

Forschungszentrum Karlsruhe
Technik und Umwelt

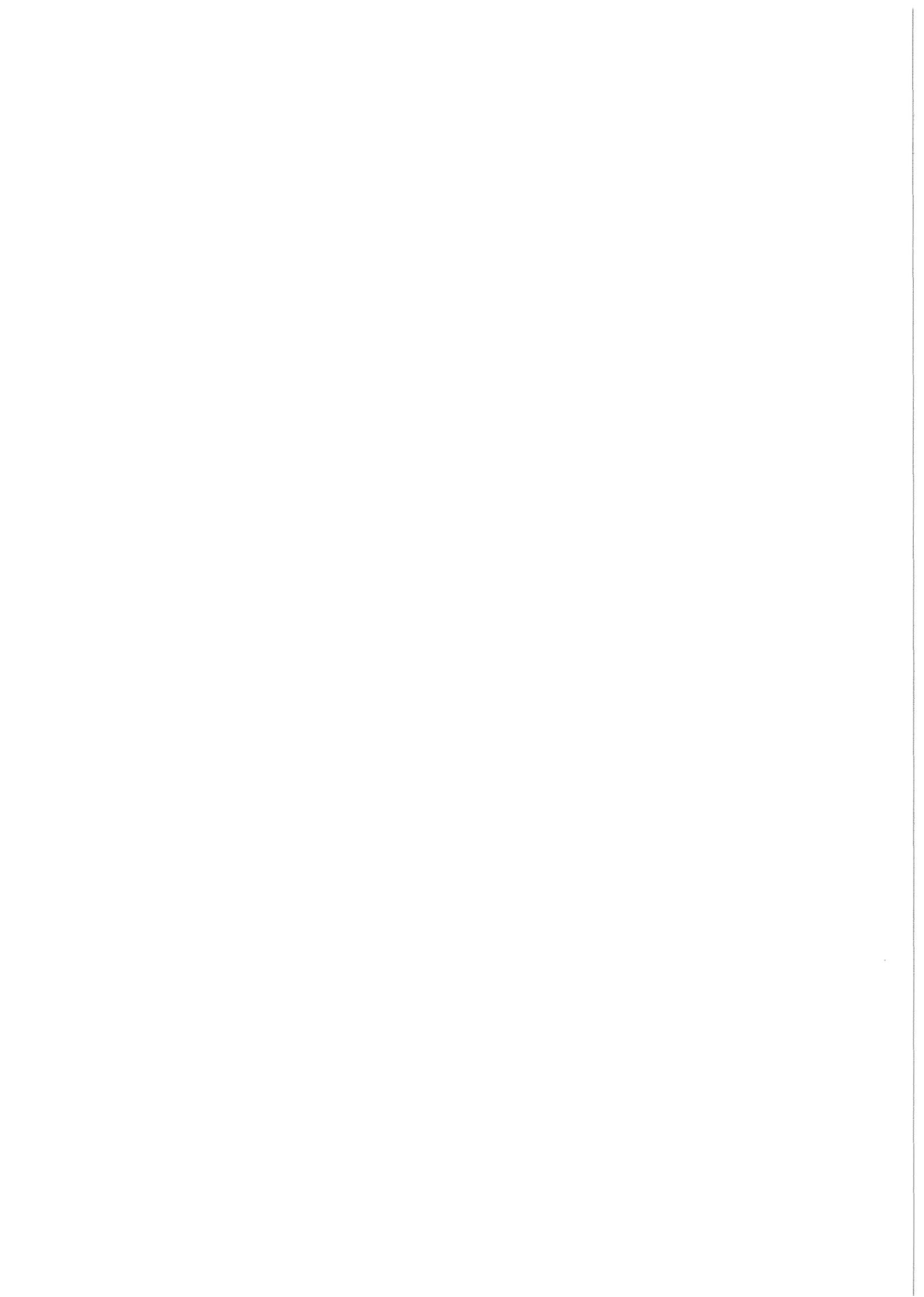
Wissenschaftliche Berichte
FZKA 6080

**3. Statuskolloquium
des Projektes
Mikrosystemtechnik**

**2./3. April 1998
im Forschungszentrum Karlsruhe**

Projekt Mikrosystemtechnik

März 1998



Forschungszentrum Karlsruhe

Technik und Umwelt

Wissenschaftliche Berichte

FZKA 6080

3. Statuskolloquium des Projektes Mikrosystemtechnik

**2./3. April 1998
im Forschungszentrum Karlsruhe**

zusammengestellt von der Projektleitung

Projekt Mikrosystemtechnik

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

Forschungszentrum Karlsruhe GmbH
Postfach 3640, 76021 Karlsruhe

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

ISSN 0947-8620
ISSN 0949-7404

Inhaltsverzeichnis

Ziele und Strategie des Projekts Mikrosystemtechnik	1
Das Strategische Anwendungsfeld "Fertigungstechnik"	9
Technikum für die Fertigung von Mikrosystemen - Bindeglied zwischen Entwicklung und Produktion.....	11
Montage hybrider Mikrosysteme.....	17
Entwicklung und Einsatz von Produktionsverfahren im Rahmen von Verbundprojekten	25
Vorstellung von weiteren Strategischen Anwendungsfeldern.....	31
Mikrooptik für Anwendungen in der Telekommunikation und Prozeßanalytik.....	33
Mikrosysteme für die chemische Analytik	41
Physikalische Mikroaktorik und -sensorik für Anwendungen in der allgemeinen Meß- und Regeltechnik, Verkehrs- und Verfahrenstechnik.....	47
Entwicklung von Mikrostrukturapparaten für Anwendungen in der chemischen und thermischen Verfahrenstechnik	53
Materialentwicklung.....	61
Keramik in der Mikrotechnik - Werkstoffe, Verfahren und Anwendungen.....	63
Magnetische Viellagenschichten für Aktoren, Sensoren und Induktoren.....	69
Herstellung und Prüfung von Mikrostrukturen.....	75
LIGA-Strukturen mit Strukturhöhen von mehreren Millimetern durch Ultratiefe Röntgenlithographie (UDXRL)	77
Spritzgießen von Mikroteilen aus Kunststoffen, Metallen und Keramiken	83
Herstellung von Kunststoffmikrostrukturen für die Mikrooptik und Mikrosensorik durch Heißprägen	89
Prüftechniken zur Qualitätssicherung von Mikrostrukturen und Mikrokomponenten.....	95
Herstellung und Einsatz metallischer Mikrostrukturen.....	101
Ni-W und Ni-Fe als Werkstoffe für die LIGA-Technik	103
Metallische Abformung von Kunststoffmikrostrukturen.....	109
Mikroaktoren aus Formgedächtnislegierungen	115
Katalysatorsysteme für Mikrostrukturreaktoren	121
Systemtechniken	129
