



Forschungszentrum Karlsruhe
in der Helmholtz-Gemeinschaft

Wissenschaftliche Berichte
FZKA 6934

Formgedächtnis - Mikroventile mit hoher Energiedichte

Y. Liu, M. Kohl

Institut für Mikrostrukturtechnik

November 2003

Forschungszentrum Karlsruhe

in der Helmholtz-Gemeinschaft

Wissenschaftliche Berichte

FZKA 6934

**Formgedächtnis - Mikroventile mit hoher
Energiedichte**

Yong Liu ^{*)}, Manfred Kohl

Institut für Mikrostrukturtechnik

***) von der Fakultät für Maschinenbau der Universität Karlsruhe (TH)
genehmigte Dissertation**

Forschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe

2003

Formgedächtnis - Mikroventile mit hoher Energiedichte

Zur Erlangung des akademischen Grades

eines

Doktors der Ingenieurwissenschaften

von der Fakultät für Maschinenbau der Universität Karlsruhe

genehmigte

Dissertation

von

Dipl.-Ing. Yong Liu

aus Hunan, V.R.China

Tag der mündlichen Prüfung: 15. Juli 2003

Hauptreferent: Prof. Dr. V. Saile

Korreferent: Prof. Dr. C. Stiller

Kurzfassung

Diese Arbeit beschreibt die Entwicklung von Formgedächtnis-Mikroventilen und daraus aufgebauter Durchflussregler für mikrofluidische Anwendungen. Ein erklärtes Ziel war die Bereitstellung einer hohen Energiedichte, um möglichst kompakte Bauelemente mit großem Arbeitsvermögen zu realisieren. Von den bekannten Energiewandlungsprinzipien zeigt der **Formgedächtnis-** (FG-) Effekt die höchste Energiedichte. Daher liegt der Schwerpunkt der Arbeit in der Entwicklung mikrosystemtechnischer Lösungen zur Strukturierung, Kontaktierung und Integration verfügbarer Folien und Dünnschichten aus **Formgedächtnislegierungen** (FGL).

Zur Mikrostrukturierung von FGL-Dünnschichten wurde in dieser Arbeit ein neuartiges nasschemisches Photoätzverfahren entwickelt. Dabei wurde eine zusätzliche chemisch inerte, jedoch selektiv ätzbare Schutzschicht, die gleichzeitig als Ätzmaske dient, eingeführt. Das Verfahren erlaubt eine kostengünstige parallele Herstellung sehr empfindlicher, dünner Mikrostrukturen mit hoher Ausbeute bis zu 100%. Die Anwendung wurde sowohl an Legierungen basierend auf NiTi (NiTi, NiTiPd, NiTiCu, ...) als auch an NiMnGa-Legierungen demonstriert.

Verschiedene elektrische Kontaktierungsverfahren für den FGL-Mikroaktor wurden hinsichtlich Verlustleistung und Zuverlässigkeit untersucht. Für den hier verwendeten FGL-Mikroaktor hat sich das Laserschweißen bewährt. Für den mechanischen Aufbau der auf thermoplastischen Polymeren bestehenden Gehäuse, den FGL-Mikroaktor und andere Komponenten wurden die Klebetechniken wie Kapillarkleben und Stempelverfahren eingesetzt.

Die in dieser Arbeit entwickelten FGL-Mikroventile sind für den Betrieb mit Gas und mit Flüssigkeit geeignet. Für verschiedene Temperaturbereiche wurden zwei unterschiedliche Lösungen entwickelt. Für Raumtemperaturbetrieb wurde eine NiTi-Folie und für den Betrieb über 100°C eine NiTiPd-Dünnschicht eingesetzt. Das NiTi-Mikroventil kann bis zu einer maximalen Druckdifferenz von 400 kPa mit einer Leistung von 75 mW mit Gas betrieben werden. Für den Betrieb mit Wasser betragen die maximale Druckdifferenz und die benötigte Leistung ca. 300 kPa bzw. 75 mW. Die maximale Schaltfrequenz ist ca. 15 Hz. Durch den Einsatz von NiTiPd wurde der Anwendungstemperaturbereich des FGL-Mikroventils erstmalig bis 120 °C erweitert. Dabei wird eine maximale Schaltfrequenz von 30 Hz erreicht.

Um einen Durchfluss-Regler zu realisieren, wurde das FGL-Mikroventil sowohl modular als auch durch Hybridintegration mit einem Durchflusssensor kombiniert. Für die modulare Lösung wurde ein neuartiges, aus drei Funktionsebenen bestehendes Konzept entwickelt. Auf diese Weise kann eine große Flexibilität des Systemdesigns erreicht werden. Das hybrid integrierte System erlaubt eine weitere Verringerung des Totvolumens und eine Verbesserung der dynamischen Ansprechzeit. Mit einer PI-Regelung zeigt der Durchfluß-Regler im Bereich von 10 % bis 90 % des maximalen Durchflusses eine maximale Steuerabweichung von ca. 6 %. Die entsprechende Zeitkonstante beträgt ca. 200 ms.

Shape Memory – Microvalve with High Energy Density

Abstract

The work described here focused on the development of shape memory microvalves and a microfluidic controller based on them. It was the defined objective to reach a high energy density and to obtain compact components with a large work output. Among the known energy conversion principles, the shape memory effect produces the highest energy density. Hence, development concentrated on finding microsystems technology solutions for micromachining, contacting, and integration of foils and thin films made of shape memory alloys (SMA).

For micromachining of SMA thin films, a novel, wet-chemical photoetching method was developed. This method is based on the introduction of an additional, chemically inert, but selectively etchable protective layer that also serves as an etching mask. This allows for the inexpensive, parallel production of highly sensitive, thin microstructures with high yields of up to 100%. Application was demonstrated for alloys based on TiNi (TiNi, TiNiPd, TiNiCu, ...) and for NiMnGa alloys.

Various electrical contacting methods for the SMA microactuator were studied with respect to power loss and reliability. For the SMA microactuator used here, laser welding proved to be a suitable method. To mechanically assemble the housings made of thermoplastic polymers, the SMA microactuator, and other components, adhesive bonding techniques, e.g. capillary bonding and stamping, were applied.

The SMA microvalves developed are suited for operation with gas and liquids. Two different solutions were conceived for different temperature ranges. For operation at room temperature, a TiNi foil was designed. For operation at temperatures in excess of 100°C, a TiNiPd thin film was employed. The TiNi microvalve can be operated with gas up to a maximum pressure difference of 400 kPa at a power of 75 mW. For operation with water, the maximum pressure difference and power requirement are about 300 kPa and 75 mW, respectively. Maximum operation frequency is about 15 Hz. Use of TiNiPd allowed an extension of the temperature range of the SMA microvalve up to 120°C for the first time. In this case, a maximum operation frequency of 30 Hz is reached.

To produce a microfluidic controller, the SMA microvalve was combined with a flow sensor in a modular manner or by hybrid integration. The modular solution is based on a novel concept, consisting of three functional layers. In this way, a high flexibility in the design of microfluidic system is achieved. Hybrid integration allows for a further reduction of the dead volume and an improvement of dynamic response time. In the range of 10 to 90% of maximum flow, these microfluidic controller equipped with a proportional integral (PI) control has a maximum control tolerance of about 6%. The corresponding time constant is about 200 ms.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung.....	1
2	Grundlagen.....	5
2.1	Formgedächtniseffekt.....	5
2.1.1	Einweg-Effekt.....	7
2.1.2	Zweiweg-Effekt.....	7
2.1.3	Pseudoelastischer Effekt.....	8
2.2	Formgedächtnislegierungen.....	9
2.2.1	NiTi-Legierung.....	9
2.2.2	NiTiPd-Legierung.....	12
2.3	Ventilprinzip und Mikrofluidik.....	13
2.3.1	Ventilaufbau und Funktionsweise.....	13
2.3.2	Mikrofluidik für die Mikroventile.....	15
3	Experimentelle Methoden.....	17
3.1	Dynamische Differenzen Kalorimetrie.....	17
3.2	Elektrische und mechanische Eigenschaften.....	17
3.3	Auger-Elektronenspektroskopie zur Tiefenprofilanalyse.....	19
3.4	Wärmebildaufnahmen.....	19
3.5	Fluidische statische Messungen mit Gase und Flüssigkeiten.....	19
3.6	Fluidische dynamische Messungen mit Gase und Flüssigkeiten.....	20
3.7	Leckflussmessung für Gas und Flüssigkeiten.....	21
4	Herstellungstechnologie.....	23
4.1	Mikrostrukturierung der FGL-Mikrobauteile.....	23
4.1.1	NiTi-Folie.....	24
4.1.1.1	Bisherige Probleme.....	24
4.1.1.2	Prozessoptimierung.....	25
4.1.2	NiTiPd-Dünnschicht	28
4.1.2.1	Bisherige Probleme.....	28
4.1.2.2	Prozessoptimierung.....	31
4.1.3	Zusammenfassung.....	34
4.2	Ventilgehäuse.....	35
4.3	Distanzscheibe.....	35
4.4	Membran.....	36
4.4.1	Polyimid - Membran.....	36
4.4.2	PSU - abgeformte Membran.....	37
4.5	Abkühlring.....	38
4.6	Mechanische Aufbau- und Verbindungstechnik.....	38
4.7	Elektrische Kontaktierungsverfahren.....	39
4.7.1	Elektrische Kontaktierungsverfahren für den FGL- Mikroaktor.....	39

4.7.1.1	Charakterisierung der verschiedenen elektrischen Kontaktierungsverfahren.....	40
4.7.1.2	Auswahl des elektrischen Kontaktierungsverfahrens für FGL-Mikroaktor.....	43
4.7.1.3	Die elektrische Kontaktierung im FGL-Mikroventil.....	43
4.7.2	Elektrische Kontaktierungsverfahren für eine dünne Leiterbahn auf dem Kunststoffsubstrat.....	44
4.7.2.1	Motivation.....	44
4.7.2.2	Aktuelles Kontaktierungskonzept.....	46
4.7.2.3	Zusammenfassung.....	48
5	Materialien und Aktorelemente.....	50
5.1	Materialien.....	50
5.2	Charakterisierung der Materialien.....	51
5.2.1	Phasenumwandlungstemperatur.....	51
5.2.2	Bestimmung des E-Moduls.....	54
5.3	Design und Charakterisierung der Aktorelemente.....	55
5.3.1	Bisheriges Aktordesign.....	55
5.3.2	Aktuelles Aktordesign.....	56
5.3.3	Charakterisierung der Aktorelemente.....	58
5.3.3.1	Temperaturverteilung.....	59
5.3.3.2	Leistungs- Temperatur-Messung.....	60
5.3.3.3	Mechanische Eigenschaften.....	61
5.4	Zusammenfassung.....	63
6	Normal geöffnete Mikroventile für Raumtemperatur-Betrieb.....	65
6.1	Übersicht.....	65
6.1.1	Bisherige FGL-Mikroventile.....	65
6.1.2	Aktuelle FGL-Mikroventile.....	66
6.2	Charakterisierung.....	69
6.2.1	Stationäre Messungen	69
6.2.1.1	Stationäre Temperatur-Profile.....	69
6.2.1.2	Stationäre Gasdurchfluß-Messungen.....	71
6.2.1.3	Stationäre Durchfluß-Messungen mit Wasser.....	74
6.2.1.4	Diskussion.....	76
6.2.2	Dynamische Messungen.....	77
6.2.2.1	Dynamische Gasdurchfluß-Messungen.....	77
6.2.2.2	Dynamische Durchfluß-Messungen mit Wasser.....	79
6.2.3	Dauerbetrieb.....	79
6.3	Weitere Miniaturisierung des FGL-Mikroventils.....	80
6.4	Zusammenfassung.....	80
7	Normal geöffnetes Mikroventil für Anwendungen über 100 °C.....	82
7.1	Übersicht.....	82
7.1.1	Motivation.....	82
7.1.2	Herstellung	83

7.1.3	Designparameter.....	84
7.2	Charakterisierung.....	84
7.2.1	Stationäre Gasdurchfluß-Messungen.....	84
7.2.2	Dynamische Gasdurchfluß-Messungen.....	86
7.3	Zusammenfassung.....	88
8	Ventil-Sensor-System.....	89
8.1	Modulares Ventil-Sensor-System.....	89
8.1.1	Modulares Systemkonzept.....	89
8.1.2	Funktionselemente.....	90
8.1.2.1	NiTi-Mikroventil.....	90
8.1.2.2	Durchflusssensor.....	91
8.1.3	Modulare Systemintegration.....	93
8.1.4	Versuchsaufbau.....	94
8.1.5	Fluidische Eigenschaften des Systems.....	95
8.1.6	Modularer Durchflussregler.....	95
8.1.6.1	PI-Regelung	96
8.1.6.2	Regelungsergebnisse	97
8.2	Integriertes Ventil-Sensor-System.....	99
8.2.1	Integriertes Systemkonzept.....	99
8.2.2	Systemintegration.....	100
8.2.3	Funktionselemente.....	101
8.2.3.1	NiTi-Mikroventil.....	101
8.2.3.2	Durchflusssensor.....	102
8.2.4	Fluidische Eigenschaften des Systems.....	102
8.2.5	Integrierter Durchflussregler.....	103
8.3	Zusammenfassung.....	104
9	Zusammenfassung und Ausblick.....	106
	Publikationsliste.....	111
	Literaturverzeichnis.....	112

1 Einleitung

In den letzten vierzig Jahren ist die Miniaturisierung elektronischer Bauelemente sehr rasch fortgeschritten. Durch die Systemintegration hat die zunehmende Miniaturisierung der elektronischen Systeme unsere Arbeitsweise und unsere Lebensart verändert. Ausgehend von diesen technischen und wirtschaftlichen Erfolgen der Mikroelektronik wurde in den letzten Jahren das Erfolgskonzept der Miniaturisierung und der Massenfertigung auf andere Technologiebereiche übertragen, um neue Anwendungsgebiete zu erschließen. In den späten siebziger Jahren wurde zuerst die Siliziumtechnologie für die Fertigung mikromechanischer Systeme eingesetzt, die später als **Mikro-Elektro-Mechanische-Systeme** (MEMS) bezeichnet wurden [1]. Um den Bereich der heutigen Mikrotechnologie zu umschreiben, genügt diese Bezeichnung jedoch nicht mehr. Durch die Integration von fluidischen und optischen Bauteilen als Mikrosystem ist **Mikrosystemtechnik** (MST) zur Zeit eine umfassendere Bezeichnung.

Die Entwicklung mikrofluidischer Systeme begann schon in den siebziger Jahren. Typische Anwendungen waren der Gas Chromatograph [2,3] und die Druckköpfe der Tintenstrahldrucker der Firma IBM [4,5]. Seit Anfang der neunziger Jahren fand mit dem zunehmenden Bedarf an Bioanalytik und chemischen Anwendungen eine drastische Zunahme der Forschungstätigkeiten auf diesem Gebiet statt und das mikrofluidische System entwickelte sich zu einem „heißen“ Forschungsthema [6]. Im Vergleich zu traditionellen fluidischen Produkten bieten mikrofluidische Bauteile ein besonders geringes Totvolumen, eine kleine Baugröße und die Realisierbarkeit einer genau kontrollierbaren und schnellen Ansprechzeit. Weiterhin ist es möglich, verschiedene Komponenten auf einem Substrat zu integrieren, um z.B. einen Durchflussregler oder ein Dosiersystem zu realisieren.

Zunächst wurden mikrofluidische Produkte überwiegend in Siliziumtechnik hergestellt. Diese müssen jedoch, im Gegensatz zur Mikroelektronik, über viel größere Kanäle für den Transport der mikrofluidischen Moleküle und Flüssigkeiten verfügen. Bei der Anwendung von Siliziumtechnik führt dieser Größenunterschied zu relativ großen Bauteilen und dem Anstieg der Herstellungskosten. Mitte der neunziger Jahre wurde eine neue Mikroherstellungstechnik basierend auf thermoplastischem Kunststoff entwickelt. So zeigte der Einsatz der Heißprägetechnik mit Hilfe eines zuvor hergestellten Formeinsatzes oder der Spritzgießtechnik bei der Herstellung viele große Vorteile, wie z.B. Kostengünstigkeit, hohe Reproduzierbarkeit und die Möglichkeit der Massenproduktion. Dazu wurde am Institut für Mikrostrukturtechnik des Forschungszentrums Karlsruhe ein neues Herstellungsverfahren zur kostengünstigen Produktion von mikrofluidischen Komponenten aus Kunststoff entwickelt. Das Fertigungsverfahren bedient sich der **A**bformung, **O**berflächen**m**ikromech**a**nik und **M**embr**a**nübertragung und wird als **AMANDA** bezeichnet [7].

Mittlerweile wurden verschiedene mikrofluidische Produkte entwickelt, z.B. Durchflusssensoren Drucksensoren, Mikropumpen und Mikroventile [8]. Anhand der Betriebsweise lassen sich verschiedene Ventiltypen unterscheiden. Wichtige Ventiltypen sind

z.B. normal geöffnete Ventile, normal geschlossene Ventile und bistabile Ventile. Die Funktionseigenschaften der Ventile z.B. die maximale Druckdifferenz, Leistung, Leckrate oder Dynamik sind in jedem Fall stark abhängig von den eingesetzten Mikroaktoren. Bisher wurden dazu schon die vielfältigsten Aktorprinzipien eingesetzt, z.B. pneumatische Mikroventile, piezoelektrische Mikroventile, elektrostatische Mikroventile usw. Im Vergleich zu anderen Aktorprinzipien besitzt der aus **Form-Gedächtnis-Legierungen (FGL)** aufgebaute Aktor eine sehr hohe Energiedichte.

Abbildung 1.1 stellt die Energiedichten der unterschiedlichen Arten von Mikroaktoren dar. Im Vergleich zu anderen Aktorprinzipien zeigt der **Formgedächtniseffekt (FG-Effekt)** die höchste Energiedichte, die bei NiTi in der Größenordnung von 10^7 J/m^3 liegt [9]. Damit erscheint der Formgedächtniseffekt insbesondere für Anwendungen interessant, bei denen trotz geringer Baugröße hohe Kräfte und Stellwege benötigt werden. Durch den Einsatz in Mikroventilen konnte eine hohe Druckdifferenz und ein großer Durchfluss realisiert werden. Weitere Vorteile sind die geringe Baugröße, die kleine Versorgungsspannung und die Biokompatibilität.

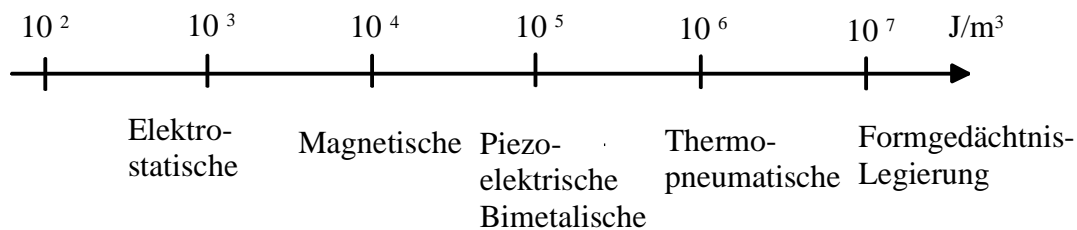


Abbildung 1.1: Energiedichte verschiedener in Mikroventilen verwendeter Aktoren [9].

Da der FGL-Aktor thermisch betrieben wird, treten beim makroskopischen Baugrößen geringe thermodynamische Effizienz und niedrige Wärmeübertragungsraten auf. Diese werden jedoch bei Mikrodimension deutlich verbessert. Zur Zeit sind bei den vorhandenen Abmessungen im Mikrometerbereich Zykluszeiten des FGL-Mikroaktors von wenigen Millisekunden möglich [10].

In den letzten Jahren wurde mit der Entwicklung von FGL-Dünnschichten durch Sputterverfahren und durch kaltgewalzte FGL-Folien eine technische Grundlage für die Entwicklung von FGL-Mikroaktoren geschaffen. Das erste FGL-Mikroventil für Gasbetrieb basierte auf Siliziumtechnik [11]. Am IMT wurden schon verschiedene, auf Kunststoffsubstrat basierende FGL-Mikroventile hergestellt [12].

Für die Eigenschaften der FGL-Mikroventile ist das Ventilkonzept entscheidend. Durch die konduktive und konvektive Abkühlung des FGL-Mikroaktors werden die statischen und dynamischen Eigenschaften des Ventils stark beeinflusst. Gleichzeitig werden jedoch durch die niedrige Umwandlungstemperatur des FGL-Materials der Arbeitstemperaturbereich und die dynamischen Eigenschaften begrenzt. Aufgrund der niedrigen Umwandlungstemperatur von NiTi können NiTi-Mikroventile nur bei Raumtemperatur betrieben werden. Mit der

Anwendung neuer FGL-Materialien wie z.B. NiTiPd mit hohen Umwandlungstemperaturen sind Verbesserungen hinsichtlich der Erweiterung des Einsatztemperaturbereiches und der dynamischen Eigenschaften zu erwarten.

Im Rahmen dieser Arbeit sollte ein Ventilkonzept basierend auf einem Kunststoffgehäuse entwickelt werden, bei dem der Mikroantrieb aus Dünnschichten der Formgedächtnislegierungen NiTi und NiTiPd besteht. Es sollten folgende Ziele erreicht werden:

- Als Schwerpunkt für diese Arbeit soll die Herstellungstechnik sowie die Aufbau- und Verbindungstechnik für den aus einer dünnen Schicht bestehenden FGL-Mikroaktor besonders berücksichtigt werden. Das Mikrostrukturierungsverfahren der FGL-Dünnschichten soll einfach, aber mit hoher Ausbeute, hoher Sicherheit und hoher Genauigkeit durchführbar sein und gleichzeitig für eine parallele kostengünstige Massenproduktion geeignet sein. Das elektrische Verbindungsverfahren sollte den Anforderungen des Mikroaktors gerecht werden.
- Im Rahmen der Arbeit soll ein Ventilkonzept entwickelt werden, das insbesondere hohe Drücke und Durchflüsse ermöglichen soll und ein ausreichendes Arbeitsvermögen (Energiedichte) für einen möglichst breiten Anwendungsbereich bietet. Für das mit NiTi bei Raumtemperatur betriebene Mikroventil, soll die schaltbare Druckdifferenz mindestens 2000 hPa betragen. Gleichzeitig sollen kurze Schaltfrequenzen von mindestens 10 Hz erzielt werden. Insbesondere soll das Ventil nicht nur für Gas sondern auch für Flüssigkeiten verwendet werden.
- Ausgehend von diesem Konzept sollen weiterführende Ziele, wie möglichst große Schaltfrequenzen und die Erweiterung des Anwendungstemperaturbereichs durch den Einsatz von FGL-Material wie NiTiPd mit hoher Umwandlungstemperatur angestrebt werden.
- Als Anwendung der Mikroventile erfolgt die Kombination mittels verschiedener Integrationsverfahren mit dem Flusssensor, so dass ein Durchflussregler realisiert wird.

Nach einer kurzen Vorstellung der technischen Grundlagen in Kapitel 2 und die in dieser Arbeit verwendeten Messverfahren in Kapitel 3, behandelt Kapitel 4 die Herstellungsverfahren für das FGL-Mikroventil und für das Ventil-Sensor-System. Das Augenmerk richtet sich hier insbesondere auf die Mikrostrukturierung der FGL-Dünnschicht und die elektrische Kontaktierungsverfahren.

Kapitel 5 behandelt die Materialeigenschaften der verwendeten Legierungen, sowie die mechanischen und thermischen Eigenschaften der daraus hergestellten Mikroaktoren.

Kapitel 6 und 7 stellen die entwickelten FGL-Mikroventile vor. In Kapitel 6 wird zunächst ein thermisch verbessertes NiTi-Mikroventil vorgestellt. Die fluidischen Eigenschaften werden bei

Raumtemperatur statisch und dynamisch für den Betrieb mit Gas und Flüssigkeit diskutiert. Kapitel 7 geht auf die Entwicklung des NiTiPd-Mikroventils für die Anwendung bei hohen Temperaturen ein.

Kapitel 8 behandelt das durch die Integration des FGL-Mikroventils und eines Durchflusssensors weiterentwickelte Ventil-Sensor-System.

Abschließend folgt in Kapitel 9 eine Zusammenfassung.

2 Grundlagen

In Abschnitt 2.1 wird zunächst der Formgedächtniseffekt erklärt. Danach werden die Eigenschaften der Legierungen NiTi und NiTiPd dargestellt, insoweit diese bei dieser Arbeit von Bedeutung sind. In Abschnitt 2.3 wird der prinzipielle Aufbau und die Funktionsweise der normal geöffneten FGL-Mikroventile erläutert. Anschließend wird auf die fluidischen Eigenschaften der Mikroventile eingegangen.

2.1 Formgedächtniseffekt

Nach einer Deformation sind Materialien mit Formgedächtnis in der Lage, sich in eine zuvor eingeprägte Gestalt zurückzuwandeln entweder durch Temperatur-Erhöhung oder durch Rücknahme der Belastung. Dieses Phänomen wird als **Formgedächtniseffekt** (FG-Effekt) bezeichnet. Er wurde gegen Ende der dreißiger Jahre in Messinglegierungen entdeckt. Seitdem ist der Effekt bei verschiedenen anderen Materialien beobachtet worden. Dies sind insbesondere metallische Legierungen (z.B. NiTi), sowie Keramiken (z.B. ZrO₂) und Polymere (z.B. PTFE).

Der zugrunde liegende Mechanismus des Effekts basiert bei den metallischen Legierungen auf einer reversiblen, diffusionslosen martensitischen Phasenumwandlung zwischen einem austenitischen Zustand (A) und einem martensitischen Zustand (M), der durch eine temperatur- oder spannungsinduzierte Phasen-Umwandlung hervorgerufen wird. Der Umwandlungsmechanismus ist schematisch in Abbildung 2.1 dargestellt. Das Auftreten einer Hysterese hat zur Konsequenz, dass im Allgemeinen vier Temperaturen zur Charakterisierung der Umwandlung erforderlich sind, die Austenitstarttemperatur A_s , Austenitendtemperatur A_f , Martensitstarttemperatur M_s und Martensitendtemperatur M_f . Bei einer vollständig reversiblen Umwandlung ist nach der Rückumwandlung wieder genau die gleiche Gitterstruktur erreicht, ohne dass es hierbei zu einem Abgleiten der Gitterebenen, Versetzungsbildung, oder dem Wandern von Versetzungen kommt. Unter dieser Bedingung ist die martensitische Umwandlung beliebig oft wiederholbar. In diesem Fall spricht man auch von idealer Thermoelastizität. Gleichzeitig ist die martensitische Umwandlung mit einer Hysterese verbunden. Die Ursache für das Auftreten der Hysterese ist die innere Reibung, die entsteht, wenn die Phasengrenze das Gitter durchläuft oder wenn bei der Umwandlung Gitterdefekte erzeugt werden.

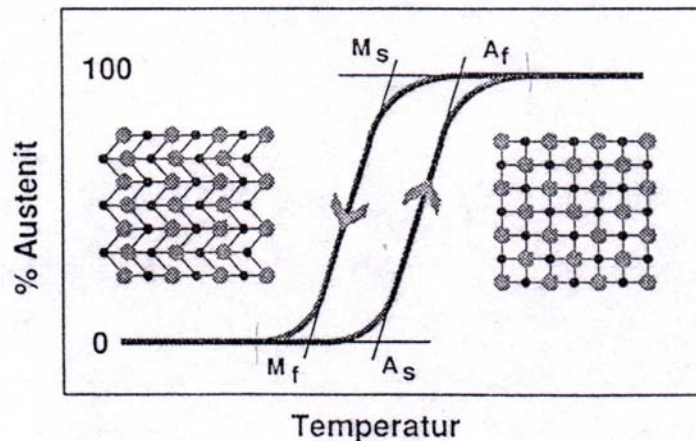


Abbildung 2.1: Martensitische Umwandlung und Hysterese [13].

Die mikroskopischen Vorgänge beim Formgedächtniseffekt sind mit einem 2-dimensionalen Schema in Abbildung 2.2 dargestellt. Nach dem Abkühlen vom Austenit (Abbildung 2.2-a) werden die selbstakkommodierten Varianten des Martensits gebildet (Abbildung 2.2-b). In dieser Phase wandern die Zwillings Ebenen während der Deformation leicht ab, da ihre Bildung keine Grenzflächenenergie erfordert. Das Verschieben der Zwillings Ebenen erfolgt deshalb bereits bei geringen äußeren mechanischen Spannungen. Wird die Verzwillingung vollständig aufgehoben, so spricht man von Entzwilligung (siehe Abbildung 2.2-c). Da der Austenit nur eine energetisch bevorzugte Struktur zeigt, wird beim Erwärmen das teilweise oder ganz verzwillingte martensitische Gefüge zurück in ein nicht verzwillingtes austenitisches Gefüge umgewandelt, welches bis auf die Wärmeausdehnung dieselbe Gestalt wie der ursprüngliche Martensit hat. Diese Gestalt kann durch ein Tempverfahren eingepreßt werden.

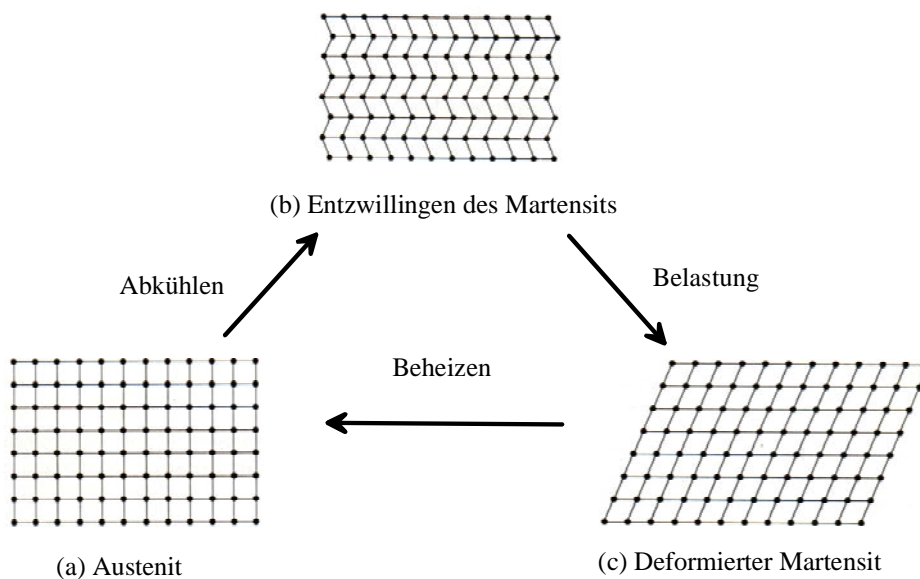


Abbildung 2.2: 2-dimensionales mikroskopisches Schema des Formgedächtniseffekts [14].

Die martensitische Umwandlung kann bei Legierungen mit FG-Effekt je nach Temperatur und Spannungsbeanspruchung drei verschiedene FG-Effekte bewirken. Dies sind der Einweg-Effekt, der Zweiweg-Effekt und der pseudoelastische Effekt.

2.1.1 Einweg-Effekt

Wird ein normaler Festkörper elastisch verformt, so nimmt er nach Rücknahme der Spannung wieder seine ursprüngliche Form an. Wird er plastisch verformt, so behält der Körper seinen Dehnungszustand, verliert aber den Bezug zu seiner ursprünglichen Gestalt. Im martensitischen Zustand (Abbildung 2.3, $T < M_f$) zeigt die Formgedächtnislegierung eine sehr niedrige Elastizitätsgrenze. Nach elastischer Dehnung schließt sich ein pseudoplastischer Dehnungsbereich an, in dem das Bauteil bis zu mehreren Prozent reversibel gedehnt werden kann. Das weitere Dehnungsverhalten ist durch plastische Verformung bis zum Bruch gekennzeichnet. Nach Entlastung im pseudoplastischen Bereich bleibt eine scheinbare Verformung ε_{1W} zurück.

Durch Erwärmung des verformten Bauteils über die Austenit-Endtemperatur A_f kann die gesamte Formänderung wieder zurückgebildet werden. Solange keine plastische Deformation auftritt, geht die Dehnung auf null zurück. Da dieser Effekt nur beim Erwärmen auftritt, also nur in einer Richtung, wird er als Einweg-Effekt bezeichnet. Bei einem erneuten Abkühlen und Erwärmen ändert sich die Gestalt nicht mehr. Die ursprüngliche Gedächtnisgestalt wird vor der Belastung durch Wärmebehandlung in das Bauteil eingepägt. Wird die Wegänderung während der Rückumwandlung in den Austenit behindert, so treten hohe Kräfte auf, die zum Verrichten von Arbeit genutzt werden können. Dies ist die Grundlage der FGL-Aktorik.

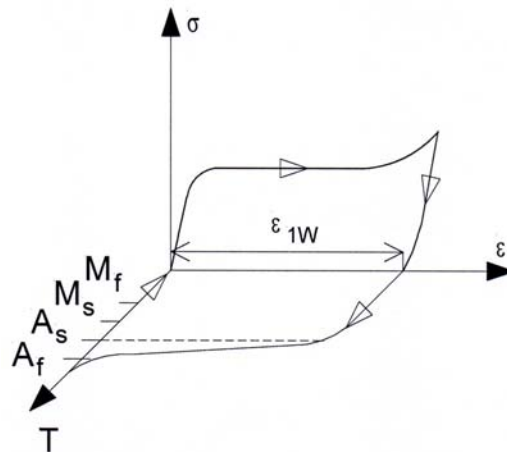


Abbildung 2.3: Verlauf von Spannung, Dehnung und Temperatur beim Einweg-Effekt.

2.1.2 Zweiweg-Effekt

Bei dem Einweg-Effekt verschwindet eine Dehnung im Martensit durch die Rückumwandlung in den Austenit. Die anschließende Umwandlung in den Martensit ändert nichts an der Gestalt des Körpers. Beim Zweiweg-Effekt erinnert sich die Formgedächtnislegierung nach einer

Deformation nicht nur an ihren ursprünglichen Austenitzustand, sondern – bei einer anschließenden Umwandlung in den Martensit – auch wieder an dessen vorangegangenen Deformationszustand. Zum Schalten zwischen diesen beiden unterschiedlichen Gestaltsformen ist keine externe Last erforderlich. Es genügt, wenn die Temperatur zwischen $M_f < T < A_f$ variiert wird. Der Temperatur-Dehnungs-Verlauf ist in Abbildung 2.4 gezeigt. Die Formänderung beim Abkühlen wird durch Einprägen geordneter innerer Spannungen im Material erzielt. Im diesem Zustand ist die Gestaltänderung ohne erneute Verformung wiederholbar. Allerdings ist die erreichbare Formänderung grundsätzlich geringer als beim Einweg-Effekt.

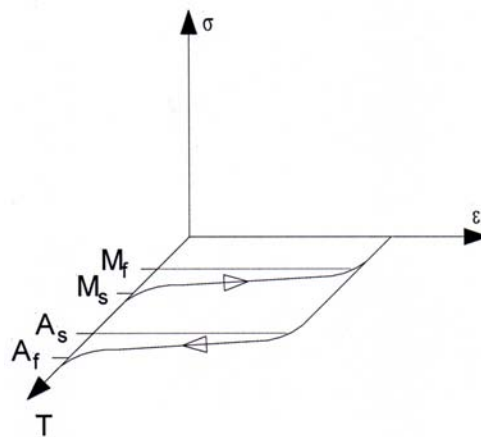


Abbildung 2.4: Verlauf von Dehnung und Temperatur beim Zweiweg-Effekt.

2.1.3 Pseudoelastischer Effekt

Befindet sich das Material im austenitischen Zustand, kann durch mechanische Spannungen eine reversible Formänderung hervorgerufen werden. Dieses Verhalten wird pseudoelastischer Effekt genannt. Im Gegensatz zu den vorangegangenen Effekten ist hier keine Temperaturänderung erforderlich.

Charakteristisch für den pseudoelastischen Effekt ist der in Abbildung 2.5 dargestellte Spannungs-Dehnungs-Verlauf. Oberhalb der sogenannten Plateauspannung σ_p wandelt sich der Austenit in Martensit um. Der Martensit kann sich entsprechend der angelegten Spannung entzwilligen und ermöglicht damit innerhalb des Plateaus eine Deformation des Materials bis zu einer scheinbaren Dehnungsgrenze ϵ_{pe} bei konstanter Gegenkraft. Oberhalb ϵ_{pe} tritt plastische Verformung bis zum Bruch auf. Wird das Bauteil nur bis ϵ_{pe} belastet, so wird beim Entlasten der untere Teil der Hysteresekurve durchlaufen, wobei die Dehnung wieder vollständig zurückgeht. Der spannungsinduzierte Martensit ist auf den Temperaturbereich zwischen Martensitstarttemperatur M_s und einer Temperaturgrenze M_d beschränkt. Oberhalb von M_d verhalten sich FGL wie konventionelle Materialien mit elastischem Dehnungsverhalten und anschließender Plastizität bis zum Bruch. Innerhalb des Temperaturbereichs zwischen A_f und M_d ist die Dehnung des Formgedächtnismaterials vollständig reversibel und man spricht von Pseudoelastizität. Zwischen M_s und M_d steigt die Plateauspannung mit der Temperatur

an. Der Zusammenhang zwischen Spannung σ und der Umwandlungstemperatur T der Martensitbildung lässt sich durch eine Clausius-Clapeyron Gleichung darstellen [15].

$$\frac{d\sigma}{dT} = \frac{\Delta H}{T_0 \cdot \Delta\varepsilon} \quad (2.1)$$

Hierbei beschreiben ΔH die Umwandlungsenthalpie, T_0 die Gleichgewichtstemperatur und $\Delta\varepsilon$ die Dehnungsänderung, die parallel zur Spannung vorliegt. Das Differential $d\sigma/dT$ wird als Spannungsrate bezeichnet.

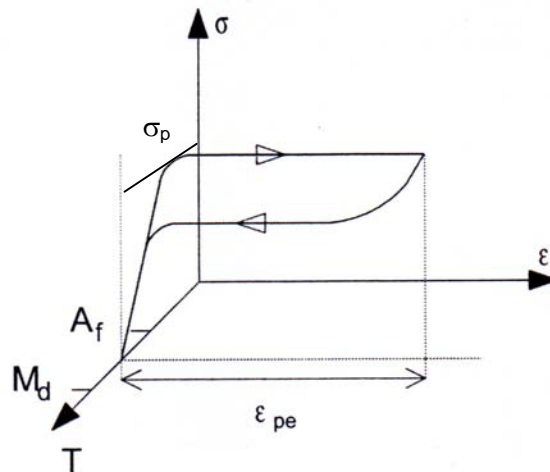


Abbildung 2.5: Verlauf von Spannung und Dehnung bei der Pseudoelastizität.

Generell können die drei Formgedächtniseffekte, je nach Temperatur und Spannung, einzeln oder überlagert vorkommen. Die Bedingungen, unter denen die Effekte auftreten, hängen zusätzlich von der chemischen Zusammensetzung, dem Ordnungsparameter der kristallinen Phase, sowie von dem Gefüge der FGL ab. Dies wird im Folgenden weiter erläutert.

2.2 Formgedächtnislegierungen

Im Rahmen dieser Arbeit werden zwei NiTi-basierende Formgedächtnislegierungen, NiTi und NiTiPd, verwendet. Daher wird im Folgenden auf die grundlegenden Formgedächtniseigenschaften der beiden Materialien eingegangen.

2.2.1 NiTi-Legierung

Seit 1961 der Formgedächtniseffekt in NiTi Legierungen von Purdy und Parr vom Naval Ordnance Laboratory erstmals beschrieben wurde [16], hat diese Legierung bereits zahlreiche technische Anwendungen gefunden. Die Eigenschaften der Legierung sind stark abhängig von der chemischen Zusammensetzung und ihrer thermomechanischen Behandlung. Der Grund für diese Empfindlichkeit findet sich in der geringen Löslichkeit von Ni und Ti in der

NiTi-Phase. Zwischen Ni-reichen und Ti-reichen Legierungen können charakteristische Unterschiede festgestellt werden. Ni-reiche Legierungen zeigen eine starke Abhängigkeit der M_s -Temperatur von der chemischen Zusammensetzung. Bei Ti-reichen Legierungen ist die Abhängigkeit wesentlich geringer, da die Bildung Ti-reicher Ausscheidungen für eine nahezu unveränderte Matrixzusammensetzung sorgt. Die M_s -Temperatur liegt bei Ni-reichen Legierungen unterhalb der Raumtemperatur. Maximale M_s -Temperaturen zwischen 90 und 100 °C werden bei einer Ni-Konzentration unter 49,5 At.-% erreicht [17]. Die Abhängigkeit der Martensitstarttemperatur M_s vom Ni-Gehalt ist in Abbildung 2.6 dargestellt.

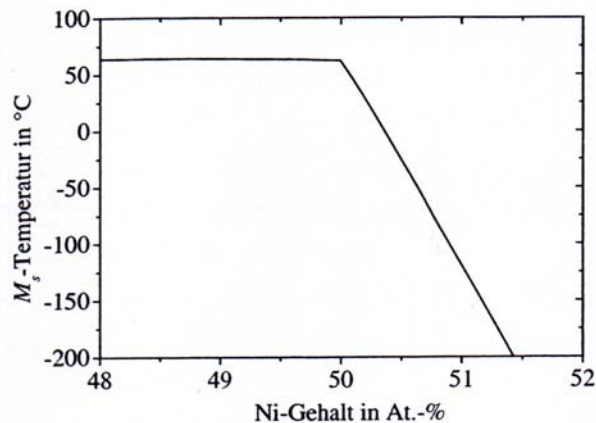


Abbildung 2.6: Martensitstarttemperatur M_s in Abhängigkeit vom Ni-Gehalt [17].

Legierungen mit einem Ni-Gehalt unter 50,5 At.-% sind unempfindlich hinsichtlich Wärmebehandlung unterhalb der Rekristallisationstemperatur von ca. 550°C. Bei Temperaturen oberhalb 550 °C bilden sich Ni_4Ti_3 -Ausscheidungen, womit der Ni-Gehalt verändert wird. Dagegen werden die Eigenschaften Ni-basierende FGL stark durch thermomechanische Behandlungen (Kaltverformung und nachfolgende Wärmebehandlung unterhalb der Rekristallisationstemperatur) beeinflusst. Für das kaltverformte Material geht man davon aus, dass die durch Kaltverformung erzeugten Versetzungen durch Wärmebehandlung zu Zellen umorientiert werden. Dadurch entstehen versetzungsarme Zonen, in denen eine Bewegung der Zwillingsgrenzen möglich wird. So wird durch Zellenbildung eine Verfestigung des Materials erreicht und die Neigung zu plastischer Deformation unterdrückt. Der Grad der Kaltverformung als auch die Temperatur der Wärmebehandlung beeinflussen die plastische Deformationsgrenze und die erzielbare reversible Dehnung in gegensätzlicher Weise und sind daher sorgfältig zu wählen, um die gewünschten Materialeigenschaften zu erzielen. In diesem Fall ist die Konditionierungstemperatur wichtig, da oberhalb der Rekristallisationstemperatur die durch Kaltverformung erzeugte Versetzungsdichte wieder abgebaut wird, was zu einer Verschlechterung der Formgedächtniseigenschaften führt. Gleichzeitig hat die Korngröße in polykristallinen FGL Einfluss auf die Formgedächtniseigenschaften, wobei mit abnehmender Korngröße ebenfalls eine Erhöhung der reversiblen Dehnung einhergeht [18]. Durch thermomechanische Behandlung von polykristallinem NiTi ist eine maximal reversible

Dehnung von 7 bis 8 % im martensitischen Zustand erreichbar [19].

Wenn die martensitische Umwandlung durch eine hohe Defektdichte oder durch Ni-Überschuss zu niedrigeren Übergangstemperaturen verschoben wird, so kommt es zur Bildung einer rhomboedrischen Zwischenphase, der sogenannten R-Phase, und es entsteht der zweistufige Übergang B2 über R-Phase zu B19'.

Die R-Phase besitzt eine trigonale Kristallstruktur und geht aus der B2-Phase durch Gitterdeformation in $\{111\}$ Richtung hervor [20]. In $\{111\}$ -Richtung wird eine maximale reversible Gitterdehnung von ca. 1% erzielt. In polykristallinen Materialien sind maximale reversible Gitterdehnungen zwischen 0,5 und 0,8 % möglich. Das Auftreten der R-Phase zeigt sich beispielsweise in zusätzlichen Röntgenreflexen bei den $1/3$ -Position des reziproken Gitters [21], die ursprünglich als prämartensitische Phänomene gedeutet wurden.

Abbildung 2.7 zeigt den Einfluß der Umwandlungssequenz einer Biegebalkenprobe aus thermomechanisch behandeltem äquiatomarem NiTi auf die mechanische Auslenkung und den elektrischen Widerstand. Die Auslenkung wurde bei konstanter Belastung aufgezeichnet.

Bei Kühlung der Probe beginnt der elektrische Widerstand bei der rhomboedrischen Starttemperatur R_s anzusteigen. Dieser Anstieg fällt mit der Verringerung der mechanischen Auslenkung des Biegebalkens zusammen. Im Temperaturfester zwischen der Temperatur R_s und der Endtemperatur R_f koexistieren beide Phasen B2 und R. Die Temperatur, bei der der elektrische Widerstand abnimmt, fällt mit einem zweiten steilen Anstieg der Balkenauslenkung zusammen. Hier koexistieren die R- und B19'-Phase bis die M_s -Temperatur erreicht ist. Beim Erwärmen erfolgt nur eine einstufige Umwandlung von der B19'-Phase direkt in die B2-Phase. Kühlt man ausgehend vom austenitischen Gefüge nur bis M_s ab und erwärmt dann wieder, so tritt auf Grund der einstufigen Umwandlung zwischen Austenit und R-Phase eine nur geringe Hysterese sowohl in der Auslenkungs- als auch in der Widerstandskennlinie auf. In dieser Arbeit wurde die R-Phasenumwandlung einer NiTi-Legierung für das FGL-Mikroventil während des Betriebs bei Raumtemperatur verwendet.

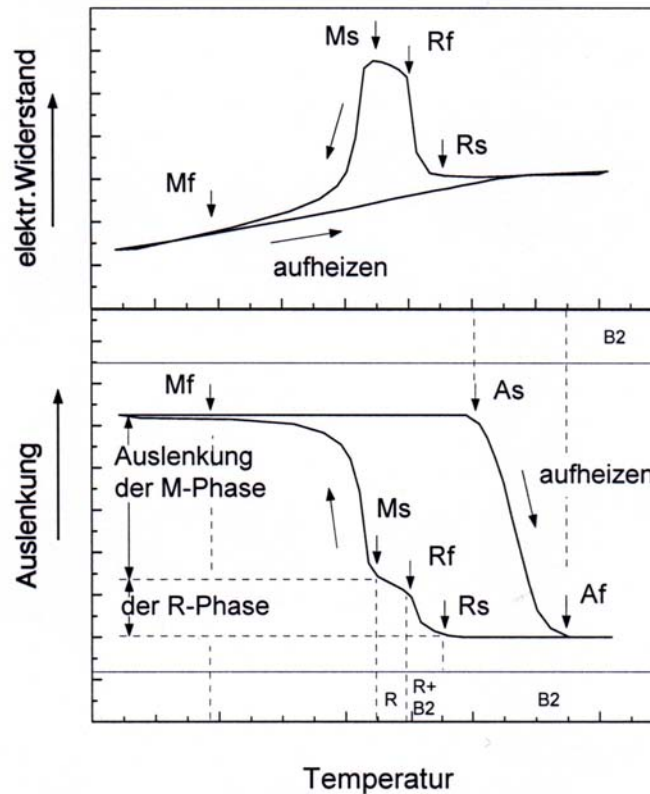


Abbildung 2.7: Charakteristische Widerstands- und Auslenkungs-Kennlinien einer NiTi-Legierung in Abhängigkeit der Temperatur unter anliegenden Last. [22]

2.2.2 NiTiPd-Legierung

Die martensitische Umwandlung in TiPd wurde 1970 von Donkerslot et al. durch Strukturuntersuchung mittels temperaturabhängiger Röntgendiffraktometrie entdeckt [23]. Danach haben NiTiPd-Legierungen ein zunehmendes Interesse erfahren. Dies liegt insbesondere an der starken Zunahme der Umwandlungstemperaturen mit zunehmendem Pd-Gehalt, was für Aktoranwendungen von besonderem Interesse ist.

