integriertes Mikrodosiersystem aus Kunststoff	79