Designoptimierung für Mikrosysteme.....	131
Der Neurochip SAND und seine Anwendungen	137

Chemische Mikroanalyzesysteme	143
Die Thermische Linse als alternativer Detektor für die Kapillarelektrophorese	145
Potential optochemischer Mikro- und Nanosensoren	151
Schnelle und flexible Gasanalytik mit massensensitiven Sensorarrays für die Qualitäts- und Prozeßkontrolle	157
Herstellung und Einsatz von Mikrosystemen aus Kunststoffen	165
Aufbau und Anwendungen von Mikrospektrometersystemen im IR-Bereich	167
AMANDA - Produktion Mikrofluidischer Komponenten durch Abformung und Membranübertragung.....	173
Mikrosystemtechnik für die Medizin	179
Mikrosysteme für endoluminale Anwendungen in der Medizin	181
Exponate / Poster	187
Evolutionäre Verfahren zur Designoptimierung von Mikrosystemen	189
Erkennung und Quantifizierung von Gasen mit der <u>Karlsruher Mikronase</u> (=KAMINA)	191
Kapillar-Batch-Injektions-Analyse - Eine neue Methode für die Untersuchung von Proben im Nanoliter-Bereich.....	193
Sensoren und Aktoren aus Dünnschichtverbunden mit Funktionseigenschaften (Magnetostriktion, Formgedächtnis- und Bimetalleffekt).....	195
LIGA-Strukturen auf Piezo-Substraten als Mikroaktoren für opto- und elektromechanische Anwendungen.....	197
Mikrokomponenten für einen Herzkatheter: Fräser	199
Mikrokomponenten für einen Herzkatheter: Mikroturbine	201
Mikrokomponenten für einen Herzkatheter: Positioniersystem	203
Hydraulische Muskeln als Antriebseinheit für endoluminale Systeme in der Medizin	205
Biegemessplatz FATIBEND - Vom werkstoffkundlichen Ermüdungsversuch zur Lebensdauervorhersage eines Bauteils.....	207
Laserstrukturieren und Prüfen von NiTi-Mikrokomponenten.....	209
Mikrotribologische Untersuchungen an NiTi.....	211
Vorrichtung zur Mikrozugprüfung mit integrierter Dehnungsmessung.....	213
Präzisionsguß von Mikroteilen aus Metall	215
UV-induzierte Abformung von Mikrostrukturen aus Composite-Materialien	217
RUMBA - Rechnerunterstützte Fertigung geprägter Mikrostrukturen mit digitalen Bildverarbeitungstechniken	219
Flexible Integration von Kunststoff- und Metallmikrostrukturen auf prozessierten Siliziumwafern.....	221
ALIGA: Ein Service-Center für Mikrosystemkomponenten in LIGA-Technik	223
Synchrotronstrahlungsquelle ANKA - fortgeschrittene Röntgenbestrahlungstechnik für die Mikrofertigung	225
Liste aller ausgestellten Poster/Exponate	227
Liste der am Projekt Mikrosystemtechnik beteiligten Organisationseinheiten	228
Liste der Autoren.....	228