Die Übergangstemperaturen der Legierung NiTi lassen sich durch Substitution der Ni-Atome mit Pd sukzessiv erhöhen [24,25]. Abbildung 2.8 zeigt die Übergangstemperaturen der martensitischen Umwandlung von Legierungen des Systems $Ni_{50-x}Ti_{50}Pd_x$, die mittels kalorimetrischer Messverfahren bestimmt wurden. Die Übergangstemperaturen zwischen Austenit und Martensit (A-M) und zwischen Martensit und Austenit (M-A) sinken mit zunehmendem Palladiumgehalt zunächst auf Werte unter 0°C ab, um dann ab etwa 15 At.-% nahezu linear auf bis zu 540°C anzusteigen.

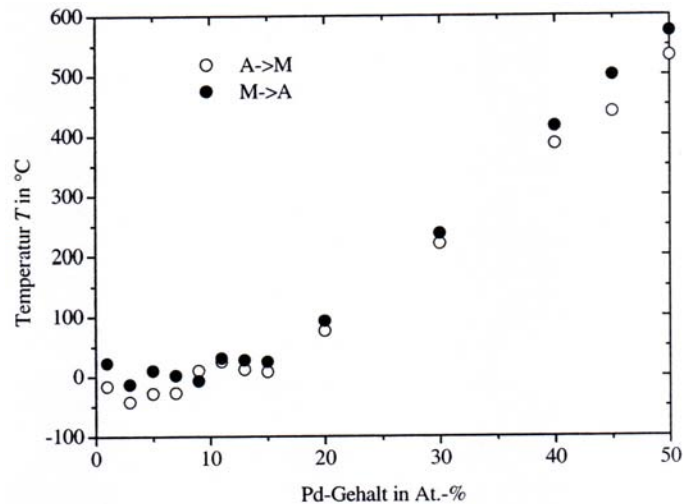


Abbildung 2.8: Übergangstemperatur vom Austenit zum Martensit A→M und vom Martensit zum Austenit M→A von $Ni_{50-x}Ti_{50}Pd_x$ -Legierungen [26, 27].

Wie NiTi besitzt auch $Ni_{50-x}Ti_{50}Pd_x$ im Austenit die kubische B2-Struktur des CsCl. Die Martensitstruktur hängt dagegen vom Pd-Gehalt ab. Bei einem Pd-Gehalt unter ca. 25 At.-% tritt eine zweistufige Umwandlung über die R-Phase auf: $B2 \rightarrow R \rightarrow B19'$. Oberhalb einem Pd-Gehalt von ca. 25 At.-% findet eine einstufige Umwandlung in die orthorhombische Struktur statt: $B2 \rightarrow B19$. Die Hysteresebreiten ändern sich mit zunehmendem Pd-Gehalt nicht wesentlich. Die maximale reversible Dehnung nimmt mit zunehmendem Pd-Gehalt ab. Unterhalb eines Pd-Gehaltes von 30 At.-% werden maximale reversible Dehnungen von bis zu 4,5% beobachtet. Oberhalb eines Pd-Gehalts von 45 % liegt die maximale reversible Dehnung unterhalb 1% [28,29]. Trotz des ausgeprägten Formgedächtniseffekts in Legierungen des Systems Ti-Ni-Pd fanden diese Legierung aufgrund ihrer Sprödigkeit und der damit verbundenen geringen Verformbarkeit, bisher noch keine technische Anwendung. Kürzlich untersuchte Miyazaki ebenfalls $Ni_{50-x}Ti_{50}Pd_x$ Dünnschichten und stellte dabei insbesondere den hohen Widerstand gegenüber plastischer Deformation heraus, der in Zugtests ermittelt wurde [30]. Es konnte in einer $Ni_{26,4}Ti_{51,8}Pd_{21,8}$ -Schicht eine vollständig reversible Dehnung von 1,5% bei einer Spannung von 150 MPa erzielen. Die maximal mögliche Formgedächtnisdehnung betrug 2%. Im Rahmen dieser Arbeit werden NiTiPd-Dünnschichten für FGL-Mikroventile mit einem hohem Arbeitstemperaturenbereich eingesetzt.

2.3 Ventilprinzip und Mikrofluidik

2.3.1 Ventilaufbau und Funktionsweise

Bei dem in dieser Arbeit beschriebenen Ventil handelt es sich um ein normal geöffnetes FGL-Mikroventil. Der prinzipielle Aufbau ohne elektrische Anschlüsse ist in Abbildung 2.9 dargestellt. Die wichtigsten Ventilkomponenten sind ein Polymer-Gehäuse mit integriertem

Ventilsitz und fluidischen Zu- und Ableitungen, eine Membran, eine Distanzscheibe, ein FGL-Mikroaktor und ein Kühlring [31].

Der große Vorteil der Verwendung von Polymer-Kunststoff für die Ventilgehäuse ist, dass durch Einsatz von Spritzgussverfahren oder Heißpressenverfahren eine höhere Reproduzierbarkeit gewährleistet werden kann. Um den Ventilbetrieb nicht nur für Gas sondern auch für Wasser zu realisieren, wird der Volumenstrom vom thermisch angetriebenen FGL-Mikroaktor durch Einsatz einer Membran auf die Oberfläche des Gehäuse getrennt. Um die maximale Dehnung und Spannung bei geschlossenem Zustand des Ventils im FGL-Mikroaktor einzustellen, wird eine Distanzscheibe zwischen dem FGL-Mikroaktor und der Membran benötigt. Um den FGL-Mikroaktor abzukühlen und ein besseres dynamisches Betriebsverhalten des Ventils zu erreichen, wird ein Metall-Abkühlring beim Ventilaufbau verwendet.

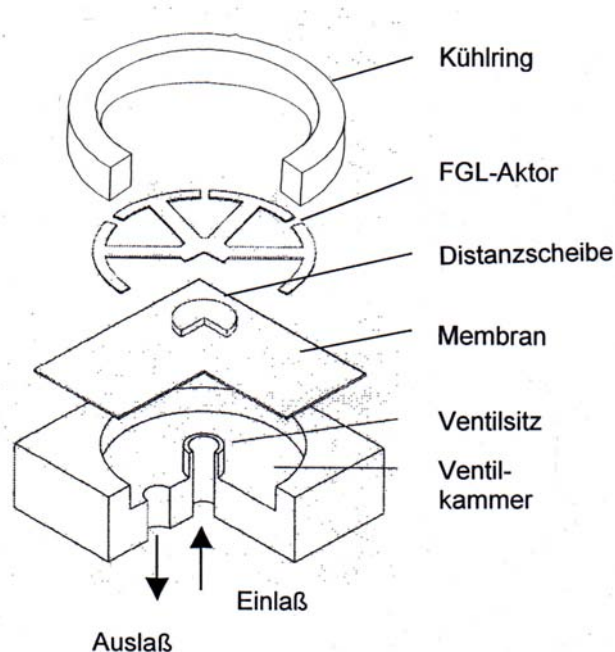


Abbildung 2.9: Prinzipieller Aufbau des normal geöffneten FGL-Mikroventils.

Die Funktionsweise des Ventils ist in Abbildung 2.10 veranschaulicht. Im martensitischen Zustand bzw. R-Phasenzustand lässt sich der FGL-Mikroantrieb bereits bei einer geringen Druckdifferenz zwischen Ein- und Auslaß leicht in senkrechter Richtung zum Ventilsitz deformieren. In diesem Fall befindet sich das Ventil im normal geöffneten Zustand, siehe Abbildung 2.10 (a). Beim Beheizen des FGL-Mikroantriebs über die austenitische Umwandlungstemperatur wird der Gedächtniszustand der FGL durch Nutzung der Kräfte des Einweg-Effekts wiederhergestellt. Dadurch wird das Ventil geschlossen, siehe Abbildung 2.10 (b).

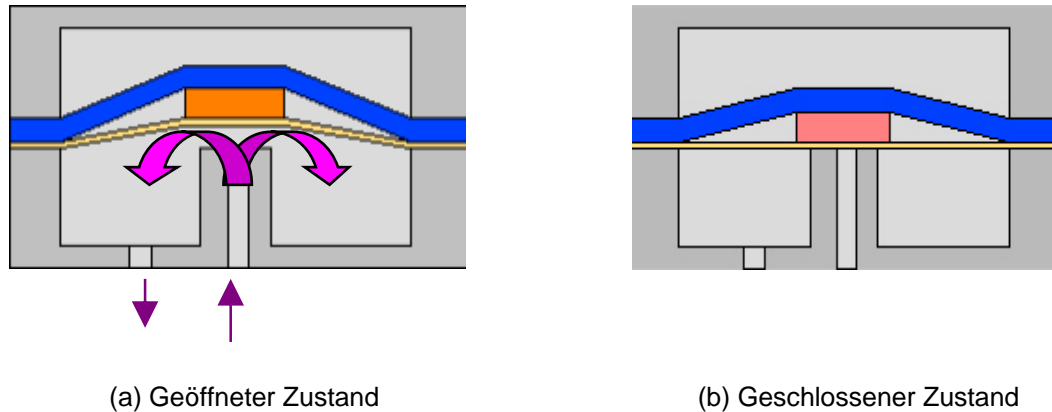


Abbildung 2.10: Schema der Funktionsweise des normal geöffneten FGL-Mikroventils.

2.3.2 Mikrofluidik für die Mikroventile

Um das Durchfluß-Druck-Verhalten im Ringspalt zwischen Ventilsitz und Membran (siehe Abbildung 2.11) zu beschreiben, müssen in diesem Fall einige Besonderheiten beachtet werden, die sich aus der geringen Spaltlänge L in Durchflussrichtung im Vergleich zum hydraulischen Durchmesser D_h ergeben. In diesem Fall beträgt der hydraulische Durchmesser $D_h = 4h$ [32]. Dabei bezeichnet h die Höhe des Spalts.

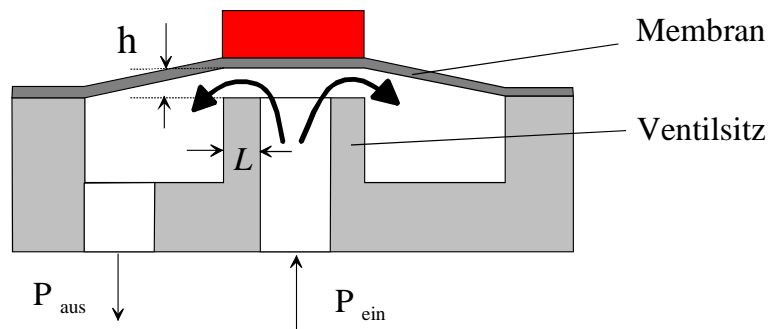


Abbildung 2.11: Schematische Darstellung der Ringspalt zwischen Ventilsitz und Membran.

Makroskopische Strömungsverhältnisse würden im Fall $L/D_h > 70$ vorliegen, wobei in diesem Fall bei einer kritischen Reynoldszahl von ca. 2300 ein Übergang von laminarem zu turbulentem Verhalten erfolgt [33]. In den hier betrachteten Mikroventilen liegt das L/D_h -Verhältnis deutlich unterhalb von 70. Daraus ergeben sich folgende Konsequenzen [32]:

- Bei kleinem L/D_h -Verhältnis kann sich keine turbulente Strömung ausbilden.

- In diesem Zustand existiert eine kritische Reynoldszahl $Re_t = C/\zeta \cdot L/D_h$, oberhalb der ein Übergang zwischen laminarer Strömung und nicht vollständig ausgebildeter Strömung mit dominierenden Inertialverlusten stattfindet. Bei dem Parameter C handelt es sich um einen Reibungskoeffizienten, der bei rundem Kanalquerschnitt den Wert 64 annimmt. Der Parameter ζ beträgt bei $L/D_h < 1$ ca. 2,6.

Bei den hier betrachteten Mikroventilen liegt das L/D_h -Verhältnis im Bereich 0,2 bis 2 und die kritische Reynoldszahl Re_t liegt zwischen 8 und 75. Die Reynoldszahlen erreichen bei den hier interessierenden Druck- und Durchflussbereichen dagegen deutlich höhere Wert als Re_t . Daher muß von einer nicht vollständig ausgebildeten Strömung mit dominierenden Inertialverlusten ausgegangen werden. In diesem Fall kann das Durchfluß-Druck-Verhalten durch folgende Näherungslösung simuliert werden [33]:

$$Q = \frac{A}{2\sqrt{\zeta}} \sqrt{\frac{2}{\rho} \frac{p_{ein}^2}{p_{aus}}} \quad (2.2)$$

Gleichung 2.2 ist bei diatomaren Gasen und isothermen Bedingungen anwendbar, wobei das Verhältnis von Ein- und Auslassdruck $p_{ein}/p_{aus} > 2$ erfüllen muss. Bei diatomaren Gasen im Fall $p_{ein}/p_{aus} < 2$ und bei inkompressiblen Flüssigkeit gilt näherungsweise:

$$Q = \frac{A}{\sqrt{\zeta}} \sqrt{\frac{2}{\rho} \Delta p} \quad (2.3)$$

Dabei bezeichnen A bzw. ρ die Querschnittsfläche des Durchlaufs bzw. die Dichte des Fluids, Δp steht für die Differenz zwischen Ein- und Auslassdruck $p_{ein} - p_{aus}$. Die Kopplung zwischen Durchfluß Q und dem mechanischen Hub der Ventilmembran über dem Ventilsitz wird hier durch die Querschnittsfläche A beschrieben, die aus dem Aktorhub h und dem mittleren Umfang des Ventilsitzes berechnet wird.

3 Experimentelle Methoden

In diesem Kapitel werden die im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Messmethoden und der erstellte Versuchsaufbau erläutert.

3.1 Dynamische Differenzen Kalorimetrie

Zur Bestimmung der Umwandlungstemperaturen von FG-Legierungen wird die Dynamische Differenzen Kalorimetrie verwendet. Diese Messung wird auch als DSC-Messung (**D**ifferential **S**canning **C**alometry) bezeichnet. Die kalorimetrische Bestimmung der Übergangstemperaturen erfolgt über die Messung des Wärmestroms zur Probe bei konstanter Heiz- bzw. Abkühlrate.

Der Wärmefluss wird zunächst nur zum Erhöhen oder Verringern der Probentemperatur benötigt. Kommt es nun zu einer Gefügetransformation, so nimmt die Probe, bedingt durch die Transformationsenthalpie, zusätzlich Wärme auf, bzw. gibt diese ab, was in einem höheren Wärmefluss in die Probe hinein bzw. heraus resultiert. Als Folge bildet sich eine Temperaturdifferenz zwischen Referenz und Probe aus, mit deren Hilfe sich der Wärmefluss in die Probe und die hieraus resultierenden Transformationstemperaturen bestimmen lassen.

Abbildung 3.1 zeigt dazu eine typische DSC-Kennlinie einer NiTi-Legierung, die beim Abkühlen eine zweistufige Umwandlung und bei Erwärmen eine einstufige Umwandlung aufweist. Die Umwandlungstemperaturen werden nach dem Tangentenverfahren bestimmt. Der Schnittpunkte der beiden Tangenten wird als Transformationsstart- bzw. Endtemperatur festgelegt.

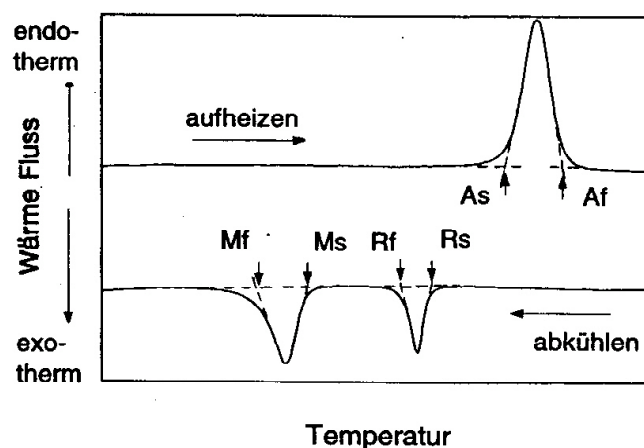


Abbildung 3.1: Charakteristische DSC-Kennlinie einer Formgedächtnislegierung die beim Abkühlen eine zweistufige Phasenumwandlung und beim Erwärmen eine einstufige Phasenumwandlung zeigt.

Die Messungen wurden an einem Gerät der Firma Netzsch (DSC 204 Phoenix) durchgeführt. Die Aufheiz- und Abkühlrate wird bei diesen Untersuchungen auf 10 K/min eingestellt.

3.2 Elektrische und mechanische Eigenschaften

Weitere wichtige Kenngrößen zur Dimensionierung von Mikroaktoren aus FGL-Legierungen sind neben den Umwandlungstemperaturen die temperaturabhängigen mechanischen und elektrischen Eigenschaften. Zu den mechanischen Eigenschaften zählt insbesondere das temperaturabhängige Spannungs-Dehnungs-Verhalten der verschiedenen Gefüge. Damit kann z.B. der E-Modul des Materials im austenitischen Zustand bestimmt werden. Von Bedeutung ist die Temperaturabhängigkeit des Widerstandes, die ein Maß für die Gefügeumwandlung ist. Damit sind Rückschlüsse auf das Umwandlungsverhalten möglich.

Zu Untersuchungen wird ein Doppelbiegebalken als Teststruktur mit Längenabmessungen im mm-Bereich und Breiten im μm -Bereich gewählt. In Abbildung 3.2 ist ein Doppelbiegebalken mit der Balkenlänge l , der Balkenbreite w und der Balkendicke h sowie der schematische Versuchsaufbau mit den Messgrößen dargestellt. Das untere verbreiterte Ende des Doppelbiegebalken wird so auf ein thermisch leitendes und elektrisch isolierendes Substrat (Al_2O_3 – Sinterkeramik) aufgeklebt, dass sich der Balken auf der gesamten Länge l frei durchbiegen kann. Zur Widerstandsmessung wird die 4-Punkte-Methode mit einem Digitalmultimeter (HP 34A. Fa. Hewlett Packard) mit einer Genauigkeit von $\pm 0,001$ Ohm eingesetzt. Die elektrischen Kontakte an den Biegelbalken werden mit dem Wedge-Wedge Bondverfahren mit $25 \mu\text{m}$ dicken Aluminiumdrähten hergestellt. Zur Bestimmung der mechanischen Eigenschaften werden kalibrierte Mikrogewichte mit einer Genauigkeit von $\pm 1 \mu\text{N}$ an die Spitze des Balkens eingehängt. Dies führt zu einer Auslenkung des Balkens, die über ein Videomikroskop rückwirkungsfrei mit einer Genauigkeit von $2 \mu\text{m}$ gemessen werden kann.

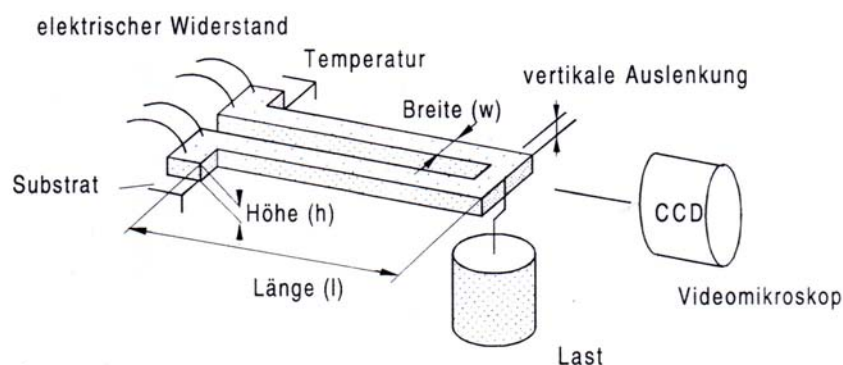


Abbildung 3.2: Schematische Darstellung der Biegebalken-Versuche

Für die Temperierung der Probe sowie für die Messung der Probentemperatur wird ein speziell hierfür entwickelter Kryo- Thermostat verwendet, dessen schematischer Aufbau in Abbildung 3.3 dargestellt ist. Er besteht aus einem druckfesten Behälter (h), der über eine Vakuumpumpe (g) auf ein Isoliervakuum evakuiert werden kann. Durch ein Fenster (f) wird die Auslenkung der Probe mit dem Videomikroskop beobachtet. Die Probe (a) ist auf dem Probenhalter aus Kupfer (b) festgeklemmt, welcher wiederum fest mit der Heizplatte (c) verbunden ist. Die Temperatur der elektrisch beheizten Platte wird mit einem PID-Regler (m) kontrolliert. Ein Kühlblock (d), der ebenfalls fest mit der Heizplatte verbunden ist, wird durch einen konstanten Durchfluss von

flüssigem Stickstoff (i,k) gekühlt. Die Probe ist von Strahlungsschildern umgeben (e), welche thermisch leitend mit dem Probenhalter (b) verbunden sind und somit annähernd auf dem gleichen thermischen Niveau liegen. Mit einem Temperatursensor (PT100) wird die Temperatur des Keramiksubstrates gemessen, auf welches die Probe geklebt ist. Mit dieser Vorgehensweise wird in einem Temperaturbereich von -60°C bis 200°C eine Messgenauigkeit der Temperatur von $\pm 0,1\text{ K}$ erreicht.

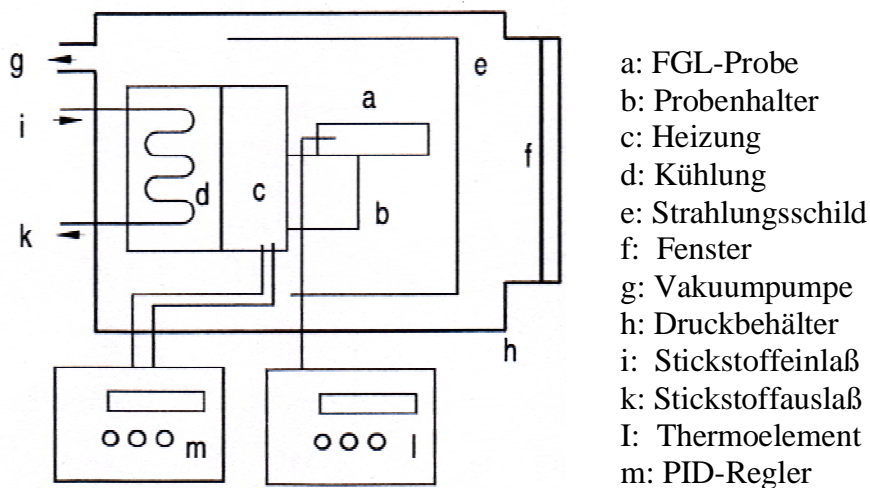


Abbildung 3.3: Schematische Darstellung des Kryo- Thermostats.

3.3 Auger-Elektronenspektroskopie zur Tiefenprofilanalyse

Zur Untersuchung der Zusammensetzung des Materials an der Oberfläche und im Tiefenprofil wird die Auger-Elektronen-Spektroskopie (AES) in dieser Arbeit verwendet. Bei dieser Analyse können Atome, bei denen ein inneres Elektron durch Elektronenbeschuss in den angeregten Zustand übergeht, ihre Energie über die Aussendung elektromagnetischer Wellen oder über emittierte Elektronen, die sogenannten Augerelektronen, abgeben. Diese Messung ist oberflächensensitiv und ermöglicht bei sukzessivem Materialabtrag durch Ionenbeschuss die Bestimmung eines Tiefenprofils. Die im Rahmen dieser Arbeit dargestellten Messungen sind in einem Gerät der Firma Physical Electronics durchgeführt worden.

3.4 Wärmebildaufnahmen

Um das Temperaturprofil des beheizten FGL-Mikroantriebs zu bestimmen, wird ein Infrarot-Mikroskop verwendet. Das Mikroskop besteht aus einer Infrarotkamera von Firma FLIR Systems, die mit Hilfe einer Mikroskop Objektiv aus Ge Wärmebildaufnahmen einer Fläche von ca. $6,3 \times 6\text{ mm}^2$ bei einer Auflösung von $15 \times 15\text{ }\mu\text{m}^2$ erstellen kann. Vor der Untersuchung wird die Probe mit einer dünnen Schicht Graphitlack belackt, um die Emmissionskoeffizienten der verschiedenen Bauteile der Probe anzupassen. Dann wird der Emmissionskoeffizient so

eingestellt, dass die Kamera als gemessene Temperatur die Raumtemperatur anzeigt. Die relative Messgenauigkeit beträgt 0,1 K. Der Messbereich liegt zwischen -20 °C und 2000 °C .

3.5 Fluidische statische Messung mit Gas und Flüssigkeiten

Gas

Bei der Charakterisierung der statischen Eigenschaften der Ventile geht es um die Untersuchung der Ventile hinsichtlich des druckabhängigen Durchflusses als Funktion der Ansteuerleistung. Gleichzeitig wird der elektrische Widerstand des FGL-Aktors gemessen, um den Verlauf der Phasenumwandlung im FGL-Mikroaktor zu verfolgen. Der Messaufbau ist in Abbildung 3.4 schematisch dargestellt.

Die Spannungsquelle (h) versorgt das FGL-Mikroventil (d) mit elektrischer Leistung. Aus einer Gasflasche (a) wird das System mit Stickstoff versorgt, dessen Eingangsdruck (p_{ein}) mit einem Druckminderer (b) fest eingestellt und von dem geeichten Manometer (c) zwischen 200 hPa bis 5000 hPa mit einer Genauigkeit von 50 hPa angezeigt wird. Der Gasfluß durch das Ventil wird mit einem elektronischen Durchflussmesser (e) (PR 4000, Fa. MKS Electronics) mit einer Auflösung von 0,1% in einen Messbereich bis 1000 sccm bestimmt. Der Druckabfall über den Durchflussmesser ist vernachlässigbar. In diesem Fall wird die Druckdifferenz $p_{\text{ein}} - p_{\text{aus}}$ an dem Ventil direkt als Eingangsdruck p_{ein} bezeichnet.

Zusätzlich sind am Messstand ein Spannungs-(g) und ein Strommessgerät (f) installiert. Die Strom- und Spannungswerte werden mit Hilfe eines Computers (i) eingelesen. Aus den eingelesenen Werten kann der Widerstand und die Leistung ermittelt werden. Über ein LABVIEW - Messprogramm wird die Spannungsquelle in einem vorher eingestellten Bereich in stationären Schritten variiert. Das Ausgangssignal des Durchflussmessers wird ebenfalls vom Computer erfasst.

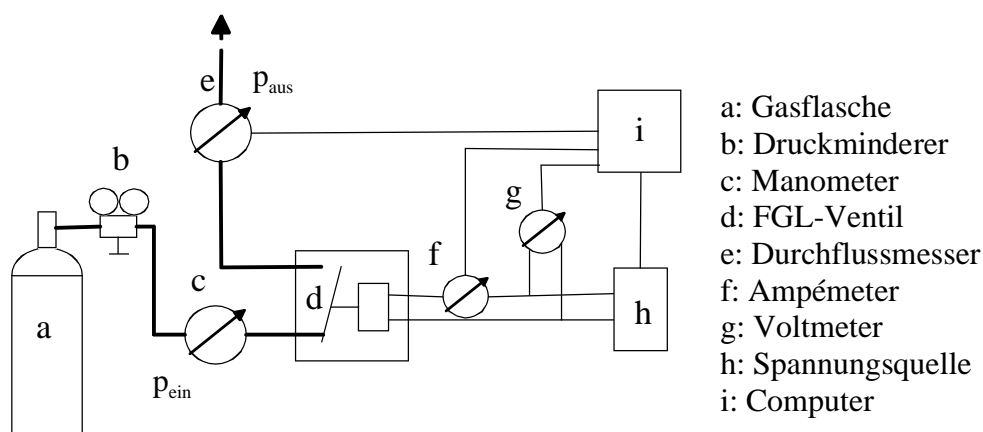


Abbildung 3.4: Schematische Darstellung des Versuchsaufbaus zur Charakterisierung der fluidischen Gaseigenschaften von Mikroventilen.

Wasser

Der prinzipielle Messaufbau bei stationären Messungen mit Flüssigkeit ist identisch mit dem Messaufbau für stationäre Messungen mit Gasen. Lediglich die Stickstoffflasche wird durch einen Vorratsbehälter mit destilliertem Wasser erweitert, so dass mit Hilfe des Stickstoffs der Wasserdruck geregelt werden kann. Außerdem wird der Durchflussmesser der Firma MKS durch ein Volumenstrommessgerät ausgetauscht, das auf dem Prinzip eines Druckabfalls in einem geraden Kapillarrohr beruht [34]. Der Messbereich liegt unterhalb 30 ml/min. Die maximale Genauigkeit beträgt ca 0,03 ml/min. Zur Bestimmung der Druckdifferenz wird hier ein Eingangs- und Ausgangsdrucksensor anstelle eines Manometers verwendet. In diesem Fall ist es möglich, die Druckdifferenz zwischen 200 hPa und 3000 hPa mit einer Genauigkeit von ca. 50 hPa einzustellen.

Das Messprogramm für die statischen Messungen für Gase wurde an die Anforderungen der Messungen mit Flüssigkeiten angepasst. Anstelle des Ausgangssignals des MKS Durchflussmessers wird hier die Spannungsdifferenz des Volumenstrommessgerätes eingelesen und gespeichert. Aus diesem Wert wird später der Volumenstrom anhand der Kalibrierungskennlinie des Volumenstrommessgerätes berechnet.

3.6 Fluidische dynamische Messungen mit Gas und Flüssigkeiten

Gas

Bei den dynamischen Messungen wird das Ventil hinsichtlich seiner leistungsabhängigen Schließ- und Öffnungszeiten untersucht. Der prinzipielle Messaufbau ist in Abbildung 3.5 gezeigt. Für die Messungen wird ein am IMT entwickelter Durchflusssensor verwendet, der auf dem anemometrischen Prinzip basiert [35]. Der Widerstand des Sensors beträgt ca. 2300 Ohm. Die Querschnittsfläche des fluidischen Kanals misst ungefähr $1 \times 1 \text{ mm}^2$. Während der Untersuchungen wird der Sensor mit einem konstanten Strom beheizt. Das Ausgangssignal wird durch einen Verstärker mit Hilfe eines Oszilloskopes aufgezeichnet und über ein Datenübertragungsprogramm (SkopeLink) in einer Datei abgelegt. Die Ansprechzeiten dieses Sensors liegen bei Gasen bei ca. 2,5 ms.

Zur Steuerung des Ventils wird ein Impulsgenerator verwendet, der in Labview programmiert wurde. Damit kann die Steuerzeit und die Impulszeit frei gewählt und zum Schalten des Laststromkreises benutzt werden. Die einzukoppelnde Leistung kann durch dieses Schalten mit einer vorhandenen Konstantstromquelle bis zum Schließen des Ventils eingestellt werden.

In diesem Fall wird das Ausgangssignal des Durchflusssensors nicht in Abhängigkeit des Durchflusses kalibriert. Aus diesem Grund ist das Sensorsignal in den folgenden Abbildungen ohne Skalierung aufgetragen. Die Zustände „Offen“ und „Geschlossen“ des Ventils werden folgendermaßen ermittelt: Im geöffneten Zustand ist das Spannungssignal des Sensors gleich dem bei ausgeschaltetem Ventil. Beim Schließen ergibt sich durch Erhöhung der Leistung ein Signalsprung am Oszilloskop. Wird die Leistung weiter erhöht, geht das Signal in eine Sättigung über. In diesem Fall wird angenommen, dass das Ventil geschlossen ist. Bei den Versuchen

wird die Schließ- und Öffnungszeit aus der Zeitdifferenz ermittelt, die zum Erreichen von 90% des Endimpulses erforderlich ist.

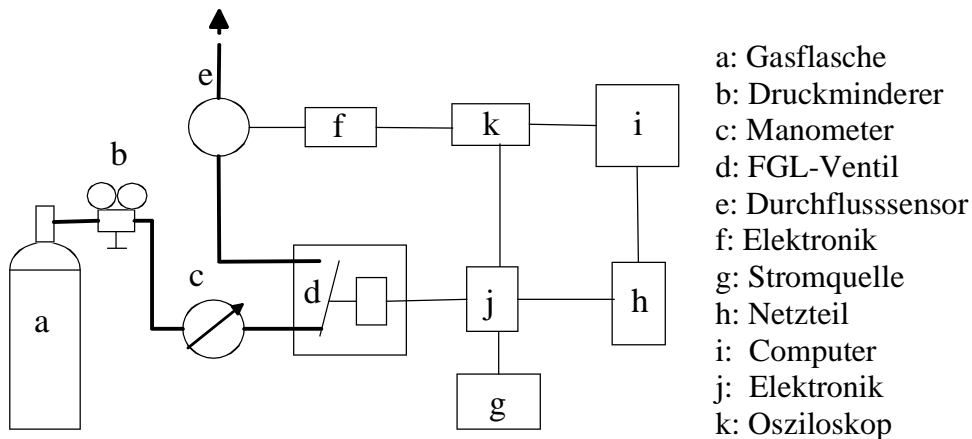


Abbildung 3.5: Schematische Darstellung des Versuchsaufbaus zur Charakterisierung der dynamischen Eigenschaften von Mikroventilen mit Gas.

Wasser

Für die dynamische Untersuchung mit destilliertem Wasser wird der gleiche Messaufbau und Durchflusssensor verwendet. Wegen der starken Abkühlung durch Wasser wird in diesem Fall der Heizstrom des Sensors entsprechend erhöht. Die Ansprechzeit des Sensors liegt bei ca. 2 ms.

3.7 Leckflussmessung für Gas und Flüssigkeiten

Um die Leckrate des Ventils im geschlossenen Zustand zu messen, wird der gleiche Messaufbau wie bei der statischen Messung verwendet. Anstelle des Durchflussmessers von MKS für Gas und des Volumenstrommessgerätes für Wasser wird hier eine Messpipette an den Ventilausgang angeschlossen. Die Messpipette hat ein bemaßtes Volumen von 1 ml und ist am Ausgang offen. Bei der Messung des Leckflusses von Luft wird in dieser Messpipette zuvor ein eingefärbter Wassertropfen eingebracht, dessen unterer Meniskus das Gasvolumen hinter dem Ventilausgang einschließt und als Ablesemarkierung dient, während bei Messung des Wasserleckflusses der Meniskus der Wassersäule direkt beobachtet wird. Eine Ablesegenauigkeit besser als 5 µl ist dabei möglich.

Anhand der Größe der Leckrate wird die Testzeit abhängig von dem bemaßten Volumen und der Ablesegenauigkeit bestimmt. Danach wird die Leckrate aus der Volumendifferenz der Messpipette und der Zeitdauer ermittelt.

4 Herstellungstechnologie

In diesem Kapitel wird die Herstellungstechnologie der in den folgenden Kapiteln behandelten Bauteile und die verwendete Aufbau- und Verbindungstechnik für die Montage beschrieben.

4.1 Mikrostrukturierung der FGL-Mikrobauteile

Ein wichtiger Schritt zur Herstellung der Mikroventile ist die Mikrostrukturierung von FGL-Folie oder -Dünnschichten. Um FGL-Mikrobauteile herzustellen, gibt es zur Zeit verschiedene Verfahren. Im Mikrobereich werden diese Verfahren in zwei Gruppen eingeteilt. Bei der einen Gruppe spricht man von additiven Verfahren der Formgebung, die andere verwendet subtraktive Verfahren zur Strukturierung. Beim additiven Verfahren werden Strukturen durch lokales hinzufügen von Material in einem zuvor hergestellten Modell (Opferschicht) auf einem Substrat erzeugt. Die FGL-Struktur wird normalerweise mit Hilfe von Sputtern oder mikrogalvanischer Abscheidung erreicht. Durch die nachfolgende Entfernung der Opferschicht wird die FGL-Struktur freigelegt und bei einer bestimmten Temperatur unter Vakuum konditioniert, um den FG-Effekt einzuprägen [36].

Bei den subtraktiven Strukturierungsverfahren wird ein Teil von einem geschlossenen vorhandenen oder abgeschiedenen Funktionsmaterial lokal entfernt. Subtraktive Strukturierung ist entweder durch eine Sondertechnik möglich, die direkt lokal Material entfernt, z.B. Drahterodieren und Laserschneiden [37-39], oder sie bedient sich einer Maske, die die nicht abzutragenden Bereiche vor einem flächig wirkenden Angriff schützt, z.B. beim elektrolytischem Photoätzen [40,41] und beim nasschemischem Photoätzen [42-44].

Laserschneiden und Drahterodieren gehören zu den seriellen Verfahren und besitzen den Nachteil des geringen Durchsatzes und damit verbundenen relativ hohen Kosten. Insbesondere bei sehr dünnen Schichten in der Größenordnung von 10 μm sind derartige Verfahren nur eingeschränkt geeignet. Dagegen bieten die parallelen elektrolytischen und nasschemischen Photoätzverfahren eine kostengünstige Fertigungsmöglichkeit im industriellen Maßstab und sind gleichzeitig für die Herstellung dünner Schichten gut geeignet.

Dieser Abschnitt konzentriert sich auf nasschemische Ätzverfahren für freitragende NiTi-Folien und NiTiPd-Dünnschichten. Zunächst werden die bisher aufgetretenen Probleme bei der Anwendung des Verfahrens vorgestellt, danach ein optimiertes Ätzkonzept beschrieben und anschließend die Untersuchungsergebnisse diskutiert.

4.1.1 NiTi-Folie

4.1.1.1 Bisherige Probleme

Ein nasschemisches Ätzverfahren für freitragende gewalzte NiTi-Folien wurde schon in früheren Arbeiten [34,45] am IMT entwickelt und eingesetzt. Am Anfang des Strukturierungsprozesses wurde eine 300 nm dicke Au-Schicht auf der Oberseite der NiTi-Folie aufgedampft. Sie diente als Abhebeschicht, um den fertigen Aktor am Ende vom Substrat ablösen zu können. Anschließend wurde die NiTi-Folie auf einem Keramiksubstrat mit einer Klebstoff-Haftschrift fixiert. Die Abhebeschicht sowie die Haftschrift dienten als Zwischenlagen zwischen Substrat und der Funktionsschicht. Daraufhin wurde die Struktur der vorher hergestellten Cr-Maske durch Photolithographie auf eine Positivlackschicht übertragen. Mit Hilfe des lithographisch strukturierten Photolack als Ätzmaske konnte danach der NiTi-Ätzschritt mit einer Ätzlösung bestehend aus HF/HNO₃/H₂O durchgeführt werden. Abschließend wurde die Au-Abhebeschicht weggeätzt, um den Mikroaktor freizulegen. Bei diesem Prozess traten folgende Probleme auf:

- Bei den Photoätzverfahren dient ein lithographisch strukturierter Photolack als Ätzmaske. Wegen der hohen Korrosionsbeständigkeit sind sehr aggressive Ätzlösungen erforderlich, die sich nachteilig auf die üblicherweise verwendeten Photolacke und deren Haftung auswirken. Selbst bei den stabileren Positivlacken wird nach einer bestimmten Ätzzeit Ablösung oder Haftversagen festgestellt. Diese Probleme treten insbesondere bei den für die Mikrosystemtechnik üblichen Strukturabmessungen im Mikrometerbereich auf und sorgen für eine schlechte Reproduzierbarkeit. In Abbildung 4.1 ist eine durch die Instabilität der Photolackschicht beschädigte FGL-Mikrostruktur zu sehen.
- Zum Abheben der Mikrobauteile muss die Au-Abhebeschicht durch Unterätzen entfernt werden. Dabei wird aufgrund der Aufweichung der Haftschrift aus Klebstoff der Ätzprozess behindert, wodurch die FGL-Folie nicht abgehoben werden kann, dies gilt besonders für große Klebflächen.



Abbildung 4.1: Wegen der Instabilität der Lackschicht beschädigte Mikrostruktur.

4.1.1.2 Prozessoptimierung

Zum Lösen dieser beiden Probleme wurden folgende Optimierungen durchgeführt:

- Anwendung einer Metall-Schutzschicht

Um die Instabilität der Ätzmaske aus Photolack zu umgehen, wird eine zusätzliche Schutzschicht zwischen dem Lack und der NiTi-Folie eingefügt. Damit wird eine Funktionstrennung von lithographischer Strukturierbarkeit und Maskenfunktion erreicht. Die strukturierte Schutzschicht übernimmt anstelle des strukturierten Photolacks die Funktion der Ätzmaske. Dafür sollte das Material der Schutzschicht folgende Anforderungen erfüllen:

- 1) Gute Haftfestigkeit.
- 2) Chemische Unempfindlichkeit in NiTi-Ätzlösung.
- 3) Die Möglichkeit zu selektiven Entfernung, ohne die NiTi-Schicht zu beeinträchtigen.

Nach der Untersuchung verschiedener Materialien wurde Au als Schutzschicht beim NiTi-Ätzen ausgewählt, da Gold mit einer wässrigen Lösung aus 200 g/l Kaliumjodid (KJ) und 100 g/l Jod (J_2) leicht zu strukturieren ist. Die Ätzrate beträgt ca. 15 nm/s bei Raumtemperatur [45]. NiTi ist resistent gegen diese Ätzlösung. Gleichzeitig hat die Au-Schicht eine gute Haftfestigkeit auf der NiTi-Folie und ist bezüglich der NiTi-Ätzlösung sehr stabil.

Um die Strukturierungszeit der Schutzschicht zu verringern und ein Unterätzen zu vermeiden, sollte die Dicke der Schutzschicht so dünn wie möglich sein. In diesem Fall ist sie stark abhängig von der Rauigkeit der Oberfläche der Funktionsschicht. Für die NiTi-Folie wird eine Au-Schicht von 100 nm Dicke mit einem Sputterverfahren erzeugt.

- Anwendung einer Abhebeschicht aus Photolack

Anstelle der Au-Abhebeschicht und der Klebstoff-Haftschrift wird hier ein Positivlack als Abhebeschicht und gleichzeitig als Haftschrift verwendet. Die großen Vorteile sind, dass die Lackschicht nicht nur wie der Klebstoff eine Haftkraft für die Fixierung der Funktionsschicht bietet, sondern auch anschließend in Azeton einfach abgelöst werden kann. Azeton wirkt nicht aggressiv auf Metalle. In diesem Fall werden die Abhebeschicht und die Haftschrift in einer Schicht zusammengefasst.

- Vorgehensweise

Die Prozessabfolge ist in Abbildung 4.2 veranschaulicht. Die Vorgehensweise wird in der Reihenfolge der Prozessschritte beschrieben:

- 1) Die NiTi-Folie wird mit positivem Photolack auf dem Keramik-Substrat fixiert.
- 2) Eine 100 nm dicke Au-Schutzschicht wird durch Sputtern aufgebracht.

3) Mittels Spincoating wird 3.5 μm Positivlack auf die Oberfläche aufgetragen. Danach wird die gewünschte Sollstruktur durch lithographische Belichtung mit Hilfe einer optischen Cr-Maske und nachfolgender Entwicklung in den Photolack übertragen.

4) Die Au-Schutzschicht wird chemisch strukturiert. Aufgrund der geringen Dicke der Schutzschicht ist die Ätzzeit sehr kurz. Dadurch wird eine hohe Genauigkeit und Zuverlässigkeit erreicht. Unterätzen, sowie das Haftproblem des Photolacks sind in diesem Fall unkritisch. Die Mikrostrukturierung z.B. von der Au-Schutzschicht kann mit 100% Ausbeute durchgeführt werden.

5) Bei der chemischen Strukturierung der Funktionsschicht mit einer Ätzlösung aus $\text{HF}/\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{O}$. Hier kommt die gute Haftung der Schutzschicht zum Tragen. Die Funktionsschicht wird selektiv strukturiert. Ablösungen oder Haftversagen des Photolacks wirken sich dabei nicht nachteilig aus. Bei isotroper Ätzwirkung tritt nur eine geringe Unterätzung auf.

6) Um die FGL-Mikrobauteile frei zu legen, wird die Lackschicht mit Azeton abgelöst. Um die Ablösung zu beschleunigen, wird hier zusätzlich ein Ultraschallbad verwendet. Gleichzeitig wird der Photolack auf der Oberseite entfernt.

7) Selektive Entfernung der Au-Schutzschicht mit einer Ätzlösung aus KJ und J_2 .

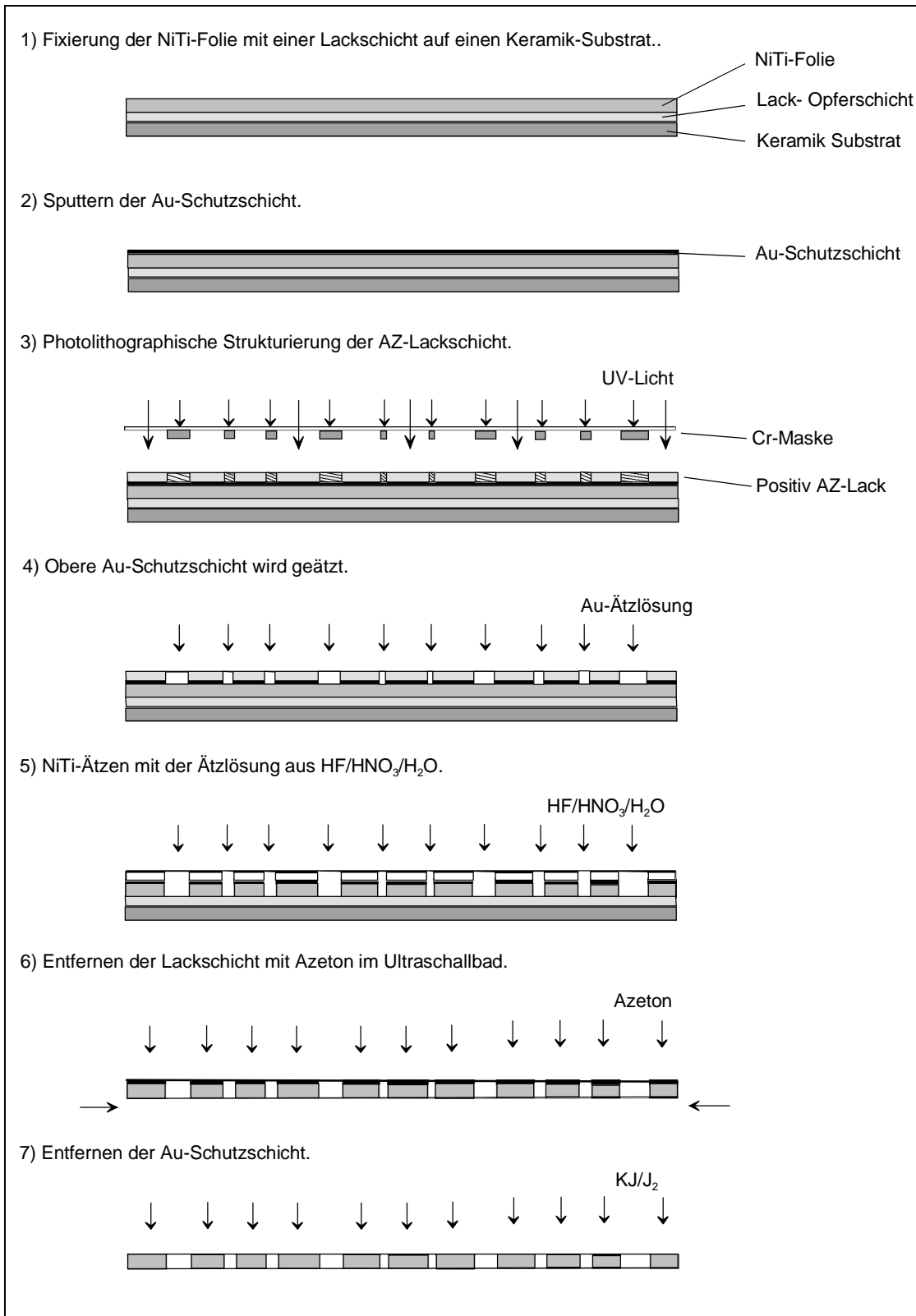


Abbildung 4.2: Prozessabfolge des nasschemischen Photoätzen für die freitragende NiTi-Folie.

Bei der Zusammensetzung der NiTi-Ätzlösung HF/HNO₃/H₂O von 13%/34%/53% beträgt die Ätzgeschwindigkeit bei Raumtemperatur ca. 150 nm/s. In Abbildung 4.3 ist eine strukturierte NiTi-Mikrostruktur zusammen mit Au-Schutzschicht zu sehen. Es ist deutlich erkennbar, dass durch die Verwendung der Au-Schutzschicht die NiTi-Struktur durch das Ablösen der Lackschicht nicht beschädigt wird. Abbildung 4.4 zeigt ein, durch Raster-Elektronen-Mikroskopie aufgenommenes Bild (REM-Bild) einer Ätzkante der 20 µm dicken NiTi-Folie. Die Rauigkeit der Kante ist abhängig von der Korngröße des Materials.

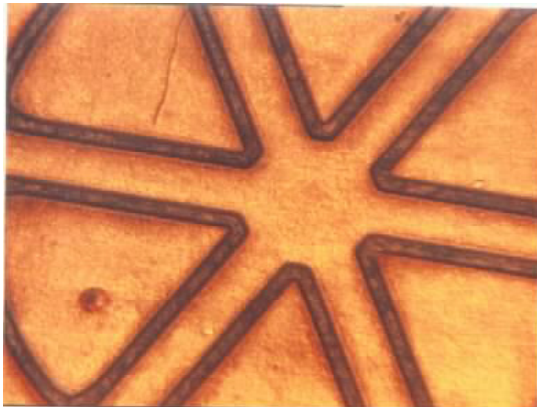


Abbildung 4.3: Ätzergebnis mit Au-Schutzschicht

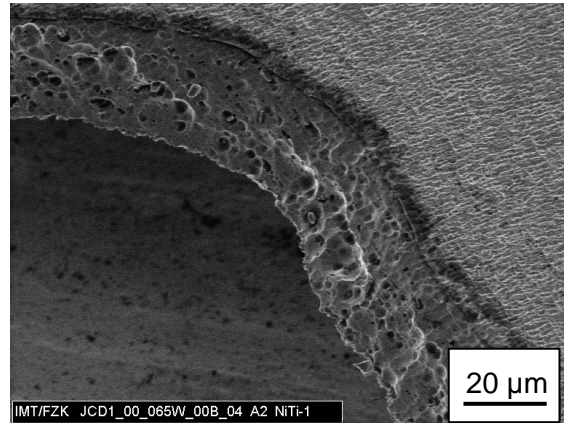


Abbildung 4.4: Rauigkeit der Ätzkante des NiTi-Mikrobauteils.

4.1.2 NiTiPd-Dünnschicht

4.1.2.1 Bisherige Probleme

Zum Strukturieren von NiTiPd-Dünnschicht wurde bisher nur ein elektrolytische Ätzverfahren erfolgreich verwendet [46]. In dieser Arbeit wird erstmals das Strukturieren derartiger Schichten mit nasschemischen Ätzverfahren untersucht. Ursprünglich wurde der gleiche nasschemische Ätzprozess von NiTi für das NiTiPd zum Strukturieren verwendet. Dabei traten folgende Probleme auf:

- Beim NiTiPd-Ätzen mit der Ätzlösung von HF/HNO₃/H₂O wird ein schwarzer Niederschlag auf der Oberfläche der NiTiPd-Legierung abgeschieden. Diese Schicht verhindert den weiteren Ätzprozess.

Zur Erklärung dieses Verhaltens wurden zwei Ni₃₀Ti₄₈Pd₂₂ Proben, eine Originalprobe und eine andere, mit HF/HNO₃/H₂O Ätzlösung behandelte Probe, mittels Untersuchung durch Auger-Elektronen-Spektroskopie (AES) verglichen. Abbildung 4.5 zeigt das Ergebnis einer nicht geätzten NiTiPd Originalprobe als Referenzprobe. Daraus geht hervor, dass zuerst ca. 20 nm Oxidschicht mit C und Ti-Oxid (10 nm) an der Oberfläche vorliegen. In der Oxidschicht sind Gradienten von Ti, Ni und Pd nachweisbar. Unterhalb der Oxidschicht folgt die Matrixzusammensetzung.

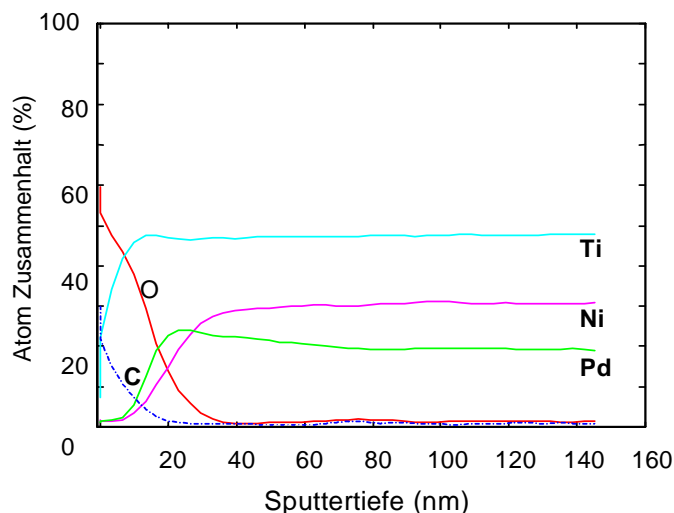


Abbildung 4.5: Auger-Untersuchung der NiTiPd – Referenzprobe

Abbildung 4.6 zeigt eine mit dieser Ätzlösung für 2 min behandelte Probe. Diese Untersuchung beweist, dass die oberste Oxidschicht der Probe aus Ti-Oxid besteht, und darunter eine ca. 30 nm dicke TiNiPd-Oxidschicht mit starker Pd-Anreicherung folgt. Es kann auch sein, dass Pd hier metallisch vorliegt, da der Sauerstoff O zur Bildung von Ti- und Ni-Oxid ausreicht. Unterhalb der Oxidschicht findet man erst die Matrixzusammensetzung.

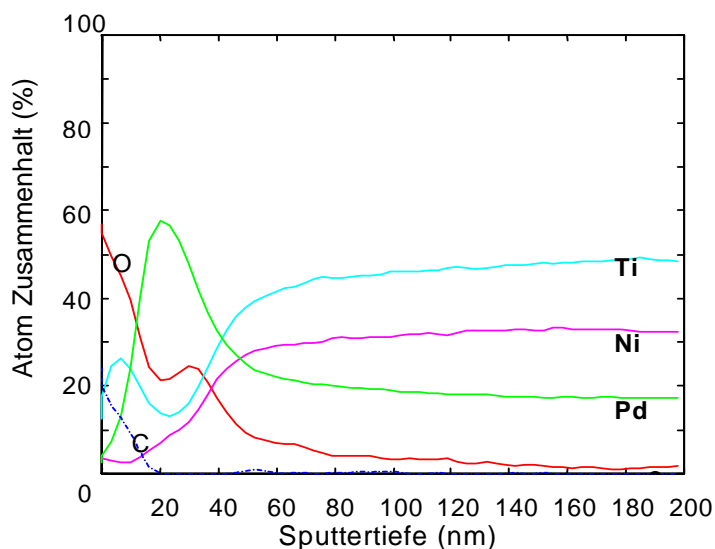


Abbildung 4.6: Augeruntersuchung der mit HF/HNO₃/H₂O geätzten Probe.

Nach dem Vergleich der beiden Untersuchungsergebnisse lässt sich sagen, dass es sich bei dem schwarzen Niederschlag um elementares Palladium als Rückstand des HF/HNO₃/H₂O Ätzens handelt. Neben dem Abtrag von Nickel und Titan wird Palladium in diesem Ätzprozess durch die Ätzlösung oxidiert ($\text{Pd} \rightarrow \text{Pd}^{2+} + 2\text{e}^-$) und geht dadurch in Lösung. Die instabilen Pd²⁺-Ionen werden an der Oberfläche wieder zum Metall reduziert ($\text{Pd}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Pd}$). Daraus resultiert die beobachtete schwarze Abscheidung („Palladiummohr“ bzw. „Palladiumschwamm“), die den weiteren Ätzprozess verhindert.

- Beim Ätzen der Au-Schutzschicht greift die Kaliumjodid-Jodid Ätzlösung das NiTiPd stark an. Auch hier bildet sich eine schwarze Schicht an der Oberfläche und verhindert den weiteren Ätzprozess.

Um dieses Verhalten zu erklären, wird ebenfalls die o.g. Untersuchungsmethode verwendet. Eine Probe, die für 2 Minuten in eine KJ/J₂ Ätzlösung behandelt wurde, ist dazu analysiert worden. Das Ergebnis ist in Abbildung 4.7 zu sehen. Die Analyse beweist, dass die Oberfläche nach dem KJ/J₂-Ätzen aus einer ca. 100nm dicken, komplex aufgebauten, Oxidschicht mit Gradienten von Ti, Ni und Pd besteht. In den obersten 50 nm lassen sich fast nur O, J und Pd nachweisen. Die Matrixzusammensetzung lässt sich nach Abtrag der Oxidschicht und selbst in 300 nm Tiefe noch nicht erreichen.

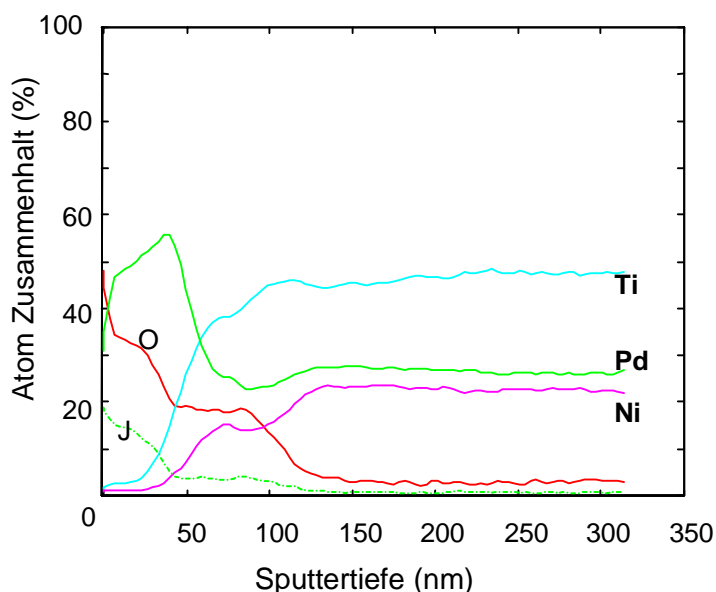


Abbildung 4.7: Auger-Untersuchung der mit KJ/J₂ geätzten Probe.

Nach dem Vergleich mit der Originalprobe kann man feststellen, dass sich in der KJ/J₂ Ätzlösung eine Schicht aus Palladiumjodid (PdJ_x) mit unbekannter Zusammensetzung an der Oberfläche der Probe bildet. Palladiumjodid unterliegt einem Alterungsprozess, so dass sich frisch gebildetes von älterem durch seine chemischen Eigenschaften unterscheiden lässt.

4.1.2.2 Prozessoptimierung

Zur Lösung der oben aufgezählten Probleme werden beim NiTiPd-Ätzen die verwendete Ätzlösung und das Material der Schutzschicht verändert:

- Anstelle der Ätzlösung von HF/HNO₃/H₂O wird jetzt, beim NiTiPd-Ätzen, die HF/HNO₃/H₂O Ätzlösung um NaCl erweitert. Um ein gutes Resultat zu erzielen, wird die Probe abwechselnd in HF/HNO₃/H₂O + NaCl und Königswasser (HCl/HNO₃) geätzt.

Um die Reduktion des Pd-Metalls an der Oberfläche zu vermeiden und das oxidierte Palladium in Lösung zu halten, müsste die Ätzlösung einen Überschuss an Liganden enthalten, welche die Bildung von stabilen Palladiumkomplexen ermöglichen. Ein möglicher Lösungsansatz ist, dass der Ätzlösung Chlorid-Ionen in Form von KCl oder NaCl zugesetzt werden ($\text{Pd}^{2+} + 4\text{Cl}^- \rightarrow [\text{PdCl}_4]^{2-}$). Das Auflösen der abgeschiedenen schwarzen Pd-Schicht funktioniert in dieser Ätzlösung besser als früher, aber die Lösegeschwindigkeit ist sehr langsam, was auch den weiteren Ätzprozess behindert.

Zum Verstärken der Pd-Ablösung wird daher Königswasser (HCl/HNO₃) gleichzeitig benutzt, weil Palladium in kaltem Königswasser löslich ist. Um diese beiden Ätzlösungen (Königswasser und HF/HNO₃/H₂O) zusammen verwenden zu können, gibt es zwei Möglichkeiten. Die erste ist, dass beide Lösungen zusammen gemischt werden. Aber nach dem Mischen verändert sich die Zusammensetzung der Lösung, und die Ätzrate des Materials Ti geht zurück. Daher werden beide Ätzprozesse im Wechsel eingesetzt.

- Anstelle der Au-Schutzschicht wird eine Cr-Schutzschicht für das NiTiPd-Ätzen verwendet. Gleichzeitig wird die Cr-Schutzschicht nicht nur auf der Oberseite sondern auch auf der Unterseite der NiTiPd-Schicht aufgebracht.

Da bei Au-Ätzen mit KJ/J₂ Lösung NiTiPd angegriffen wird, und Au sich leicht in Königswasser ablöst, wurde ein anderes Material als Schutzschicht für das NiTiPd-Ätzen gesucht. Dafür eignet sich Cr. Nach Testversuchen stellte sich heraus, dass Cr in der Ätzlösung HF/HNO₃/H₂O und Königswasser sehr stabil ist, jedoch mit einer alkalischen Hexacyanoferrat-Ätzlösung auch leicht aufgelöst werden kann. Diese Ätzlösung greift NiTiPd nicht an. Wegen der hohen Rauigkeit der gesputterten NiTiPd-Schicht wird hier eine gesputterte Cr-Schutzschicht von 100 nm Dicke benutzt. Die Ätzrate der Cr-Schicht in der alkalischen Hexacyanoferrat-Ätzlösung beträgt ungefähr 1 nm/s.

Wie beim NiTi-Ätzen wird die freitragende NiTiPd-Folie mit positivem Photolack (AZ-Lack) auf dem Keramiksubstrat fixiert. In diesem Fall ist die Ätzlösung jedoch so stark, dass nach dem Durchätzen der NiTiPd-Schicht die Lackschicht von der Lösung schnell angegriffen wird. Dadurch ergibt sich ein starkes Unterätzen und die untere Seite der NiTiPd-Schicht wird beschädigt. Aus diesem Grund wird in diesem Fall eine beidseitige Schutzschicht benutzt.

- Vorgehensweise

In Abbildung 4.8 ist die Prozessabfolge für die NiTiPd-Strukturierung dargestellt. Die Vorgehensweise wird im Folgenden nach der Prozessabfolge beschrieben.

- 1) Als erster Schritt wird eine 100 nm dicke Cr-Schutzschicht auf beiden Seiten der freitragenden NiTiPd-Schicht durch Sputtern aufgebracht.
- 2) Die Probe wird mit positivem Photolack auf dem Keramik-Substrat fixiert.
- 3) Mittels Spincoating wird eine 3,5 µm dicke Schicht Positivlack auf die Oberfläche aufgeschleudert. Danach wird die gewünschte Sollstruktur durch lithographische Belichtung mit Hilfe einer optischen Cr-Maske und nachfolgender Entwicklung in den Photolack übertragen.
- 4) Die obere Cr-Schutzschicht wird in einer alkalischen Hexacyanoferrat Ätzlösung strukturiert und danach die gewünschte Sollstruktur mit einer Lackschicht bis zu der Cr-Schutzschicht überzogen.
- 5) Die NiTiPd-Schicht wird mit den Ätzlösungen HF/HNO₃/H₂O mit NaCl dabei und Königswasser (HCl/HNO₃) bei Raumtemperatur geätzt. Die Probe wird abwechselnd in der Ätzlösung HF/HNO₃/H₂O und danach in Königswasser geätzt, um die abgeschiedene Pd-Schicht zu entfernen. Zwischen dem Wechsel der Lösungen muss die Probe zuerst in destilliertem Wasser abgespült und danach getrocknet werden, damit die Zusammensetzung Lösungen nicht verändert wird.
- 6) Um die FGL-Mikrobauteile freizulegen und die Oberseite zu reinigen, wird die Lackschicht mit Azeton in Ultraschallbad abgelöst.
- 7) Selektive Entfernung der Cr-Schutzschicht mit einer alkalischen Hexacyanoferrat-Ätzlösung.

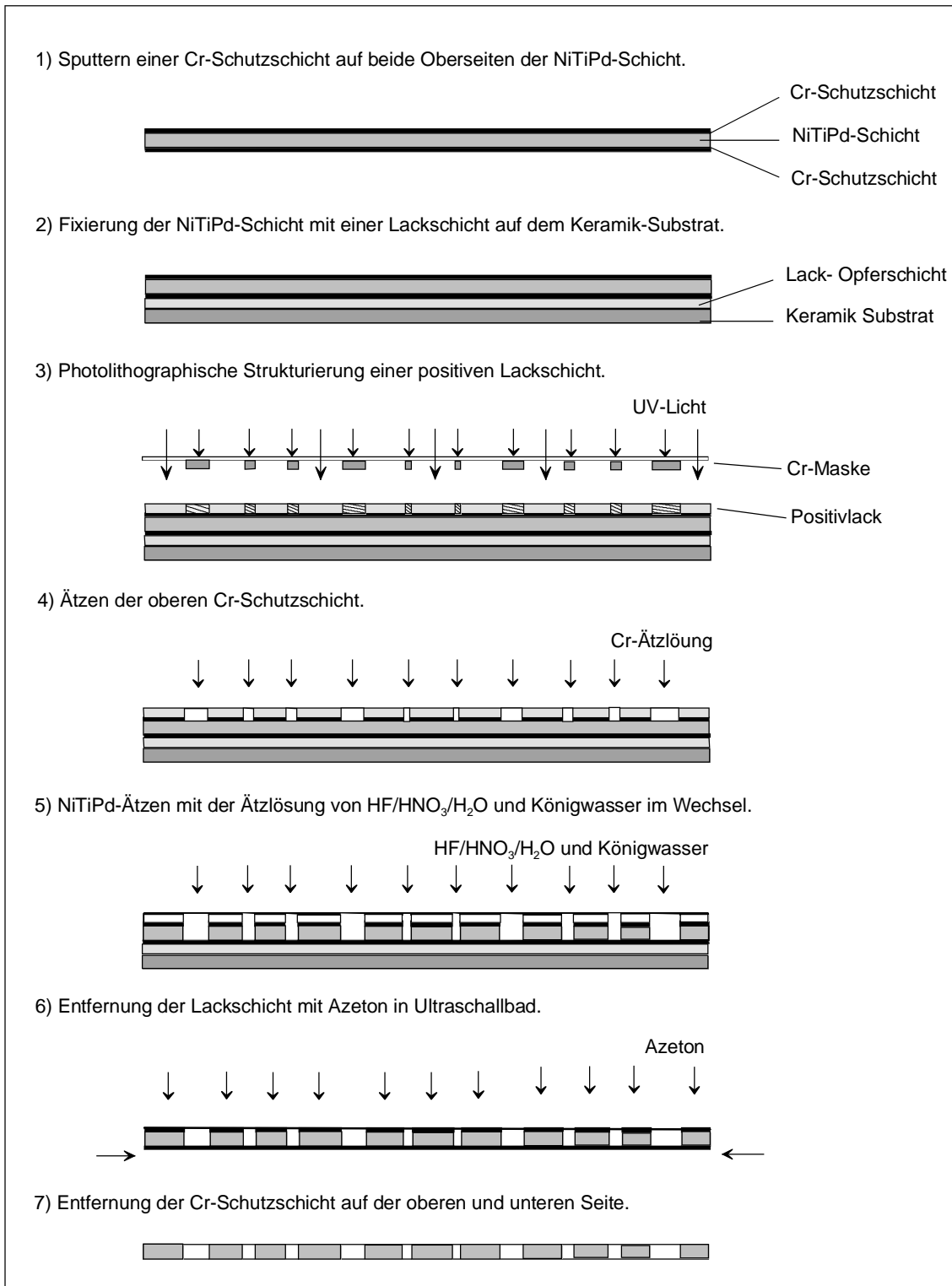


Abbildung 4.8: Prozessabfolge des nasschemischen Photoätzens für die freitragende NiTiPd-Schicht.

In Abbildung 4.9 ist ein Bild eines strukturierten NiTiPd-Mikroaktors in Detail gezeigt. Abbildung 4.10 zeigt einen kompletten Wafer, auf dem mehrere Mikrobauteile mit diesem Verfahren parallel hergestellt wurden.

Mit diesem Verfahren kann man auch die Formgedächtnislegierung NiMnGa strukturieren. Da die KJ/J_2 Ätzlösung auch Ga angreift, wird auch hier eine Cr-Schutzschicht verwendet. In diesem Fall wird nur die Ätzlösung von $HF/HNO_3/H_2O$ unter Zugabe von NaCl verwendet.

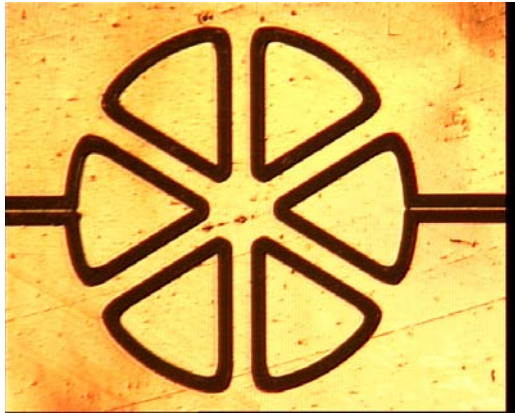


Abbildung 4.9: Strukturiertes NiTiPd-Aktor mit Cr-Schutzschicht.



Abbildung 4.10: Parallelfertigung einer mikrostrukturierten NiTiPd-Dünnschicht.

4.1.3 Zusammenfassung

In diesem Abschnitt wird ein nasschemisches Ätzverfahren zur parallelen Mikrostrukturierung einer Folie oder Dünnschicht aus Formgedächtnislegierungen auf der Basis von NiTi (NiTiCu, NiTiPd, ...) und NiMn- (NiMnGa, ...)-Basis beschrieben.

Bei diesem Verfahren wird die Oberfläche der Funktionsschicht zunächst mit einer dünnen Schutzschicht überzogen, die chemisch inert gegenüber der zur Strukturierung der Funktionsschicht verwendeten Ätzlösung, jedoch gleichzeitig chemisch selektiv strukturierbar ist und eine gute Haftfestigkeit zur Oberfläche der Funktionsschicht besitzt. Die Schutzschicht wird durch Photolithographie und einem nachfolgenden ersten Ätzschritt selektiv mikrostrukturiert. Die derart präparierte Schutzschicht dient beim nachfolgenden Ätzschritt zur Mikrostrukturierung der Funktionsschicht als Ätzmaske. Auf diese Weise kann die Mikrostrukturierung der Funktionsschicht mit hoher Genauigkeit und hoher Ausbeute durchgeführt werden, ohne dass sich Ablösungen oder Haftversagen des Photolacks nachteilig auswirken.

Besonders zur Mikrostrukturierung der freitragenden dünnen FGL-Schicht wird in diesem Verfahren eine Haftschiicht aus positive Photolack verwendet, um die Schicht auf dem Substrat zu fixieren. Nach der Strukturierung dient die Lackschicht wieder als Abhebeschicht, um die Mikrobauteile freizulegen. Da die Lackschicht leicht in Azeton abgelöst werden kann, ist das Abheben nach der Strukturierung einfach durchzuführen. Damit ist das Verfahren auch für freitragende, spröde dünne Schichten geeignet.

Für verschiedene Materialien sollte das Material der Schutzschicht und die Ätzlösung angepasst werden. Nachfolgend werden die Vorteile des entwickelten nasschemischen Photoätzens im Vergleich zu anderen Mikrostrukturierungsverfahren zusammengefasst:

- Hohe Ausbeute
- Hohe Zuverlässigkeit
- Anpassung an empfindliche Strukturen z.B. aus dünnen, spröden Funktionsschichten
- Großer Dickenbereich der Funktionsschicht
- Parallele Herstellbarkeit
- Kostengünstige Herstellbarkeit

4.2 Ventilgehäuse

In dieser Arbeit werden zwei Polymer-Kunststoffe, PMMA (**P**oly**M**ethyl**M**eth**A**crylat) und PES (**P**oly**E**ther**S**ulfone), für die Ventilgehäuse verwendet. Der große Vorteil der Verwendung von Kunststoff ist, dass durch Einsatz von Spritzgussverfahren oder Heißprägeverfahren eine höhere Reproduzierbarkeit gewährleistet werden kann. Da die Grenztemperatur für die Wärmeformbeständigkeit dieser beiden Materialien bei ca. 74 °C für PMMA und 203 °C für PES liegt [47], wird in diesem Fall ein PMMA-Gehäuse für den Betrieb von Ventilen bei Raumtemperatur und PES für den Betrieb bei Temperaturen über 100 °C verwendet. Die Ventileigenschaften werden jeweils in den Kapitel 6 oder 7 beschrieben.

Die Prototypen der Gehäuse wurden in dieser Arbeit durch geeignete mechanische Fertigungsverfahren hergestellt. Die Ventilkammer wird mit einer CNC-Fräsmaschine herausgearbeitet, die dazugehörigen Zu- und Ableitungen werden gebohrt. Der Durchmesser der Zu- und Ableitung beträgt 0,2 mm und 0,3 mm. Für das Standard FGL Mikroventil beträgt der Durchmesser der Ventilkammer und des Ventilsitzes 2 mm und 0,4 mm mit einer Tiefe von je 0,15 mm. Eine kleine Ventilkammer hat ein geringeres Totvolumen zur Folge. Die gesamte Außendimension der Gehäuse wird vom verwendeten elektrischen Kontaktierungskonzept bestimmt. Wichtig für die Dichtheit des Ventils ist die planparallele Fläche des Ventilsitzes, die nach der mechanische Bearbeitung durch ein Schleifverfahren korrigiert werden kann.

4.3 Distanzscheibe

Um die maximale Dehnung und Spannung bei geschlossenem Zustand des Ventils im FGL-Aktor einzustellen, wird eine Distanzscheibe zwischen dem FGL-Aktor und der Membran benötigt. Durch Verändern von Dicke und Durchmesser der Distanzscheibe können

maximaler Hub, Durchfluß und maximal kontrollierbarer Druck des Ventils eingestellt werden. In dieser Arbeit wird eine Distanzscheibe aus Silikon mit Durchmesser und Dicke von ca. 600 µm beziehungsweise ca. 90 µm benutzt. Sie wird aus einem 90 µm dicken Silikonfilm gestanzt. Der Nachteil der Anwendung einer Silikondistanzscheibe liegt darin, dass sich die Dicke der Distanzscheibe unter der Druckkraft verändert, da das Material relativ weich ist, besonders bei hohen Temperaturen. Der Vorteil ist, dass es eine gute Abdichtung im geschlossenen Zustand des Ventils ermöglicht.

4.4 Membran

Um den Volumenstrom vom thermisch angetriebenen FGL-Aktor zu trennen, wird eine Membran auf die Oberfläche des Gehäuses geklebt. Im Folgenden werden Herstellungsverfahren von zwei unterschiedlichen Membranen vorgestellt, deren Einsatz in Mikroventile in späteren Kapiteln beschrieben werden. Eine Membran besteht aus Polyimid, der anderen Membran handelt es sich um eine abgeformte Membran aus PSU (**P**olysulfone).

4.4.1 Polyimid - Membran

Bislang wurde eine **P**olyimid (PI)-Membran für den Ventilbau am IMT benutzt. Zur Herstellung wird zunächst der Polyimidlack (Probimide 7510) auf einen mit 60 nm Goldschicht bedeckten Siliziumwafer durch Spin-Coating aufgeschleudert. Durch Variieren der Drehgeschwindigkeit kann die Dicke der Membran eingestellt werden. Danach wird die Lackschicht belichtet und bei 400 °C ausgehärtet. Die Gold-Schicht dient als Opferschicht zum Entfernen der Membran vom Wafer, da die Haftkraft zwischen Gold und Siliziumoxid relativ gering ist. Um ein Quellen der Membran im Fluid zu vermeiden, wird eine 100 nm dicke Gold-Schicht auf die Membran aufgedampft. Durch Photolithographie und nasschemisches Ätzen wird die Au-Schicht mit einer bestimmten Geometrie strukturiert, die an die Ventilkammer angepasst ist. Eine PI-Membran mit der Goldschicht-Struktur auf dem Siliziumwafer wird in Abbildung 4.11 gezeigt.

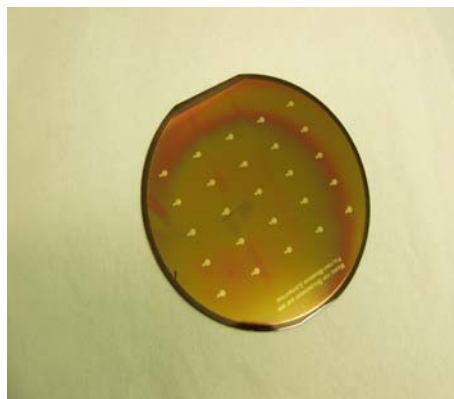


Abbildung 4.11: PI-Membran mit Au-Struktur auf dem Silizium-Wafer.

4.4.2 PSU - abgeformte Membran

Obwohl mit dem Spin-Coating und der Photolithographie die PI-Membran mit großer Genauigkeit hergestellt werden kann, ist es in diesem Fall nicht möglich, eine gestufte Membran mit Stufenhöhe in Bereich 50-200 μm herzustellen, weil die Stufenhöhe erheblich größer als die übrige Dicke des Materials (10 μm) ist. Daher wird die Herstellung einer neuen Membran aus PSU auf der Basis des Heißprägeverfahren untersucht. Mit diesem Verfahren können in einem Herstellungsprozess verschiedene Strukturen, z.B. die Distanzscheibe oder eine Stufe direkt in der Membran integriert werden. Dadurch werden Herstellungs- und Aufbauprozess des Ventils wesentlich vereinfacht.

Zur Fertigung der Membran wird ein Formeinsatz benötigt, der durch Fräsen aus Messing hergestellt wird. Als Halbzeug der Membran wird eine 250 μm dicke PSU-Folie verwendet. Dieser Kunststoff zeichnet sich neben seiner hoher Hitzebeständigkeit durch seine chemische Inertheit und seine gute Verträglichkeit beim Verbinden mit dem Gehäuse aus. Um eine Membrandicke von 10 μm zu erhalten, wird die PSU-Folie bei 225 $^{\circ}\text{C}$ mit einer Druckkraft von 5000 N gepresst. Der Herstellungsprozess ist in Abbildung 4.12 schematisch dargestellt.

In Abbildung 4.13 ist ein REM-Bild zu sehen, das einen Detailausschnitt der hergestellten Membran zeigt. In diesem Fall werden mehre Stufe von 120 und 190 μm realisiert. Die Membrandicke soll 10 μm betragen. Der Durchmesser der zentralen Struktur mit der Höhe 190 μm beträgt ungefähr 600 μm . Es ist auch deutlich zu sehen, dass in der Mitte und am Rand der Membran die Dicke nicht gleichmäßig ist. Diese Abweichung ist auf die drastische Dickenveränderung zurückzuführen. Ein weiteres Problem sind Spannungsverzüge in der abgeformten Membran, die nach dem Abformen zu einem Verwölben der Membran führen. Durch eintägiges Tempern bei 100 $^{\circ}\text{C}$ in lastfreiem Zustand lassen sich diese Spannungsverzüge beseitigen. Auf diese Weise kann man auch andere Materialien, z.B. PMMA, verwendet. Dazu müssen lediglich die entsprechenden Herstellungsparameter verändert werden.

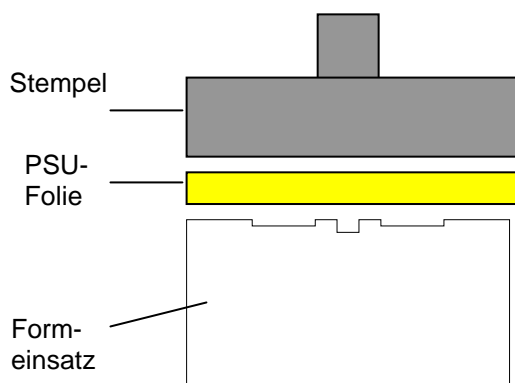


Abbildung 4.12: Schematische Darstellung der Abformherstellung.

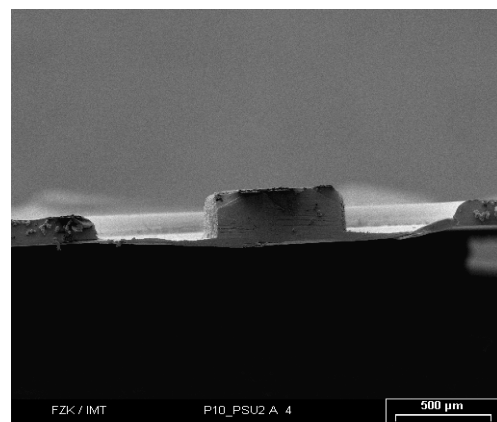


Abbildung 4.13: Detaildarstellung einer abgeformten PSU-Membran.

4.5 Abkühlring

Um den FGL-Aktor abzukühlen und ein besseres dynamisches Betriebsverhalten des Ventils zu erreichen, wird ein Metall-Abkühlring beim Ventilaufbau eingesetzt. Dafür eignet sich besonders Kupfer wegen seiner guten thermischen Eigenschaften. Außerdem hat der Ring die Funktion, dass er den Aktor nach dem Strukturieren fixiert und die Deformierung des Aktors vor der Endmontage verhindert. Der Metallring wird mit einem mechanischen Verfahren hergestellt. Der Außen- und Innendurchmesser ist an die Dimension des Aktors angepasst und beträgt 2,1 und 3,6 mm. Die Dicke ist 1 mm.

4.6 Mechanische Aufbau- und Verbindungstechnik

Zur mechanischen Verbindung werden in dieser Arbeit verschiedene Klebverfahren benutzt. Diese werden nachfolgend, gegliedert nach Verfahren zum Auftragen von Klebstoffen, vorgestellt [48].

Kapillarkleben

Um eine dünne gleichmäßige Klebeschicht ohne Luftblasen zwischen den beiden Fügteilen zu realisieren, wird ein Kapillarklebeverfahren verwendet. Dabei wird der Klebstoff mittels Kapillarkraft durch die Verbindungsfläche gezogen. Die Verfügungsmöglichkeit der Verfahrens ist durch die Klebstoffviskosität begrenzt. Die Dicke der Klebeschicht ist von der Rauigkeit der Fügefläche und der Fixierkraft abhängig. Der Nachteil ist die geringere Ausbreitungsgeschwindigkeit besonders bei großen Verbindungsflächen und die lange Aushärtezeit.

Tropfen

Für kleine Fügefläche oder bei nicht hoher Qualität der Verbindung wird der Klebstoff einfach in Tropfen aufgetragen. Anschließend werden die Fügeteile einfach zusammengedrückt.

Stempeln

Stempelverfahren besitzt eine relativ hohe Ausbreitungsgeschwindigkeit, und ist besonders für große Verbindungsflächen geeignet [49]. Dabei wird zuerst eine dünne Klebeschicht durch Spin-Coating oder Rakeln auf ein Substrat aufgebracht. Danach wird die Klebeschicht durch Stempeln auf die Oberfläche der Fügeteile übertragen. Der Nachteil ist, dass die Klebequalität wegen Luftblasen schwer zu kontrollieren ist. Dieses Verfahren wird in Kapitel 8 für den Aufbau der modularen Ventil-Sensor-Systeme verwendet.

Mechanischer Aufbau des FGL-Mikroventils

Vor dem Zusammenbau müssen die bei der mikromechanischen Bearbeitung entstandenen Späne und Fettrückstände von allen Mikrobauteilen mit Isopropanol entfernt werden. Für die

Montage des FGL-Ventils wird das Ventilgehäuse mit der Membran durch Kapillarkleber verbunden. Die Silikon-Distanzscheibe wird durch einen kleinen Tropfen Klebstoff über den Ventilsitz auf die PI-Membran geklebt. Der Cu-Kühlring wird durch kleine Klebetropfen mit dem FGL-Mikroaktor verbunden. Danach wird der mit dem Cu-Kühlring verbundene FGL-Mikroaktor auf das Gehäuse durch Kapillarkleben aufgebracht.

Das Kapillarklebeverfahren ist nur für die Montage des einzelnen Fügebauteils bei der kleinen Fügefläche des Ventilgehäuses in der Prototypenfertigung geeignet. Für einen serientauglichen Fertigungsprozess müssen andere Verbindungsverfahren z.B. Kammerkleben [50], thermisches Schweißen [51] oder Ultraschweißen [52] verfügbar gemacht werden.

4.7 Elektrische Kontaktierungsverfahren

In diesem Abschnitt werden die im folgenden Kapitel verwendeten elektrischen Kontaktierungsverfahren beschrieben. Um das ideale elektrische Kontaktierungsverfahren für FGL-Mikroaktor auszuwählen, wurden zunächst verschiedene Verfahren charakterisiert. Nachfolgend wird ein neues elektrisches Kontaktierungsverfahren für dünne Leiterbahnen auf einem Kunststoffsubstrat erläutert, das in Kapitel 8 für ein Ventil-Sensor-System verwendet wird.

4.7.1 Elektrische Kontaktierungsverfahren für den FGL- Mikroaktor

Die Eigenschaften der FGL-Mikroventile hängen maßgeblich vom elektrischen Kontaktierungsverfahren ab. Eine wichtige Kenngröße ist der elektrische Übergangswiderstand. Wenn der Übergangswiderstand so groß ist, dass er im Vergleich zum Widerstand des FGL-Aktors nicht vernachlässigbar ist, wird er zu einer großen Verlustleistung führen. Die Verlustleistung bewirkt wiederum einen Temperaturanstieg. Damit werden nicht nur die statischen, sondern auch die dynamischen Eigenschaften des Ventils beeinflusst. Eine andere wichtige Kenngröße ist die Temperaturstabilität des Übergangswiderstands. Sie beschränkt den Einsatzbereich des Aktors.

Um die Verlustleistung zu verringern und den Anwendungstemperaturbereich des Aktors zu erweitern, wird ein elektrisches Kontaktierungsverfahren mit geringem Übergangswiderstand und hoher Temperaturstabilität benötigt. Es wurden elektrische Kontaktierungsverfahren wie z.B. Drahtbonden, anisotropisches Kleben, Löten und Laserschweißen charakterisiert, um ein für FGL-Mikroventile geeignetes Verfahren zu finden.

4.7.1.1 Charakterisierung der verschiedenen elektrischen Kontaktierungsverfahren

Für diese Untersuchung wurden vier verschiedene Proben mit Bonden, Löten, anisotropisches Kleben und Laserschweißen vorbereitet und getestet. Zum Messen des Übergangswiderstands wurde das 4-Punkt-Messverfahren verwendet. Die Anzeigegenauigkeiten der verwendeten Strommeter (Fluke 45) und Voltmeter (HP 34401) betragen 0,001 A und 0,001 V. Zum Testen wurde allen Proben ein konstanter Strom von 200 mA zugeführt. Um die Temperaturstabilität der Proben zu bestimmen, wurden die Untersuchungen bei verschiedenen Temperaturen in einem Thermostat durchgeführt.

- Probe 1 (Drahtbonden): Zwischen zwei auf einem Substrat fixierten Cu-Leiterbahnen (Dicke: 300 μm , Breite: 2 mm) wurde ein 25 μm dünner Al – Draht mit ca. 1 cm Länge gebondet. Dafür wurde die Drahtbondmaschine der Firma ‚West Bond‘ benutzt. Der schematische Aufbau der Untersuchung ist in Abbildung 4.14 gezeigt.

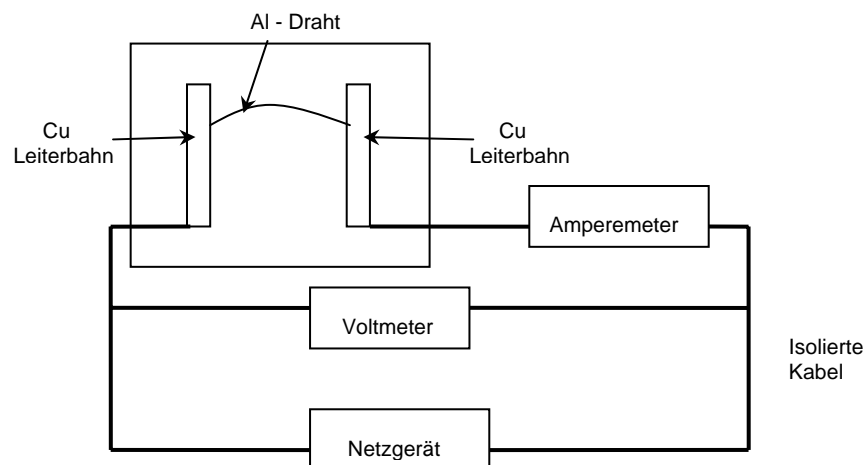


Abbildung 4.14: Schematische Darstellung des Versuchsaufbaus für das Drahtbonden.

- Probe 2 (anisotropes Kleben): Die gleichen Cu-Leiterbahnen wurden mit einem 2 mm breiten und 300 μm dicken Cu-Streife und einem 25 μm dünnen anisotropen Klebeband (Z –Axis conductive adhesive 5303R, von Firma 3M) verbunden. Die Fläche jeder Klebstelle beträgt ca. 4 mm^2 . Zum Kleben wurde die Anlage – Phasemaster IV der Firma Unitek Equipment verwendet. Der schematische Aufbau der Untersuchung ist in Abbildung 4.15 gezeigt.

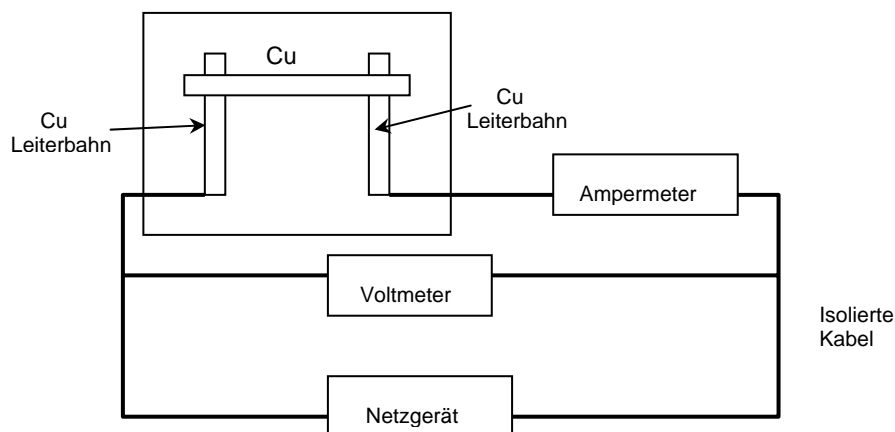


Abbildung 4.15: Schematische Darstellung des Versuchsaufbaus für anisotropes Kleben.

- Probe 3 (Löten): Zwischen zwei Cu-Leiterbahnen wurde ein 2 mm breiter und 300 µm dicker Cu-Streifen durch Löten verbunden. Dafür wurde ein Lot (CN102) mit einer Temperaturbeständigkeit von 240°C verwendet. Die Fläche jedes Löt punkts beträgt ca. 4 mm². Abbildung 4.16 zeigt eine Skizze des Versuchsaufbaus.

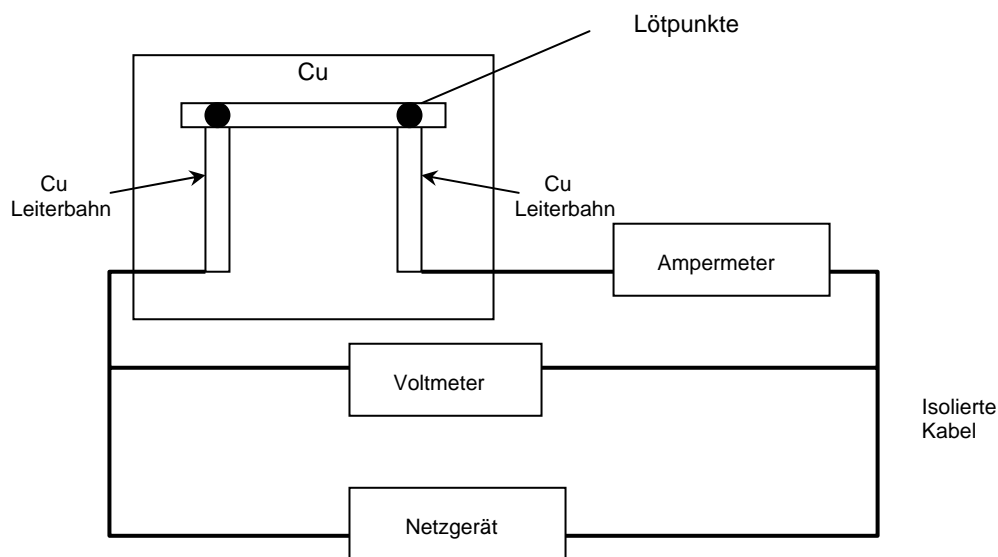


Abbildung 4.16: Schematische Darstellung des Versuchsaufbaus für Löten.

- Probe 4 (Laserschweißen): Ein 200 µm dicke und 2 mm breite Ni-Folie wurde mit zwei Stahl-Kontaktstiften mit einem Durchmesser von 2 mm durch Laserschweißen verbunden (siehe Abbildung 4.17). Dafür wurde ein 150 Watt Neodym-YAG-Laser der Firma Haas benutzt. Bei dem Schweißen wurde mit Argon gespült, um die Bildung einer Oxidschicht zu verhindern. Die eingestellte Pulsenergie betrug 16 W/s, die Pulsdauer 10 ms. Die Kontaktfläche des Schweißpunkts beträgt ca. 0,3 mm².

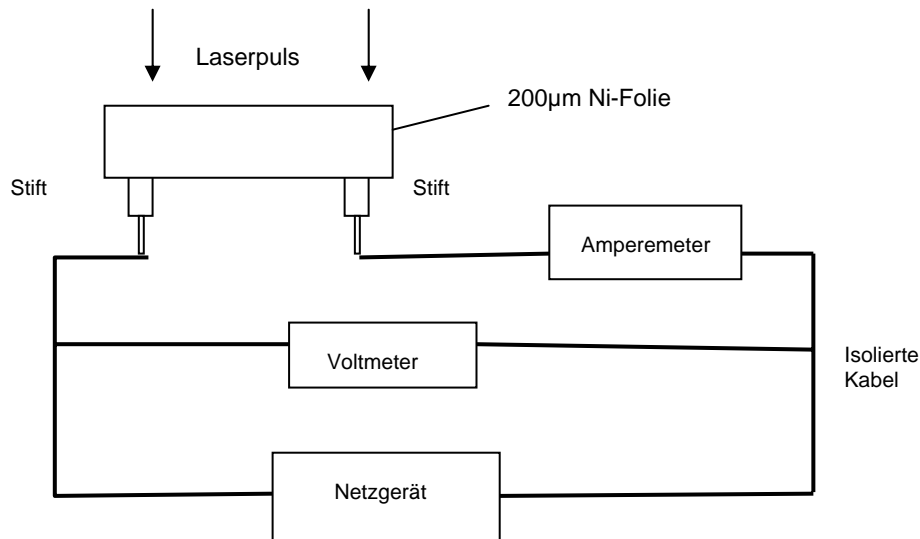


Abbildung 4.17: Schematische Darstellung des Versuchsaufbaus für Laserschweißen.