Ziele und Strategie des Projekts Mikrosystemtechnik

Peter Bley

Projekt Mikrosystemtechnik, Projektleitung

Zusammenfassung

In institutsübergreifenden Arbeiten werden komplexe Mikrosysteme, d. h. intelligente Kombinationen von Mikroelektronik, -sensorik, -aktorik und -optik entwickelt. In Kooperation mit industriellen Anwendern leistet das Projekt Mikrosystemtechnik (PMT) wesentliche Beiträge zur Markteinführung dieser Mikrosysteme. Als langfristiges Projektziel einer vorwettbewerblichen Forschung ist die kontinuierliche Weiterentwicklung verschiedener Mikrotechniken (System- und Mikrostrukturtechnik) sowie von Werkstoffen und Effekten und die Bereitstellung neuer Verfahren vorgesehen. Die Umsetzung erfolgt durch Kooperationen mit potentiellen industriellen Anwendern, um auf deren Anforderungen und Bedürfnisse in angemessener Weise reagieren zu können. Um seine Entwicklungen möglichst rasch aus dem Laborstadium herauszuführen und sie für die Industrie verfügbar zu machen, hat das Zentrum ein "Technikum für die Fertigung von Mikrosystemen" eingerichtet und fertigt Kleinserien von Entwicklungsprodukten, die seitens der Industrie auf besondere Nachfrage gestoßen sind. Seit einigen Jahren werden knapp 40 % des Projektumfangs in verschiedenen Formen der Zusammenarbeit mit der Industrie (Verbundprojekte, bilaterale Kooperationen, Auftragsforschung) durchgeführt. Das PMT hat als Reaktion auf diese geänderten Anforderungen sein FuE-Programm umstrukturiert und thematisch angepaßt. Es wurden sog. „Technologiefelder“ mit grundlagen- und technologieorientierten Arbeiten und "Strategische Anwendungsfelder" mit industrieorientierten Themen eingerichtet.

1. Einleitung / Rückblick

Das Projekt Mikrosystemtechnik wurde im Dezember 1992 gegründet. Dabei wurden die schon seit einigen Jahren in verschiedenen Instituten laufenden Arbeiten mit einem Bezug zur Mikrosystemtechnik organisatorisch in einem Projekt zusammengefaßt und damit die Voraussetzungen für die notwendige interdisziplinäre Zusammenarbeit weiter verbessert. Als Beispiele für komplexe Mikrosysteme wurden am Beginn des Projekts sog. Demonstratoren definiert [1]. Diese wurden im Forschungszentrum Karlsruhe entwickelt, hergestellt und getestet. Sie lagen nach drei Jahren - am Ende der ersten Phase des PMT - als funktionstüchtige Labormuster vor und wurden auf dem 2. Statuskolloquium vorgestellt [2]. Nahezu alle Demonstratoren oder wesentliche Komponenten davon wurden in enger Kooperation mit der Industrie weiterentwickelt und über den heute erreichten Stand wird in den folgenden Vorträgen berichtet werden [3, 4, 5, 6].

Am Ende der ersten Phase - im Spätjahr 1995 - wurde das Projekt und die erzielten Ergebnisse von einer vom Aufsichtsrat eingesetzten Kommission begutachtet. Diese bestätigte, daß in den am PMT beteiligten Instituten Komponenten, Geräte und Systeme zur Mikrosystemtechnik entwickelt wurden, die im internationalen Vergleich Spitzenpositionen erreichen. Aufgrund der positiven Beurteilung des PMT beschloß der Aufsichtsrat,

daß das PMT weitergeführt werden solle, wobei wie in der Vergangenheit 60 % des Projektumfangs der Grundlagen- und Vorlauforschung und 40 % der anwendungs- und industrieorientierten Forschung zuzuordnen seien.

Mit Etablierung des Projekts wurde auch ein Projektbeirat gebildet, der sich ausschließlich aus Persönlichkeiten von relevanten Industrieunternehmen, Forschungseinrichtungen, Universitäten und den Gesellschaftern des Forschungszentrums zusammensetzt. Der Projektbeirat berät das Forschungszentrum Karlsruhe vor allem hinsichtlich der langfristigen Ziele des PMT.

2. Zur Situation der Mikrosystemtechnik

Zunächst soll hier ganz kurz auf die allgemeine Situation der Mikrosystemtechnik eingegangen werden, da sich hieraus auch die Ziele des PMT ableiten lassen.