Übergangswiderstände bei Raumtemperatur

Die gesamten Übergangswiderstände der Proben bei Raumtemperatur sind in Abbildung 4.18 zusammengestellt. Daraus lässt sich ersehen, dass Lötten und Laserschweißen einen sehr kleinen Übergangswiderstand von unter 0,01 Ohm haben. Der Übergangswiderstand des anisotropen Klebens ist abhängig von der Klebefläche. In diesem Fall beträgt der Übergangswiderstand ca. 0,022 Ohm. Wegen des kleinen Querschnitts des Bonddrahts zeigt die Probe mit dem Drahtbondverfahren einen relativ großen Übergangswiderstand von ca. 0,226 Ohm.

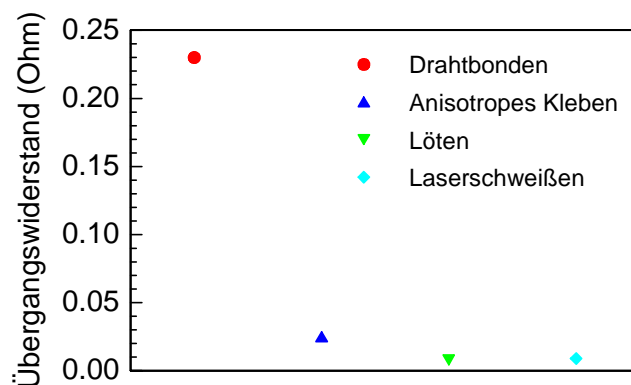


Abbildung 4.18: Vergleich des elektrischen Übergangswiderstands.

Temperaturstabilität der Übergangswiderstände

Zum Vergleich der Temperaturstabilität der Übergangswiderstände sind die Widerstands-Temperatur-Kennlinien der verschiedenen Kontaktierungsverfahren zusammen in Abbildung

4.19 dargestellt. Die Kennlinie zeigt, dass der Übergangswiderstand des Laserschweißen und des Lötens bei verschiedenen Temperatur sehr stabil bleibt, der des Drahtbondens und anisotropen Klebens steigt mit zunehmender Temperatur erheblich.

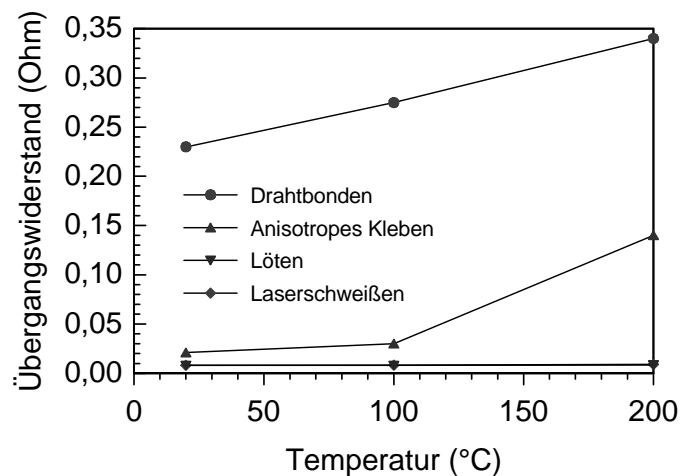


Abbildung 4.19: Vergleich der Temperaturstabilität.

4.7.1.2 Auswahl des elektrischen Kontaktierungsverfahrens für FGL-Mikroaktor

In Vergleich zu anderen elektrischen Kontaktierungsverfahren besitzen nur Laserschweißen und Lötens kleine Übergangswiderstände und eine gute Temperaturstabilität. Wegen der Oxidschicht der FGL-Schicht ist das Lötens schwer einsetzbar. Deswegen wird Laserschweißen als optimales Kontaktierungsverfahren für die Kontaktierung des FGL-Mikroaktors im Ventil eingesetzt.

4.7.1.3 Die elektrische Kontaktierung im FGL-Mikroventil

Abbildung 4.20 zeigt eine Skizze der Anwendung des Laserschweißens im Ventilaufbau. Um die Kontaktfläche des FGL-Aktors mit dem Kontaktstift mit 2 mm Durchmesser aus Edelstahl zusammenzuschweißen, wird eine 200 µm dicke Ni-Kontaktplatte als Hilfsmittel benutzt, damit die Schweißenergie besser auf die Kontaktfläche fokussiert wird. Gleichzeitig dient die Ni-Kontaktplatte auch als Hilfsmittel um einen festen und ebenen Kontakt zwischen der FGL-Folie und dem Kontaktstift zu gewährleisten. Durch einen gezielten Laserimpuls werden die Kontaktplatte, der Aktor und die Oberfläche des Kontaktstifts punktuell verschweißt. Bei dem verwendeten Laser handelt es sich um einen 150 Watt Neodym-YAG-Laser der Firma Haas. Zur Kontaktierung des 20 µm dicken NiTi-Aktors und des 10 µm dicken NiTiPd-Aktors sind die Schweißparameter abhängig von der Dicke der Kontaktplatte. Für die Kontaktplatte aus 100 oder 200 µm dicker Ni-Folie sind es 11,5 W bzw. 16 W mit einem Laserpuls von 10 ms. Nach dem Schweißen werden die elektrische Kontaktplatte und der Kontaktstift mit Kapillarkleber

auf das Gehäuse festgeklebt. Die mit dem Aktor verschweißten Kontaktstifte werden danach als elektrische Anschlüsse nach Außen verwendet.

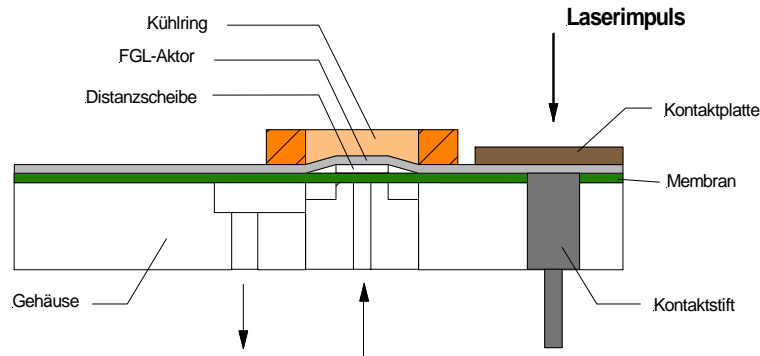


Abbildung 4.20: Elektrische Kontaktierung des FGL-Mikroventils durch Laserstrahlschweißen.

4.7.2 Elektrische Kontaktierungsverfahren für eine dünne Leiterbahn auf dem Kunststoffsubstrat

Am IMT wurden viele verschiedene Mikroprodukte auf Basis von Kunststoffsubstraten entwickelt, z.B. eine Mikropumpe [53] und ein Durchflusssensor [35]. Der große Vorteil liegt in der Möglichkeit der Massenproduktion und dem Einsatz des kostengünstigen AMANDA-Verfahrens [7]. Bei diesen Produkten dient eine auf das Kunststoffsubstrat aufgedampfte dünne Metallschicht, z.B. Au oder Cr von 50 bis 100 nm als elektrischer Anschluss zur Peripherie. In diesem Fall sollen eingesetzte elektrische Kontaktierungsverfahren folgende Vorteile besitzen: leicht produzierbar, niedriger Übergangswiderstand, hohe Zuverlässigkeit, keine Beschädigung der anderen Kunststoffbauteile. Im folgenden werden zunächst die Eigenschaften der bislang verwendeten anisotropen Klebeverfahren und anderer Standardverfahren für die Anwendung diskutiert. Danach wird ein neues Kontaktierungskonzept vorgestellt.

4.7.2.1 Motivation

Nachfolgend werden die Anwendungsmöglichkeiten der verschiedenen Kontaktierungsverfahren der weiter oben erwähnten Produkte diskutiert.

- Anisotropes Kleben

Bislang wurden Mikrokomponenten durch das anisotrope Kleben mit einem Kabel verbunden. Dafür wurde das 25 µm oder 50 µm dicke anisotrope Klebeband (Z –Axis conductive adhesive 5303R, von 3M) verwendet. Zum Verbinden wurde die Anlage – Phasemaster IV der Firma Unitek Equipment benutzt. Mit einem Heizstempel wurden die Fügepaare unter einer

Druckkraft von 2 bar bei 270 °C für ca. 10 s beheizt und zusammengedrückt. Die Druckfläche beträgt dabei ca. 3,5 mm².

Wegen der hohen Temperatur und der großen Druckkraft wurde das Kunststoffsubstrat aus PMMA oder PSU nach der Durchführung teilweise beschädigt. In Abbildung 4.21 ist eine Klebefläche des Durchflusssensors zwischen dem Kabel und der Leiterbahn zu sehen, die normalerweise verbundenen Kabel sind absichtlich abgezogen. Man kann erkennen, dass die Oberfläche des Gehäuses aus PSU teilweise beschädigt wurde. Gleichzeitig zeigen Messergebnisse, dass der Übergangswiderstand bei diesem Verfahren variiert. Es kommt zu Abweichungen zwischen 0,5 und 10 Ohm, die abhängig von der Durchführungstemperatur und der Druckkraft sind. Daher ist dieses Verfahren für hoch integrierte Mikrosysteme nicht geeignet. Nach dem Verbinden lassen sich die Anschlüsse nicht wieder trennen.



Abbildung 4.21: Beschädigung der Kunststoffbauteile durch anisotropes Kleben.

- Drahtbonden.

Drahtbonden kann hier nicht verwendet werden, da das unter der Metallschicht befindliche Polymer-Kunststoffsubstrat der Druckkraft der Bondspitze nicht standhalten kann.

- Laserschweißen.

Wegen dem eingesetzten Kunststoffsubstrat kann das Laserschweißen hier nicht eingesetzt werden.

- Elektrisch leitfähiger Klebstoff.

Bei der Anwendung mit dem elektrisch leitfähigen Klebstoff ist der Übergangswiderstand relativ hoch. Aus diesem Grund ist dieses Verfahren für die Anwendung mit einem hohen Bedarf an Genauigkeit nicht geeignet. Gleichzeitig ist die Aushärtetemperatur von mindestens 150 °C für den Kunststoff PMMA bzw. PSU kritisch. Auch bei diesem Verfahren kann die Kontaktstelle nicht wieder aufgetrennt werden.

- Löten.

Der Übergangswiderstand beim Löten ist immer klein und stabil. Der Nachteil ist, dass die Lötunkte sehr einfach abreißen, da die Haftkraft zwischen der dünnen Metallschicht und dem Polymer-Substrat nicht stark genug ist.

In Tabelle 4.1 sind die Vorteile und Nachteile der verschiedenen elektrischen Kontaktierungsverfahren zusammengestellt.

Tabelle 4.1: Vergleich der verschiedenen elektrischen Kontaktierungsverfahren.

	Anwendbar	Übergangswiderstand	Leichte Durchführbarkeit	Zuverlässigkeit	Robust (wieder trennbar)
Anisotropes Klebeband	Ja	Groß (>0,5 Ohm)	Schlecht	Gut	Schlecht
Drahtbonden	Nein	-	-	-	-
Laserschweißen	Nein	-	-	-	-
El. leitfähige Klebstoff	Ja	Groß (>0,5 Ohm)	Gut	Gut	Schlecht
Löten	Ja	Klein (<0,1 Ohm)	Gut	Schlecht	Gut

Der Vergleich zeigt, dass es ein optimales Verfahren für die elektrische Kontaktierung der Metallschicht auf dem Kunststoffsubstrat nicht gibt.

4.7.2.2 Aktuelles Kontaktierungskonzept

Zum Optimieren des elektrischen Kontaktierungsverfahrens für die auf Polymeren basierenden Mikroprodukte wird hier ein neues Kontaktierungskonzept beschrieben, das in Kapitel 8 im Ventil-Sensor-System für die Kontaktierung des Durchflusssensors verwendet wird. Die Prozessabfolge ist in der Abbildung 4.22 schematisch dargestellt.

1) Sputtern einer lötfreundlichen Metallschicht z.B. Au auf die Leiterbahn.

Da manche Leiterbahnen aus einem Material wie z.B. Pt oder Cr bestehen, das schwer zu löten ist, wird zuerst eine dünne, ca. 100 nm dicke, lötfreundliche Metallschicht z.B. Au oder Cu mit Hilfe einer Maske auf das Kontaktgebiet gesputtert.

2) Positionieren und Verkleben eines Cu-Rings.

Ein lötfreundlicher Cu-Ring wird auf dem Kontaktgebiet positioniert und durch Kapillarklebstoff (zwei Komponenten Epoxid 353 ND) auf der Polymer-Membran festgeklebt. Der Außen- und Innendurchmesser des Cu-Rings ist den Dimensionen der Leiterbahn

angepasst. In diesem Fall betragen sie 2 mm beziehungsweise 1 mm. Der Klebstoff wird bei 60 °C ausgehärtet. Nach dem Aushärten beträgt der max. Anwendungstemperaturbereich des Klebstoffs ca. 300 °C.

3) Zusammenlöten von Leiterbahn, Cu-Ring und Kabel.

Anschließend werden der Cu-Ring und die Metallschicht mit einem Lötzinn mit einer Schmelztemperatur von ca. 100 °C zusammengelötet. Abschließend wird das Kabel mit dem Cu-Ring verlötet.

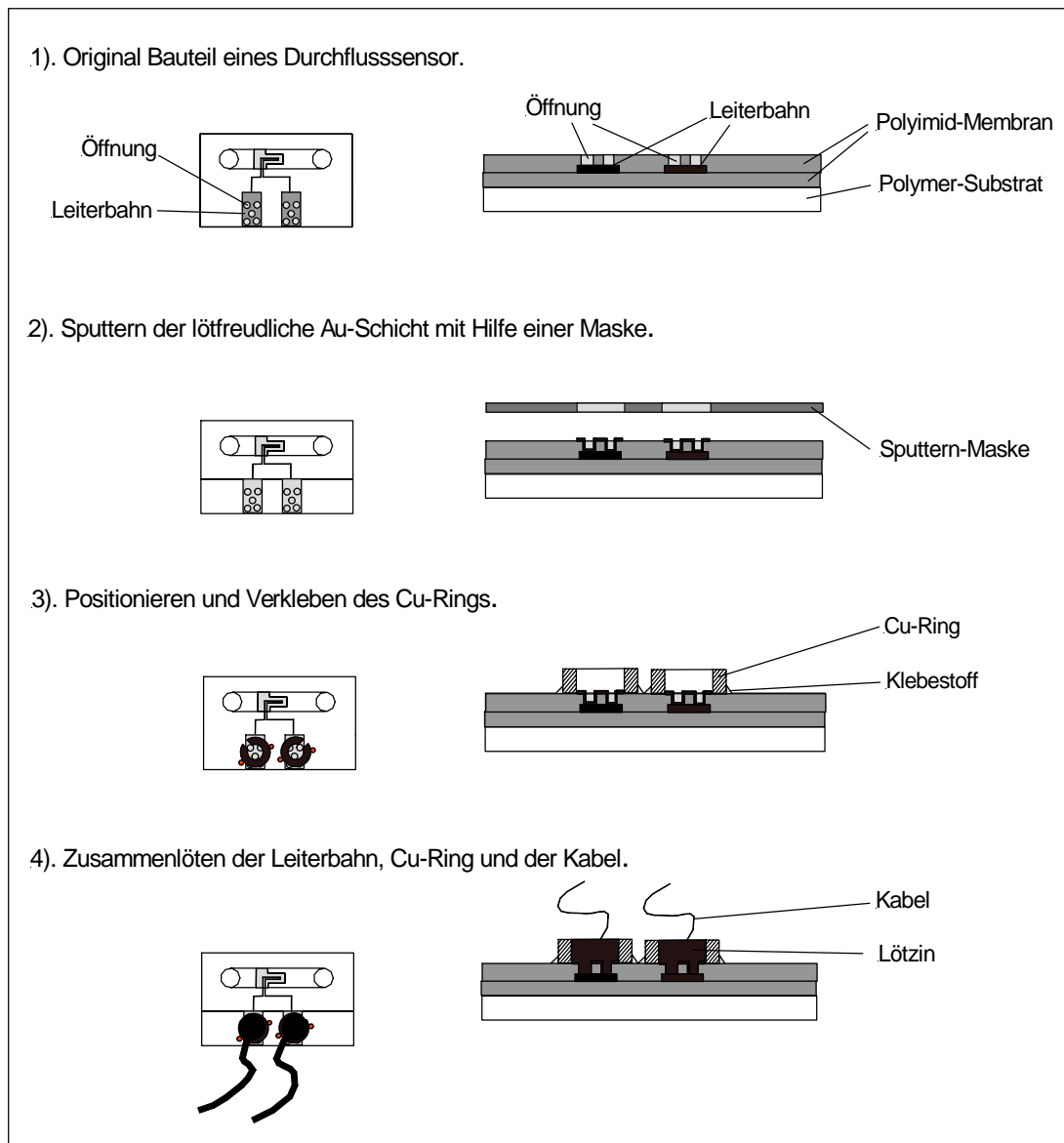


Abbildung 4.22: Kontaktierungskonzept des neuen Verfahrens am Beispiel eines AMANDA-Durchflusssensors.

Auf dem Cu-Ring bleibt ein Luftspalt am Rand, wie in Abbildung 4.23 zu sehen ist. In diesem Fall ist dieser Spalt sehr wichtig, weil durch ihn die Luft im Ring beim Löten austreten kann. Natürlich kann der Ring auch durch andere lötfreundliche Materialien oder andere Strukturen ersetzt werden.

Ein Photo eines fertig kontaktierten Durchflusssensors zeigt Abbildung 4.24. Der Übergangswiderstand liegt unter 0,1 Ohm. Die Festigkeit der Kontaktierungspunkte wird durch den verklebten Cu-Ring gesichert. Das Kabel kann nach Bedarf jeder Zeit an den Cu-Ring an- oder abgelötet werden, ohne die Kunststoffbauteile zu beschädigen.

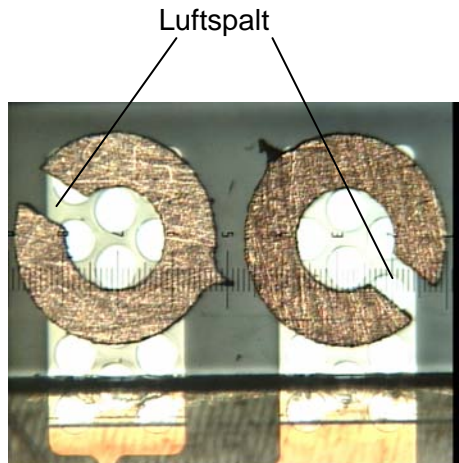


Abbildung 4.23: Design des Cu-Rings.

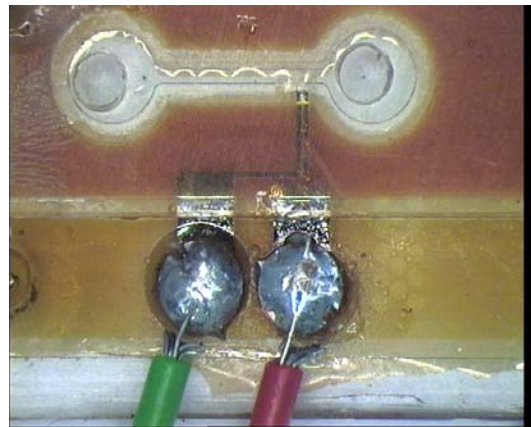


Abbildung 4.24: Kontaktierte Mikrokomponente mit Kabel.

4.7.2.3 Zusammenfassung

- Elektrische Kontaktierungsverfahren für den FGL-Mikroantrieb.

Bei der Anwendung des FGL-Mikroantriebs spielt das elektrische Kontaktierungsverfahren eine große Rolle für die Eigenschaften, da er elektrisch thermisch angetrieben wird. Nach dem Vergleich der verschiedenen elektrischen Kontaktierungsverfahren ist Laserschweißen für Verbindung des FGL-Antriebs ausgewählt worden, da es einen kleinen Übergangswiderstand und gute Temperaturstabilität aufweist. Die Fügeiteile werden beim Schweißen nur punktuell aufgeheizt. Der kleine Übergangswiderstand verringert die Verlustleistung beim Betrieb und die gute Temperaturstabilität vergrößert den Anwendungstemperaturbereich.

- Elektrisches Kontaktierungsverfahren für polymerbasierte Mikrokomponenten.

Ein neuartiges elektrisches Kontaktierungskonzept für die auf Kunststoff basierenden Mikrokomponenten ist hier entwickelt worden. In diesem Konzept wurden die Vorteile des Klebverfahrens und des Lötens kombiniert. Die Festigkeit der Kontaktierungspunkte wird durch das Kleben garantiert. Durch Löten ergibt sich ein kleiner Übergangswiderstand und ein

robustes Design. Im Vergleich zu anderen Kontaktierungsverfahren, z.B. dem anisotropen Kleben, dem Drahtbonden, dem Laserschweißen oder dem elektrischen Kleben und Löten, bietet dieses Verfahren die folgenden Vorteile:

- 1) Es werden bei der Kontaktierung keine Kunststoffbauteile beschädigt.
- 2) Hohe Festigkeit.
- 3) Kleiner Übergangswiderstand ($<0,1 \text{ Ohm}$).
- 4) Robustes Design und Trennbarkeit der Kontaktstelle.

5 Materialien und Aktorelemente

In Abschnitt 5.1 werden zunächst die in dieser Arbeit verwendeten FG-Legierungen NiTi und NiTiPd vorgestellt. Die verschiedenen Experimente zur Ermittlung der wichtigsten thermischen und mechanischen Kenngrößen der Ausgangsmaterialien werden in Abschnitt 5.2 dargestellt. Zur Charakterisierung der Materialien wird eine Doppelbiegebalkenstruktur verwendet, für deren Herstellung die in Abschnitt 4.1 vorgestellten Mikrostrukturierungsverfahren zur Verfügung stehen. Abschließend wird in Abschnitt 5.3 das Aktordesign vorgestellt, und mechanische sowie thermische Untersuchungen an dem mikrostrukturierten Aktorelementen aufgeführt.

5.1 Materialien

In dieser Arbeit werden zwei verschiedene FG-Legierungen kaltgewalzte NiTi-Folien und gesputterte NiTiPd-Dünnschichten verwendet. Die kaltgewalzte NiTi-Folie stammt von der Fa. Tokin (Japan). Der NiTiPd-Film wurde mittels DC-Magnetronspütern an der Universität Tsukuba (Japan) hergestellt. In Tabelle 5.1 sind die zwei Ausgangsmaterialien und ihre wichtigsten Kenngrößen zusammengefasst.

Tabelle 5.1: Ausgangsmaterialien

Material-Bezeichnung	Ni-Gehalt [At. %]	Ti-Gehalt [At. %]	Pd-Gehalt [At. %]	Dicke [μm]	Herstellung
NiTi	49	51	-	20	Walzen
NiTiPd	25,5	51,0	23,5	8	Sputtern

In Tabelle 5.2 sind die Konditionierungsparameter der beiden Materialien anhand der Vorgaben der Hersteller zusammengefasst.

Tabelle 5.2: Konditionierungsparameter

Material-Bezeichnung	Temperatur [$^{\circ}\text{C}$]	Zeit [min]
NiTi	500	15
NiTiPd	500	60

5.2 Charakterisierung der Materialien

In diesem Abschnitt werden zunächst die Phasenumwandlungstemperaturen der Materialien mittels Dynamische-Differenzen-Kalorimetrie (DSC-Messung) und Widerstandsmessung an einer Biegebalken-Teststruktur bei homogener Erwärmung bestimmt. Nachfolgend werden lastabhängige Auslenkungskennlinien vorgestellt, die bei homogener Erwärmung mit einer Biegebalken - Teststruktur ermittelt wurden. Mit Hilfe dieser Messwerte werden die E-Module der Materialien in Abhängigkeit von der Temperatur bestimmt.

5.2.1 Phasenumwandlungstemperatur

Die wichtigsten Kenngrößen von FGL sind die Phasenumwandlungstemperaturen, denn sie bestimmen ihren Einsatzbereich. Ein geeignetes Verfahren um die Phasenumwandlungstemperaturen zu bestimmen ist die DSC-Messung. Eine andere Möglichkeit zur Bestimmung der Umwandlungstemperatur ist die Aufnahme von Widerstandskennlinien des Materials in Abhängigkeit der Temperatur [22]. Hierzu wird der Widerstand eines Doppelbiegebalkens von 4 mm lang und 0,5 mm breit bei homogener Temperierung in einem Kryostaten durch das Vier-Punkte-Messverfahren gemessen, welches in Abschnitt 3.2 beschrieben wurde.

NiTi

Abbildung 5.1 zeigt DSC-Kennlinien einer kaltgewalzten Folie aus NiTi, wobei das Gewicht der Probe 5,4 mg betrug. Man erkennt beim Aufheizen von -25 °C anfangs eine einstufige Phasenumwandlung vom martensitischen zum austenitischen Zustand, welche bei einer Starttemperatur von $A_s = 40,1\text{ °C}$ beginnt und bei einer Endtemperatur von $A_f = 52\text{ °C}$ abgeschlossen ist. Beim Abkühlen kommt es zu einer zweistufigen Umwandlung, vom austenitischen über einen R-Phasen zum martensitischen Zustand. Die R-Phasenumwandlung beginnt bei einer Starttemperatur von $R_s = 37,9\text{ °C}$, und ist bei der Endtemperatur von $R_f = 31,2\text{ °C}$ abgeschlossen. Anschließend setzt die martensitische Umwandlung bei $M_s = 6,3\text{ °C}$ ein und endet bei $M_f = -15\text{ °C}$.

Abbildung 5.2 zeigt den Widerstand einer Teststruktur aus NiTi in Abhängigkeit der Temperatur. Im Gegensatz zur DSC-Analyse wird die Oxidschicht der Proben vor der Mikrostrukturierung wie beim realen Mikroaktor durch ein Ätzverfahren entfernt. In der Widerstandskennlinie ist beim Abkühlen eine zweistufige Phasenumwandlung zu erkennen, wobei die R-Phasenumwandlung mit dem Anstieg des Widerstandes bei $R_s = 42\text{ °C}$ beginnt, und bei $R_f = 33\text{ °C}$ endet. Der Start der martensitischen Umwandlung bei der Temperatur M_s ist durch das Widerstandsmaximum bei 8 °C gekennzeichnet. Bei einer Temperatur $M_f = -18\text{ °C}$ ist die Umwandlung abgeschlossen.

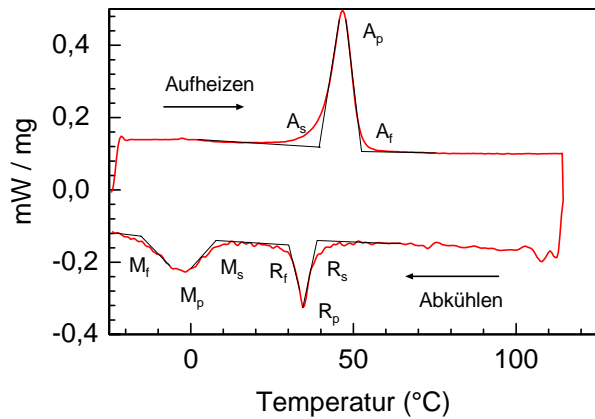


Abbildung 5.1: DSC-Kennlinie einer kaltgewalzten Folie aus NiTi.

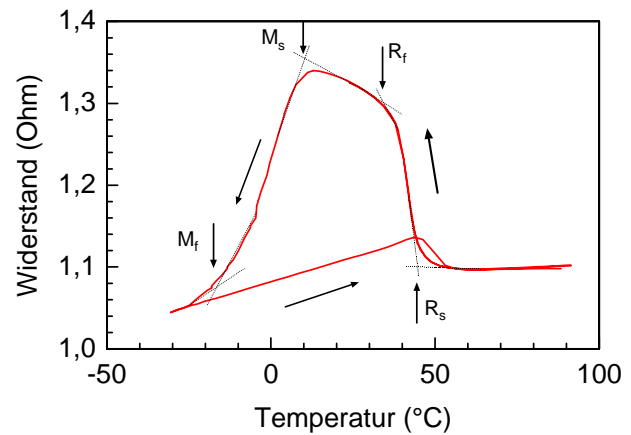


Abbildung 5.2: Widerstand-Temperatur-Kennlinie eines Doppelbiegebalkens aus NiTi-Folie.

Die gewonnenen Umwandlungstemperaturen des Materials bei diesen Untersuchungen sind in Tabelle 5.3 zusammengestellt. Es fällt auf, dass bei beiden Messmethoden unterschiedliche Ergebnisse auftreten. Im Gegensatz zu den Umwandlungstemperaturen der DSC-Messung sind die Umwandlungstemperaturen der Widerstandsmessung höher. Diese Abweichungen können durch mechanische Spannung, die bei der Montage der Testprobe erzeugt wurde, erklärt werden. Wegen dieser Spannung wird die Umwandlungstemperatur zu höheren Werten verschoben. Der Zusammenhang zwischen der Spannung σ und der Umwandlungstemperatur T lässt sich durch die Clausius-Clapeyronsche Gleichung 2.1 beschreiben.

Anhand der Untersuchungsergebnisse einer 100 μm kaltgewalzten NiTi-Folie beträgt die Spannungsrate im martensitischen und austenitischen Zustand ca. 4 - 6 MPa/°C, und im R-Phasenzustand ca. 20 MPa/°C [54]. Für die maximale Abweichung von 4 °C zwischen den Messmethoden für R_s bei NiTi wurde eine maximale Spannung von 80 MPa abgeschätzt. Außerdem liefert die Tangentenmethode, mit der die Temperaturen aus den Messkennlinien bestimmt werden, eine begrenzte Genauigkeit von ca. 3 K.

Tabelle 5.3: Umwandlungstemperaturen des NiTi.

Material-bezeichnung	Messmethode	Umwandlungstemperatur (°C)					
		A_s	A_f	M_s	M_f	R_s	R_f
NiTi	DSC-Messung	40,1	52	6,3	-15	37,9	31,2
	Widerstandsmessung	-	-	8	-18	42	33

NiTiPd

Die Widerstands-Temperatur-Kennlinie der Testprobe aus gesputtertem NiTiPd ist in Abbildung 5.3 dargestellt. In dieser ist beim Abkühlen eine einstufige Umwandlung erkennbar, wobei die martensitische Umwandlung mit dem Abfallen des Widerstandes bei $M_s = 156 \text{ °C}$ beginnt und bei $M_f = 112 \text{ °C}$ beendet ist. Die austenitische Umwandlung zeigt sich durch den Anstieg des Widerstands bei $A_s = 130 \text{ °C}$ und geht bis zur Endtemperatur $A_f = 171 \text{ °C}$. Die Hysterese ΔT der Temperatur zwischen den Aufheizen und Abkühlung beträgt ca. 20 °C . Die gewonnenen Umwandlungstemperaturen des Materials sind in Tabelle 5.4 zusammengestellt.

Abbildung 5.4 zeigt die Untersuchungsergebnisse einer Dehnungs-Temperatur-Messung mit verschiedener konstanter Belastung, die von dem Hersteller des Materials durchgeführt worden ist. Für diese Untersuchung wird eine Testprobe von 1 mm lang und 5 mm breit benutzt. Aus diesen Kennlinien kann man feststellen, dass sich die Umwandlungstemperaturen mit zunehmender Belastung zu höheren Temperaturen verschieben. Die Anstiegsrate beträgt ungefähr 8 MPa/K . Außerdem zeigen diese Kennlinien, dass die kritische Belastung des Materials für den Beginn der plastischen Deformation bei ungefähr 100 MPa liegt. Die maximale erlaubte Dehnung beträgt im martensitischen Zustand ca. $\varepsilon^M = 1,8 \%$ und im austenitischen Zustand ca. $\varepsilon^A = 0,3 \%$.

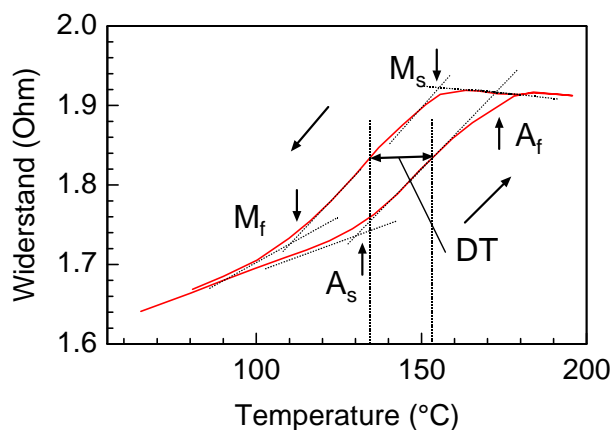


Abbildung 5.3: Widerstands-Temperatur-Kennlinie eines Doppelbiegebalkens aus einer gesputterten NiTiPd-Dünnschicht.

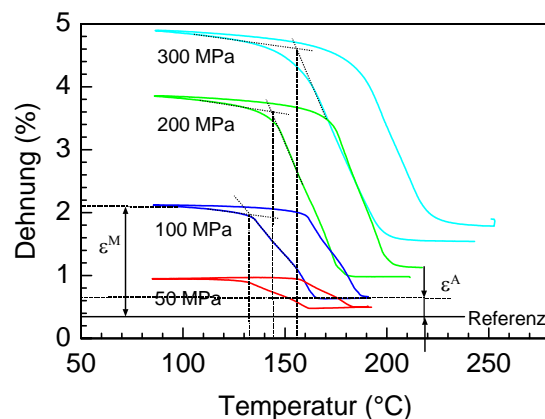


Abbildung 5.4: Dehnungs-Temperatur-Charakteristik der NiTiPd-Dünnschicht bei verschiedenen konstanten Belastungen.

Tabelle 5.4: Umwandlungstemperaturen des NiTiPd.

Material-bezeichnung	Messmethode	Umwandlungstemperatur (°C)			
		A_s	A_f	M_s	M_f
NiTiPd	Widerstandsmessung	130	171	156	112

5.2.2 Bestimmung des E-Moduls

Eine andere wichtige Kenngröße der FG-Materialien, die für die Ventileigenschaften relevant ist, ist der E-Modul. Zu dessen Bestimmung werden last- und temperaturabhängige Auslenkungsversuche an Doppelbiegebalken bei homogener Erwärmung mit externer Beheizung in einem Kryostaten (siehe Abschnitt 3.2) durchgeführt. Die für die Versuche verwendeten Doppelbiegebalken werden durch den in Abschnitt 4.1 vorgestellten Verfahren hergestellt, wobei bei der NiTi-Folie vorher die Oxidschicht entfernt werden muss, die sich beim Kaltwalzen ausbildet. Die genauen Abmessungen der strukturierten Doppelbiegebalken beider Materialien sind in Tabelle 5.5 zusammengestellt.

Tabelle 5.5: Abmessung der Doppelbiegebalken

	Breite (mm)	Länge (mm)	Dicke (μm)
NiTi	0.47	3,8	18.5
NiTiPd	0.49	3,96	8

Aus den Abmessungen der Doppelbiegebalken, der anliegenden Kraft und den gewonnenen Auslenkungswerten werden die mechanischen Eigenschaften des Materials durch die folgende Gleichung ermittelt [55]:

$$a = \frac{2 \cdot F \cdot l^3}{E \cdot b \cdot h^3} \quad (5.1)$$

Dabei bedeutet:

a : Auslenkung F : Anliegende Kraft E : E-Modul h : Höhe des Doppelbiegebalkens
 b : Breite eines Steges des Doppelbiegebalkens l : Länge des Doppelbiegebalkens

Wegen der pseudoplastischen Dehnung im martensitischen Zustand und im R-Phasenzustand, die durch Entzwilligen auftritt, ist der E-Modul von der Last abhängig. Für NiTi ist die maximale erlaubte Dehnung im R-Phasenzustand ca. 0,8 %. Bei größerer Dehnung beginnt eine plastische Deformation. Im austenitischen Zustand ist die Dehnungsgrenze ca. 0,45 % [56]. Wie im Abschnitt 5.2.1 gezeigt, beträgt die maximale Dehnung unter der Spannung von 100 MPa im martensitischen Zustand bei NiTiPd Dünnschichten ca. 1,8 %. Entsprechend ist die Dehnungsgrenze von 0,3 % im austenitischen Zustand erreichten.

Im austenitischen Zustand zeigen diese Materialien bis zur plastischen Dehnungsgrenze eine elastischen Verformung. Abbildung 5.5 zeigt eine Belastungs-Auslenkungs-Kennlinie der NiTi-Biegebalken im austenitischen Zustand. Damit ergibt sich der E-Modul in der Austenitphase nach der Gleichung 5.1 zu ca. $E^A = 57 \text{ GPa}$. In Abbildung 5.6 ist die Belastungs-

Auslenkungs-Kennlinie der NiTiPd-Biegebalken im austenischen Zustand dargestellt. Der E-Modul beträgt in diesem Fall ca. $E^A = 27 \text{ GPa}$.

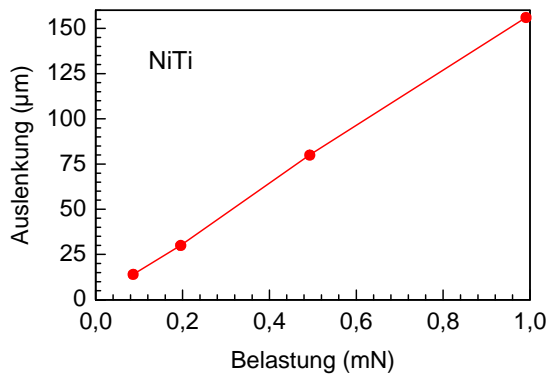


Abbildung 5.5: Belastungs–Auslenkungs Kennlinie einer kaltgewalzten NiTi-Folie der Dicke $18,5 \mu\text{m}$ bei einer Temperatur von 80°C .

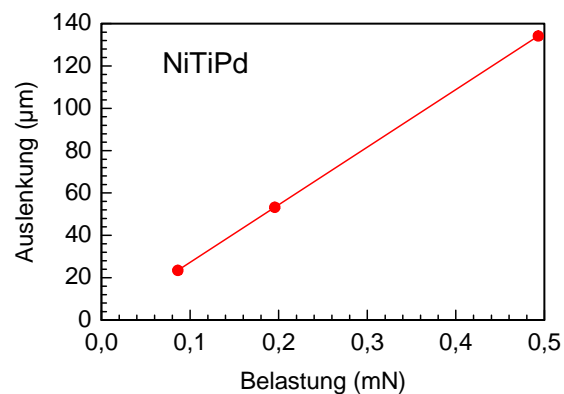


Abbildung 5.6: Belastungs-Auslenkungs Kennlinie einer gesputterten NiTiPd-Schicht der Dicke $8 \mu\text{m}$ bei einer Temperatur von 200°C .

5.3 Design und Charakterisierung der Aktorelemente

In diesen Abschnitt wird zunächst das verwendete Design der Mikroaktoren im Vergleich zu bisherigen Aktordesigns beschrieben. Anschließend werden das statische thermische und mechanische Verhalten der Aktoren untersucht.

5.3.1 Bisheriges Aktordesign

Am IMT wurden zunächst Mikroaktoren aus einer $100 \mu\text{m}$ dicken gewalzten NiTi-Folie als Ventilantrieb verwendet [57]. Dafür wurde ein Aktordesign mit einer kreisförmigen Anordnung von spannungsoptimierten Doppelbiegebalken entwickelt. Nach dem Design beträgt die Balkenlänge $1,5 \text{ mm}$, die Breite variiert, je nach der Geometrie, zwischen 100 bis $500 \mu\text{m}$. Durch Einsatz des Aktors im normal geöffneten Ventil wurde ein Differenzdruck von 1200 hPa erreicht. Dafür wurde eine Schließleistung von 230 mW benötigt.

Der Vorteil in der Anwendung relativ dicker FGL-Folien besteht darin, dass relativ große und stabil Kräfte erzeugt werden können. Der Nachteil ist jedoch, dass für den Betrieb eine hohe Leistung benötigt wird. Nach der folgenden Gleichung [58]:

$$\Delta q = c \cdot m \cdot \Delta T \quad (5.2)$$

Wobei Δq die zugeführte Wärmemenge, C die Wärmekapazität, m die Masse des Körpers, und ΔT die Temperaturdifferenz ist.

wird zum Erreichen einer bestimmten Temperatur eine bestimmte Wärmemenge benötigt, die proportional zur Masse des Körpers ist. Die erforderliche Wärmemenge ist mit einer relativ hohen Aufheizzeit von ca. 1 s und einer Abkühlzeit von über 1 s verbunden [59].

5.3.2 Aktuelles Aktordesign

Um die thermischen Eigenschaften und das daraus resultierende dynamische Verhalten zu verbessern, und die benötigte Leistung zu verringern, werden in dieser Arbeit dünne NiTi-Folien von 20 μm Dicke und NiTiPd-Dünnschichten von 8 μm eingesetzt. Aufgrund der geringen Materialdicke wird mit dem Doppelbiegebalkendesign nur eine sehr kleine Kraft erzeugt. Zur deren Steigerung wird daher eine Brückenstruktur als Aktorgeometrie, die in Abbildung 5.7 zusehen ist, verwendet.

Diese Struktur besteht aus einer kreisförmigen Anordnung von drei durchgehenden Brücken [7]. Dadurch wird im Gegensatz zu den Biegebalken nicht nur die Biege- sondern auch die Zugdehnung ausgenutzt. Um die Gefahr der lokalen Spannungsüberhöhung in den Übergangsregionen zwischen Brücke und elektrischer Zuleitung zu vermeiden, wodurch es zu plastischer Deformation und Ermüdungseffekten kommen kann, wird die Brückengeometrie an den Belastungsfall mittels FEM-Simulation optimiert [60]. Damit kann eine homogene Spannungsverteilung und somit auch eine homogene und effektive Nutzung des FG-Effektes erreicht werden. An den Durchmesser der Ventilkammer angepaßt, beträgt die Länge L jedes Steges 2 mm. Die Dicke des Materials wird bei der Herstellung festgelegt. Die Breite b der Mikrostege beträgt ca. 140 μm . Um die anbietende Kraft abzuschätzen, wird ein analytisches Modell verwendet, das nachfolgend erläutert wird.

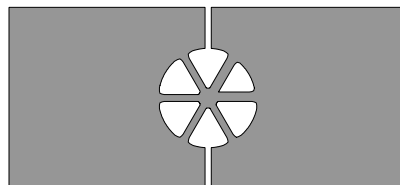


Abbildung 5.7: Aktordesign mit der Brückenstruktur

Abbildung 5.8 zeigt eine schematische Darstellung des Ventils im geschlossenen Zustand [12]. Durch eine Distanzscheibe werden die Brücken senkrecht zum Ventilsitz deformiert. Es stellt sich ein Kräftegleichgewicht ein. Wobei F_B^A die Kraft einer FGL-Brücke in der Austenitphase bezeichnet, die im Gleichgewicht mit der Gegenkraft F_c vom Ventilsitz und der Druckkraft $F_{\Delta p}$, die aus dem Volumenstrom resultiert, steht. Die Auslenkung Z^A wird von der Höhe der Distanzscheibe bestimmt. L bezeichnet die gesamte Länge der Brücke im undeformierten Zustand.

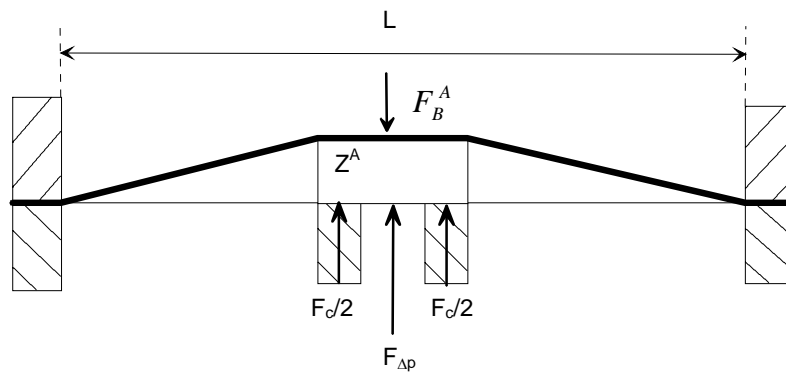


Abbildung 5.8: FGL-Brücke in geschlossenem Zustand unter Last

In dem elastischen Dehnungsbereich im austenitischen Zustand wird die Kraft der Brücke durch ein vereinfachtes Modell analytisch abgeschätzt, das in Abbildung 5.9 veranschaulicht ist.

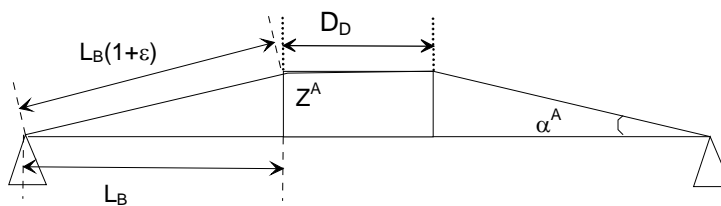


Abbildung 5.9: Vereinfachtes Modell einer Brücke beim Lastfall in Abbildung 5.8.

Das Modell geht von einer Punktbelastung im Abstand L_B von den Aufhängungspunkte der Brücke aus. Die trigonometrische Funktion liefert:

$$Z^A = \sqrt{(L_B(1 + \varepsilon))^2 - (L_B)^2} \quad (5.3)$$

Wobei ε die Dehnung bezeichnet. Darin kann L_B durch L und den Durchmesser D_D der Distanzscheibe bestimmt werden.

$$L_B = \frac{L - D_D}{2} \quad (5.4)$$

Anhand des E-Moduls E^A erfolgt die Berechnung der induzierten Zugspannung σ^A in der Brücke nach dem Hooke'schen Gesetz:

$$\sigma^A = E^A \cdot \varepsilon \quad (5.5)$$

Die Kraft F_B^A einer Brücke in vertikaler Richtung wird durch die Spannung und die Querschnittsfläche der Stege in dieser Richtung bestimmt.

$$F_B^A = 2 \cdot \sigma^A \cdot b \cdot h \cdot \sin \alpha^A \quad (5.6)$$

Dabei bezeichnet b , h die Breite und Dicke der Brücken. Anhand der trigonometrischen Funktion erfüllt der Auslenkungswinkel α^A der Brücken folgende Gleichung:

$$\sin \alpha^A = \frac{Z^A}{L_B(1 + \varepsilon)} \quad (5.7)$$

Die Gesamtkraft F_{Aktor}^A des Aktors in vertikaler Richtung wird abhängig von der Anzahl n der Brücken bestimmt.

$$F_{Aktor}^A = n \cdot F_B^A \quad (5.8)$$

Weiter kann die angebotene Energiedichte E_A' des Mikroaktors nach folgende Gleichung bestimmt werden [61]:

$$E_A' = \frac{F_{Aktor}^A \cdot Z^A}{V} \quad (5.9)$$

Dabei bezeichnet V der Volumen des Mikroaktors.

Die maximale Zugkraft und Auslenkung des Aktors wird durch die maximale reversible Dehnung des Materials begrenzt. Mit der obigen Gleichung lassen sich die Verhalten zwischen dem Hub, der Dehnung, der Spannung und der angebotene Kraft des FGL-Mikroaktors zu bestimmen.

5.3.3 Charakterisierung der Aktorelemente

Vor dem Einsatz des Aktors im Ventil wurden die thermischen sowie mechanischen Eigenschaften mittels verschiedener Versuche statischen charakterisiert. Für den Aufbau der Testprobe stehen zwei strukturierte Aktoren aus NiTi und NiTiPd zur Verfügung. Wie den Aufbau des Mikroventils wird der Aktor mit einem Cu-Kühlring fixiert. Danach wird er auf einem Substrat aufgeklebt, das eine Bohrung des Durchmessers 2 mm hat, damit die Auslenkung des Aktors in Abhängigkeit der anliegenden Belastung gemessen werden kann. Gleichzeitig wird er auch elektrisch kontaktiert. Die wichtigsten Dimensionen der beiden Aktoren sind in Tabelle 5.6 zusammengefasst.

Tabelle 5.6: Dimension der Aktoren

	Steghöhe-H (μm)	Stegbreite-B (μm)	Steglände-L (mm)
NiTi-Aktor	18	120	1,96
NiTiPd-Aktor	8	125	1,96

5.3.3.1 Temperaturverteilung

Aufgrund von Inhomogenitäten in der Stromdichteverteilung und beim Abkühlen durch Wärmeleistung ist die Temperatur im Aktor nicht gleichmäßig verteilt. In Abbildung 5.10 wird ein Temperaturprofil des NiTi-Aktors bei einer Aufheizleistung von 35 mW mit einer Infrarot-Kamera gezeigt. Es ist deutlich erkennbar, dass die Temperatur des Aktors am Rand wegen des Kühlrings kleiner als in der Mitte ist. In diesem Fall liegt die Temperatur in der Mitte des Aktors über 70 °C, während sie am Messpunkt, der durch Fadenkreuz gekennzeichnet ist, nur 64,1 °C beträgt. Am Rand liegt die Temperatur noch bei 25°C. Diese Temperaturdifferenz ist für den NiTiPd- Aktor wegen seiner hohen Umwandlungstemperatur noch größer. Um die Temperaturverteilung zu bestimmen, wird die Temperatur bei verschiedenen Messpunkten auf dem Aktor bei variierender Leistung mit der Infrarot-Kamera erfasst. Die Abbildung 5.11 zeigt die gewählte Messpunkte auf dem Aktor. Entlang eines Aktorsteges werden von der Mitte zum Kühlring sechs Messpunkte gewählt.

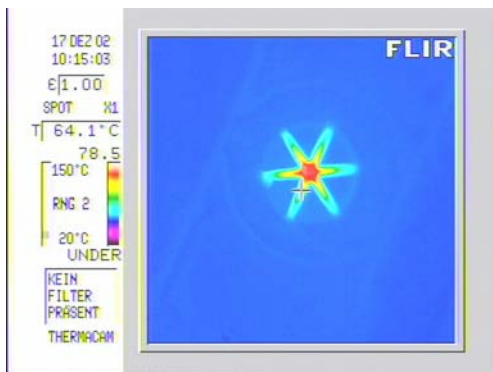


Abbildung 5.10: Temperaturprofil des NiTi-Aktors mit einer Heizleistung von 35 mW.

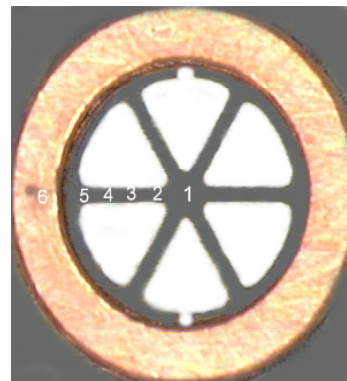


Abbildung 5.11: Messpunkte am Aktor.

In Abbildung 5.12 ist die Temperatur an den Messpunkten des NiTi-Aktors bei verschiedenen Heizleistungen von 35 mW, 50mW und 70 mW im stationären Zustand gezeigt. Die Temperatur steigt entlang der Stege von Raumtemperatur am Rand zur Mitte proportional an. Mit zunehmender Heizleistung wird die Temperaturdifferenz zwischen Mitte und Kühlring

immer größer. Bei der Heizleistung von 25 mW ist die Temperaturdifferenz nur 27 °C, bei 50 mW hat sie sich schon auf 65 °C vergrößert.

Abbildung 5.13 zeigt die Messergebnisse des NiTiPd-Aktors bei einer Heizleistung von 15 mW bis 200 mW. Wegen der höheren Temperatur zeigt die Kennlinien eine relativ kleine Veränderung der Temperaturverteilung in den Regionen von Punkte 1 bis 3. Anschließend zwischen Punkten 4 und 6 tritt eine scharfe Temperaturabnahme auf. Die Temperaturdifferenz wird auch mit dem Erhöhen der Heizleistung proportional größer. Wegen der Temperaturerhöhung des Aktors steigt die Temperatur des Kühlrings ebenfalls an. Bei der Heizleistung von 200 mW beträgt die Temperatur des Kühlrings 65 °C. In diesem Fall ergibt sich eine Temperaturdifferenz von 235 °C zwischen Mitte und Rand.

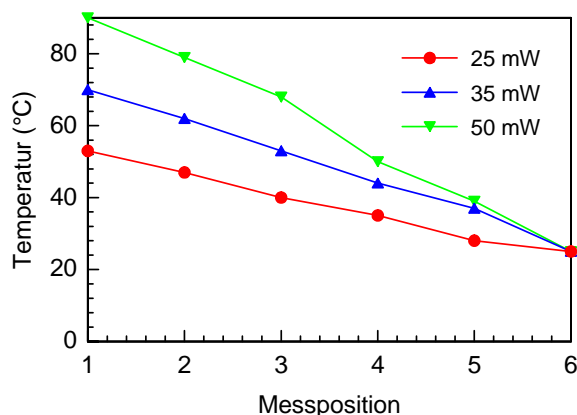


Abbildung 5.12: Temperaturverteilung an den Stegen des NiTi-Aktors.

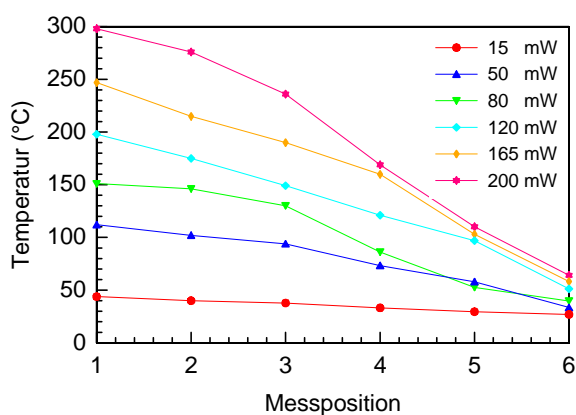


Abbildung 5.13: Temperaturverteilung an den Stegen des NiTiPd-Aktors.

5.3.3.2 Leistungs- Temperatur-Messung

Zusätzlich zur Bestimmung der Temperaturverteilung wird eine Leistungs-Temperatur-Messung durchgeführt, um die benötigte Leistung für den Ventilbetrieb zu ermitteln. Dafür wird ein Messpunkt (Punkt 4 in der Abbildung 5.11) in der Nähe des Stegrandes genommen. Wenn die Temperatur an diesem Punkt die Umwandlungstemperatur überschritten hat, sind etwa 80 % des Mikroaktors umgewandelt.

In Abbildung 5.14 ist die Temperatur des Messpunktes in Abhängigkeit von der Leistung gezeigt. Die Temperatur steigt nahezu linear mit der Leistung an. Für die Umwandlungstemperatur des NiTi von $R_s = 44$ °C wird eine Leistung von 35 mW benötigt.

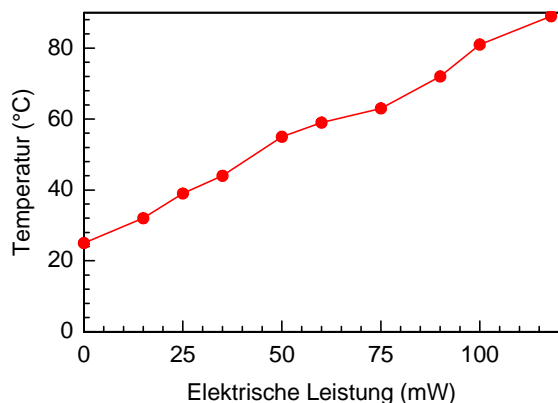


Abbildung 5.14: Leistungs-Temperatur-Kennlinie des NiTi-Aktors in der Nähe des Stegrandes.

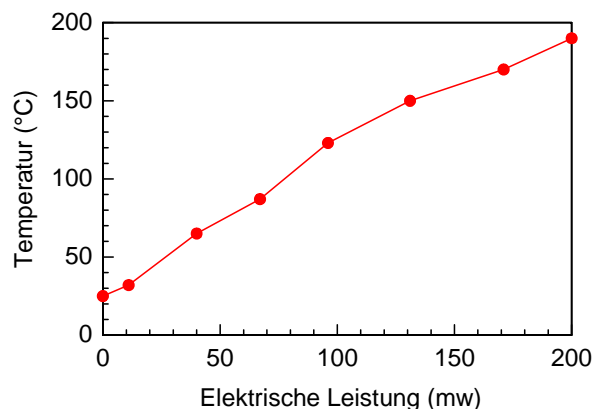


Abbildung 5.15: Leistungs-Temperatur-Kennlinie des NiTiPd-Aktors in der Nähe des Stegrandes.

Die gleiche Abhängigkeit ist in Abbildung 5.15 für das NiTiPd-Aktor gezeigt. Um den Aktor am Messpunkt über die Umwandlungstemperatur $A_f=171$ °C aufzuheizen, wird eine Leistung von ca. 200 mW benötigt.

5.3.3.3 Mechanische Eigenschaften

Zur Prüfung der mechanischen Eigenschaften im austenitischen Zustand von der mikrostrukturierten NiTi- und NiTiPd-Mikroaktoren wird die Auslenkung abhängig von der anliegende Belastung experimentell bestimmt. Schließlich werden die Messergebnisse mit den nach Gleichung 5.8 bestimmten Werten verglichen.

Die Belastungs-Auslenkungs-Kennlinie der Aktoren wird durch eine mechanische Messung mit einem Elastometer bestimmt. Der Versuchsaufbau ist in Abbildung 5.16 gezeigt. Die Testprobe wird zusammen mit einem Kührling auf einem Substrat befestigt, welches auf einen Schraubtisch fixiert ist. Dieser wird durch einen Schrittmotor mit einer Genauigkeit von $0,2 \mu\text{m}$ senkrecht nach oben bewegt. Die Messstange des Elastometers mit einem Durchmesser von $0,4 \text{ mm}$ wird in der Mitte des Aktors positioniert. Durch die Aufwärtsbewegung des Schraubtisches überträgt die Messstange eine Druckbelastung auf den Aktor. Gleichzeitig wird die Belastung von einem Sensor gemessen und mit einer Genauigkeit von 1 mg angezeigt.

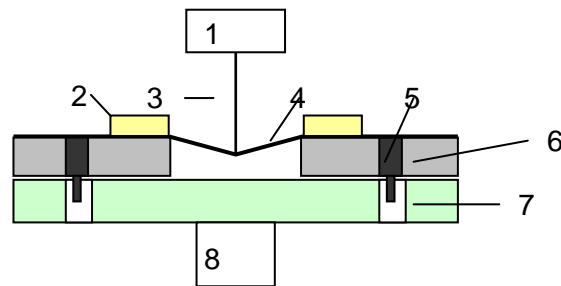


Abbildung 5.16: Messaufbau der mechanischen Messung

1: Sensor	2: Kühlung	3: Messstange	4: FGL-Aktor
5: Elektrischer Kontaktstift	6: Substrat	7: Schraubtisch	8: Schrittmotor

Um die Versuche für die FGL-Mikroaktoren im austenitischen Zustand durchzuführen, wird jeder Aktor mit genügend Leistung aufgeheizt. Am Anfang des Versuchs wird das Messgerät auf den Nullpunkt eingestellt. Danach wird die Auslenkung dieses FGL-Antriebs in Abhängigkeit von der Belastung gemessen.

In Abbildung 5.17 ist die Belastungs-Auslenkungs-Kennlinie des NiTi-Aktors im Vergleich zu den berechneten Werten gezeigt. Um das Verhalten im austenitischen Zustand zu messen, wird eine Leistung von 35 mW dem FGL-Antrieb zugeführt. Für Auslenkungen kleiner als 70 μm sind die gemessenen Kräfte größer als die berechneten Werte. Die Ursache hierfür ist eine mögliche Ungenauigkeit bei der Bestimmung des Nullpunktes. Für die Auslenkungen $> 70 \mu\text{m}$ werden die berechneten Werte größer als die gemessenen Kräfte. Diese Abweichung ist dadurch zu erklären, dass ab 70 μm Auslenkung plastische Deformation auftritt, die im Modell nicht berücksichtigt wird. Die maximale reversible Dehnung von NiTi beträgt 0,45%. Nach der Gleichung 5.3 ist dies bei einer Auslenkung von 85 μm erreicht. Hierzu ist gemäß der Kennlinie eine Kraft von ca. 0,2 N erforderlich. Nach der Gleichung 5.9 ergibt sich eine Energiedichte des NiTi-Mikroaktors in diesem Fall von ca. $1,5 \times 10^6 \text{ J/m}^3$.

Die Abbildung 5.18 zeigt die aufgenommenen Kennlinien des NiTiPd-Aktors im austenitischen Zustand. Im Vergleich zu dem berechneten Werte ist die gemessene Kraft immer kleiner. Das Modell zur Berechnung der Kraft ist offenbar zu einfach. In diesem Fall wird der Aktor mit 200 mW Leistung beheizt. Die gemessene Kraft steigt mit der Auslenkung an. Sie beträgt bei einer Auslenkung von 90 μm 150 mN. Die maximale reversible Dehnung von 0,3 % erlaubt eine Auslenkung von ca. 70 μm . In diesem Fall beträgt die Kraft ca. 75 mN. Die entsprechende Energiedichte beträgt ca. $0,4 \times 10^6 \text{ J/m}^3$.

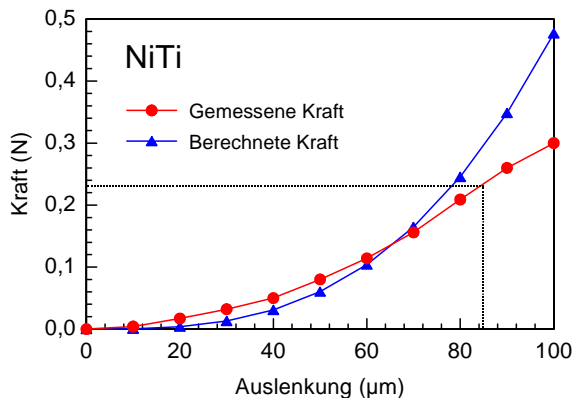


Abbildung 5.17: Vergleich der berechneten und gemessenen Auslenkungs-Krafts-Kennlinie im austenitischen Zustand.

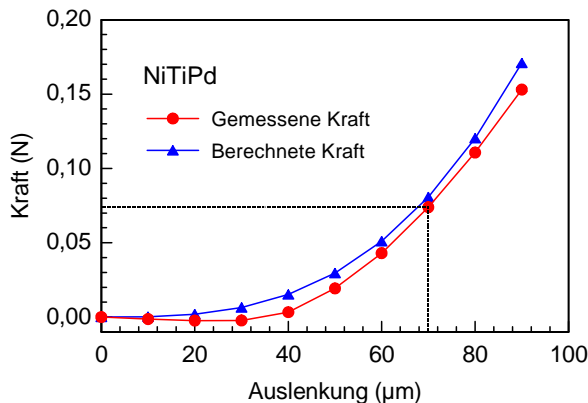


Abbildung 5.18: Vergleich der berechneten und gemessenen Auslenkungs-Krafts-Kennlinie im austenitischen Zustand.

5.4 Zusammenfassung

In diesem Kapitel wurden die Eigenschaften der 20 µm dicken kaltgewalzten $\text{Ni}_{49}\text{Ti}_{51}$ -Folie und 8 µm dicken gesputterten $\text{Ni}_{25,5}\text{Ti}_{51,0}\text{Pd}_{23,5}$ -Dünnschicht charakterisiert, die in folgenden Kapiteln für den Ventiltrieb verwendet werden. Die statischen thermischen und mechanischen Eigenschaften der mit diesen Materialien hergestellten Mikroantriebe wurden überprüft, da sie die Ventileigenschaften wesentlich beeinflussen.

Material

Die Umwandlungstemperaturen entscheiden über den Einsatzbereich des Materials. Mit DSC und Widerstands- Messung wurden die Umwandlungstemperaturen der Materialien bestimmt. Da sich die martensitische Umwandlung der NiTi-Legierung unter Raumtemperatur befindet, tritt beim Ventilbetrieb nur die R-Phasenumwandlung in Erscheinung. Deren Starttemperatur und Endtemperatur R_s/R_f im lastfreien Zustand beträgt 37,9 / 31,2 °C. Deswegen kann die NiTi-Legierung nur bei Raumtemperatur als Antrieb benutzt werden. Ein Vorteil der Anwendung der R-Phasenumwandlung ist, daß sich eine sehr kleine Hysterese beim Aufheiz- und Abkühlvorgang ergibt. Das spielt bei dem proportionalen Antrieb des Ventils und der Realisierung eines Durchflussreglers eine große Rolle.

Das NiTiPd zeigt oberhalb der Raumtemperatur eine vollständige martensitische und austenitische Umwandlung. Nach den Untersuchungsergebnissen betragen die Umwandlungstemperaturen $M_s/M_f/A_s/A_f$ ca. 156/112/130/171 °C. Das Material kann somit bei Temperatur über 100 °C als Antrieb verwendet werden.

Der E-Modul im austenitischen Gefügestand wird durch einen lastabhängigen Auslenkungsversuch bestimmt. Für die NiTi-Folie beträgt der E-Modul 57 GPa, und für die NiTiPd-Dünnschicht 27 GPa.

Aktorelemente

Für den Dünnschicht FGL-Mikroaktor wird ein Aktordesign mit Mikrobrückenstruktur verwendet. Die statischen thermischen und mechanischen Eigenschaften der FGL-Mikroaktoren aus NiTi und NiTiPd werden im Laufe dieser Arbeit überprüft.

Weil der FGL-Mikroaktor thermisch betrieben wird, ist die Temperaturverteilung beim Aufheizen mit elektrischem Strom für die Eigenschaften des Mikroaktors entscheidend. Die Mechanismen der konvektiven und konduktiven Kühlung führen zu einem Temperaturgradienten an den Aktorbrücken. Die Untersuchungen zeigen, dass die Temperatur beim Aufheizen entlang der Aktorbrücke fast linear vom Rand zur Mitte ansteigt. Gleichzeitig nimmt die Temperaturdifferenz zwischen Mitte und Rand mit der Erhöhung der Heizleistung proportional zu. Um ca. 80 % des Mikroaktors über die Umwandlungstemperatur aufzuheizen, wird eine minimale Leistung von 35 mW bei NiTi-Mikroaktoren und 200 mW bei NiTiPd-Mikroaktoren bei Raumtemperatur benötigt.

Wegen des pseudoplastischen Effektes zeigen die Materialien im R-Phasenzustand bzw. Martensitzustand nur geringe Kräfte und ermöglichen somit eine leichte Öffnung des normal geöffneten Mikroventils. Im Austenitzustand zeigen die Materialien deutlich große Kräfte, die zum Schließen des Ventils benutzt werden. In diesem Fall sind die maximale Auslenkung und Spannung von der erlaubten reversiblen Dehnung begrenzt. Laut der Messungen bietet der Mikroaktor bei der maximalen reversiblen Dehnung von 0,45 % für NiTi bzw. 0,3 % für NiTiPd eine Energiedichte von ca. $1,5 \times 10^6 \text{ J/m}^3$ bzw. $0,4 \times 10^6 \text{ J/m}^3$.

6 Normal geöffnete Mikroventile für Raumtemperatur- Betrieb

In diesem Kapitel werden normal geöffnete Ventile mit dem NiTi-Mikroaktor vorgestellt. In Kapitel 6.1 werden zunächst das bisherige Ventilkonzept und seine Spezifikation erläutert und anschließend die in dieser Arbeit entwickelten Ventilvarianten beschrieben. Nachfolgend werden die verschiedenen Ventilvarianten bei stationärem und dynamischem Zustand für den Betrieb mit Gas und Flüssigkeit charakterisiert. Die Eigenschaften der Ventile werden abschließend verglichen und bewertet.

6.1 Übersicht

6.1.1 Bisherige FGL-Mikroventile

Am IMT wurden bereits verschiedene normal geöffnete Mikroventile für Raumtemperatur-Betrieb mit einem Mikroaktor aus NiTi-Folie oder NiTi Dünnschichten [62-64] realisiert. Das zugrunde liegende Konzept ist in Abbildung 6.1 schematisch dargestellt.

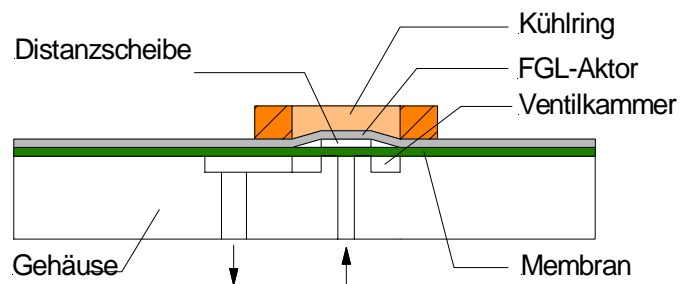


Abbildung 6.1: Schematische Darstellung der bisher am IMT entwickelten FGL-Mikroventile.

Wie in Abschnitt 2.3.1 erläutert, bestehen diese Ventile aus 5 Bauteilen: Gehäuse, Polyimid (PI)-Membran, Distanzscheibe, FGL-Aktor und Kühlring. Für den Betrieb dieser Ventile werden höhere Leistungen benötigt, als die in Kapitel 5 durch statische thermische Untersuchung am NiTi-Mikroaktor ermittelten. Bei Gasbetrieb schließen diese Ventile bis zu einem maximalen Differenzdruck von 2500 hPa. Die dafür benötigte minimale Leistung beträgt ca. 80 mW [63]. Bei Wasserbetrieb muss bereits bei einem maximalen Differenzdruck von 880 hPa mindestens 120 mW zugeführt werden [63]. Die maximale Schaltfrequenz für Betrieb mit Gas bzw. Flüssigkeit beträgt 7 Hz bzw. 0,5 Hz. Die wichtigen Spezifikationen sind in Tabelle 6.1 zusammengefasst.

Tabelle 6.1: Spezifikation des bisherigen NiTi-Mikroventils

	Gas			Wasser		
	D_{max}	P_{max}	f_{max}	D_{max}	P_{max}	f_{max}
Bisherige Ventile	2500 hPa	80 mW	7 Hz	880 hPa	120 mW	0,5 Hz

D_{max} : maximale Druckdifferenz;

P_{max} : maximale Leistung;

f_{max} : maximale Schaltfrequenz.

Ursache für den erhöhten Leistungsbedarf dieses Ventiles gegenüber dem in Kapitel 5 beschriebenen sind:

- Übergangswiderstand der elektrischen Kontaktierung.

Bei Kontaktierung mit Drahtbonden oder Leitmatten ergibt sich ein relativ hoher Übergangswiderstand von 0,1 bis 0,3 Ohm je nach Länge des Bonddrahtes und der Fertigungstoleranzen. Im Vergleich mit dem Widerstand der 20 µm FGL-Bauteile von ca. 0,6 Ohm ist dies eine nicht zu vernachlässigende Größe, die beim elektrischen Aufheizen zu größeren Leistungsverlusten führt.

- Thermische Kopplung.

Bei diesem Ventilkonzept befindet sich der Aktor sehr nahe an der Ventilmembran (siehe Abbildung 6.2). Im geöffnetem Zustand wird wegen der Druckdifferenz in der Ventilkammer die dünne PI-Membran so deformiert, dass sie dabei einen direkten thermischen Kontakt mit dem Aktor bildet. Abbildung 6.3 dokumentiert den Zustand bei einem Eingangsdruck von 2000 hPa. Bei Beheizen des Aktors wird ein großer Wärmeverlust über diese Verbindung durch Wärmeleitung über die Membran und Konvektion hervorgerufen. Dies führt zu einer erhöhten Leistungsbedarf im Ventilbetrieb. Nach Schließen des Ventils besteht die Gefahr der Überhitzung des Aktors. Darüberhinaus führt der erhöhte Leistungsbedarf zu einer längeren Ansprechzeit des Ventils.

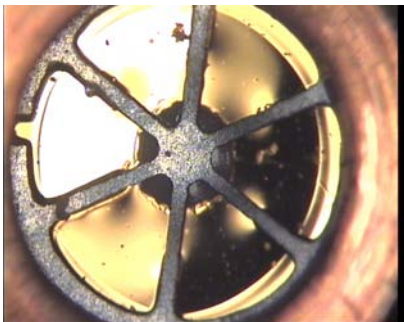


Abbildung 6.2: Der Aktor und die Membran im flusslosen Zustand. Aufgenommen unter einem optischen Mikroskop der Firma Aristomet.

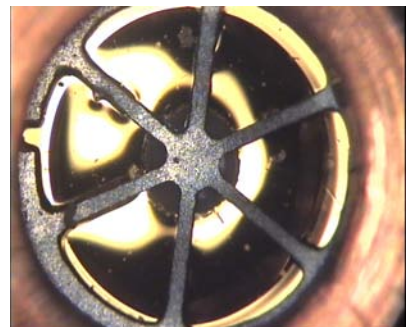


Abbildung 6.3: Der Aktor und die Membran bei einem Eingangsdruck von 2000 hPa. Aufgenommen unter einem optischen Mikroskop der Firma Aristomet.

6.1.2 Aktuelle FGL-Mikroventile

Zur Lösung dieser Probleme wurden folgende Änderungen von Design und Technologie durchgeführt:

- Laserschweißen.

Zum Verringern des Übergangswiderstands der elektrischen Kontaktierung wird das in Abschnitt 4.7.1 besprochene Laserschweißen als elektrisches Kontaktierungsverfahren verwendet.

- Thermischen Isolierung.

Zum Vermeiden der thermischen Kopplung wird eine thermische Isolierscheibe zwischen Aktor

und Membran angebracht. In diesem Kapitel werden zwei Möglichkeiten hierfür beschrieben. Die erste besteht aus einer keramischen Isolierscheibe, bei der zweiten wird eine gestufte Membran verwendet.

Das mit dem bisherigen Konzept aufgebaute Ventil wird im Folgendem als Referenzventil bezeichnet, und den mit den verbesserten Konzepten aufgebauten Ventilen gegenübergestellt.

1. Referenzventil

Das Ventil besteht insgesamt aus 7 Bauteilen: Kontaktstift, PMMA-Gehäuse, PI-Membran, Silikon-Distanzscheibe (Durchmesse 0,6 mm, Dicke 90 µm), FGL-Aktor, Cu-Kühlring und Kontaktplatten. In Abbildung 6.4 ist der Aufbau des Ventils schematisch dargestellt. Die Herstellungstechnik ist die in Kapitel 4 beschriebene.

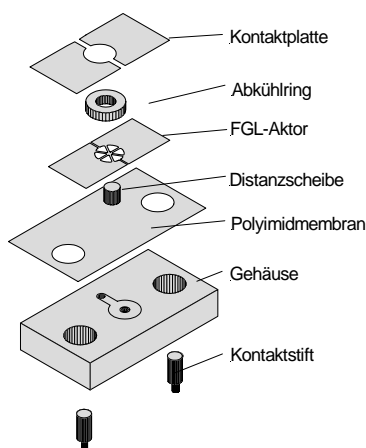


Abbildung 6.4: Schematische Darstellung des Referenzventils.

2. Ventilvariante-1

In Abbildung 6.5 ist der Aufbau der Ventilvariante-1 schematisch dargestellt.

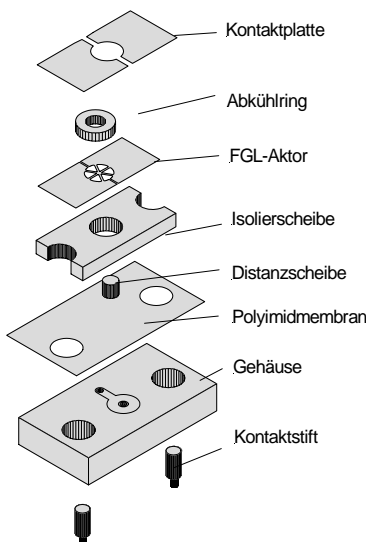


Abbildung 6.5: Schematische Darstellung des Ventilvariante-1.

Für die thermische Entkopplung von Aktor und Ventilkammer sorgt eine 630 µm dicke keramische Isolierschicht, die durch ein Kapillarklebeverfahren mit der PI-Membran auf der einen und dem FGL-Aktor auf der anderen Seite verklebt wird. Die Keramikscheibe hat eine Bohrung mit einem Durchmesser von 2 mm in der Mitte. An der beiden Seiten befinden sich zwei halbkreisförmige Aussparungen mit Durchmessern von 2 mm, die den Durchgang der elektrischen Kontaktstifte ermöglichen. Diese Scheibe wird mit einem Nd-YAG Laser gefertigt. Zur Realisierung der Vorauslenkung des Aktors wird die ursprünglich verwendete Silikondistanzscheibe durch eine Keramikdistanzscheibe (Durchmesser 0,6 mm, Dicke 630 µm) verlängert. Diese wird durch Laserschneiden gefertigt und anschließend mit der Silikonscheibe verklebt.

Ein komplett aufgebautes Ventil mit Keramikscheibe ist in Abbildung 6.6 gezeigt. Die Gesamtabmessungen des Ventils betragen $6 \times 11 \times 4 \text{ mm}^3$, einschließlich der elektrischen Kontaktierungen.

3. Ventilvariante-2

Bei der zweiten Ventilvariante wird die bei Variante 1 verwendete Distanzscheibe, die keramische Isolierscheibe und die PI-Membran durch eine gestufte Membran bestehend aus integrierter Isolierscheibe und Distanzscheibe ersetzt. Die Herstellung wird, wie in Abschnitt 4.4.2 erläutert, durch Abformtechnik in einem Herstellungsschritt realisiert. Es vereinfacht den Aufbau des Ventils, jedoch ist die Präzision herstellungsbedingt begrenzt.

Die integrierte Distanzscheibe hat einen Durchmesser von 0,6 mm, außerdem soll sie höher als die Isolierungsstufe sein, um die Vorauslenkung des Aktors zu gewährleisten. Die Isolierschicht hat eine Höhe von ca. 100 µm bezüglich der Membran. Abbildung 6.7 zeigt eine REM-Aufnahme einer abgeformten PSU-Membran. Im Vergleich zu Polyimid ist PSU abformbar, ab einer Temperatur von 178 °C. Bei der Montage wird die gestufte Membran wie die obige Polyimid-Membran mit dem Gehäuse direkt durch Kapillarklebeverfahren verbunden.

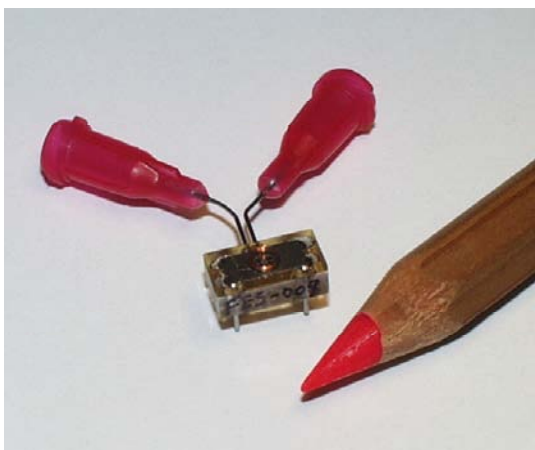


Abbildung 6.6: Photo des FGL-Mikroventils.

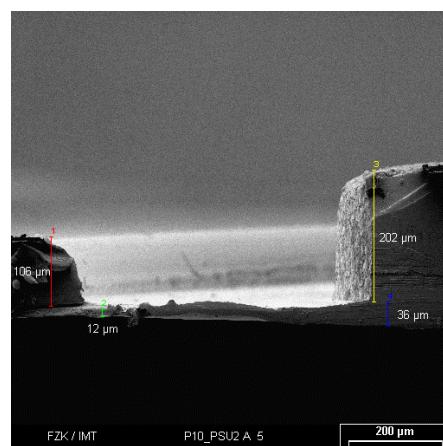


Abbildung 6.7: Abgeformte PSU-Membran in der Seitenansicht.

Die drei Ventilvarianten und ihre wichtigsten Eigenschaften sind in Tabelle 6.2 und Tabelle 6.3 aufgelistet.

Tabelle 6.2: Ventiltypen.

Ventilname	Ventil-Variante	Thermische Isolierungsmethode			Serien-Nummer
		Referenzventil ohne Isolierscheibe	Keramik -Scheibe	Abgeformte Membran	
R-5	<u>R</u> eferenz	x			<u>5</u>
V1-3	<u>V</u> ariante- <u>1</u>		x		<u>3</u>
V2-2	<u>V</u> ariante- <u>2</u>			x	<u>2</u>

Tabelle 6.3: Übersicht der Ventile.

Ventil	NiTi-Mikroaktor			Membran Dicke (μm)	Ventilkammer Durchmesser (mm)	Isolierungsschicht Dicke (μm)
	Dicke (μm)	Stegbreite (μm)	Vorauslenkung des Distanzscheibe (μm)			
R-5	17,5	103	71	5	2	0
V1-3	17,3	102	73	5	2	630
V2-2	17,7	106	86	12	2	100

6.2 Charakterisierung

Zur Charakterisierung der Ventile werden zwei verschiedene Messreihen, jeweils für den Betrieb mit Gasen oder Flüssigkeiten, durchgeführt. In Abschnitt 6.2.1 werden zunächst stationäre Messungen vorgestellt. Zur Ermittlung des Einflusses der thermischen Kopplung auf die Ventileigenschaften sind Temperatur-Profile der verschiedenen Ventiltypen im stationären Zustand durch Infrarot-Mikroskopie aufgenommen worden. Außerdem wurden die fluidischen Eigenschaften durch leistungsabhängige Durchflusskennlinien ermittelt. Daraus folgen die maximal schaltbaren Drücke, die Schließleistung und Leckraten. In Kapitel 6.2.2 werden dynamische Messungen vorgestellt. Bei diesen wird der zeitabhängige Verlauf des Durchflusses von Gasen und Flüssigkeit bestimmt, woraus sich Schließ- und Öffnungszeiten ergeben.

6.2.1 Stationäre Messungen

6.2.1.1 Stationäre Temperatur-Profile

Zur Untersuchung des Einflusses der Isolierschicht wurden die Temperatur-Profile beim elektrischen Heizen der Ventile, R-5 und V1-3 mit einer Infrarotkamera bei einer Umgebungstemperatur von ca. 20 °C gemessen. Als Medium wird Stickstoff mit 2000 hPa Eingangdruck verwendet. Bei diesem Druck wird die PI-Membran aufgrund der Druckdifferenz in der Ventilkammer nach oben gedrückt.

In Abbildung 6.8 ist das Temperatur-Profil des Referenzventils R-5 gezeigt. Bei Beheizen des NiTi-Aktors mit einer Leistung von 40 mW bleibt das Ventil noch im geöffneten Zustand und hat einen Durchfluss von 320 sccm. Wegen der konvektiven Kühlung durch den Gasfluß werden die Aktorsteege nicht in der Mitte sondern am Rand zuerst erhitzt. In diesem Zustand beträgt die Temperatur T_{\max} am Rand ca. 25 °C. Dies bedeutet, dass die konvektive Kühlung durch den Durchfluß stärker als die konduktive Kühlung durch den Cu-Kühlring ist. Um den Aktor über die Umwandlungstemperatur (42 °C) aufzuheizen und damit das Ventil zu schließen wird eine Leistung von mindestens 58 mW benötigt.

Abbildung 6.9 zeigt das Temperatur-Profil des Ventils V1-3 mit einer keramischen Isolierschicht bei einer elektrischen Heizleistung von 20 mW. Mit dieser Leistung wird das Ventil noch nicht geschlossen, wobei der Durchfluss 350 sccm beträgt. In Gegensatz zu vorliegendem Ventil erwärmt sich der Aktor hier von innen nach außen. Daraus kann geschlossen werden, dass konvektive Kühlung weitgehend unterdrückt wird, und nur die konduktive Kühlung durch die Steige, die Distanzscheibe und den Kühlring verbleibt. Deshalb wird in diesem Fall die Schließleistung auf 35 mW reduziert.

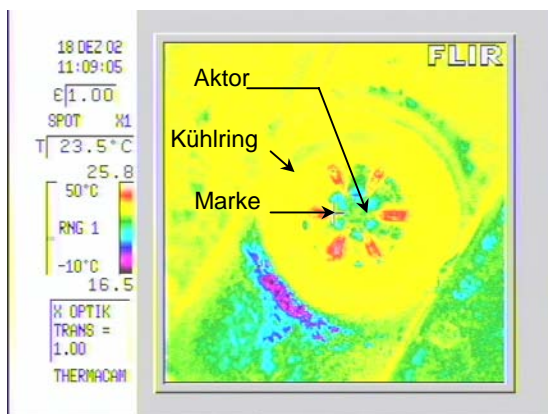


Abbildung 6.8: Temperatur-Profil des Ventils R-5 ohne thermische Isolierscheibe bei einer Heizleistung von 40 mW. Die Temperatur der Marke beträgt 23,5 °C.

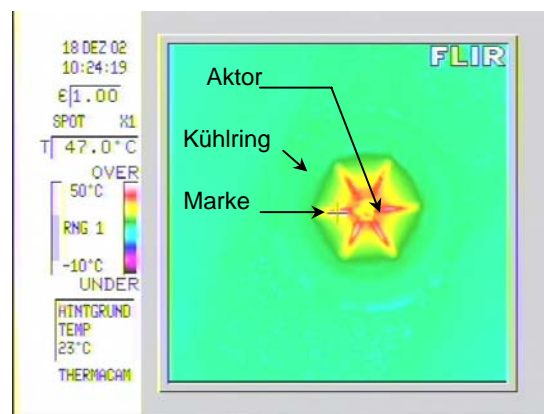


Abbildung 6.9: Temperatur-Profil des Ventils V1-3 mit Keramik Isolierscheibe bei einer Heizleistung von 20 mW. Die Temperatur der Marke beträgt 47,0 °C.

Aus den thermischen Aufnahmen werden Temperatur–Leistungs Diagramme beider Ventile ermittelt. Dabei wird ein Temperaturmesspunkt in der Nähe des Stegrandes (Punkt 4 in Abbildung 5.11) festgelegt. In Abbildung 6.10 ist die Temperatur des Messpunktes als Funktion der elektrischen Leistung bei verschiedenen Drücken für das Ventil R-5 aufgetragen. Zunächst ist das Ventil im geöffneten Zustand. Mit zunehmender Leistung wird es geschlossen. Bei diesem Versuch werden verschiedene Drücke zwischen 0 bis 2500 hPa eingestellt. Bei einem Eingangsdruck von 0 hPa wird nur die reine Aufheizung des Aktors beobachtet. Die Temperatur steigt mit der elektrischen Leistung linear an. Wird der Durchfluss erhöht, kommt es zu einem Knick in der Temperaturkennlinie der sich bei höherem Druck zu höherer Leistung verschiebt. Der Temperaturknick wird durch das Schließen des Ventils verursacht. Dieses Verhalten kann auf die unterschiedliche konvektive Kühlung der Membran

im offenen bzw. geschlossenen Zustand zurückgeführt werden. Wegen der Zunahme der konvektiven Kühlung mit steigendem Eingangsdruck wird eine höhere Leistung benötigt, um die gleiche Temperatur zu erreichen.

Abbildung 6.11 zeigt die Temperaturverläufe des Ventils V1-3 mit thermischer Isolierscheibe. Aus dieser Kennlinie kann man erkennen, dass die Temperatur bei verschiedenen Eingangsdrücken von 0 bis 2500 hPa mit der elektrischen Leistung durchflussunabhängig linear ansteigt. Die Temperaturverläufe werden nicht von der konvektiven Kühlung des Gasflusses beeinflusst. Damit erfüllt die eingesetzte Isolierscheibe das gestellte Ziel der thermischen Isolierung.

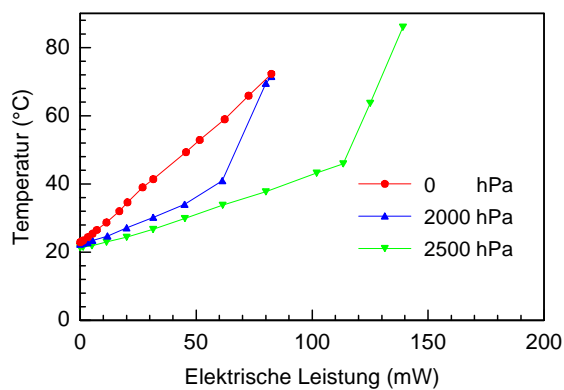


Abbildung 6.10: Temperatur- Leistungs Diagramm des Ventils R-5 ohne Isolierungsschicht bei unterschiedlichem Druck.

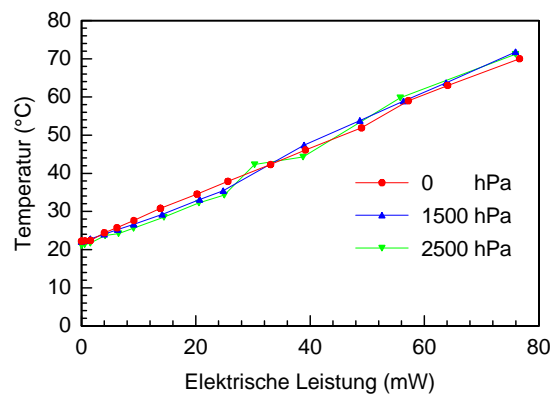


Abbildung 6.11: Temperatur- Leistungs Diagramm des Ventils V1-3 mit Isolierungsschicht bei unterschiedlichem Druck.

6.2.1.2 Stationäre Gasdurchfluß-Messungen

Bei diesen Versuchen wird Stickstoff als Durchflussmedium verwendet. Der stationäre Fall wird durch schrittweises Erhöhen der Heizleistung mit ausreichender Wartezeit zwischen den Messpunkten erreicht. Die in folgender Abbildung angegebenen Druckwerte sind absolute Druckdifferenzen gegenüber Umgebungsdruck.

- Referenzventil R-5 ohne thermische Isolierscheibe

Typische Kennlinien des Gas-Durchflusses und des elektrischen Widerstands des Ventils R-5 sind in der Abbildung 6.12 dargestellt.

Bei einem Differenzdruck von 500 hPa zeigt das Ventil einen relativ kleinen Durchfluss von 10 sccm im geöffneten Zustand. Die Leistung zum Schließen beträgt ungefähr 18 mW. Damit ist eine partielle Phasenumwandlung des Aktors ausreichend um die Schließkraft aufzubringen. Deshalb wird in diesem Fall nur eine Veränderung des Widerstands von ungefähr 0,02 Ohm beobachtet. Durchfluss, elektrische Schließleistung und Widerstandsänderung steigen mit der Druckdifferenz an. Oberhalb einer maximal schaltbaren Druckdifferenz von 2500 hPa tritt keine weitere Änderung des Widerstands auf. Dies zeigt, dass in diesem Fall die vollständige Phasenumwandlung des Materials für den Ventiltrieb genutzt wird. Bei diesem Druck zeigt

das Ventil einen maximalen Durchfluss von 400 sccm im geöffneten Zustand, wobei sich der NiTi-Mikroaktor im R-Phasenzustand befindet. Zum Schließen des Ventils wird eine Leistung von 92 mW benötigt. Bei weiterem Anstieg des Differenzdrucks kann das Ventil nicht mehr vollständig schließen.

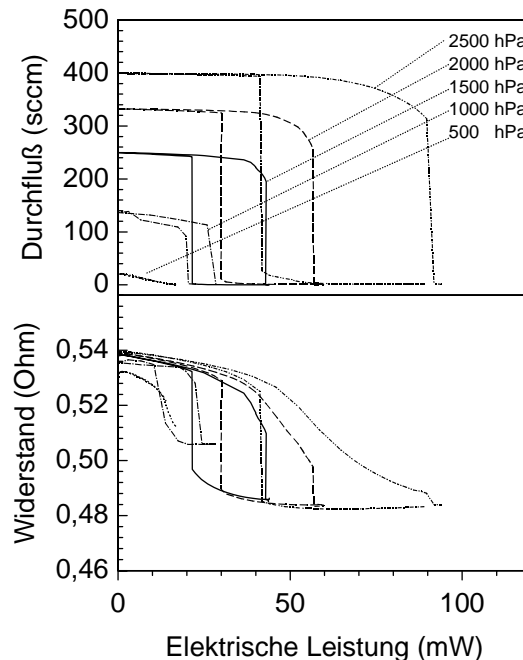


Abbildung 6.12: Widerstands- und Durchfluß Kennlinie des Ventils R-5 unter stationären Bedingungen für den Betrieb mit Gas.

Die Kennlinien zeigen eine breite Leistungs- und Widerstands-Hysterese, die nicht nur von der Phasenumwandlung des Materials, sondern auch von den unterschiedlichen Kühlzustände des Ventils im geschlossen und geöffneten Zustand abhängen. Nach dem Schließen des Ventils wird eine deutlich kleinere Leistung benötigt, um den geschlossenen Zustand zu halten. Dafür gibt es zwei Gründe.

1. Im geschlossenen Zustand ist die Druckkraft kleiner als im geöffneten Zustand, da der Druck nur an der Einlassfläche von 0,1 mm Durchmesser anliegt.
2. Die Stärke der Abkühlung in den beiden Zuständen ist verschieden. Im geöffneten Zustand steigt die konvektive Kühlung durch den Gasstrom mit zunehmendem Druck an und ergänzt die konduktive Kühlung. Dagegen wird im geschlossenen Zustand das FGL-Bauteil nur durch Wärmeleitung des Kühlringes gekühlt.

Im geschlossenen Zustand bei maximal schaltbarem Differenzdruck von 2500 hPa liegt der Leckfluss bei 1,3 sccm. Im Vergleich zu dem Durchfluss von 400 sccm in geöffnetem Zustand ist die Leckrate ca. 0,3 %. Die Leckfluss wird im Wesentlichen von der Rauigkeit des Ventilsitzes und der Membran hervorgerufen.

- Ventil V1-3 mit Keramik Isolierscheibe

Abbildung 6.13 zeigt Gasdurchfluss- und Widerstandskennlinien des Ventils V1-3. Durch den Einbau der Isolierscheibe wird die konvektive Kühlung des Aktors vermieden. Im geschlossenen und geöffneten Zustand wird das FGL-Bauteil nur durch Wärmeleitung über den Cu-Kühlring, der Keramikdistanzscheibe und der Isolierschicht gekühlt. Im Vergleich zum Ventil R-5 wird eine kleinere Leistung zum Schließen gleicher Differenzdrücke benötigt. Die Kennlinie zeigt bei gleichem Druck eine deutliche Verkleinerung der Hysteresisbreite.