Die Mikrosystemtechnik wird allgemein als eine der wichtigen Technologien des 21. Jahrhunderts angesehen [7], sie wird fast alle Bereiche der Wissenschaft und Technik und auch unseres täglichen Lebens beeinflussen. Viele erwarten sogar, daß der Einfluß der Mikrosystemtechnik ähnlich groß sein wird wie derjenige der Mikroelektronik. Alle Marktstudien der letzten Jahre prognostizieren hohe Steigerungsraten von bis zu 20 % pro Jahr [8]. Die neueste, von NEXUS durchgeführte

Marktstudie gibt für das Jahr 1997 einen weltweiten Umsatz von ca. 14 Mrd. US \$ an und sagt für 2002 ein Marktvolumen von über 35 Mrd. US \$ voraus [9].

Allgemein wird bescheinigt, daß die in Deutschland durchgeführten Forschungsarbeiten zur Mikrosystemtechnik international eine führende Stellung einnehmen [10]. Hierzu hat die Förderpolitik sowohl der Bundesregierung [11] als auch der Landesregierung von Baden-Württemberg - und natürlich auch anderer Landesregierungen - durch die Förderungen von Verbundprojekten und durch die institutionelle Förderung einen nicht zu unterschätzenden Beitrag geleistet.

Andererseits wird aber auch oft beklagt, daß in der Mikrosystemtechnik die Umsetzung von wissenschaftlichen Ergebnissen in marktfähige Produkte zu langsam und in zu geringem Umfang erfolge [12, 13]. Viele Gremien haben sich mit der Analyse dieses Sachverhalts befaßt und Hemmnisse aufgezeigt, die es gilt abzubauen [14]. U. a. wurden von dem von der Landesregierung einberufenen Innovationsbeirat folgende Hemmnisse benannt: hohe Entwicklungskosten und -zeiten, keine Standards, mangelnde Prozeßsicherheit bzw. Qualitätssicherung, z. T. fehlende oder nicht automatisierte Verbindung von Einzelkomponenten (Aufbau- und Verbindungstechnik), fehlende Schnittstellen zur Makrowelt, d. h. es existiert oft eine Lücke zwischen funktionstüchtigen Labormustern und einer kostengünstigen, industriellen Fertigung. Neben dieser technologischen Lücke zeigt sich aber auch, daß in fast allen Bereichen der Mikrosystemtechnik noch sehr viele wissenschaftliche Fragen offen geblieben sind: Viele Eigenschaften von Materialien mit Abmessungen im Mikrometerbereich sind unbekannt, ebenso die genaue Wechselwirkung verschiedener Materialien untereinander (Stichworte: Haftung, Reibung) oder die genaue Einwirkung von verschiedenen Strukturierungsprozessen (Strahlung, Teilchen, Flüssigkeiten, spanender Abtrag usw.) auf die Materialien. Oft stehen auch die zur Lösung anstehender technischer Probleme erforderlichen Materialien noch nicht für mikrosystemtechnische Anwendungen zur Verfügung. Im Gegensatz zur Mikroelektronik stehen auch nur in sehr begrenztem Umfang rechnergestützte Entwurfswerkzeuge und Werkzeuge zur Behandlung der Kopplung von verschiedenen physikalischen oder chemischen Prozessen zur Verfügung.

Zusammengefaßt läßt sich festhalten, daß in der Mikrosystemtechnik einerseits die Lücke zwischen Labormustern und Industrieprodukt zu schließen ist, andererseits auch noch wesentliche Arbeiten im Bereich der Vorlauftforschung durchgeführt werden müssen.

3. Ziele des PMT

Aus dieser Analyse zur Mikrosystemtechnik ergeben sich somit - in voller Übereinstimmung mit den o. g. Vorgaben der Zuwendungsgeber - für das Forschungs- und Entwicklungs-(FuE-) Programm des PMT zwei wesentliche Aufgabenbereiche mit unterschiedlichen Zeithorizonten (Abb1.):

- Längerfristige Entwicklungsarbeiten zur Grundlagen- und Vorlauftforschung (im vorwettbewerblichen Bereich)
- Unterstützung der Industrie zur kurzfristigen Umsetzung der bisher erreichten Ergebnisse in marktfähige Produkte (im wettbewerblichen Bereich).