Mit dem neuen Konzept kann das Ventil bis zu einem maximalen Druck von 4000 hPa betrieben werden. Dabei wird ein maximaler Durchfluß von 640 sccm im geöffneten Zustand beobachtet. Zum Schließen des Ventils wird eine Leistung von 70 mW benötigt. Der Ventilhub h kann aus dem Durchfluß Q mit der Gleichung 2.3 abgeschätzt werden. In diesem Fall beträgt der Ventilhub ca. 50 μm . Anhand der Dicke der Distanzscheibe lässt sich die entsprechenden Dehnung im austenitischen Zustand ε^A und im R-Phasenzustand ε^R durch analytische Modellrechnungen wie in Abschnitt 5.3.2 zu ca. 0,38 % bzw. zu ca. 1 % bestimmen. Entsprechend beträgt die maximale mechanische Spannung im austenitischen Zustand σ^A ca. 216 MPa. Nach der Gleichung 5.9 wird in diesem Fall eine Energiedichte des NiTi-Mikroaktors von ca. $4,9 \times 10^6 \text{ J/m}^3$ bestimmt. Die Kennlinie zeigt, dass nach der Dehnung des NiTi-Aktors über ca. 0,6 % im R-Phasenzustand die starke Zunahme der Hysterese durch SIM-Bildung oder teilweise plastische Deformation hervorgerufen wird [65].

Im geschlossenen Zustand, bei einem maximalen Differenzdruck von 4000 hPa, beträgt der Leckfluss ca. 0,3 sccm. Im Vergleich zum Durchfluss von 640 sccm in geöffnetem Zustand ist die Leckrate ca. 0,05 %.

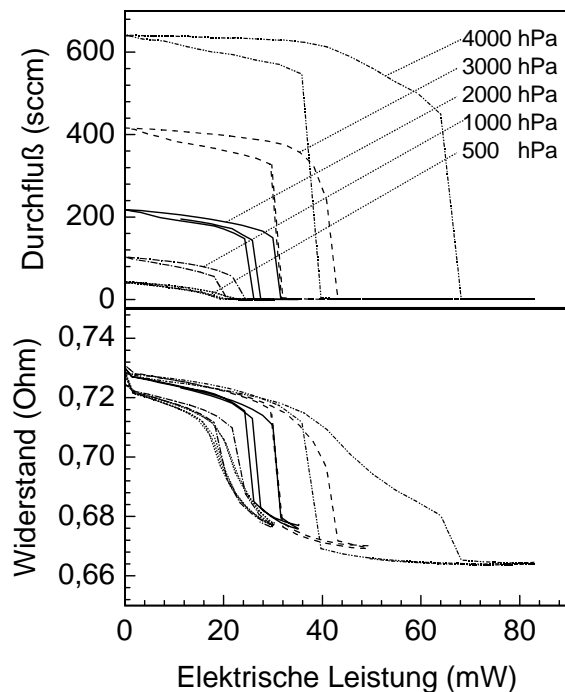


Abbildung 6.13: Widerstands- und Durchfluß-Kennlinie des Ventils V1-3 mit Gas

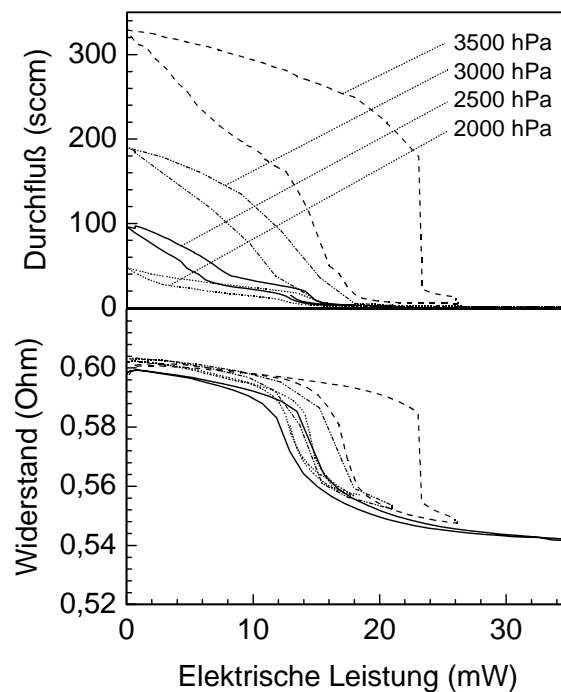


Abbildung 6.14: Widerstands- und Durchfluß-Kennlinie des Ventils V2-2 mit Gas

- Ventil V2-2 mit abgeformter Membran

Abbildung 6.14 zeigt die Kennlinien von Ventilvariante V2-2 bei verschiedenen Drücken unterhalb 3500 hPa. Im Vergleich zu dem Ventil V1-3 benötigt dieses Ventil noch geringere Leistung zum Schließen. Gleichzeitig wird aus diesen Kennlinien ersichtlich, dass das Ventil einen geringeren Durchfluss zeigt. Dafür sind die gute thermische Isolierung und der relative geringe Membranhub verantwortlich, der aufgrund der Dicke der Membran von 12 μm und der dickeren Distanzscheibe von 96 μm hervorgerufen wird. Die maximal schaltbare Druckdifferenz liegt bei ca. 3500 hPa. Im geöffneten Zustand zeigt das Ventil bei diesem Druck einen Durchfluss von ca. 330 sccm. In diesem Zustand liegt die Leistung zum Schließen des Ventils bei ca. 26 mW. Die Leckfluss im geschlossenen Zustand liegt bei 2,1 sccm. Diese Vergrößerung ist auf die erhöhte Rauigkeit der Oberfläche der abgeformten Membran zurückzuführen.

Bei dem maximalen Druckdifferenz von 3500 hPa folgt ein Hub D_h des NiTi-Mikroaktors von ca. 30 μm . Die entsprechende Dehnung in austenitischen Zustand ε^A beträgt ca. 0,45 %. In R-Phasenzustand liegt die Dehnung ε^R bei 0,85 %. Die maximale Spannung im austenitischen Zustand σ^A lässt sich mit ca. 260 MPa bestimmen. Die maximale Energiedichte beträgt ca. $9 \times 10^6 \text{ J/m}^3$. In diesem Fall ist auch deutlich erkennbar, dass sich wegen der SIM-Bildung die Leistungshysterese zunehmend verbreitert.

6.2.1.3 Stationäre Durchfluß-Messungen mit Wasser

In diesem Fall wird der Durchfluß über den Differenzdruck in einem Kapillarrohr gemessen (siehe Abschnitt 3.5). Die in folgenden Abbildungen angegebenen Druckwerte sind die am Ventilsitz anliegenden Druckdifferenzen.

- Referenzventil R-5 ohne thermischer Isolierscheibe

Die statische Kennlinie für Wasser unterhalb 1500 hPa von Ventil R-5 wird in Abbildung 6.15 gezeigt. Im Vergleich zum Gasbetrieb wird bei gleicher Druckdifferenz erheblich mehr Leistung benötigt, und eine verbreiterte Hysterese zwischen der Schließ und Halte-Leistung gezeigt. Dafür ist die stärkere konvektive Kühlung von Wasserdurchfluss verantwortlich. Bei einer Druckdifferenz von 747 hPa wird eine Leistung von 58 mW zum Schließen benötigt. Mit der Erhöhung der Druckdifferenz steigt die benötigte Leistung an. Bei einer maximalen Druckdifferenz von 1487 hPa zeigt das Ventil im geöffneten Zustand einen Durchfluß von ca. 5,3 ml/min. Die zum Schließen erforderliche Leistung liegt bei ca. 110 mW. Der Leckfluss bei der Druckdifferenz von 1487 hPa beträgt ca. 0,04 ml/min. Die Leckrate beträgt ca. 0,7 % des maximalen Durchflusses.

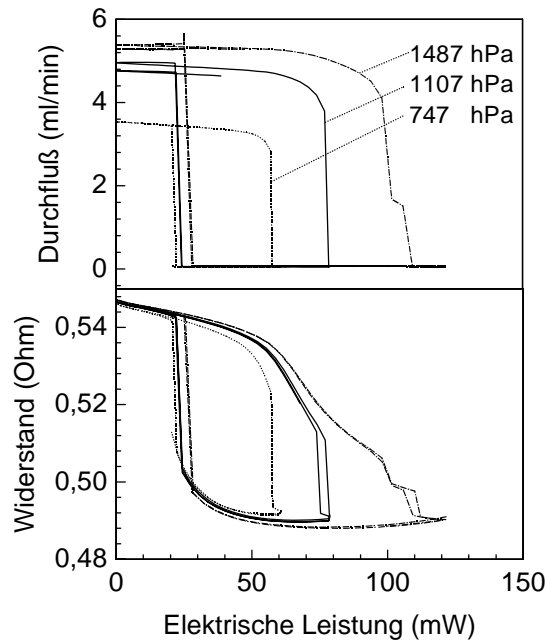


Abbildung 6.15: Widerstands- und Durchfluß-Kennlinie des Ventils R-5 unter stationären Bedingungen für den Betrieb mit Wasser

- Ventil V1-3 mit Keramik Isolierscheibe

Abbildung 6.16 zeigt die statische Kennlinie des Ventils V1-3 bei Betrieb mit Wasser. Durch Verwendung einer Isolierschicht aus Keramik wird die thermische Kopplung zwischen Aktor und Medium auch in diesem Fall unterdrückt. Die starke konvektive Kühlung der Flüssigkeit hat daher auf das Aufheizverhalten des Aktors einen geringeren Einfluß. Daher wird eine kleinere Leistung als bei Ventil R-5 benötigt. Für die Druckdifferenz von 1493 hPa braucht das Ventil V1-3 nur 50 mW im Vergleich zu 110 mW des Ventils R-5. Folglich zeigen die Verläufe von Durchfluß und Widerstand eine schmale Hysterese.

Das Ventil kann eine maximal schaltbare Druckdifferenz von 2900 hPa mit maximalem Wasser-Durchfluß von ca. 25 ml/min im geöffneten Zustand erreichen. Die maximale Leckrate des Ventils im geschlossenen Zustand liegt unter 0,03 %. Zum Schließen des Ventils ist eine maximale elektrische Leistung von 75 mW erforderlich. Aus der Widerstandskennlinie bei 2908 hPa kann man sehen, dass der Widerstand des Mikroaktors im austenitischen Zustand verändert ist. In diesem Fall ist eine plastische Verformung des Aktors aufgetreten.

- Ventil V2-2 mit abgeformter Membran

Abbildung 6.17 ist die typische Kennlinie des Durchflusses und des elektrischen Widerstands des Ventils V2-2 im stationären Betrieb mit Wasser. Die maximal schaltbare Druckdifferenz beträgt 2555 hPa. Der maximale Durchfluß beträgt ca. 13 ml/min. Die zum Schließen erforderliche Leistung liegt unter 100 mW. Die Leckrate ist im geschlossenen Zustand < 0,36 ml/min.

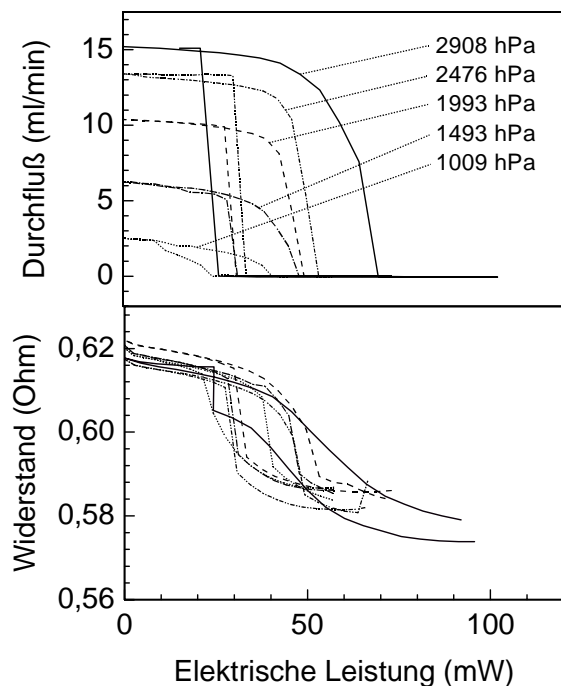


Abbildung 6.16: Widerstands- und Durchfluß-Kennlinie des Ventils V1-3 für den Betrieb mit Wasser.

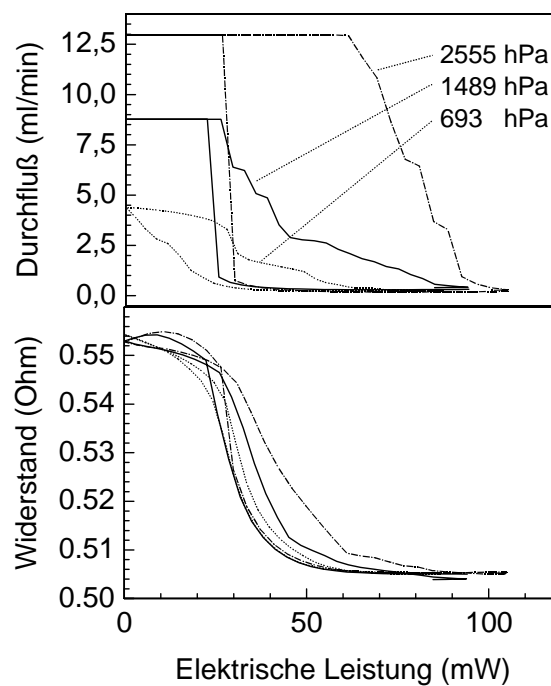


Abbildung 6.17: Widerstands- und Durchfluß-Kennlinie des Ventils V2-2 für den Betrieb mit Wasser.

6.2.1.4 Diskussion

Zur Demonstration des Einflusses der thermischen Kopplung sind die benötigte Leistungen in Abhängigkeit von der kontrollierbaren Druckdifferenz für den Gas- und Wasserbetrieb der drei Ventilvarianten in den Abbildungen 6.18 und 6.19 zusammengefasst.

Anhand des Vergleichs der Kennlinien kann man feststellen:

Der maximal schaltbare Differenzdruck und die maximal Schließleistung werden im stationären Fall von der konvektive Kühlung durch das Medium stark beeinflusst. Ohne Isolierscheibe sind Aktor und Fluidkammer thermisch eng miteinander gekoppelt. Bereits bei geringen Druckdifferenzen wird eine relativ hohe Heizleistung benötigt, um die konvektive Kühlleistung zu überwinden. Im Gegensatz dazu benötigen die mit thermischer Isolierscheibe aufgebaute Ventile bei gleichen Drücken weniger Leistung, und erzielen höhere maximal schaltbare Druckdifferenzen. Das Verhalten der thermischen Isolierung ist abhängig von der Dicke der Isolierschicht und der Membran.

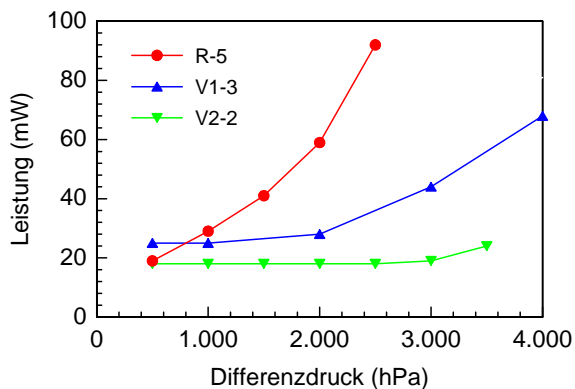


Abbildung 6.18: Druck-Leistungs-Diagramm der verschiedenen Ventile für Gas.

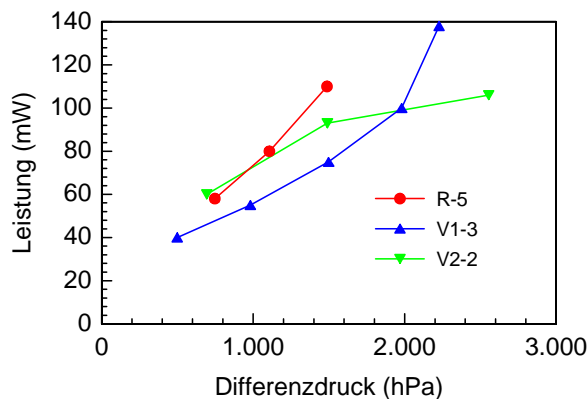


Abbildung 6.19: Druck-Leistungs-Diagramm der verschiedenen Ventile für Wasser.

6.2.2 Dynamische Messungen

Wie in Abschnitt 3.6 erläutert, wird bei den dynamischen Messungen die leistungsabhängige Schließ- und Öffnungszeit des Mikroventils mit einem thermischen Durchflusssensor ermittelt. Da in diesem Fall keine absoluten Durchflüsse gemessen werden, ist das Sensorsignal in den folgenden Abbildungen ohne Skalierung aufgetragen. Die Schließ- u. Öffnungszeit wird aus der Zeitdifferenz ermittelt, die zum Erreichen von 90 % der Endimpulse erforderlich ist.

6.2.2.1 Dynamische Gasdurchfluß-Messungen

Die zeitaufgelösten Durchfluss-Kennlinien der drei Ventilvarianten sind für Gasbetrieb in Abbildung 6.20 bei 1500 hPa dargestellt. Mit einem elektrische Impuls wird der FGL-Mikroaktor beheizt, um das Mikroventil zu schließen. Die Schließzeit des Mikroventils wird mit t_s , die Öffnungszeit mit t_o bezeichnet. Die verwendete Pulsdauer zum Schließen der Ventile ist 2 ms. Die Leistung wird durch die angelegte Spannung U und dem Gesamtaktorwiderstand R aus der Gleichung $P=U^2/R$ ermittelt. Die für das Schließen erforderliche Leistung des Ansteuerpuls beträgt für Ventil R-5 ca. 1,4 W, für Ventil V1-3 ca. 1,3 W, und für Ventil V2-2 ca. 2,0 W.

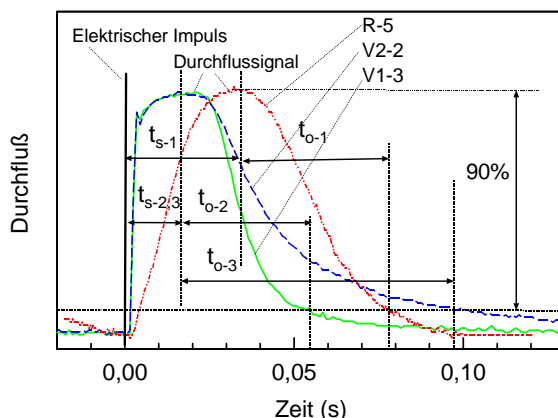


Abbildung 6.20: Vergleich der Öffnungs- und Schließzeiten von Ventile R-5, V1-3 und V2-2 bei 1500 hPa mit einem Ansteuerpuls von 2 ms.

Im Vergleich zu der Schließzeit beim Referenzventil R-5 von $t_{s-1} = 40$ ms sind die Schließzeiten der Ventile mit thermischer Isolierscheibe deutlich kürzer. Die Schließzeiten der Ventile V1-3 und V2-2 sind in diesem Fall identisch und betragen ca. $t_{s-2,3} = 18$ ms. Die Kennlinie des Referenzventils zeigt eine Öffnungszeit von 40 ms. Die Öffnungszeit der Ventile V1-3 bzw. V2-2 beträgt 40 ms bzw. 80 ms. Die Öffnungszeit ist von der Abkühlzeit des Aktors abhängig. Im Vergleich zu Ventil V1-3, das mit einer Keramikscheibe aufgebaut ist, benötigt das, mit PSU-abgeformter Membran aufgebaute Ventil V2-2 eine deutlich längere Öffnungszeit. Diese wird durch die schlechte konduktive Abkühlung zwischen Aktor und Isolierscheibe verursacht. Aus den gemessenen Schließ- und Öffnungszeiten der Ventile werden die maximalen Schaltfrequenzen für den Betrieb mit Gas bei 1500 hPa bestimmt. Es ergeben sich für das Referenzventil R-5 und das Ventil mit abgeformter Membran V2-2 eine maximale Schaltfrequenz von ca. 10 Hz, und für das Ventil mit Keramik Isolierscheibe V1-3 von ca. 15 Hz. In Abbildung 6.21 und 6.22 werden die gemessenen Kennlinien der Ventile R-5 und V1-2 mit der maximalen Schaltfrequenz dargestellt.

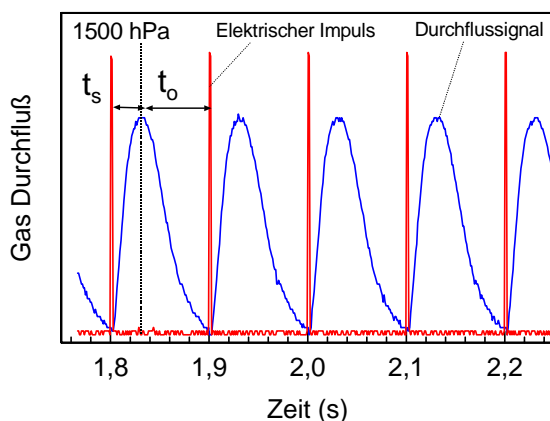


Abbildung 6.21: Zeitaufgelöster Durchfluss-Kennlinien des Ventils R-5 bei maximaler Schaltfrequenz von 10 Hz bei 1500 hPa.

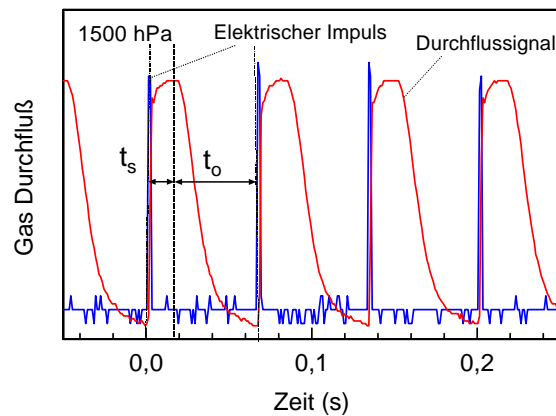


Abbildung 6.22: Zeitaufgelöster Durchfluss-Kennlinien des Ventils V1-3 bei maximaler Schaltfrequenz von 15 Hz bei 1500 hPa.

Bei Untersuchung des dynamischen Verhaltens der NiTi-Mikroventile wird beobachtet, dass die Schließzeit der Ventile sehr stark leistungsabhängig ist. In Abbildung 6.23 ist die Schließzeit des Ventils V1-3 als Funktion der Heizleistung bei verschiedenen Differenzdrücken dargestellt. Die Schließzeit t_s fällt mit zunehmender Leistung ab. Das Verhalten kann durch die folgende Gleichung, die zum Bestimmen der Aufheizzeit von FGL-Drähten verwendet wurde, erklärt werden [66].

$$t_s = \frac{m \cdot (cp \cdot \Delta T(p) + Q_t) + W(p)}{P_{elek} - P_{conv}(p) - P_{cond}} \quad (6.1)$$

Dabei bezeichnet t_s die Theoretische Schließzeit, P_{elek} die Elektrische Heizleistung, $W(p)$ die Hubarbeit, cp die Spezifische Wärmekapazität, m die Masse des FGL-Bauteiles, p die Anliegende Druckdifferenz, P_{conv} die Konvektionsleistung, P_{cond} die Konduktionsleistung, Q_t die Spezifische Transformationsenergie von NiTi, ΔT die Differenz zwischen Raumtemperatur

und Transformationstemperatur.

Die Gleichung zeigt ein reziprokes Verhalten zwischen Schließzeit t_s und elektrischer Heizleistung p_{elek} , welches mit der Kennlinie gut überein stimmt.

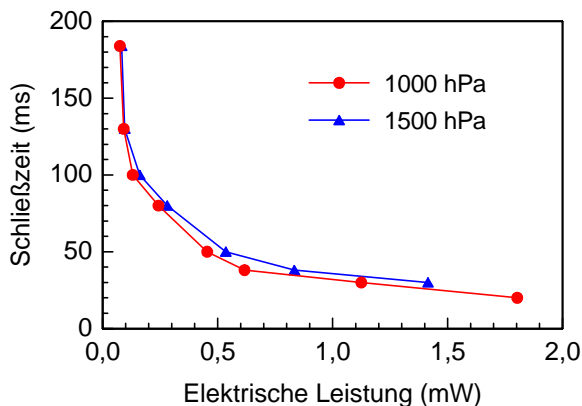


Abbildung 6.23: Schließzeit-Leistung Diagramm des Ventils V1-3.

6.2.2.2 Dynamische Durchfluß-Messungen mit Wasser

Der zeitliche Verlauf des Durchflusses bei Betrieb mit Wasser von Ventil V1-3 ist in Abbildung 6.24 dargestellt. Mit einem Impuls von 2 ms und einer Leistung von 1,77 W kann das Ventil bei 1500 hPa Differenzdruck bis zu einer maximalen Schaltfrequenz von 10 Hz betrieben werden. In diesem Fall beträgt die Schließzeit t_s ca. 25 ms und Öffnungszeit t_o ca. 75 ms. Im Vergleich zu den Betrieb mit Gas in Abbildung 6.20 zeigt die Kennlinie eine längere Schließzeit. Und damit auch einen Anstieg in der Heizleistung. Gleichzeitig wird auch eine zunehmende Öffnungszeit beobachtet.

Die Abbildung 6.25 zeigt eine zeitaufgelöste Durchfluss-Kennlinie von Ventil V2-2 bei einem Differenzdruck von 2000hPa. Die elektrische Impulsdauer beträgt 5 ms, die Leistung 1,39 W. Die Schließ- bzw. Öffnungszeit betragen t_s ca. 38 ms, bzw. t_o ca. 62 ms. In diesem Fall liegt die maximal mögliche Schaltfrequenz bei ca. 10 Hz.

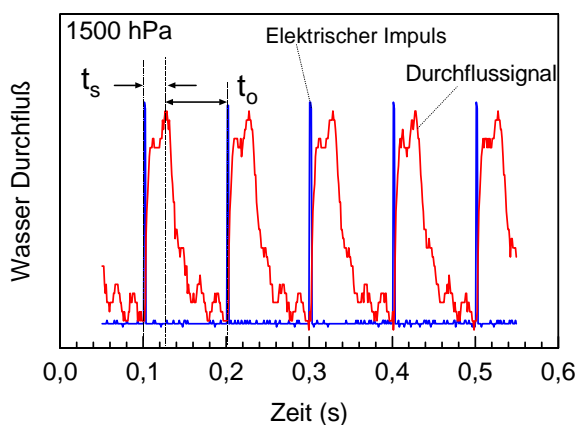


Abbildung 6.24: Typische zeitaufgelöste Durchflusskennlinie des Ventils V1-3 mit maximaler Schaltfrequenz von 10 Hz.

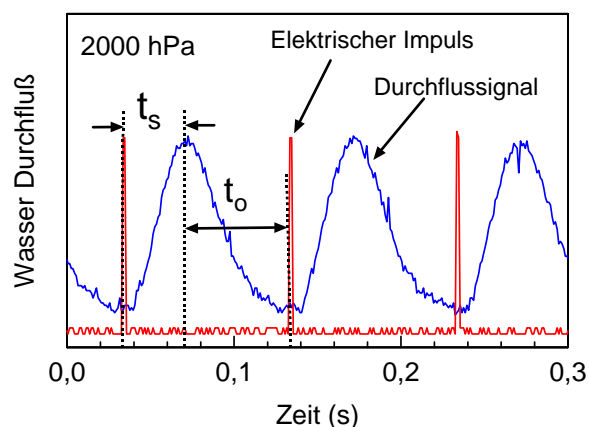


Abbildung 6.25: Typische zeitaufgelöste Durchflusskennlinie des Ventils V2-2 mit maximaler Schaltfrequenz von 10 Hz.

6.2.3 Dauerbetrieb

Zur Untersuchung von Alterungseffekten ist das Ventil V1-3 mit einer Schaltfrequenz von 10 Hz bei 2000 hPa mit Gas über 15 Stunden ($5,4 \times 10^5$ Zyklen) betrieben worden. Dieser Test wurde mit einer Pulsdauer von 2 ms und einer Leistung von ca. 1,3 W durchgeführt. Während des Dauerversuchs wurde das Durchflusssignal des Ventils mit einem Oszilloskop gemessen. Das Ergebnis ist eine nur unwesentliche Änderung des maximale Durchfluss von anfänglich 220 sccm auf 217 sccm.

6.3 Weitere Miniaturisierung des FGL-Mikroventils

Der aktive Teil der untersuchten Ventile besitzt nur eine geringe Fläche von $3,5 \times 3,5 \text{ mm}^2$. Dagegen werden für elektrische Kontaktierung und mechanische Verbindung relative große Flächen benötigt. Die weitere Miniaturisierung hat daher im Wesentlichen die Optimierung der Aufbau-Verbindungs-Technik auf kleinere Fläche zum Ziel. Zum Verkleinern der Gesamtdimension des Ventils werden die Außenabmessung des Ventilgehäuses und der Durchmesser der elektrische Kontaktstifte verkleinert, während die Dimension der Ventilkammer und der Aktorbrücke nicht verändert wird. Es ist ein neues Gehäusedesign entwickelt worden, bei dem die Gesamtabmessung des Ventils $6 \times 6 \times 3 \text{ mm}^3$ inklusive der elektrischen und fluidischen Anschlüsse beträgt. In diesem Design werden beide elektrische Kontaktstifte mit einem Durchmesser von 1 mm auf einer Seite des Aktors angebracht. Abbildung 6.26 zeigt ein Photo des verkleinerten Ventils mit elektrischen Kontaktstiften und fluidischen Anschlüssen.

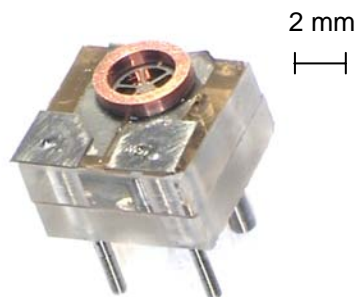


Abbildung 6.26: Photo des verkleinerten FGL-Mikroventils

6.4 Zusammenfassung

In diesem Kapitel ist das normal geöffnete Mikroventil betrieben mit einem NiTi-Mikroaktor aus kaltgewalzter Folie auf der Basis des bisherigen NiTi-Mikroventils optimiert worden. Hierfür sind folgende zwei Verbesserungen eingesetzt worden.

- Laserschweißen als elektrisches Verbindungsverfahren.

Die Eigenschaften der Mikroventile sind stark abhängig von dem elektrischen Verbindungsverfahren, da der Mikroaktor elektrisch angetrieben wird. Ein großer Übergangswiderstand der elektrischen Verbindung führt zu einem großen Leistungsverlust.

Damit wird auch die dynamische Eigenschaft des Mikroventils beeinflusst. Deshalb ist das in Abschnitt 4.7.1 beschriebene Laserschweißen als elektrisches Verbindungsverfahren beim Bau des Mikroventils eingesetzt worden.

- Neues Ventilkonzept mit thermischer Isolierung.

Bei dem bisherigen Ventilkonzept wird der Mikroaktor direkt mit der Membran verbunden. Es führt zu einer Wärmeverluste des Mikroaktors durch die thermische Kopplung zwischen Mikroaktor und Medium. Darüber hinaus führt der erhöhte Leistungsbedarf zu einer längeren Aufheizzeit des Mikroaktors und damit zu einer längeren Ansprechzeit des Mikroventils. Dies wirkt sich insbesondere bei Betrieb mit Wasser aus. Für die weitere Verbesserung ist ein neues Ventilkonzept mit thermischer Isolierung entwickelt worden. Die thermische Isolierung ist durch eine Keramikscheibe oder eine gestufte abgeformte PSU-Membran realisiert worden.

Durch Einsatz des neuen Ventilkonzeptes und des Laserschweißens werden die Eigenschaften der NiTi-Mikroventile für den Gasbetrieb von maximal schaltbaren Druckdifferenz von 2500 hPa, der entsprechenden Schließleistung 80 mW und der maximalen Schaltfrequenz 7 Hz auf 4000 hPa, 75 mW und 15 Hz verbessert. Für den Betrieb mit Wasser werden die Eigenschaften von maximal schaltbaren Druckdifferenzen 880 hPa, der entsprechenden Schließleistung 120 mW und der maximalen Schaltfrequenz 0,5 Hz auf 2900 hPa, 75 mW und 10 Hz verbessert. In dem neuen Ventil wird eine maximale Energiedichte von ca. $9 \times 10^6 \text{ J/m}^3$ erreicht.

Die wichtigsten Eigenschaften der bisherigen und neu entwickelten NiTi-Mikroventilen sind zum Vergleich in Tabelle 6.4 zusammengestellt.

Tabelle 6.4: Vergleichen der wichtigen Spezifikationen.

	Gas			Wasser		
	D_{\max}	P_{\max}	f_{\max}	D_{\max}	P_{\max}	f_{\max}
Bisherige Ventile	2500 hPa	80 mW	7 Hz	880 hPa	120 mW	0,5 Hz
Neu entwickelte Ventil V1-3	4000 hPa	75 mW	15 Hz	2900 hPa	75 mW	10 Hz

D_{\max} : maximale Druckdifferenz;

P_{\max} : maximale Leistung;

f_{\max} : maximale Schaltfrequenz.

7 Normal geöffnetes Mikroventil für Anwendungen über 100 °C

In diesem Kapitel wird ein normal geöffnetes Ventil mit einem NiTiPd-Mikroantrieb für die Anwendung über 100 °C vorgestellt. In Abschnitt 7.1 wird die Motivation zur Entwicklung des Ventils erläutert und eine Übersicht zum Ventildesign gegeben. Anschließend werden die statischen und dynamischen Eigenschaften beim Betrieb mit Gas in Abhängigkeit von der Temperatur vorgestellt und bewertet.

7.1 Übersicht

7.1.1 Motivation

Viele Anwendung z.B. im Automobil oder bei der Hochtemperatur-Gas-Chromatographie erfordern erhöhte Betriebstemperaturen von Ventil-Systemen. Um den Einsatztemperaturbereich des FGL-Mikroventils zu erweitern, wird eine FG-Legierung mit hoher Umwandlungstemperatur benötigt. Bei erhöhter Temperaturdifferenz zwischen Betrieb- und Umgebungs-Temperatur sind außerdem verbesserte dynamische Eigenschaften zu erwarten.

Bislang wurden verschiedene FGL-Dünnschichten mit hohen Umwandlungstemperaturen A_f über 100 °C hergestellt, z.B. NiMnGa [67, 68], NiTiHf [69-72], und NiTiPd [73,74]. Prinzipiell sind diese Materialsysteme für Ventilanwendungen bei hoher Temperatur geeignet. Das NiTiHf zeigt jedoch eine große Temperaturdifferenz zwischen A_f und M_f , die zu einer höheren Ansteuerleistung und einer begrenzten Dynamik führt. Diese Eigenschaften sind stark abhängig vom Hf-Gehalt [75]. Das NiMnGa zeigt zusätzlich zum FGE noch einen magnetischen Effekt, der zum Rückstellen des Aktors im leistungslosen Betrieb genutzt werden kann [76]. Das NiTiPd zeigt einen reinen FGE, der in einem weiteren Temperatur-Bereich bis 700 °C einstellbar ist, mit einer relativ schmälere Hysterese als NiTiHf. In dieser Arbeit wird das in Kapiteln 5 charakterisierte NiTiPd verwendet.

Bisher wurde $Ti_{54}(Ni_{40}Pd_{60})_{46}$ am IMT schon als Mikroantrieb in Ventilen eingesetzt [77]. Zur Herstellung der NiTiPd-Schicht wurde das Material direkt auf ein mit einer Au-Opferschicht bedecktes Keramiksubstrat gesputtert, welche zur Entfernung der NiTiPd-Schicht diente. Danach wurde die NiTiPd-Schicht mit einem elektrolytischen Photoätzverfahren strukturiert [78]. Dabei treten drei Probleme auf:

- Beim Konditionieren diffundiert Au in die NiTiPd-Schicht. Dies führt zu einer Abnahme der Umwandlungstemperatur. Entsprechend niedrig ist die maximale Betriebstemperatur des Ventils.

- Durch Diffusion geht die Opferschicht verloren. Folglich lässt sich der FGL-Mikroantrieb nach dem Strukturieren nur schwer vom Keramiksubstrat entfernen.

In dieser Arbeit werden diese Probleme wie folgt gelöst:

- Zum Vermeiden der Au-Diffusion wird eine freitragende NiTiPd-Schicht verwendet, die direkt vom Hersteller bezogen wird.
- Ein neuer Ätzprozess wird in Abschnitt 4.1.2 für die nasschemische Mikrostrukturierung des NiTiPd entwickelt.

Wie in Kapitel 5 erläutert, beträgt die Umwandlungstemperatur des in diesem Kapitel verwendeten NiTiPd ungefähr M_f / A_f 112/171 °C. Die maximale reversible Dehnung beträgt ca. 0,3 %. Deshalb lässt sich der NiTiPd-Mikroaktor bis zu einer Anwendungstemperatur über 100 °C betreiben.

7.1.2 Herstellung

Für das NiTiPd-Ventil wird das in Abbildung 6.5 gezeigte Ventilkonzept verwendet. Wegen der hohen Umwandlungstemperatur des Materials spielt die thermische Isolierung zwischen dem Aktor und dem durchfließenden Medium bei diesem Ventil eine größere Rolle als beim NiTi-Ventil. Zur thermischen Isolierung wird hierbei eine 630 µm dicke Keramikscheibe eingesetzt. In diesem Fall kann die gestufte PSU-Membran nicht mehr verwendet werden, da die maximale Temperatur für die Wärmeformbeständigkeit von PSU bei nur 178 °C liegt und daher leicht überschritten werden kann [47].

Zur Anwendung des Ventils im Hochtemperaturbereich sollten alle Materialien der Ventilbauteile mindestens bis zur Temperatur der vollständigen Phasenumwandlung von $A_f=171$ °C stabil bleiben. Die Materialien der Membran und des Gehäuses müssen auf ihre Verwendbarkeit bis zu diesen Temperaturen überprüft werden. Die Grenztemperatur des Polyimid (PI) bei Langzeitbeanspruchung liegt bei ca. über 180 °C [47], so daß dieses Material weiterhin verwendet wird. Da die Grenztemperatur für die Wärmeformbeständigkeit von PMMA nur bei 74 °C liegt [47], wird in diesem Fall das Gehäuse aus PES (Polyethersulfone) hergestellt, dessen Wärmeformbeständigkeit über 203 °C liegt [47].

Zur mechanischen Verbindung wird das gleiche Klebverfahren wie beim NiTi-Ventil verwendet. Es wird hierbei ein 2-Komponenten Epoxidharzklebstoff „Epo-Tek Kapillarkleber“ eingesetzt, da dieser bis 300 °C hitzebeständig ist. Zur elektrischen Kontaktierung wird weiter das Laserschweißen eingesetzt. In diesem Fall spielt nicht nur der kleine Übergangswiderstand sondern auch die thermische Stabilität des Verfahrens eine große Rolle (siehe Abschnitt 4.7.1). Die Gesamtabmessungen des Ventils betragen $6 \times 11 \times 4$ mm³, einschließlich der elektrischen Kontaktierungen.

7.1.3 Designparameter

Die wichtigsten Designparameter des entwickelten NiTiPd-Mikroventils sind in Tabelle 7.1 zusammengestellt. Das hier verwendete Aktordesign ist das gleiche wie beim NiTi-Mikroaktor. Auf Grund der geringeren Dicke der Dünnschicht von nur 8 µm wird in diesem Fall eine Distanzscheibe mit einer Höhe von 50 µm verwendet.

Tabelle 7.1: Wichtige Designparameter des NiTiPd-Mikroventils.

NiTiPd-Mikroaktor			Membran	Ventilkammer	Isolierungsschicht
Dicke (µm)	Stegbreite (µm)	Vorauslenkung durch Distanzscheibe (µm)	Dicke (µm)	Durchmesser (mm)	Dicke (µm)
8	120	50	5	2	630

7.2 Charakterisierung

In diesem Abschnitt werden die stationären und dynamischen Eigenschaften des NiTiPd-Mikroventils für den Betrieb mit Gas bei verschiedenen Umgebungstemperaturen charakterisiert. Als Durchfluß-Medium wird hier Stickstoff verwendet. Zur Einstellung der Umgebungstemperatur wird das Ventil in einen Thermostat eingelegt, der mit einer zusätzlichen Heizung erwärmt werden kann (der Aufbau ist in Abbildung 3.3 dargestellt). In diesem Fall wurde kein Vakuum verwendet, um die reale Anwendungsumgebung zu simulieren. Nach der Kalibrierung variiert die maximale Temperaturabweichung im Thermostat zwischen $\pm 5^\circ\text{C}$ im Bereich unter 120 °C.

7.2.1 Stationäre Gasdurchfluß-Messungen

In Abbildung 7.1 sind typische Durchfluss- und Widerstands-Kennlinien des Ventils bei verschiedenen Umgebungstemperaturen unter 120 °C bei einem Differenzdruck von 700 hPa aufgeführt. Das Schaltverhalten der Ventile ist auf den FGE zurückzuführen, wie ein Vergleich der beiden Kennlinien zeigt.

Bei 120 °C wird eine Leistung von ca. 80 mW zum Ventilschließen benötigt. Mit Abnahme der Umgebungstemperatur steigt die erforderliche Leistung auf ca. 260 mW bei 20 °C. Der maximale Durchfluss beträgt ca. 18 sccm. Der Gesamtwiderstand erhöht sich wegen dem positiven Temperaturkoeffizienten von NiTi mit dem Anstieg der Umgebungstemperatur. Der Leckfluss beträgt bei 20 °C ca. 0,03 sccm und bei 120 °C ca. 0,02 sccm, was ca. 0,1 % des maximalen Durchflusses entspricht.

Bei weiterem Ansteigen der Druckdifferenz kann das Ventil nicht mehr vollständig geschlossen werden. Die maximal nutzbare Druckdifferenz liegt daher bei ca. 700 hPa. Bei höherer Umgebungstemperatur verringert die einsetzende Phasenumwandlung des Materials den Durchfluss.

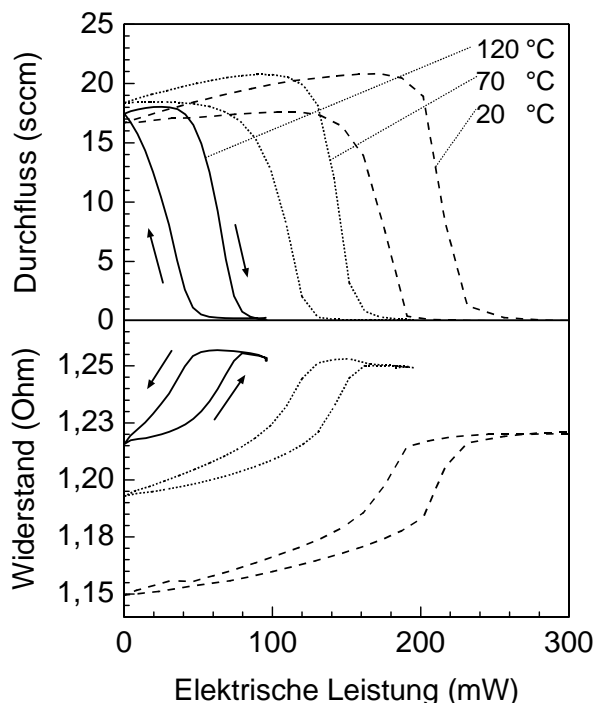


Abbildung 7.1: Durchfluss- und Widerstands-Kennlinie des NiTiPd-Ventils bei Betrieb mit N₂ Gas bei 700 hPa und verschiedenen Umgebungstemperaturen.

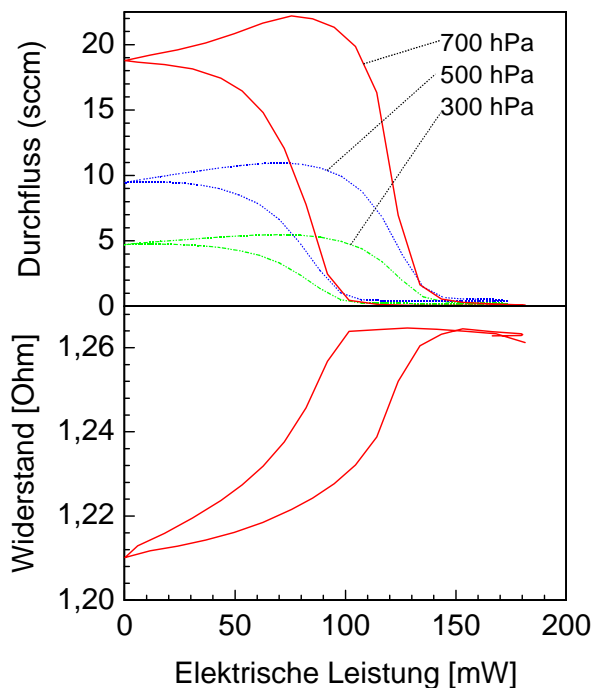


Abbildung 7.2: Durchfluss- und Widerstands-Kennlinie des NiTiPd-Ventils bei Betrieb mit Gas bei verschiedenen Differenzdrücken bei einer Umgebungstemperatur von 100°C.

Abbildung 7.2 zeigt typische Durchfluss- und Widerstands-Kennlinien des NiTiPd-Ventils bei einer Umgebungstemperatur von 100 °C für verschiedene Druckdifferenzen unterhalb 700 hPa. Bei dem maximalen Differenzdruck von 700 hPa zeigt die Kennlinie einen Durchfluss von ca. 19 sccm im geöffneten Zustand. Zum Schließen wird eine Leistung von 145 mW benötigt. Mit der Abnahme des Differenzdrucks verringert sich auch der Durchfluss. Bei 300 hPa beträgt er ca. 5 sccm. Durch den Einsatz der thermischen Isolierscheibe werden die Schließleistung und die Differenz zwischen der Schließ- und Halte-Leistung nicht von der konvektiven Kühlung des Durchflusses beeinflusst. Die Widerstands-Kennlinie zeigt bei den verschiedenen Differenzdrücken den gleichen Verlauf. Der Leckfluss beträgt bei 700 hPa ca. 0.03 sccm und bei 300 hPa ca. 0.01 sccm.

In Abbildung 7.3 sind die benötigten Schließleistungen in Abhängigkeit von der Umgebungstemperatur bei einem Differenzdruck von 700 hPa zusammengefasst. Mit dem Anstieg der Umgebungstemperatur fällt die benötigte Schließleistung nahezu linear ab.

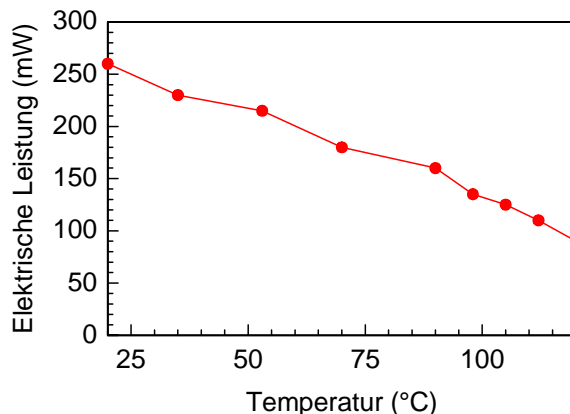


Abbildung 7.3: Die Leistungskennlinie in Abhängigkeit von der Umgebungstemperatur des NiTiPd-Ventils für den Betrieb mit Gas bei 700 hPa.

Der Ventilhub h kann durch den Durchfluß Q mit den Gleichung 2.3 abgeschätzt werden. In diesem Fall beträgt h ca. 8 μm bei dem maximalen Durchfluss von ca. 20 sccm. Anhand der Dicke der Distanzscheibe lässt sich die entsprechenden Dehnung im austenitischen Zustand ε^A und im martensitischen Zustand ε^M durch analytische Modellrechnungen wie in Abschnitt 5.3.2 von ca. 0,26 % bzw. von ca. 0,34 % bestimmen. Entsprechend beträgt die maximale mechanische Spannung im austenitischen Zustand σ^A ca. 69 MPa. Nach der Gleichung 5.9 wird in diesem Fall eine Energiedichte des NiTiPd-Mikroaktors von ca. $0,74 \times 10^6 \text{ J/m}^3$ bestimmt.