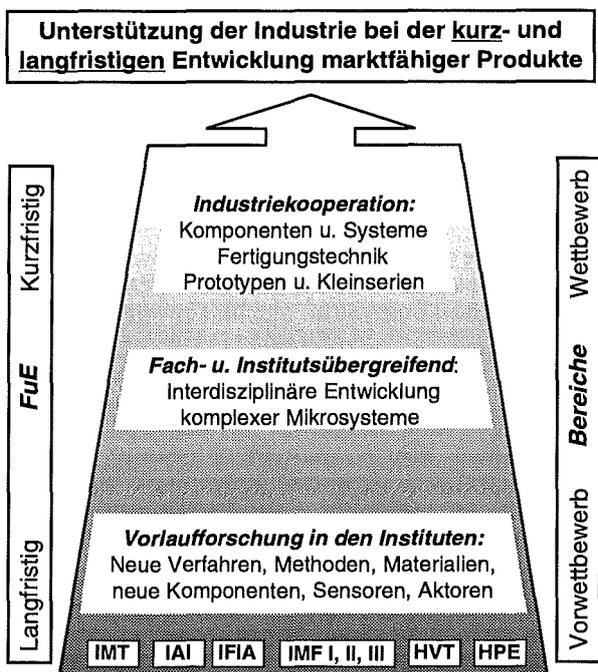


Abb. 1: Ziele und Strategie des PMT

Das Forschungszentrum Karlsruhe verfügt als Großforschungseinrichtung durch den Zusammenschluß vieler Institute über ein umfangreiches Fachwissen auf unterschiedlichen Gebieten. Durch interdisziplinäre Zusammenarbeit dieser Organisationseinheiten sollen im Rahmen des PMT vor allem die fachübergreifenden FuE-Arbeiten durchgeführt werden, die für die Entwicklung und Umsetzung der Mikrosystemtechnik unerlässlich sind.

Ein wesentliches Ziel ist es, die Durchgängigkeit der Arbeiten von der längerfristigen Vorlauftforschung über die angewandte Forschung bis zur industriellen Anwendung sicherzustellen.

3.1 Grundlagen- und Vorlauftforschung

Ein langfristiges Projektziel einer vorwettbewerblichen Forschung ist die kontinuierliche Weiterentwicklung verschiedener Techniken zur Herstellung kleinster Strukturen. Dabei sollen diese Verfahren nicht nur immer kleinere und genauere Strukturen ermöglichen, sondern die Verfahren sollen auch immer preisgünstiger und prozeßsicherer werden. Daneben müssen die Systemtechniken weiterentwickelt werden, die Entwurf, Simulation und Test sowie den Zusammenbau (Aufbau- und Verbindungstechnik) von komplexen Mikrosystemen ermöglichen. Im Vergleich zur Mikroelektronik ist die Lösung dieser Entwurfsproblematik aufgrund der wesentlich größeren Vielfältigkeit und Komplexität der Mikrosystemtechnik um Größenordnungen schwieriger. So müssen z. B. nicht nur der Energie- und Informationsaustausch sondern oft auch der Austausch von Materie (z. B. bei Pumpen, Ventilen, chemischen Sensoren) berücksichtigt werden. Weiterhin müssen neue Werkstoffe und Verfahren zu deren Herstellung und Charakterisierung bereitgestellt werden. Bei diesen Arbeiten steht die Entwicklung von Funktionsmaterialien mit „speziellen Effekten“, die sich für den Einsatz als Mikrosensoren oder -aktoren eignen, im Vordergrund. Dabei konzentriert sich das Forschungszentrum Karlsruhe auf „Nicht-Silizium-Werkstoffe“, d. h. Kunststoffe, Metalle, Metalllegierungen und Keramiken. Das Forschungszentrum Karlsruhe will mit diesen längerfristig angelegten FuE-Arbeiten auch wichtige Beiträge zur mittel- und langfristigen Entwicklung und zur Sicherung von Arbeitsplätzen am Industriestandort Deutschland durch Mikrosystem-

technik leisten (Zeithorizont 5 - 10 Jahre). Dabei ist es eine Aufgabe des Zentrums, auch FuE-Arbeiten durchzuführen, die mit einem relativ hohen Risiko verbunden sind.

Über kurzfristige Kooperationen hinaus soll damit die Option für zukünftige Entwicklungen eröffnet und entsprechende Technologien unabhängig von heute existierenden Arbeitsfeldern entwickelt werden.

3.2 Kurzfristige Umsetzung der Ergebnisse

In Kooperation mit industriellen Anwendern will das PMT wesentliche Beiträge zur Markteinführung dieser Mikrosysteme leisten und somit beitragen, daß die Ergebnisse der FuE-Arbeiten kurzfristig in intelligente Produkte umgesetzt werden. Durch diese Kooperationen will das Forschungszentrum Karlsruhe schnell und in angemessener Weise auf die Anforderungen und Bedürfnisse industrieller Anwender reagieren. Das PMT will damit verstärkt am Abbau der Hemmnisse mitwirken, die bisher einer weiteren Verbreitung der Mikrosystemtechnik im Wege stehen. So sollen z. B. in verstärktem Maße FuE-Arbeiten durchgeführt werden, die auf eine Erhöhung der Zuverlässigkeit und der Wirtschaftlichkeit der zur Verfügung stehenden Prozesse abzielen. Die für Mikrosysteme notwendigen elektronischen Schaltungen werden im Forschungszentrum Karlsruhe entwickelt und in verschiedenen Techniken (Flip-Chip-Technik, Dickfilm-Hybridtechnik, oberflächenmontierten Bauteilen / SMD, Multi-chip-Module / MCM) aufgebaut.