7.2.2 Dynamische Gasdurchfluß-Messungen

Das dynamische Verhalten des Ventils im Gasbetrieb wird mit zeitaufgelösten Durchflussmessungen untersucht. Der Gas-Durchfluß wird dabei mit dem gleichen thermischen Durchflusssensor wie in Kapitel 6 ermittelt.

Abbildung 7.4 zeigt eine zeitaufgelöste Durchfluß-Kennlinie des Ventils bei 300 hPa bei verschiedenen Umgebungstemperaturen. Der elektrische Impuls zum Schließen ist 1 ms lang. Die für das Schließen benötigte Leistung nimmt mit der Erhöhung der Umgebungstemperatur ab. Bei 20 °C beträgt die Pulsleistung ca. 7,5 W. Bei 120 °C fällt die Leistung auf ca. 3,3 W ab. In diesem Fall ist die Schließzeit bei 20 °C und 120 °C fast identisch, bei ca. 10 ms. Die Öffnungszeit nimmt erheblich mit steigender Temperatur zu. Bei 20 °C beträgt sie ca. 22 ms, bei 120 °C ca. 75 ms. Dieses Verhalten wird auf die konduktive Kühlung bei den verschiedenen Temperaturdifferenzen zwischen der Umgebungstemperatur und der Umwandlungstemperatur zurückgeführt. Mit den Messergebnissen der Schließzeit und Öffnungszeit konnte die maximal mögliche Schaltfrequenz zum Schließen und Öffnen des Ventils bei verschiedenen Umgebungstemperaturen bestimmt werden.

In Abbildung 7.5 werden die berechneten Frequenzen dargestellt. Aus dieser Kennlinie wird deutlich, dass die Frequenz kontinuierlich mit dem Anstieg der Umgebungstemperatur abnimmt. Sie beträgt bei 20 °C ca. 30 Hz, und bei 120 °C ca. 10 Hz.

In den Abbildungen 7.6 und 7.7 sind die gemessenen Kennlinien des Ventils bei der Temperatur von 20 °C und 100 °C mit der maximalen Schaltfrequenz von 30 und 15 Hz dargestellt.

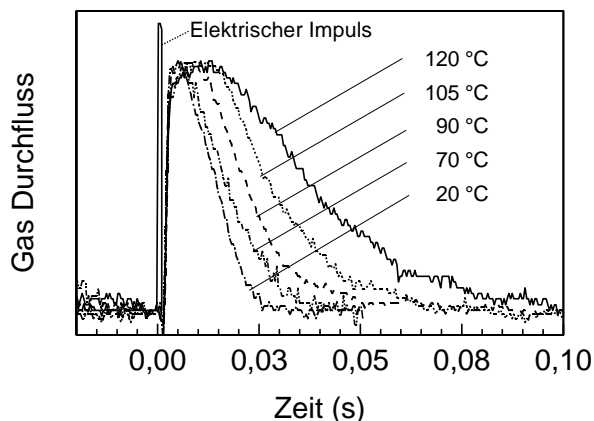


Abbildung 7.4: Vergleich der Öffnungs- und Schließzeiten des Ventils bei verschiedenen Umgebungstemperaturen. Der Steuerpuls ist 2 ms lang.

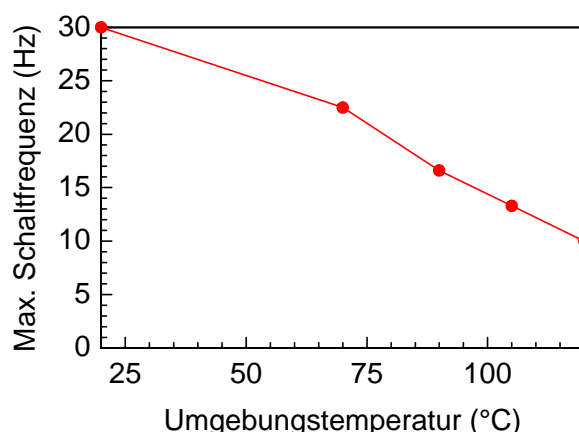


Abbildung 7.5: Maximale Schaltfrequenz des Ventils in Abhängigkeit von der Umgebungstemperatur bei Gasbetrieb und einer Druckdifferenz von 300 hPa.

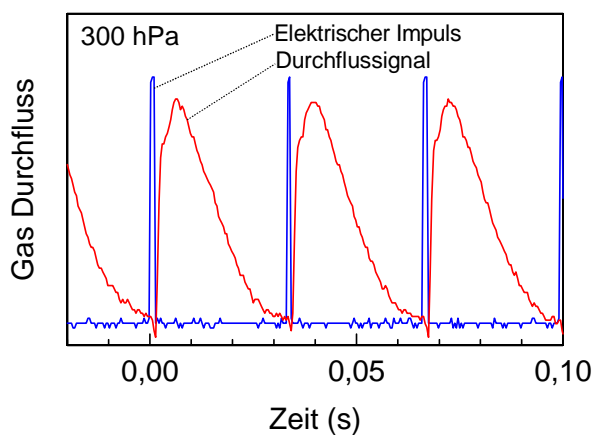


Abbildung 7.6: Durchfluss-Kennlinien bei maximaler Schaltfrequenz von 30 Hz bei einer Umgebungstemperatur von 20 °C und einem Druckdifferenz von 300 hPa. Der Steuerpuls ist 2 ms lang.

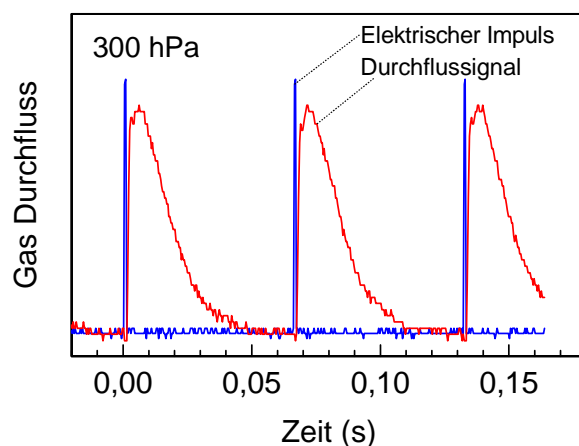


Abbildung 7.7: Durchfluss-Kennlinien bei maximaler Schaltfrequenz von 15 Hz bei einer Umgebungstemperatur von 100 °C und einem Druckdifferenz von 300 hPa. Der Steuerpuls ist 1 ms lang.

7.3 Zusammenfassung

In diesem Kapitel wird erstmals ein NiTiPd-Mikroaktor mit einer hohen Umwandlungstemperatur von über 100 °C als Ventilantrieb verwendet. Wegen der hohen Umwandlungstemperatur wird der Arbeitstemperaturbereich des Ventils von Raumtemperatur bis 120 °C erweitert. Gleichzeitig werden die dynamischen Eigenschaften des Ventils durch die verstärkte konduktive Kühlung deutlich verbessert.

Zur Anpassung an die hohe Umgebungstemperatur wurde für das Gehäuse ein temperaturbeständiger Kunststoff benutzt. Durch Abstimmen der mechanischen (temperaturbeständiger Klebstoff) und elektrischen (Laserschweißen) Aufbau- und Verbindungstechniken konnten die Funktionseigenschaften des Ventils bis zu 120 °C nachgewiesen werden.

Mit dem 8 µm dicken NiTiPd-Mikroaktor kann das Ventil bis einer maximal kontrollierbaren Druckdifferenz von 700 hPa mit einem Durchfluss von ca. 18 sccm arbeiten. Dafür bietet der NiTiPd-Mikroaktor eine Energiedichte von $0,7 \times 10^6$ J/mm³ an. Abhängig von der Betriebstemperatur zwischen 20 °C und 120 °C variiert die benötigte Leistung zwischen 260 und 80 mW. Bei 120 °C beträgt die maximale Schaltfrequenz des Ventils ca. 10 Hz. Mit Abnahme der Umgebungstemperatur nimmt die maximal Schaltfrequenz fast linear zu. Bei Raumtemperatur wird eine kurze Abkühlungszeit des Aktors von 22 ms durch die große Temperaturdifferenz zwischen der Umwandlungstemperatur des Materials und der Umgebungstemperatur erreicht. In diesem Fall zeigt das Ventil eine maximale Schaltfrequenz von 30 Hz.

8 Ventil-Sensor-System

Dieses Kapitel konzentriert sich auf die Kombination der in Kapitel 5 vorgestellten NiTi-Mikroventile mit Durchflusssensoren, um Ventil-Sensor-Systeme für Gase zu realisieren. Dazu werden zwei Systemkonzepte entwickelt, ein modulares und ein integriertes Aufbaukonzept. In Abschnitt 8.1 wird zuerst das modulare Konzept für den Aufbau von Ventil-Sensor-Systemen vorgestellt. Anschließend werden die physikalischen Eigenschaften eines mikrofluidischen Reglers bestehend aus einem normal geöffneten NiTi-Mikroventil und einem Durchflusssensor diskutiert. Abschnitt 8.2 behandelt nachfolgend die physikalischen Eigenschaften eines integrierten Ventil-Sensor-Systems.

8.1 Modulares Ventil-Sensor-System

In den letzten Jahren, entstand eine zunehmende Nachfrage an mikrofluidischen Systemen z.B. für die exakte Dosierung von Gasen und Flüssigkeiten [79]. Dafür sind verschiedene mikrofluidische Komponenten entwickelt worden [8], z.B. Mikroventile (betrieben mit FGL, PZT,...), Mikropumpen, Drucksensoren und Durchflusssensoren. Mikrofluidische Systeme können hybrid oder monolithisch aufgebaut werden. Für modulare Systeme sind bereits einige Konzepte in Siliziumtechnik vorgeschlagen worden [80].

Dieser Abschnitt konzentriert sich auf die modulare Kombination von mikrofluidischen Komponenten aus Kunststoff. Im Folgenden wird ein modular aufgebautes mikrofluidisches Ventil-Sensor-System vorgestellt, das ein NiTi-Mikroventil und einen Durchflusssensor enthält, welcher auf dem thermisch anemometrischen Grundprinzip [81] basiert. Nach Diskussion der Eigenschaften der einzelnen Komponenten, werden die dynamische Eigenschaften und die technologischen Aspekte der modularen Systemintegration diskutiert. Der abschließende Teil konzentriert sich auf die physikalischen Eigenschaften des mikrofluidischen Steuersystems.

8.1.1 Modulares Systemkonzept

In Abbildung 8.1 ist eine schematische Darstellung eines modularen Ventil-Sensor-Systems gezeigt. Das System besteht aus drei Ebenen: einer Funktionsebene, einer fluidischen Ebene und einer elektrischen Ebene. Die Funktionsebene enthält zwei Elemente, das NiTi-Mikroventil und den Durchflusssensor. Die Funktionselemente haben einen fluidischen Ein- und Ausgang mit einem Durchmesser von je 0,6 mm auf ihrer unteren Seite, die als Schnittstelle zur fluidischen Ebene dienen. Die fluidische Ebene besteht aus einer 2 mm dicken Polymer-Grundplatte, in der alle fluidischen Kanäle mit einem Querschnitt von $0,6 \times 0,3 \text{ mm}^2$ zwischen den Funktionselementen und den Anschlüssen zu den externen fluidischen Bauteilen durch Fräsen hergestellt werden. Um kleine Totvolumina zu erzielen und die

Ansprechzeit des Sensors zu verbessern, wurde ein geringer Abstand von 4,7 mm zwischen dem Ausgang des Ventils und dem Eingang des Sensors gewählt. Sowohl die Funktionselemente als auch die fluidische Grundplatte enthalten Bohrungen für die elektrischen Anschlüsse zur elektrischen Ebene, die sich unterhalb der fluidischen Ebene befinden. Die elektrische Ebene ist eine gedruckte Leiterplatte, die Öffnungen für elektrische durchgehende Kontakte und einen Stecker enthält.

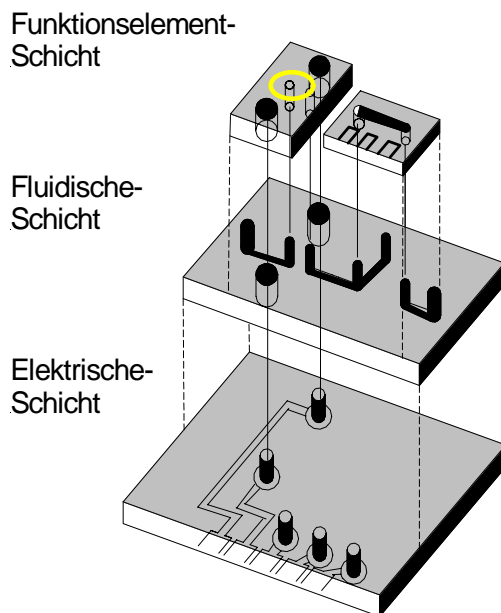


Abbildung 8.1: Schematische Darstellung eines modularen Ventil-Sensor-Systems.

8.1.2 Funktionselemente

8.1.2.1 NiTi-Mikroventil

Für die Realisierung des Systems wird ein normal geöffnetes NiTi-Mikroventil verwendet, um den Gas-Durchfluss zu steuern. Details zum Design, zur Herstellung und zu den Eigenschaften dieses Mikroventils finden sich in Kapitel 6. Der Durchmesser der Ventilkammer und der Ventileingangsöffnung betragen 2 mm, bzw. 200 μm . In diesem Fall beträgt das Totvolumen des Systems ca. 0,05 μl . Um eine thermische Kopplung zwischen Aktor und Fluidkammer zu vermeiden, wird eine in Abformtechnik hergestellte gestufte Membran benutzt. Die durchschnittliche Dicke der Membran beträgt ungefähr 10 μm . Die integrierte Distanzscheibe ist 84 μm dick und hat einen Durchmesser von ungefähr 0,6 mm. Dicke und Breite des NiTi-Mikroaktors betragen ca. 18 μm bzw. 96 μm . Abbildung 8.2 zeigt charakteristische Kennlinien des statischen Gas-Durchfluß-Verhaltes des Ventils und des elektrischen Widerstands des NiTi-Aktors. Für die Versuche mit Stickstoffgas beträgt die maximal schaltbare Druckdifferenz ca. 3000 hPa. Der entsprechende maximale Durchfluss

und die maximale Steuerenergie für den Betrieb sind ungefähr 450 sccm, bzw. 48 mW. Die Leckrate beträgt weniger als 0,1%.

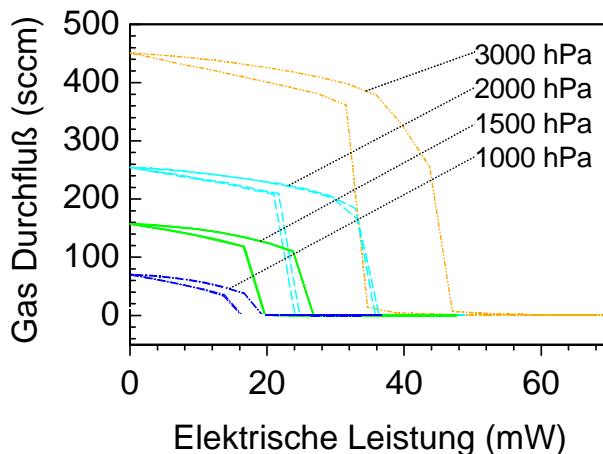


Abbildung 8.2: Kennlinien vom statischen Gas-Durchfluß des verwendeten NiTi-Mikroventils

8.1.2.2 Durchflusssensor

Der Betrieb des Durchflusssensors basiert auf dem thermisch anemometrischen Prinzip. Der Sensor besteht aus einem durch Heißprägen abgeformten oberen und unteren Polymer-Gehäuse, die zusammen einen Kanal bilden. In dem Kanal wird eine Fahne aus einer Polyimid-Membran mit einer Dicke von $2,5 \mu\text{m}$ wie in Abbildung 8.3 aufgehängt, so dass eine thermisch bedingte Verbreiterung des Kanals keinen Einfluss auf das Messsignal hat. In der neutralen Faser der Membran ist ein Platinheizleiter integriert. Durch diese Platzierung der Messstruktur ist keine Verfälschung des Messsignals durch Verbiegungen oder Flatterbewegungen der Fahne möglich [35]. Die Dimensionen des benutzten Durchflusssensors sind $4,5 \times 5,5 \times 1,2 \text{ mm}^3$. Der Querschnitt des Kanals mißt ungefähr $600 \times 800 \mu\text{m}^2$. Der elektrische Widerstand des Heizleiters beträgt ca. 630 Ohm.

Der Durchflusssensor kann auf zwei Weise betrieben werden, mit einem elektrischen Impuls oder mit konstantem elektrischem Strom. Bei Impulsbetrieb wird zuerst die Temperatur der Flüssigkeit durch den Widerstand mit einem niedrigen elektrischen Strom festgelegt, der das System nicht aufwärmt. Dann wird der elektrische Strom weiter erhöht, bis die Widerstandsänderung des Heizleiters einen vorherbestimmten Anstieg seiner Temperatur anzeigt. Die hierzu benötigte Energie wird als Maß für die Strömungsgeschwindigkeit genommen. Die Daten bezüglich der Temperatur und des Durchflusses werden weiter verarbeitet, um die temperaturkompensierten Daten zu ermitteln. Der Vorteil dieses Vorgehens liegt darin, dass das Messsignal durch die Temperaturkompensation nicht von eventuellen Temperaturänderung beeinflusst wird. Nachteile ergeben sich jedoch bezüglich des zeitlichen Ansprechverhaltens, die im Sekundenbereich liegt. Beim Verwenden von

konstantem elektrischen Strom wird die Widerstandsänderung aufgrund des einsetzenden Volumenstroms mit einer Wheatstone'schen Brückenschaltung gemessen. Daraus ergibt sich eine Spannungsänderung, proportional zum Widerstand. In diesem Betriebsmodus zeigt das Messsignal eine gute Ansprechzeit, die Messgenauigkeit wird jedoch von der Temperatur beeinflusst. Um eine bessere Ansprechzeit für die Regelung zu erzielen, wird in dieser Arbeit der Sensor in diesem Modus betrieben.

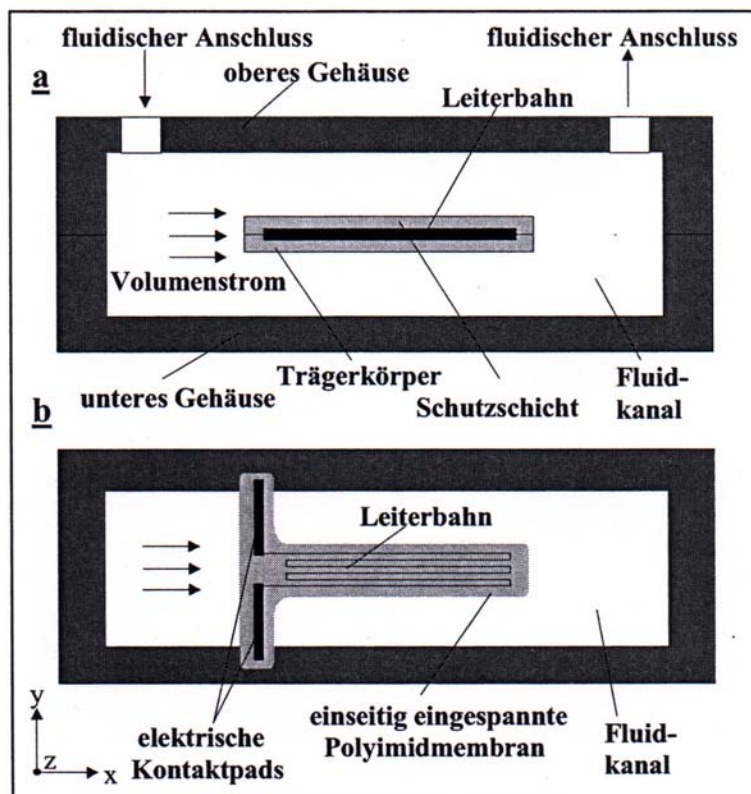


Abbildung 8.3: Schematische Darstellung des Durchflusssensors im Fluidkanal, a) Seitenansicht, b) Draufsicht [35].

Abbildung 8.4 zeigt Kennlinien der Ansprechzeit des Sensors für unterschiedliche Durchflüsse bei Betrieb mit Stickstoffgas. Für eine Heizenergie von 7 mW wird eine Heizzeit t_{90} von ungefähr 2,5 ms im Zustand ohne Durchfluss beobachtet, wobei t_{90} das Zeitintervall eine Signaländerung von 90 % bezeichnet. Die entsprechende Kühlzeit im Zustand ohne Durchfluss beträgt ungefähr 3 ms. Abbildung 8.5 zeigt eine statische Sensorsignal-Durchfluss-Kennlinie bei Raumtemperatur. In diesem Fall ergibt sich eine maximale Temperaturänderung von ungefähr 45 K im Heizleiter. Der Durchfluß wird hier mit einem kalibrierten Standard mit einer Genauigkeit von 0,05 sccm bestimmt. Die maximale Empfindlichkeit beträgt im Durchflussbereich zwischen 0 und 300 sccm ca. 0,1 sccm.

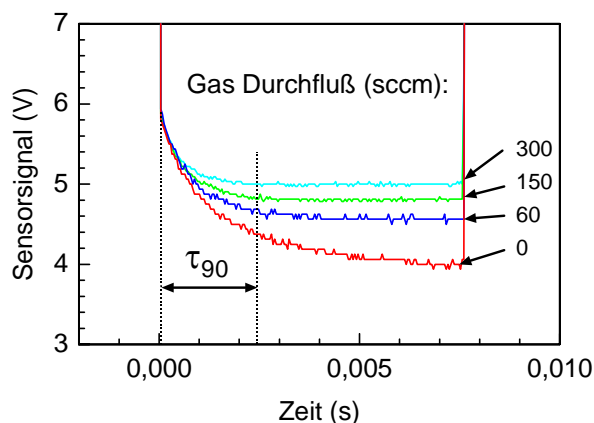


Abbildung 8.4: Sensorsignal als Funktion der Zeit für unterschiedliche Gas-Durchflüsse; τ_{90} bezeichnet das Zeitintervall von 90 % Signaländerung.

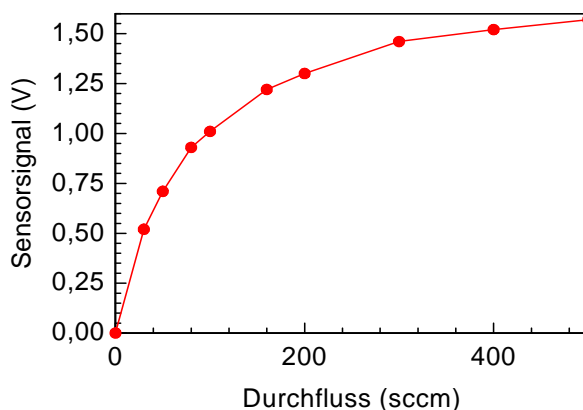


Abbildung 8.5: Sensorsignal als Funktion des Gas-Durchflusses.

8.1.3 Modulare Systemintegration

Der Zusammenbau des modularen Systems wird in wenigen Integrationsschritten durchgeführt. Die fluidischen und elektrischen Ebenen werden mit einem UV-härtenden Klebstoff mit dem in Abschnitt 4.6 beschriebenen Stempelverfahren verbunden. Dann werden FGL-Mikroventil und Durchflusssensor an der fluidischen Ebene mit dem gleichen Klebeverfahren angebracht. Zum Positionieren werden die über alle drei Schichten ragenden Kontaktstifte als Hilfsmittel benutzt. Externe fluidische Anschlüsse werden durch kleine Schläuche mit einem Innendurchmesser von 0,5 mm realisiert. Für die elektrischen Verbindungen werden Metallstifte benutzt. Die Kontaktflächen des FGL-Mikroaktors werden mit den Metallstiften durch Laserschweißen verbunden. Die unteren Enden aller Metallstifte werden auf die gedruckte Leiterplatte gelötet. Für die elektrische Kontaktierung der dünnen Leiterbahnen des Durchflusssensors mit einem Metallkabel werden der in Abschnitt 4.7.2.2 aufgeführte neue Verfahren verwendet. Danach wird das mit dem Sensor verbundene Metallkabel direkt auf die Leiterplatte gelötet. Ein kleiner Stecker dient als elektrische Schnittstelle zur Peripherie. Abbildung 8.6 zeigt einen Prototyp des Durchflussreglers. Die Gesamtgröße des Durchflussreglers beträgt ungefähr $20 \times 25 \times 5 \text{ mm}^3$.

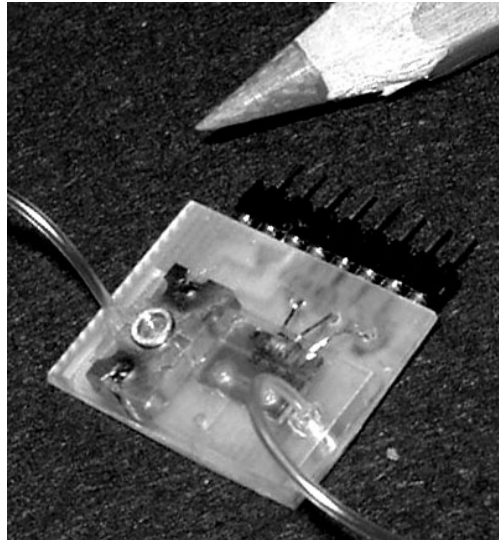


Abbildung 8.6: Prototyp des modularen Durchflussreglers.

8.1.4 Versuchsaufbau

Der Durchflussregler wird mit dem in Abbildung 8.7 gezeigten Messaufbau angesteuert und charakterisiert. Der Prüfstand wird für minimale Strömungsgeschwindigkeiten von 0,1 sccm für Gase entworfen. Der Eingangsdruck kann zwischen 200 hPa und 5000 hPa eingestellt werden. Mit diesem Testsystem kann der Durchflussregler im offenen Regelkreis und in einer geschlossenen Regelschleife mit einem PI-Regler betrieben werden. Das Sensorsignal wird mit einem Oszilloskop angezeigt, und gleichzeitig mit Hilfe einer DAQ-Karte (data acquisition-card, Firma: NI) zu einem Computer übertragen. Der PI-Regler wird mit Hilfe des Programms Labview realisiert.

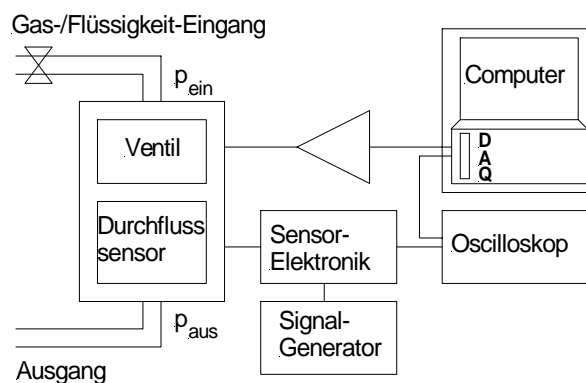


Abbildung 8.7: Schematische Darstellung des Versuchsaufbaus für die fluidischen Messungen; p_{ein} und p_{aus} bezeichnen den Druck am Eingang und den Referenzdruck am Ausgang; DAQ bezeichnet die Datenerfassungskarte.

8.1.5 Fluidische Eigenschaften des Systems

Zuerst wird der mikrofluidische Durchflussregler im offenen Regelkreis betrieben. Dazu werden elektrische Impulse zum dynamischen Testen des Systems verwendet, die auch bei den dynamischen Versuchen des FGL-Mikroventils eingesetzt wurden. Der Durchfluss des Systems wird durch das Ausgangssignal des Durchflusssensors überwacht. Die Impulsenergie ist mit dem 90% Regler so eingestellt worden, dass das System mit genügend Energie versorgt werden kann um das Ventil zu schließen und nur ein minimaler Betrag an zusätzlicher Heizenergie in das System gelangt.

Eine typische Kennlinie des Durchflussreglers beim Betrieb mit Gas ist in Abbildung 8.8 für eine Druckdifferenz von 2000 hPa gezeigt. Die Impulsenergie beträgt ca. 1 W bei einer Frequenz von 10 Hz. Die Zeitkonstanten des Systems für das komplette Öffnen und Schließen betragen ungefähr 20 ms bzw. 50 ms. Sie sind hauptsächlich durch die Heiz- und Abkühl-Zeiten des Mikroaktors bestimmt. Für den Betrieb mit Stickstoffgas ergeben die Zeitkonstanten maximale Betriebsfrequenzen von ungefähr 13 Hz.

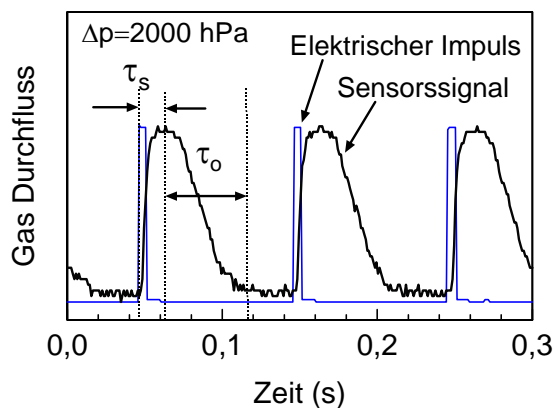


Abbildung 8.8: Kennlinie der Ansprechzeit des Durchflussreglers für Gas bei einer Druckdifferenz von 2000 hPa und einer Ventilfrequenz von 10 Hz.

8.1.6 Modularer Durchflussregler

Um ein geregeltes Verhalten des Durchflussreglers zu erreichen, wird eine Proportional – Integral (PI)-Regler Steuerroutine in das System integriert. Das Signal des Durchflusssensors wird an den Regler weitergeleitet und ein „Feed-back“-Signal an den Mikroaktor zurückgekoppelt.

Um den gewünschten Durchfluss einzustellen, wird der Ist-Wert des Ausgangssignals des Durchflusssensors mit einem eingestellten Soll-Wert verglichen. Die Abweichung zwischen dem Ist-Wert und dem Soll-Wert wird vom Regler ermittelt und zu einem analogen Ausgangssignal gewandelt. In diesem Fall wird die Heizleistung des FGL-Mikroaktors vom

analogen Ausgangssignal der PI-Reglung eingestellt. Diese beeinflusst wiederum die mechanischen Auslenkung des Aktors, und führt am Ende zur Veränderung des Durchflusses.

Um eine gute Steuerungsgenauigkeit des Systems zu erreichen, müssen zwei Faktoren beachtet werden. Einer ist die Nichtlinearität der Leistungs-Durchfluss-Kennlinie des Ventils und der Ausgangssignal-Durchfluss-Kennlinien des Sensors. Zum anderen ist die Hysterese bei der Phasenumwandlung der FGL zu berücksichtigen. Beim Einsatz von NiTi-Mikroaktoren wird nur eine R-Phasenumwandlung verwendet. Obwohl die Hysterese der R-Phase relativ gering ist, kann sie im Steuersystem nicht vernachlässigt werden.

Aufgrund dieser Besonderheiten sind in der Literatur verschiedene Methoden für das Ansteuern von FGL-Mikroaktoren beschrieben worden, wie z.B. der Proportional-Differential(PD)-Kontroller [82] oder der fein regelbare nichtlineare Kontroller [83-85]. Als erster Schritt bei der Entwicklung des Systems wurde zuerst die Integration eines PI-Reglers in das System vorgenommen.

8.1.6.1 PI-Regelung

Eine PI-Regelung führt die gleiche Funktion wie ein Thermostat aus, jedoch mit einem speziellen Algorithmus für die Bestimmung seines Ausgangssignals. Sie betrachtet nicht nur die gegenwärtige Abweichung zwischen Ist- und Soll-Wert sondern auch das Integral der Abweichung über einem bestimmten Zeitintervall, damit sich nicht nur das „wie viel“ einer Korrektur, sondern auch das „wie lang“ zutreffend bestimmen lassen kann. Im Betrieb werden die beiden Werte zuerst jeweils mit einem "konstanten Abstimmungsfaktor" multipliziert und dann zusammen addiert, um die gegenwärtige Stellgröße $CO(t)$ zu erhalten:

$$CO(t) = P \cdot e(t) + I \cdot \left(\int_0^t e(\tau) d\tau \right) \quad (8.1)$$

In Gleichung 8.1, ist P der Verstärkungsfaktor des Proportionalglieds, und I der Verstärkungsfaktor des integrierenden Glieds. $e(t)$ ist die Abweichung zwischen dem Soll-Wert $SP(t)$ und dem Ist-Wert $PV(t)$ zur Zeit t :

$$e(t) = SP(t) - PV(t) \quad (8.2)$$

Die hier verwendete Regelstrecke des mikrofluidischen Reglers ist in Abbildung 8.9 schematisch dargestellt. Ziel ist es dabei, dass der gemessene Ist-Durchfluß den vorgegebenen Soll-Durchfluß in möglichst kurzer Zeit ohne Überschwingen möglichst genau erreichen kann.

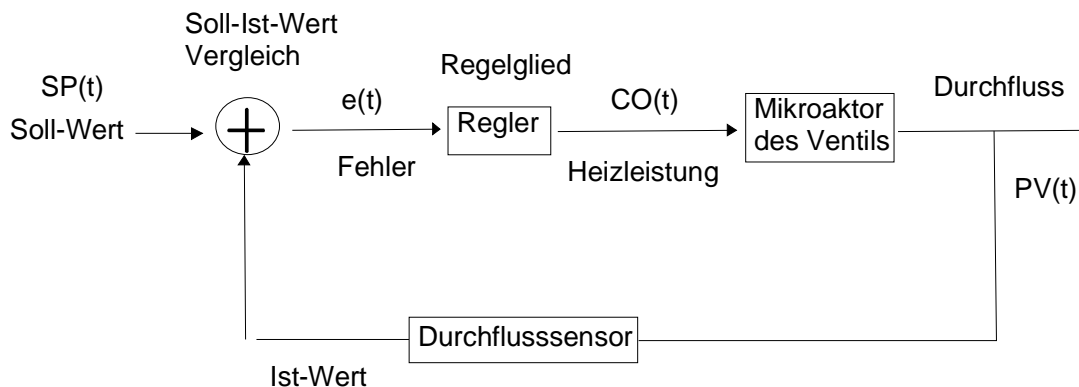


Abbildung 8.9: Schematische Darstellung der Regelstrecke der PI-Regelung

Im Betrieb wird der FGL-Aktor beheizt oder abgekühlt. Durch den thermischen Transport dauert es jedoch eine bestimmte Zeit, bis die gewünschte Umwandlungstemperatur auf der Oberfläche des Aktors erreicht wird. Dadurch entsteht bei FGL-Bauteilen eine leicht zeitverzögerte Reaktion des Aktors, welche sich in der Regelung in Form einer Totzeit auswirkt. Durch die Trägheit der Aktorbewegung entsteht zusätzlich eine Verzögerung in der Regelstrecke. Durch die Totzeit kann ein Regelsystem instabil werden und zum „Aufschwingen“ des Ist-Wertes um den Soll-Wert führen. Eine Verzögerung macht das Regelsystem dagegen tendenziell träge.

Das Regelglied hat die Aufgabe einer stabilen Durchfluß-Kontrolle mit hoher Regelungsgenauigkeit. Die richtig eingestellten Konstanten P und I verändern ständig die Prozessvariable in die gewünschte Richtung, um eine Abweichung zwischen Soll- und Ist-Wert zu beseitigen. Es gibt unterschiedliche Methoden um die Konstanten des P-Gliedes und des I-Gliedes zu bestimmen, z.B. die üblicherweise verwendete Ziegler-Nichols-Methode [86], oder andere mathematische Modelle [87, 88]. Hier wird die einfachste Methode benutzt, die als „trial and error-Methode“ bezeichnet wird.

8.1.6.2 Regelungsergebnisse

Durch die Kombination des Proportional- und des Integrationsgliedes wird eine PI-Regelung realisiert. Das P-Glied ermöglicht eine schnelle Grobregelung in der Nähe des Sollwertes, das I-Glied gleicht die stationäre Regelabweichung aus. Um eine optimale Regelung zu erreichen, sollten die Skalierungsfaktoren beider Regelglieder so eingestellt werden, dass ein Optimum der Regelungsgeschwindigkeit und der Regelgenauigkeit erzielt wird. Mit einem eingestellten P-Glied von 30 und einem I-Glied von 0,0001 werden die Stufenfunktionen der Regelung zur Sollwertvorgabe erstellt.

Abbildung 8.10 zeigt die Regelungscharakteristik am Beispiel einer Treppenfunktion. Im diesem Fall wird das mikrofluidische System bei 1500 hPa mit Gas betrieben. Das System

wird gesteuert, indem der Sollwert schrittweise erhöht wird. Abbildung 8.11 zeigt die Charakteristik einer Sequenz mit Stufen beliebiger Höhe und Richtung.

Aus den Abbildungen 8.10 und 8.11 wird deutlich, dass das System über den ganzen Arbeitsbereich eine unterschiedlich Regelgenauigkeit hat. Im Bereich oberhalb von 90% und unterhalb von 10% des maximalen Durchflusses wird die Regelung des Systems sehr träge und zeigt auch sehr große Abweichungen. Im mittleren Bereich der Kennlinien ist die Regelgenauigkeit viel besser, jedoch zeigt die Regelungscharakteristik bei verschiedenen Durchflüssen verschiedene Reglerabweichungen. Diese resultieren aus der Nichtlinearität des Systems, die abhängig von der Nichtlinearität des Mikroventils und des Durchflusssensors sind.

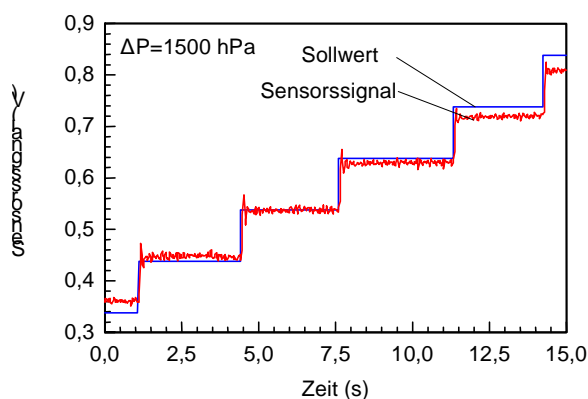


Abbildung 8.10: Treppenfunktion mit optimierten Parametern $P=30$ und $I=0,0001$, bei einer Druckdifferenz von 1500 hPa für Gas-Betrieb.

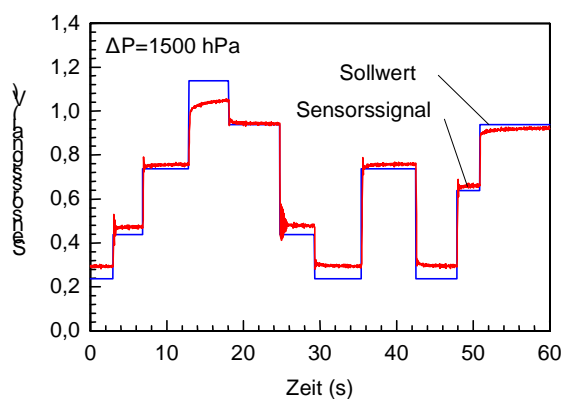


Abbildung 8.11: Sequenz verschiedener Sollpositionen mit den Faktoren $P=30$ und $I=0,0001$ bei einer Druckdifferenz von 1500 hPa für Gas-Betrieb. Im Bereich oberhalb von 90% und unterhalb von 10% wird die Regelung träge und hat große Abweichungen.

Abbildung 8.12 zeigt eine charakteristische Kennlinie des fluidischen Systems, das vom geöffneten Zustand zum geschlossenen und danach wieder zum geöffneten Zustand mit einem bestimmten Leistungsschritt stufenweise betrieben wird. Außer den oben erläuterten Regelabweichungen sind auch Unterschiede der Regelungsabweichung bei gleich eingestelltem Sollwert in der Öffnungs- und Schließ-Folge des Ventils zu beobachten. Dabei spielt die Hysterese des Materials eine große Rolle. Ein anderer Grund dafür ist die unterschiedliche Wärmetransportzeit des Mikroaktors beim Aufheizen und Abkühlen. Wegen der Nichtlinearität des Systems benötigt der PI-Regler in jedem der kleinen Arbeitsbereiche verschiedene optimale P und I Faktoren, um die gewünschte Reglergenauigkeit und Geschwindigkeit zu erreichen. Bevor man einen adaptiven Regler einzusetzen ist ein gutes Syntheseverfahren zu auswählen.

Abbildung 8.13 zeigt eine Reglerabweichung von einer Messpunkt in der Abbildung 8.12 im mittleren Arbeitsbereich des Systems. Im Vergleich zum eingestellten Sollwert beträgt in diesem Fall die Steuerabweichung δ ungefähr 6%. In diesem Fall beträgt die Zeitkonstante τ ungefähr 200 ms.

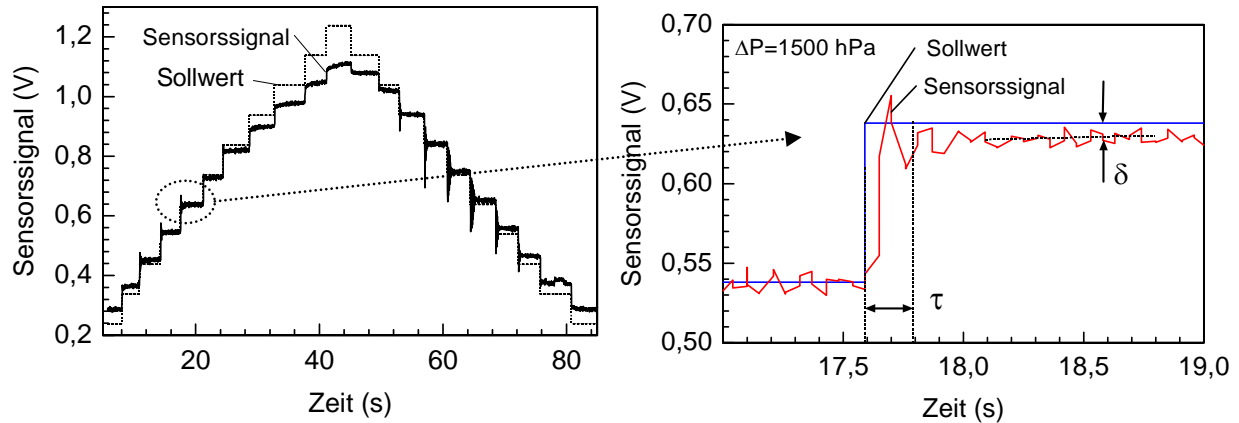


Abbildung 8.12: Der Durchflussregler wird vom Zustand Auf bis Zu, danach wieder von Zu nach Auf mit einem bestimmten Leistungsschritt für gut eingestellte P und I -Faktoren betrieben.

Abbildung 8.13: Die stationäre Abweichung δ im mittleren Betriebsbereich und die Zeitkonstante τ .

8.2 Integriertes Ventil-Sensor-System

In Vergleich zum modularen Aufbaukonzept sind beim hybrid integrierten Design des Ventil-Sensor-System folgende Vorteile zu erwarten [89]:

- Weniger Herstellungsprozesse.
- Kleinere Baugröße, kleinere Totvolumina.
- Besseres Ansprechverhalten des Systems.

Aus diesen Gründen konzentriert sich dieser Abschnitt auf die Kombination von FGL-Mikroventil und Durchflusssensor, zu einem integrierten Durchflussregler. Im Folgenden wird zunächst das Aufbaukonzept und die Herstellungstechnik vorgestellt. Abschließend werden die physikalischen Eigenschaften eines integrierten Durchflussreglers charakterisiert.

8.2.1 Integriertes Systemkonzept

Abbildung 8.14 zeigt eine schematische Darstellung des integrierten Ventil-Sensor-Systems. Das gesamte System besteht aus 8 Komponenten: Gehäuse, mit dem Sensor integrierte

Membran, Keramik-Isolierscheibe, Distanzscheibe, FGL-Aktor, Cu-Kühlring, elektrische Kontaktstifte und ein Deckel zum Abschließen der Sensorkammer.

In diesem Konzept sind Ventil und Sensor in einem Gehäuse aus PMMA integriert. Als Demonstrator wurde es in dieser Arbeit durch Fräsen hergestellt. Im Vergleich zu dem Ventilgehäuse (siehe Abbildung 6.5) wird hier ein mit der Ventilkammer verbundener fluidischer Kanal entworfen, der mit dem gefrästen Kanal auf der Unterseite des PMMA-Deckels zusammen eine Sensorkammer bildet. Durch dieses Design beträgt die Entfernung zwischen dem Ventilsitz und dem Durchflusssensor nur ca. 3,5 mm. Weil der Durchflusssensor in der neutralen Faser einer 2,5 μm dicken PI-Membran integriert ist [15], wird in diesem Design die PI-Membran gleichzeitig vom Ventil mit verwendet. Um an der kleinen Gesamtbaugröße des Systems anzupassen, wird hier das in Abschnitt 6.3 beschriebene verkleinerte NiTi-Mikroventil verwendet. Dadurch verringert sich der Durchmesser des Kontaktstifts bis zu 1 mm. Zur thermischen Isolierung wird hier eine 630 μm dicke Keramik-Isolierscheibe verwendet.

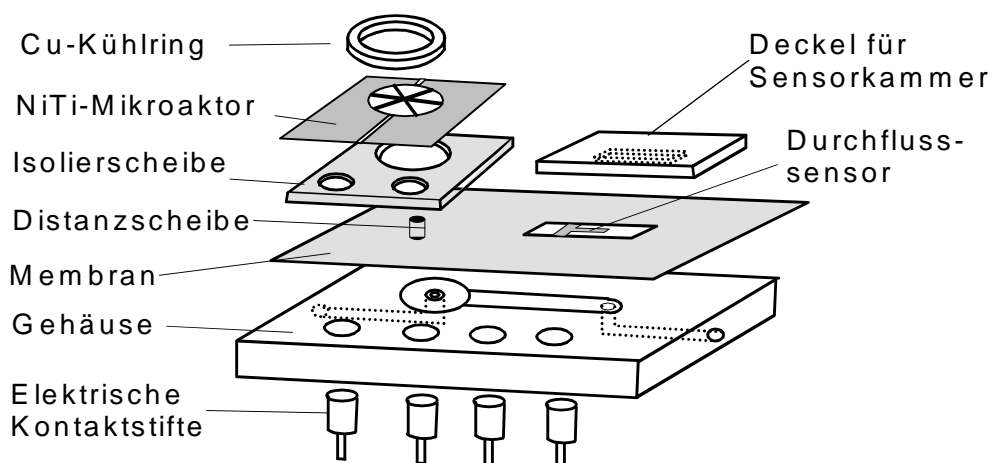


Abbildung 8.14: Schematische Darstellung des integrierten Ventil-Sensor-Systems.

8.2.2 Systemintegration

Zum Aufbau eines Durchflussregler-Demonstrators wird zunächst das Gehäuse durch Kapillarkleber mit der im Sensor integrierten Membran verbunden. Der wichtigste Punkt in diesem Schritt ist die Positionierung des Gehäuses auf der Membran, damit sich die Fahne des Sensors im fluidischen Kanal befindet und nicht mit dem Gehäuse verklebt. Dabei helfen die durch Lithographie hergestellten Positionierungsstrukturen auf der Membran. Anschließend werden Keramik-Isolierscheibe, FGL-Mikroaktor und Cu-Kühlring zusammen in das Ventil integriert. Der Deckel wird abschließend unten Mikroskop auf dem Gehäuse positioniert und mit Kapillarkleber verklebt. Externe fluidische Anschlüsse werden durch Kapillarrohre mit einem Außen- und Innendurchmesser von 0,6 und 0,3 mm verwirklicht. Für

die elektrische Verbindung des Ventils wird die Kontaktfläche des FGL-Aktors mit dem Kontaktstift durch Laserschweißen verbunden. Die Leiterbahn des Durchflusssensors wurde mit dem in Abschnitt 4.7.2.2 beschriebenen elektrischen Kontaktierungsverfahren mit einem Cu-Ring verlötet. Anschließend wird der Cu-Ring mit den Kontaktstiften verlötet. Die Metallstifte dienen als elektrische Schnittstelle des Systems zur Peripherie. Abbildung 8.15 zeigt einen Prototypen des integrierten Durchflussregler. Die gesamte Größe des Systems beträgt $6 \times 11 \times 3 \text{ mm}^3$.

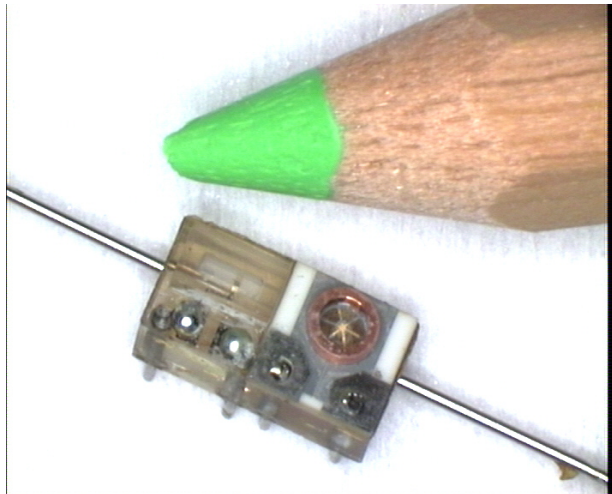


Abbildung 8.15: Prototyp eines Durchflussreglers in integrierter Bauweise.

8.2.3 Funktionselemente

Bevor das System getestet wird, werden zunächst Ventil und Sensor separat für den Betrieb mit Gas charakterisiert.

8.2.3.1 NiTi-Mikroventil

Wie beim Durchflussregler in modularer Bauweise werden hier beim Mikroventil gleiche Designparameter verwendet. Eine Ausnahme ist die Dicke der PI-Membran, die in diesem Fall $2,5 \mu\text{m}$ beträgt. Mit einer Distanzscheibe von $0,6 \text{ mm}$ Durchmesser besitzt der FGL-Mikroaktor eine Vorauslenkung von ca. $80 \mu\text{m}$. Dicke und Breite einer Aktorbrücke betragen ca. $17,5 \mu\text{m}$ und $100 \mu\text{m}$.

Abbildung 8.16 zeigt eine typische Durchfluss-Widerstand-Kennlinie des Ventils bei stationärem Betrieb mit Stickstoffgas unterhalb 3000 hPa . Bei 3000 hPa betragen der entsprechende maximale Durchfluss und die Schließleistung ca. 600 sccm beziehungsweise 70 mW . In diesem Fall beträgt die Leckrate ungefähr $0,1 \text{ sccm}$.

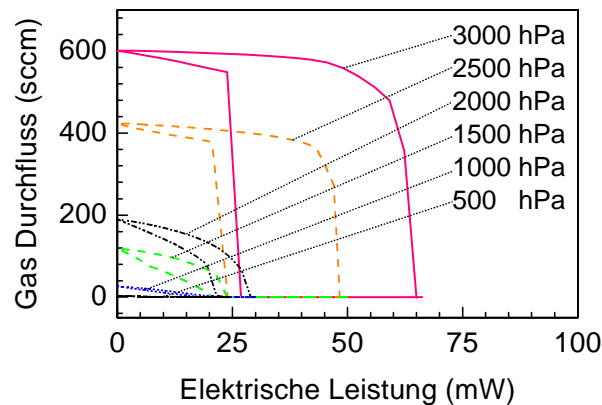


Abbildung 8.16: Gas-Durchfluss-Kennlinien bei statischem Betrieb des Ventils.

8.2.3.2 Durchflusssensor

In diesem Design beträgt der Querschnitt des Sensorskanals $1 \times 1 \text{ mm}^2$. Der Widerstand des Heizleiters ist ca. 470 Ohm. Mit dem standardmäßig verwendeten Durchflussmessgerät MKS wird das Sensorsignal in Abhängigkeit vom Durchfluss bei Raumtemperatur kalibriert. In Abbildung 8.17 ist eine Sensorsignal-Durchfluss-Kennlinie gezeigt. Mit dem Anstieg des Durchflusses zeigt die Kennlinie eine abnehmende Empfindlichkeit.

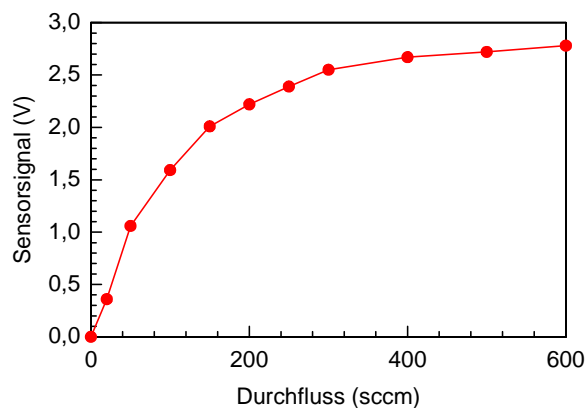


Abbildung 8.17: Sensorkennlinie als Funktion des Gas-Durchflusses.

8.2.4 Fluidische Eigenschaften des Systems

Zur Untersuchung des Systems wird der in Abbildung 8.7 gezeigte Versuchsaufbau verwendet. Die dynamischen Eigenschaften des Systems werden auf die gleiche Weise wie in Abschnitt 8.1.5 im offenen Regelkreis-Modus charakterisiert. In Abbildung 8.18 ist eine zeitaufgelöste Gas-Durchfluß-Kennlinie bei einer Druckdifferenz von 2000 hPa gezeigt. Die Impulslänge betragen 5 ms, die Zeitkonstanten des Systems für das komplette Öffnen und Schließen

betragen ca. 20 ms beziehungsweise 40 ms. In diesem Fall wird eine maximale Betriebsfrequenz von ca. 16 Hz erreicht.

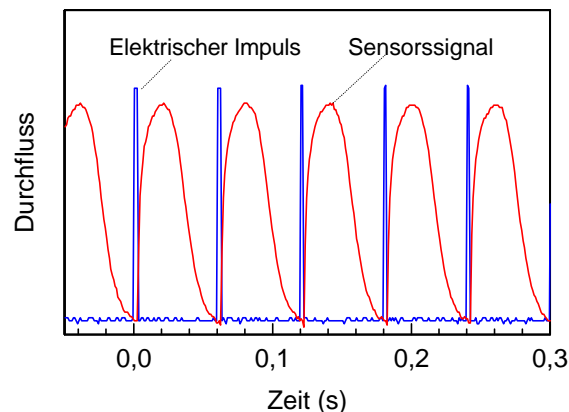


Abbildung 8.18: Gas-Durchfluß als Funktion der Zeit. Die Leistungssignale sind ebenfalls dargestellt.

8.2.5 Integrierter Durchflußregler

In einem geschlossenen Regel-Modus wird das System mit der PI-Regelung charakterisiert. Abbildung 8.19 zeigt die Regelungscharakteristik einer Treppenfunktion im ganzen Arbeitsbereich mit den beiden Skalierungsfaktoren $P=28$ und $I=0,01$. In diesem Fall wurde der mikrofluidische Regler bei 2000 hPa mit Gas betrieben. Der maximale Durchfluß beträgt ca. 330 sccm.

Die Kennlinie zeigt das gleiche Verhalten wie bei der PI-Regelung des modularen Durchflußreglers. Über den ganzen Arbeitsbereich wird eine unterschiedliche Reglergenauigkeit beobachtet. Im mittleren Arbeitsbereich der Kennlinien ist die Regelungsgenauigkeit viel besser als im Bereich oberhalb von 90% und unterhalb von 10% des maximalen Durchflusses. Die Regelungsabweichungen werden sowohl bei zunehmendem als auch bei abnehmendem Durchfluß beobachtet.

Abbildung 8.20 zeigt eine Reglerabweichung eines gemessenen Bereiches (siehe Abbildung 8.19) im mittleren Arbeitsbereich des Systems. Im Vergleich zum eingestellten Sollwert beträgt in diesem Fall die Steuerabweichung δ und die Zeitkonstante τ wie beim modularen Durchflußregler ungefähr 6% bzw. 200 ms.

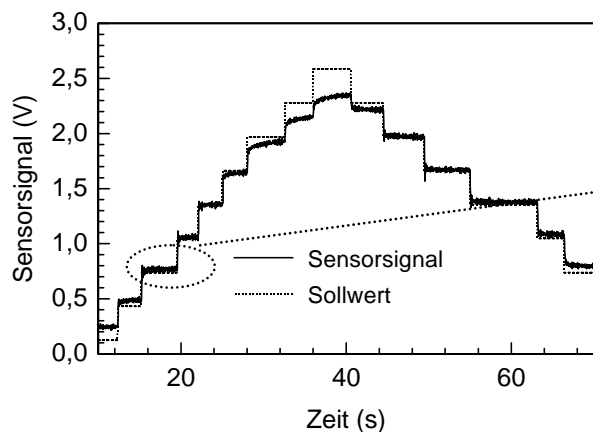


Abbildung 8.19: Der mikrofluidische Durchflussregler wird vom geöffnetem -, zu geschlossenem Zustand, anschließend von geschlossenem -, zu geöffnetem Zustand in einem bestimmten Leistungsschritt betrieben.

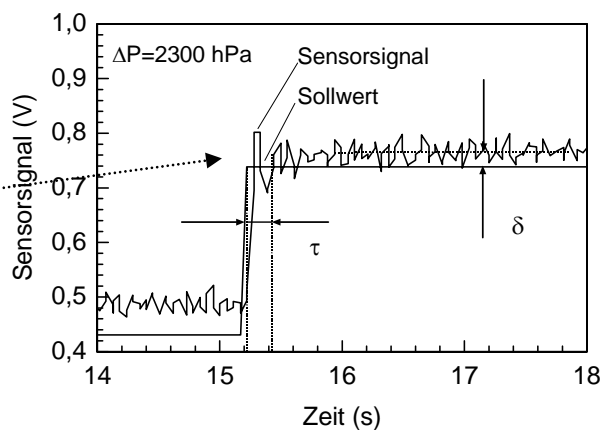


Abbildung 8.20: Die Steuerabweichung δ im mittleren Betriebsbereich und die Zeitkonstante τ .

8.3 Zusammenfassung

- Modulares Ventil-Sensor-System

Ein neuartiges Konzept für die modulare Systemintegration von auf Kunststoffen basierenden mikrofluidischen Bauelementen ist hier entwickelt worden. Auf diese Weise konnte eine große Flexibilität beim Systementwurf im Vergleich zum Hybrid-Design realisiert werden.

Damit wird die Kombination eines FGL-Mikroventils und eines Durchflusssensors durchgeführt, um einen mikrofluidischen Durchflussregler zu erhalten. Bei dem verwendeten Durchflusssensor beträgt die maximale Durchflusssensitivität des Systems ca. 0.1 sccm. Die dynamischen Eigenschaften des Systems werden von der Wärmetransportzeit im FGL-Mikroaktor begrenzt, die im Bereich zwischen 20 und 50 ms liegt. Die maximalen Frequenzen zum vollständigen Öffnen und Schließen des Systems liegen bei ca. 13 Hz.

Mit einer PI-Reglung erreicht das System in dem Arbeitsbereich zwischen 10% und 90% des maximalen Durchflusses eine minimale Steuerabweichung von ungefähr 6%. Die entsprechende Zeitkonstante beträgt ungefähr 200 ms. Aufgrund der Nichtlinearität der Eigenschaften des Ventils und Durchflusssensors zeigt das System unterschiedliche Reglergenauigkeiten innerhalb des ganzen Arbeitsbereiches. Gleichzeitig wird dieser von der Umwandlungshysterese des FGL-Aktors beeinflusst. Zur besseren Reglergenauigkeit ist ein adaptives Reglerverfahren, d.h. ein nichtlinearer Controller, für die zukünftige Entwicklung des Systems sinnvoll.

- Integriertes Ventil-Sensor-System

Zur Weiterentwicklung der Ventil-Sensor-Systeme ist ein Integrationsverfahren eingesetzt worden. Mit dem integrierten Design wird der Herstellungsprozess des Systems vereinfacht, und die Gesamtbaugröße verringert. Gleichzeitig wird durch den verkürzten fluidischen Kanal das Ansprechverhalten des Systems verbessert. Durch diese Maßnahmen läßt sich das System mit einer maximalen Frequenz von 16 Hz betreiben.

In diesem Fall erreicht das System mit PI-Reglung in dem Arbeitsbereich zwischen 10% und 90% des maximalen Durchflusses mindestens eine Steuerabweichung von ungefähr 6%, wie beim modularen System. Die entsprechende Zeitkonstante beträgt auch ungefähr 200 ms. Die Größe des Gesamtsystems beträgt nur $6 \times 10 \times 3 \text{ mm}^3$.

9 Zusammenfassung und Ausblick

In Rahmen dieser Arbeit wurden, basierend auf einem Ventilgehäuse aus thermoplastischem Kunststoff, durch einen Formgedächtnis-Mikroaktor betriebene, normal geöffnete Mikroventile weiterentwickelt. Durch die Anwendung einer freitragenden Dünnschicht aus einer Formgedächtnislegierung als Aktormaterial und dem spannungsoptimierten Design, wird eine hohe Energiedichte bei kleiner Baugröße erzielt. Ausgangsmaterialien sind gesputterte NiTiPd-Dünnschichten der Dicke 8 μm bzw. NiTi-Folien, die auf eine Dicke von 20 μm gewalzt wurden. Das Aktordesign besteht aus einer kreisförmigen Anordnung von drei durchgehenden Mikrobrücken mit einer ungefähren Länge von 2 mm und ca. 100 μm Breite.

Für die Mikrostrukturierung der FGL-Dünnschicht wurde ein neuartiges nasschemisches Photoätzverfahren mit hoher Ausbeute entwickelt. Durch ein neues Ventilkonzept und die dazu entwickelten verschiedenen Herstellungsverfahren kann das Ventil eine höhere Druckdifferenz bei geringerer Leistung als zuvor schalten. Ferner wurden die dynamischen Eigenschaften des Ventils deutlich verbessert. Auch der Betrieb mit Wasser, im Gegensatz zu vorherigen Arbeiten, ist nun möglich. Durch den Einsatz von NiTiPd wird der Anwendungstemperaturbereich des Ventils erstmalig auf bis über 100 °C erweitert. Für denkbare Anwendungen wurde das Mikroventil mittels zwei verschiedener Aufbauweisen mit einem Durchflusssensor verbunden, um einen Durchflussregler zu realisieren. Um eine kostengünstigen Massenproduktion zu erreichen, können nahezu alle Bauteile im Batch- Verfahren hergestellt und integriert werden.

Die wichtigsten Ergebnisse der Arbeit können folgenden Themenbereichen zugeordnet werden.

Nasschemische Mikrostrukturierungsverfahren

Ein wichtiger Schritt zur Herstellung der Mikroventile ist die Mikrostrukturierung von FGL-Folien und -Dünnschichten. Um eine parallele und damit kostengünstige Herstellung zu ermöglichen, wurden in dieser Arbeit nasschemische Photoätzverfahren für diese Mikrostrukturierung weiterentwickelt. Bei den bisherigen Verfahren treten folgende Probleme auf:

- Die hohe Aggressivität der verwendeten Ätzlösung führt zur Ablösung der als Ätzmaske dienenden lithographisch strukturierten Photolackschicht oder zu Haftversagen. Die Folgen sind eine schlechte Reproduzierbarkeit und eine Beschädigung der Mikrostrukturen. Sie treten insbesondere bei den für die Mikrosystemtechnik üblichen Strukturabmessungen im Mikrometerbereich auf.
- Wegen der Selektivität der Ätzlösung ist die für NiTi schon bekannte Ätzlösung nicht für NiTiPd geeignet.

Die vorliegende Arbeit vermeidet das Problem der schlechten Haftung des Photolacks durch Einführung einer zusätzlichen chemisch inerten, jedoch selektiv ätzbaren Schutzschicht mit guter Haftfestigkeit um die Lithographiemaske und die Ätzmaske voneinander zu trennen.

Die Anwendung des Verfahrens erlaubt die zuverlässige Herstellung sehr empfindlicher, dünner Mikrostrukturen, bei paralleler Strukturierung und eine Ausbeute von bis zu 100%.

Zur Mikrostrukturierung von NiTiPd-Dünnschichten wurde ein neuartiges nasschemisches Photoätzverfahren weiter entwickelt. Dazu wurden die Schutzschicht und die Ätzlösung entsprechend optimiert.

Dieses entwickelte nasschemische Photoätzverfahren kann auch für andere Metalle mit hoher Korrosionsbeständigkeit verwendet werden. Um die Anforderungen an die geringen lateralen Auflösungen oder Abbildungsschärfe zu erfüllen, kann alternativ die Schutzschicht mit Hilfe einer Maske bereits strukturiert gesputtert werden, wodurch der nachträgliche Schritt der Photolithographie eingespart wird.

Opferschichtverfahren für freitragende Mikrostrukturen

Bei den bisherigen Verfahren der Oberflächen-Mikromechanik muss meistens eine metallische Schicht oder ein Substrat als Opferschicht verwendet werden, auf die die FGL-Dünnschicht abgeschieden wird. Nach dem Sputtern, der Temperung und der Mikrostrukturierung der FGL-Dünnschicht wird die Metallschicht entfernt, um die frei tragenden Strukturen freizulegen. Dabei treten folgende Probleme auf:

- Beim Aufbringen der FG-Legierung kann die Metallschicht in die FGL-Schicht diffundieren.
- Durch die unterschiedliche thermische Ausdehnung zwischen gesputterter Schicht und Substrat wird eine innere Spannung in der FGL-Dünnschicht erzeugt.

Diese Probleme werden bei thermischer Behandlung mit frei tragenden Dünnschichten vermieden, die jedoch nachfolgend wieder auf ein ätzselektives Substrat übertragen werden müssen, um die Mikrostrukturierung durchzuführen.

Dazu wird eine später leicht lösbare Haftschrift verwendet, die nun als Opferschicht dient. Ein solches Opferschichtverfahren ermöglicht, insbesondere bei spröden Dünnschichten und empfindlichen Strukturen, die Strukturierung freitragender Dünnschichten. Dieses Opferschichtverfahren ist nicht nur für die Mikrostrukturierung von Dünnschicht-Materialien mit nasschemischem Photoätzverfahren, sondern auch für andere Strukturierungsverfahren wie z.B. das Laserschneiden sinnvoll.

Elektrische Kontaktierungsverfahren

Der elektrische Übergangswiderstand und die Temperaturstabilität der elektrischen Verbindungen sind für die Verlustleistung und den Anwendungstemperaturbereich des elektrothermisch betriebenen FGL-Mikroaktors entscheidend. In dieser Arbeit wurden bisher verwendete Verfahren wie Drahtbonden, anisotropes Kleben, Lötten und Laserschweißen charakterisiert. In Vergleich zum Drahtbonden und dem anisotropen Kleben erhält man beim Laserschweißen einen sehr kleinen Übergangswiderstand und eine sehr gute Temperaturstabilität. Zudem wird die Probe beim Einsatz nur punktuell aufgeheizt. Die

Einsatzmöglichkeit wird nicht von der Oxidschicht wie beim Lötten beeinflusst. Aus diesen Gründen wird das Laserschweißen beim Ventilbau eingesetzt. Mit Hilfe dieser Anwendung wird die benötigte Leistung des FGL-Mikroventils in Vergleich zum bisherigen Ventil deutlich verringert.

Zur elektrischen Kontaktierung dünner Leiterbahnen auf einem Kunststoffträger ist ein neues Kontaktierungskonzept entwickelt worden, welches die Vorteile des Klebverfahrens und des Lötens kombiniert. Im Vergleich zu anderen Kontaktierungsverfahren, wie anisotropem Kleben, Drahtbonden, Lötten oder Laserschweißen, bietet dieses Verfahren folgende Vorteile:

- Bei der Kontaktierung selbst werden keine Kunststoffbauteile beschädigt.
- Hohe Festigkeit.
- Kleiner Übergangswiderstand.
- Robustes Design und Trennbarkeit der Kontaktstelle.

Neue Ventilkonzepte mit thermischer Isolierung

Da der FGL-Mikroaktor elektrothermisch betrieben wird, ist die konvektive und konduktive Kühlung des Aktors für die statischen und dynamischen Eigenschaften des Mikroventils von großer Bedeutung. Bei den bisher hergestellten FGL-Mikroventilen war der FGL-Mikroaktor, thermisch mit der Durchflussskammer gekoppelt. Aufgrund der Wärmeverluste durch die thermische Kopplung zwischen Aktor und Medium benötigen bisherige FGL-Mikroventile eine deutlich höhere Schaltleistung, was sich insbesondere bei Betrieb mit Wasser auswirkte. Zudem wurden nur relativ geringe Schaltfrequenzen erzielt.

In dieser Arbeit werden diese Probleme durch die Verwendung einer geeigneten thermischen Isolierung zwischen FGL-Mikroaktor und Fluidkammer vermieden. Im Vergleich zu den bisherigen NiTi-Mikroventilen zeigt das mit dem neuen Konzept gebaute NiTi-Mikroventil folgende Verbesserungen:

Vergleich der Leistungsdaten von Ventilen mit thermischer Isolierung zu bisher hergestellten Ventilen	Gas		Wasser	
	Bisher	Optimiert	Bisher	Optimiert
maximal schaltbare Druckdifferenz	2500 hPa	4000hPa	880 hPa	2900 hPa
Schließleistung bei max. schaltb. Druckdifferenz	80 mW	75 mW	120 mW	75 mW
maximalen Schaltfrequenz	7 Hz	15 Hz	0,5 Hz	10 Hz

Mit dem neuen Ventil wird eine maximale Energiedichte von ca. $9 \times 10^6 \text{ J/m}^3$ erreicht. Durch Anpassen der Designparameter von FGL-Mikroaktor und Ventilgehäuse kann die maximal schaltbare Druckdifferenz bei unterschiedlichem Durchfluss realisiert werden.

NiTiPd-Mikroventil für hohe Arbeitstemperaturen über 100 °C

Mit Hilfe des Magnetronsputterns, separater Temperung, dem oben genannten nasschemischen Photoätzverfahren und des Opferschichtverfahren wurde erstmals ein NiTiPd-Mikroaktor mit einer hohen Umwandlungstemperatur von über 100 °C hergestellt und konnte in das Mikrosystem integriert werden.

Daraus wurde ein normal geöffnetes NiTiPd-Mikroventil entwickelt, das für den Betrieb bei hohen Umgebungstemperaturen bis 120 °C geeignet ist. Das NiTiPd-Mikroventil kann zur Steuerung eines maximalen Druckunterschiedes von 700 hPa und eines maximalen Gasflusses von ca. 18 sccm herangezogen werden. Der NiTiPd-Mikroaktor erreicht eine maximale Energiedichte von ca. $0,7 \times 10^6$ J/mm³. Abhängig von der Betriebstemperatur variiert die benötigte Leistung zwischen 80 und 260 mW. Aufgrund der hohen Umwandlungstemperatur, verkürzt sich die Abkühlzeit des Mikroaktors bei Raumtemperatur auf 22 ms. Dadurch wird ein maximale Schaltfrequenz von 30 Hz erreicht.

Basierend auf den verwendeten Technologien scheint eine Erhöhung der Arbeitstemperatur des Mikroventils bis zu 200 °C machbar. Bei Anwendung von dickerem Aktormaterial wird zusätzlich eine höhere schaltbare Druckdifferenz erwartet.

Ventil-Sensor-System

Das in dieser Arbeit entwickelte NiTi-Mikroventil wurde weiterhin durch Modular- und Hybridintegration mit einem Durchflusssensor kombiniert, um einen Durchflussregler zu realisieren.

Für die Modularintegration wurde ein neuartiges, aus drei Funktionsebenen bestehendes Konzept für die Polymer-basierten mikrofluidischen Komponenten erstellt. Auf diese Weise konnte eine beträchtliche Vereinfachung des Aufbaus und eine große Flexibilität des Systemdesigns erreicht werden. Die Herstellung des Polymergehäuses und die Systemintegration sind für die Massenproduktion geeignet. Der mit diesen Konzept entwickelte modulare Durchflussregler erzielt für den Betrieb mit Gas eine maximale Auflösung von 0,1 sccm. Die dynamischen Eigenschaften werden durch die Wärmetransportszeit des FGL-Mikroaktors begrenzt. In diesem Fall liegen sie im Bereich von 20 bis 50 ms. Aus diesem Grund wird eine maximale Betriebsfrequenz des Systems für das vollständige Öffnen und Schließen im Bereich von 10 bis 15 Hz, in Abhängigkeit vom Ventiltyp, erreicht. Mit einer PI-Reglung besitzt das System im Bereich von 10 % bis 90 % des maximalen Durchflusses eine minimale Steuerabweichung von ungefähr 6 %. In diesem Fall beträgt die Zeitkonstante ca. 200 ms.

Zur weiteren Verringerung des Totvolumens und zur Verbesserung der dynamischen Ansprechzeit des Systems wird ein Hybridintegrationsverfahren verwendet. Gleichzeitig wurde die Gesamtbaugröße des hybridintegrierten Durchflussreglers auf $6 \times 10 \times 3$ mm³ verringert. In diesem Fall lässt sich das System für den Betrieb mit Gas mit einer Betriebsfrequenz von mindestens 16 Hz realisieren. Wie beim modularen Durchflussregler erreicht das hybridintegrierte System mit einer PI-Reglung im Bereich von 10 % bis 90 % des maximalen

Durchflusses eine minimale Steuerabweichung von ungefähr 6 %. Die entsprechende Zeitkonstante beträgt ebenfalls ca. 200 ms.

Im Laufe einer Weiterentwicklung soll dieser Durchflussregler für den Betrieb mit Flüssigkeit realisiert werden. Zur Verbesserung der Regelungsgenauigkeit soll ein genauer, robuster, fein regelbarer, nichtlinearer Controller zum Einsatz kommen.

Als Ausblick werden die folgenden Entwicklungsrichtungen, ausgehend von dieser Arbeit betrachtet:

In Kombination mit nasschemischen Photoätzverfahren und durch den Einsatz von Substraten mit verschiedenen Geometrien können nicht nur planare, sondern auch verschiedene dreidimensionale z.B. gestufte, zylindrische, gebogene Strukturen, aus metallischen Dünnschichten realisiert werden. Dies ist besonders bei der Realisierung dreidimensionaler FGL-Mikroaktoren interessant.

Für die zukünftige Industrieanwendung wird die kostengünstige, zur Massenproduktion geeignete Abformtechnik „AMANDA“ eingesetzt. Passend zur Massenproduktion ist eine Weiterentwicklung der mechanischen Verbindungstechnik wünschenswert, da die zur Zeit verwendete Klebetechnik eine relativ lange Aushärtezeit besitzt. Gleichzeitig spielt die Dicke der Klebeschicht für die Herstellungsabweichung, besonders in der Mikrosystemtechnik, eine große Rolle. Zur Verbindung der verschiedenen Kunststoff- oder Metallschichten ist das Ultraschallschweißen als Alternativverfahren wünschenswert. Auf Grund der in dieser Arbeit entwickelten Herstellungstechniken und der gesammelten Erkenntnisse über das normal geöffnete FGL-Mikroventil sollen in Zukunft andere Ventiltypen wie das normal geschlossene, und das bistabile FGL-Mikroventil weiter entwickelt werden, um in der Industrie mehr Anwendungsbereiche erschließen zu können.

Zur weiteren Verbesserung der dynamischen Eigenschaften sollen in Zukunft andere Materialien, nicht nur mit hoher Umwandlungstemperatur sondern auch mit schmaler Hysterese zwischen M_s / A_f zum Einsatz kommen.

Da die Formgedächtnis-Legierung und die Polymer-Kunststoff Bauteile biokompatibel sind, sind die entwickelten FGL-Mikroventile nicht nur für die Anwendung im Bereich der Pneumatik und der chemischen Analyse, sondern auch für die Verwendung im medizinischen Bereich von großem Interesse. Durch weitere Veränderung der Designparameter, wie Breite, Länge oder Anzahl der Mikrobrücken des FGL-Mikroaktors, sowie unterschiedliche Abmessungen des Ventilsitzes oder der Ein- oder Auslassleitungen können die Mikroventile die unterschiedlichen Anforderungen an maximale Druckdifferenz- bzw. Durchflussbereich erfüllen. Mittels zusätzlicher Elektronik-Integration, sowie durch die Erweiterung mit diversen Sensoren kann der Einsatzbereich des FGL-Mikroventils drastisch erweitert werden.

Publikationsliste

Die im folgenden aufgeführten Veröffentlichungen sind in Zusammenhang mit dieser Arbeit entstanden:

Y. Liu, M. Kohl, K. Okutsu, S. Miyazaki, A NiTiPd Thin Film Microvalve for High Temperature Applications, *Journal of Materials Science and Engineering*, (accepted).

M. Kohl, Y. Liu, M.Ohtsuka, S.Dürr, SMA Microactuators for Microvalve Applications, Proc. EMMC 7, Frejus, France, May (2003).

Y.Liu, S.Dürr, M.Kohl, A Modular Integrated Microfluidic Controller, Proc. Actuator'02, Bremen, (2002), pp.231-234.

Patentanmeldung, Nr. 10321590.5, Verfahren zur Mikrostrukturierung von Pd-haltigen Funktionsschichten, Erfinder: M. Kohl, Y. Liu, (05.2003).

Patentanmeldung, Nr. 10208263.4, Verfahren zur Mikrostrukturierung einer metallischen Funktionsschicht, Erfinder: M. Kohl, Y. Liu, A. Durand, (02.2002).

Literaturverzeichnis

- [1] K.E. Petersen, Silicon as Mechanical Material, Proceedings of the IEEE, Vol.70, No.5, (1982), pp.420-457.
- [2] S.C. Terry, J.H. Jerman and J.B. Angell, A gas chromatographic air analyzer fabricated on a silicon wafer, IEEE Trans. Electron Devices, ED-26, (1979), pp.1880-1886.
- [3] M.J. Zdeblick, J.B. Angell, A Microminiature electric-to-fluidic valve, Proc. Transducers'87, Tokyo, (1987), pp.827-829.
- [4] E. Bassous, H.H. Taub and L. Kuhn, Ink jet printing nozzle arrays etched in silicon, Appl. Phys. Lett., Vol.31, (1977), pp.135-137.
- [5] K.E. Petersen, Fabrication of an integrated planar silicon ink-jet structure, IEEE Trans. Electron Devices, ED-26, (1979), pp.1918-1920.
- [6] A. Manz, N. Graber, and H.M. Widmer, Miniaturized Total Chemical Analysis Systems: A Novel Concept for Chemical Sensing, Sensors and Actuators B, Vol.1, (1990), pp.244-248.
- [7] W. Schomburg, R. Ahrens, W. Bacher, C. Goll, J. Martin, V. Saile, AMANDA – Surface Micromachining, Molding and Diaphragmatransfer, Sensor and Actuators A, Vol.76, (1999), pp.173-178.
- [8] S. Shoji and M. Esashi, Microflow devices and systems, J. Micromech. Microeng., Vol.4, (1994), pp.157-171.
- [9] P. Krulevitch, A.P. Lee, P.B. Ramsey, J.C. Trevino, J. Hamilton and M.A. Northrup, Thin Film Shape Memory Alloy Microactuators, J. Microelectromech. Syst., Vol.5, No.4, (1996), p.270.
- [10] M. Kohl, I. Hürst, B. Krevet, Time response of shape memory microvalves, Proc Actuator 2000, Bremen, Germany, (2000), pp.212-215.
- [11] A.D. Johnson and E.J. Shahoian, Recent progress in thin film shape memory microactuators, Proc. MEMS 95, Amsterdam, The Netherlands, (1995), pp.216-220.
- [12] M. Kohl, Entwicklung von Mikroaktoren aus Formgedächtnislegierungen, Wissenschaftliche Berichte FZKA 6718, (2002).
- [13] D. Stöckel, E. Hornbogen, F. Ritter, P. Tautzenberger, Legierungen mit Formgedächtnis, Expert Verlag, (1988).
- [14] T.W. Duerig, K.N. Melton, D. Stöckel, C.M. Wayman, Engineering Aspects of Shape Memory Alloys, Butterworth-Heinemann Ltd, (1990), p.11.

- [15] G.B. Stachowiak, P.G. McGormick, *Acta Metallurgica*, Vol.36, No.2, (1988), pp.291-297.
- [16] G.R. Purdy, J.G. Parr, A study of the titanium-nickel system between Ti_2Ni and $TiNi$, *Trans. Metall. Soc. AIME*, Vol.221, (1961), pp.636-639.
- [17] W. Tang, Thermodynamic study of the low-temperature phase B19' and the martensitic transformation in near-equiatomic Ti-Ni shape memory alloys, *Metallurgical and Materials Transactions*, Vol.28A, (1997), pp.537-544.
- [18] T. Saburi, M. Yoshida, S. Nenno, *Scr. Metall*, Vol.18, (1984), p.363.
- [19] S. Miyazaki, Y. Ohmi, K. Otsuka, Y. Suzuki, Characteristics of deformation and transformation pseudoelasticity in Ti-Ni alloy, *Journal de Physique IV, Colloque 4*, (1982), pp.255-260.
- [20] S.Miyazaki, K.Otsuka, Deformation and Transition Behavior Associated with the R-Phase in Ti-Ni Alloys, *Metall. Trans. A*, Vol.17A, (1986), pp.53-63.
- [21] G.D. Sandrock, A.J. Perkins and R.F. Hehemann, *Metall.Trans. A*, Vol.2, (1971), p.2769.
- [22] K.D. Skrobanek, O.F. Hagena, M. Kohl, Entwicklung von Mikromembranaktoren mit NiTi-Formgedächtnislegierungen, *Wissenschaftliche Berichte FZKA 6052*, (1998).
- [23] H.C. Donkersloot, J.H.N. van Vucht, Martensitic transformations in Au-Ti, Pa-Ti and Pt-Ti alloys near the equiatomic composition, *Journal of the Less Common Metals*, Vol.20, (1970), pp.83-91.
- [24] N.M. Matveeva, Y.K. Kovneristy, A.S. Savinov, V.P. Sivokha, V.N. Khachin, Martensitic transformations in the TiPd-TiNi system, *Journal de Physique IV, Colloque 4*, (1982), pp.249-253.
- [25] Y.S. Zolotyukhin, V.P. Sivokha, V.N. Khachin, Peculiarities of martensitic transformation and the anelastic behaviour of some B2 alloys based on Titanium, *Phys. Met. Metall.*, Vol.66, No.5, (1988), pp.58-65.
- [26] Y.C. Lo, S.K. Wu, C.M. Wayman, Transformation Heats as a Function of Ternary Pd Additions in $Ti_{50}Ni_{50-x}Pd_x$ Alloys with x: 20-50 at.%, *Scripta Met. et Mat.*, Vol.24, (1990), p.1571.
- [27] Y.C. Lo, S.K. Wu, Compositional Dependence of Martensitic Transformation Sequence in $Ti_{50}Ni_{50-x}Pd_x$ Alloy with ≤ 15 at.%, *Scripta Met. et Mat.*, Vol.26, (1992), p.1875.
- [28] P.G. Lindquist, C.M. Wayman, Shape memory and transformation behavior of martensitic Ti-Pd-Ni and Ti-Pt-Ni alloys, in: *Engineering Aspects of Shape Memory Alloys*, Butterworth-Heinemann, London, (1990), pp.58-68.
- [29] V.N. Khachin, V.E. Grunter, V.P. Sivoka, A.S. Savvinov, *Proc. ICOMAT 79*, Cambridge, MA, USA, (1979), p.474.

- [30] S. Miyazaki, T. Hashinaga, K. Yumikura, H. Horikawa, T. Ueki, A. Ishida, Shape memory characteristics of sputter-deposited Ti-Ni-base thin films, *Smart Materials*, SPIE Proc. Series, Vol.2441, (1995), pp.156-164.
- [31] M. Kohl, D. Dittmann, E. Quandt, B. Winzek, S. Miyazaki, D.M. Allen, Shape memory microvalves based on thin films or rolled sheets, *Materials Science and Engineering A*, Vol.273-275, (1999), pp.784-788.
- [32] P. Gravesen, J. Branebjerg and O.S. Jensen, Microfluidics – a review, *J. Micromech. Microeng.*, Vol.3, (1993), pp.168-182.
- [33] W. Kalide, Einführung in die Technische Strömungslehre, Carl Hanser Verlag München, (1990).
- [34] S. Hoffmann, M. Kohl, Entwicklung eines Mikroventils mit Formgedächtnisantrieb für die Laboranalytik, Diplomarbeit Fachhochschule Karlsruhe, (2000).
- [35] D. Dittmann, Z. Rummler, K. Schlote-Holubek, W.K. Schomburg, Durchflusssensoren aus Kunststoff für sehr kleine Volumenströme auf der Basis des AMANDA-Verfahrens, *Wissenschaftliche Berichte FZKA 6710*, (2002).
- [36] K. Kuribayashi, T. Yasumune, A new production method of SMA micro actuator by sputtering TiNi and using Ni Mold, *Proc. Actuator 2000*, Bremen, Germany, (2000), pp.167-171.
- [37] A. Schüßler, Strukturieren und Fügen von Formgedächtnislegierungen mit Laserstrahlung, *Wissenschaftliche Berichte FZKA 5670*, (1995).
- [38] M. Kohl, B. Krevet, E. Just, SMA microgripper system, *Sensors and Actuators A*, Vol.97-98, (2002), pp.646-652
- [39] H. Haferkamp, S. Paschko, F. von Alvensleben, M. Goede, Laser Material processing of shape memory Alloys, *Proc. Actuator 2000*, Bremen, Germany, (2000), pp.163-166.
- [40] D.M. Allen, T.T. Chen, The Electrochemical Micromachining of Microactuator Devices from Sputtered NiTi Thin Film, *Electrochemical Society Proceedings*, Vol.97, No.5, (1997), pp.72-78.
- [41] M. Kohl, E. Quandt, A. Schüßler, R. Trapp, D.M. Allen, Characterization of NiTi Shape Memory Microdevices Produced by Microstructuring of Etched Sheets or Sputter Deposited Films, *Proc. Actuator'94*, Bremen, Germany, (1994), pp.317-320.
- [42] M. Kohl, K.D. Skrobanek, Verfahren zur Herstellung eines Bauteils, das eine Funktionsschicht enthält, Patentanmeldung Nr. 198 21 841.9-33, (1998).
- [43] T. Mineta, T. Mitsui, Y. Watanabe, S. Kobayashi, Y. Haga, M. Esashi, *Proc. MEMS'00*, Miyazaki, Japan, (2000), pp.375-380.
- [44] J.A. Walker, K.J. Gabriel, Thin-film processing of TiNi shape memory alloy, *Sensors and Actuators A*, Vol.21-23, (1990), pp.243-246

- [45] M. Köhler, Ätzverfahren für die Mikrotechnik, Wiley-VCH Verlag, (1998), p.233.
- [46] M. Kohl, D. Dittmann, E. Quandt, B. Winzek, Thin film shape memory microvalves with adjustable operation temperature, Sensors and Actuators A, Vol.83, (2000), pp.214-219.
- [47] H. Saechtling, Kunststoff Taschenbuch, 24. Ausgabe, Carl Hanser Verlag, (1989), p.339.
- [48] G. Habenicht, Kleben: Leitfaden für die praktische Anwendung und Ausbildung, Vieweg Verlag, (1995).
- [49] G. Klink, B. Hillerich, Wafer bonding with an adhesive coating, SPIE Conference of micromachined Devices and Components IV, Santa Clara, (1998), pp.50-60.
- [50] T. Rogge, Z. Rummler, W.K. Schomburg, Entwicklung eines piezogetriebenen Mikroventils von der Idee bis zur Vorserienfertigung, Wissenschaftliche Berichte FZKA 6671, (2001), pp.42-43.
- [51] K. Takeda, H. Tanaka, T. Tsuchiya, S. Kaneko, Molecular movement during welding for engineering plastics using Langevin transducer equipped with half-wave-length step horn, Ultrasonics, Vol.36, (1998), pp.75-78.
- [52] J. Tsujino, M. Hongoh, R. Tanaka, R. Onoguchi, T. Ueoka, Ultrasonic plastic welding using fundamental and higher resonance frequencies, Ultrasonics, Vol.40, (2002), pp.375-378.
- [53] W.K. Schomburg, R. Ahrens, W. Bacher, S. Engemann, P. Krehl, J. Martin, Long-term performance analysis of thermo-pneumatic micropump actuators, Proc. Transducers'97, Chicago, USA, (1997), pp.365-368.
- [54] P. Wollants, M. De Bonte, J.R. Roos, Z. Metallk, Vol.70, (1979), p.113.
- [55] W. Beitu, K.-H. Küttner, Dubbel: Taschenbuch für den Maschinenbau, 18. Aufl. Springer-Verlag Berlin Heidelberg New York, (1995).
- [56] S. Miyazaki, K. Otsuka, Deformation and Transition Behavior Associated with the R-Phase in NiTi Alloys, Metall.Trans. A, Vol.17, (1986), pp.53-63.
- [57] K.D. Skrobanek, M. Kohl, S. Miyazaki, Stress-optimised shape memory devices for the use in microvalves, Proc. ESOMAT 97, Enschede, The Netherlands, (1997).
- [58] H.D. Baehr, K. Stephan, Heat and Mass transfer, Springer Verlag, (1995), p.31.
- [59] M. Kohl, D. Dittmann, E. Quandt, B. Winzek, S. Miyazaki, D.M. Allen, Shape memory microvalves based in thin films or rolled sheets, Proc. ICOMAT 98, San Carlos de Bariloche, Argentina, (1998).
- [60] M. Kohl, D. Dittmann, E. Quandt, B. Winzek, Thin film shape memory microvalves with adjustable operation temperature, Sensors and Actuators A, Vol.83, (2000), pp.214-219.

- [61] N.T. Nguyen, S.T. Wereley, Fundamentals and applications of microfluidics, ARTECH HOUSE. INC, (2002), pp.251.
- [62] I. Hürst, Thermische Optimierung eines Mikroventils mit Formgedächtnisantrieb, Diplomarbeit Universität Karlsruhe, (1999).
- [63] S. Hoffmann, Entwicklung eines Mikroventils mit Formgedächtnisantrieb für die Laboranalytik, Diplomarbeit Fachhochschule Karlsruhe, (2000).
- [64] A. Durand, Entwicklung eines FGL-Mikroventils für Flüssigkeiten, Diplomarbeit Universität Karlsruhe, (2001).
- [65] S. Miyazaki, K. Otsuka, Deformation and Transition Behavior Associated with the R-Phase in Ti-Ni Alloys, Metall. Trans. A, Vol.17, (1986), pp.53-63.
- [66] P.A. Besselink, Procedure for the calculation of the geometry of a resistance heated NiTi-Actuator, Proc. Actuator'94, Bremen, Germany, (1994), pp.421-424.
- [67] M. Suzuki, M. Ohtsuka, T. Suzuki, M. Matsumoto, H. Miki, Materials Transaction, JIM, Vol.40, No.10, (1999), pp.1174-1177.
- [68] M. Ohtsuka, K. Itagaki, J. of Applied Electromagnetics and Mechanics, Vol.12, (2000), pp.49-59.
- [69] D.R. Angst, P.E. Thoma, M.Y. Kao, The Effect of Hafnium Content on the Transformation Temperatures of $\text{Ni}_{49}\text{Ti}_{51-x}\text{Hf}_x$ Shape Memory Alloys, Journal de Physique IV, Vol.5, Colloque 8, (1995), pp.747-752.
- [70] A.D. Johnson, V.V. Martynov, R.S. Minners, Sputter Deposition of High Transition Temperature Ti-Ni-Hf Alloy Thin Films, Journal de Physique IV, Vol.5, Colloque 8, (1995), pp.783-787.
- [71] S. Besseghini, E. Villa, A. Tuissi, Ni-Ti-Hf shape memory alloy: effect of aging and thermal cycling, Mat. Science and Engineering A, Vol.273-275, (1999), pp.390-394.
- [72] X.L. Meng, Y.F. Zheng, Z. Wang, L.C. Zhao, Shape memory properties of the $\text{Ti}_{36}\text{Ni}_{49}\text{Hf}_{15}$ high temperature shape memory alloy, Materials Letter, Vol.45, (2000), pp.128-132.
- [73] H.C. Donkersloot, J.H.N. van Vucht, Martensitic transformation in Au-Ti, Pa-Ti and Pt-Ti alloys near the equiatomic composition, Journal of the Less Common Metals, Vol.20, (1970), pp.83-91.
- [74] N.M. Matveeva, Y.K. Kovneristy, A.S. Savinov, V.P. Sivokha, V.N. Khachin, Martensitic transformations in the Ti-Pd-TiNi System, Journal de Physique IV, Colloque 4, (1982), pp.249-253.
- [75] B. Winzek, T. Sterzl, E. Quandt, Bistable thin film composites with TiHfNi-shape memory alloys, Proc. Transducers'01, Munich, Germany, (2001), pp.706-709.

- [76] M. Kohl, S. Hoffmann, Y. Liu, M. Ohtsuka, T. Takagi, Optical Scanner Based on a NiMnGa thin film Microactuator, Proc. ICOMAT 02, Helsinki, (2002), p.292.
- [77] M. Kohl, D. Dittmann, E. Quandt, B. Winzek, Thin film shape memory microvalves with adjustable operation temperature, Sensors and Actuators A, Vol.83, (2000), pp.214-219.
- [78] D.M. Allen, T. Leong, S.H. Lim, M. Kohl, Photofabrication of the third dimension of NiTi shape memory alloy microactuators, SPIE Proc. Ser.3225, (1997), pp.126-133.
- [79] M. Esashi, Integrated microflow control systems, Sensors and Actuators A, Vol.21-23, (1990), pp.161-167.
- [80] J. K. Robertson, K. D. Wise, A low pressure micromachined flow modulator, Sensors and Actuators A, Vol.71, (1998), pp.98-106.
- [81] D. Dittmann, R. Ahrens, Z. Rummeler, K. Schlote-Holubek and W.K. Schomburg, Low-cost flow transducer fabricated with the AMANDA-process, Proc. Transducers 01, Munich, Germany, (2001), pp.1472-1475.
- [82] G. Song, B. Kelly, B.N. Agrawal, P.C. Lam and T.S. Srivatsan, Application of Shape memory alloy wire actuator for precision position control of a composite beam , J. Mate. Eng, Vol. 9, (2000), pp.330-333.
- [83] L. Cai, G. Song, A smooth robust nonlinear controller for robot manipulator with joint stick-slip friction, Proc. IEEE, Int. Conf. Robotics Automation, Atlanta, (1993), pp.449-454.
- [84] R. Mukherjee, T.F. Christian, R.A. Thiel, An actuation system for the control of multiple shape memory alloy actuators, Sensors and Actuators A, Vol.55, (1996), pp.185-192.
- [85] G. Song, K. Kelly, N.A. Brij, Active position control of a shape memory alloy wire actuated composite beam, Smart Mater. Struct, (2000), pp.711-716.
- [86] J.G. Ziegler, N.B. Nichols, Optimum settings for automatic controller, Trans. ASME, Vol.42, (1942), pp.759-768.
- [87] K.J. Astrom, T. Hagglund, Automatic tuning and adaptation for PID controllers- a survey, Control engineering Practice, Vol.1, (1993), pp.669-714.
- [88] L. Loron, Tuning of PID controllers by the nonsymmetrical optimum method, Automatica, Vol.33, (1997), pp.103-107.
- [89] S. Schubert, S. Richter, W. Dötzel, N. T. Nguyen, Hybrid-assembled micro dosing system using silicon-based micropump / valve and mass flow sensor, Sensors and Actuators A, Vol.69, (1998), pp.85-91.