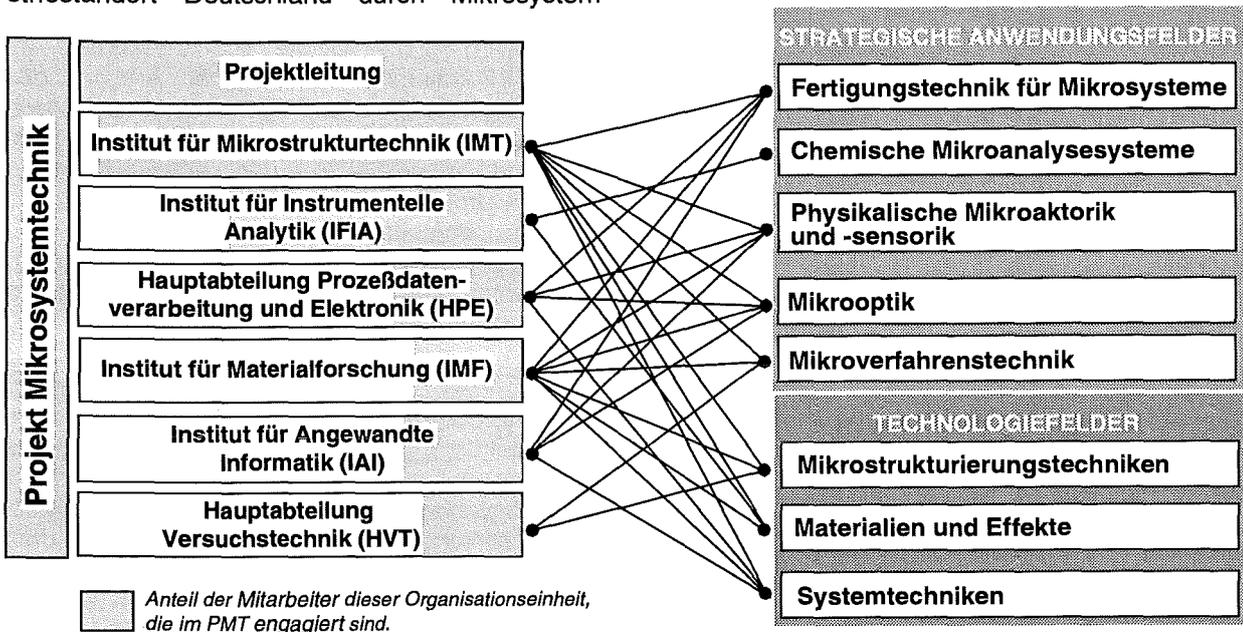


Abb. 2: Struktur des Projekts Mikrosystemtechnik: Beteiligte Organisationseinheiten und Gliederung des FuE-Programms

Sind spezielle Integrierte Schaltkreise erforderlich (z. B. ASICs), werden diese in Kooperation oder im Auftrag von Betreibern von IC-Fertigungslinien hergestellt. Neben der Entwicklung von Strukturierungsverfahren und Materialien werden in institutsübergreifenden Arbeiten komplexe Mikrosysteme, d. h. intelligente Kombinationen von Mikroelektronik, -sensorik und -aktorik entwickelt.

4. Beteiligte Organisationseinheiten, Struktur und Umfang des Projekts

Um die für die Entwicklung von Mikrosystemen wichtigen interdisziplinären Arbeiten durchführen zu können, sind am Projekt mehrere Organisationseinheiten (Institute und Hauptabteilungen) beteiligt.

Diese Organisationseinheiten, die Struktur des FuE-Programms und die gegenseitige Verknüpfung (d. h. die von den Organisationseinheiten bearbeiteten Themen) sind in der Abb. 2 dargestellt. Am PMT arbeiten direkt sechs Organisationseinheiten (Institute und Hauptabteilungen) mit. Der in der Graphik schraffierte Teil der Organisationseinheiten repräsentiert den Anteil der Mitarbeiter dieser Organisationseinheit, die am PMT mitwirken. Dieser Anteil variiert zwischen etwa 20 % und 95 %. Der Rest der Mitarbeiter in diesen Organisationseinheiten arbeitet in anderen Projekten oder Arbeitsthemen des Forschungszentrums.

Organisationseinheiten	Personen
Institut für Mikrostrukturtechnik (davon im „Technikum für die Fertigung von Mikrosystemen“)	96 (36)
Institut für Materialforschung	51
Institut für Instrumentelle Analytik	33
Institut für Angewandte Informatik	22
Hauptabteilung für Prozeßdatenverarbeitung und Elektronik	15
Hauptabteilung Versuchstechnik	32
Projektleitung	6
Summe	236

Tabelle 1: Mitarbeiter der Organisationseinheiten im PMT (FuE-Plan 1998, jeweils Gesamtzahl aller PMT-Mitarbeiter)

In Tabelle 1 sind für diese Organisationseinheiten die Anzahl der am PMT beteiligten Mitarbeiter angegeben, Abb. 3 zeigt den sich hieraus ergebenden relativen Beitrag der einzelnen Organisationseinheiten am PMT.

Aus der Tabelle bzw. der Abbildung 3 wird auch ersichtlich, daß in dem Anfang 1997 gegründeten

„Technikum für die Fertigung von Mikrosystemen“, einer Abteilung im Institut für Mikrostrukturtechnik (IMT), 36 Mitarbeiter beschäftigt sind - also etwas mehr als 1/3 der IMT-Mitarbeiter bzw. 15 % aller PMT-Mitarbeiter [15].

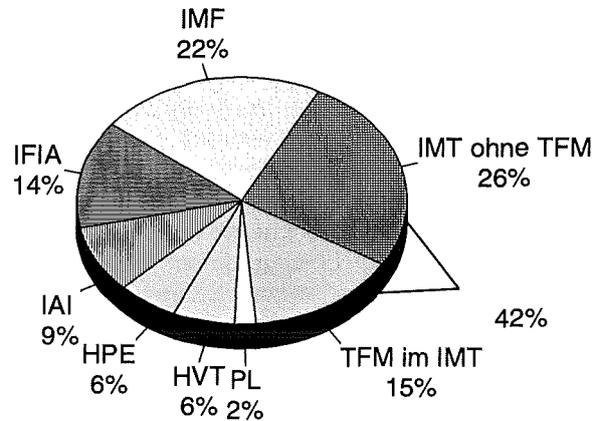


Abb. 3: Relativer Beitrag (Personenjahre), den die Organisationseinheiten im PMT erbringen

Insgesamt sind im Jahre 1998 am PMT 236 Mitarbeiter beteiligt (151 grundfinanzierte Mitarbeiter, 35 Nachwuchs- und Gastmitarbeiter sowie drittmittelfinanzierte Mitarbeiter, 8 Mitarbeiter der wiss.-tech. Unterstützung und 42 Doktoranden). Bei einem Etat von ca. 4 Mio. DM für Investitionen ergibt sich für das Projekt ein jährlicher Gesamtaufwand von ca. 54 Mio. DM.

Arbeitsschwerpunkt Medizintechnik

Die bisher im PMT durchgeführten Arbeiten zur Medizintechnik (z. B. Techniken und Konzepte für den Operationssaal für die minimal invasive Chirurgie, Mikrosysteme für die Medizin) wurden Anfang 1997 zusammen mit anderen Arbeiten des Forschungszentrums auf dem Gebiet der Medizintechnik (z. B. Biophysik, Radioisotope für Therapie und Diagnostik) in einen selbständigen Arbeitsschwerpunkt "Medizintechnik" eingebracht. Es ist selbstverständlich, daß die mikrosystemtechnisch relevanten Arbeiten des Arbeitsschwerpunkts Medizintechnik in enger Zusammenarbeit mit dem PMT durchgeführt werden [16].

Synchrotronstrahlungsquelle ANKA

Der Aufsichtsrat hat 1996 der Errichtung der Synchrotronstrahlungsquelle ANKA (Angströmquelle Karlsruhe) auf dem Gelände des Forschungszentrums zugestimmt. ANKA wird dabei sowohl für die Herstellung von Mikrostrukturen nach dem LIGA-Verfahren (erster Schritt Röntgentiefenlithographie) eingesetzt werden als auch für die Analytik mit Synchrotronstrahlung. Externen Kunden wird dann ein gestuftes Angebot von der Übernahme von Bestrahlungsplätzen bis zur Voll-dienstleistung der an ANKA arbeitenden Teams zur Verfügung stehen [17].

Zum Aufbau von ANKA wurde im Forschungszentrum Karlsruhe eine eigene, vom PMT unabhängige, Organisationseinheit „Projektgruppe Errichtung ANKA“ (PEA) gegründet.

Der Betrieb soll durch eine eigenständige Gesellschaft (GmbH) erfolgen. An dieser Gesellschaft sollen das Forschungszentrum Karlsruhe und das Land Baden-Württemberg zu gleichen Teilen beteiligt sein. Zudem wird angestrebt, mit zunehmender Nutzung der Strahlenquelle durch gewerbliche Unternehmen auch den Eintritt von Gesellschaftern aus der Wirtschaft mit zunächst 10%iger Beteiligung zu ermöglichen.

5. Gliederung des FuE-Programms

Um auf die vorgenannten Erfordernisse nach langfristiger Vorlauftforschung und kurzfristiger Umsetzung effizient reagieren zu können, hat das PMT sein FuE-Programm neu strukturiert und thematisch angepaßt. Es wurden sog. „Technologiefelder“ mit grundlagen- und technologieorientierten Arbeiten und „Strategische Anwendungsfelder“ mit marktorientierten Themen eingerichtet. Diese Struktur ist auf der rechten Seite der Abb. 2 dargestellt. Man erkennt, daß diese Technologie- bzw. Anwendungsfelder wiederum in 3 bzw. 5 Arbeitsthemen untergliedert sind. Aus der Abb. 2 ist auch zu entnehmen, daß die einzelnen Arbeitsthemen von mehreren Organisationseinheiten bearbeitet werden, entsprechend den dort vorhandenen Fachkenntnissen und apparativen Ausrüstungen.

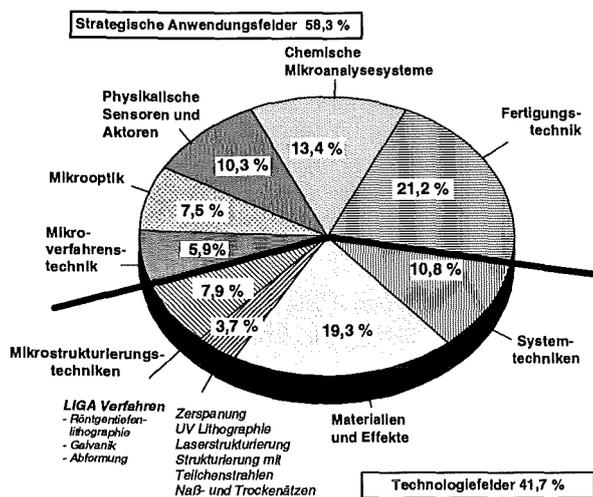


Abb. 4: Aufteilung des FuE-Aufwands in den einzelnen Arbeitsthemen

Der relative Gesamtaufwand für die einzelnen Arbeitsthemen ist in Abb. 4 dargestellt. Man erkennt, daß der Aufwand für die Strategischen Anwendungsfelder mit 58,3 % größer ist als derjenige für die Technologiefelder (41,7 %). Das Arbeitsthema mit dem größten Anteil (21,2 %) stellt die „Fertigungstechnik“ dar. Dies zeigt, daß im PMT der

Entwicklung der Fertigungstechnik für Mikrosysteme eine besondere Bedeutung zugemessen wird.

In allen acht Arbeitsthemen des PMT werden die Arbeiten teilweise in Zusammenarbeit mit der Industrie und teilweise in Form von grundlagennäherer Vorlauftforschung durchgeführt, wobei der Anteil der Industriekooperation in den „Strategischen Arbeitsfeldern“ höher ist als in den „Technologiefeldern“.

5.1. Technologiefelder

In den drei Technologiefeldern bzw. grundlagenorientierten Arbeitsthemen werden vor allem längerfristige Arbeiten durchgeführt (vgl. hierzu die verschiedenen Beiträge in diesem Tagungsband).

Zu den **Mikrostrukturierungstechniken** gehören u.a. Röntgentiefenlithographie, Elektronenstrahl- und optische Lithographie, Galvanoformung, Abformverfahren, mechanische Mikrostrukturierungsverfahren, Ätzen mit Flüssigkeiten und Gasen, Plasmaprozesse sowie Laserstrukturierung. Diese Technologien sind die Basis für die Entwicklung von Mikroaktoren und -sensoren, mikrooptischen Aufbauten sowie komplexen Mikrosystemen und werden in den Strategischen Anwendungsfeldern routinemäßig eingesetzt. Die Entwicklungen beziehen sich auf eine Erweiterung der Prozeß- und Materialpalette, auf zusätzliche Gestaltungsmöglichkeiten von Mikrostrukturen und auf eine Standardisierung der Prozesse mit dem Ziel, industrieorientierte Herstellungsverfahren von Mikrostrukturen zur Verfügung zu stellen.

Im Rahmen der Arbeiten zu **Materialien und Effekten** werden spezielle Werkstoffe entwickelt, die aufgrund ihrer spezifischen physikalischen und chemischen Eigenschaften besondere Eignung als Sensor- oder Aktorwerkstoffe aufweisen. Dabei steht die Entwicklung multifunktionaler Schichten und sogenannter "smart materials", also Werkstoffen mit besonderen Eigenschaften (Formgedächtnis, Magnetostraktion, Piezoelektrizität usw.) sowie Strukturkeramiken im Vordergrund. Für die chemische Sensorik sollen vorrangig neuartige Transducerprinzipien entwickelt werden. Neben der Entwicklung der neuen Werkstoffe zielen die Arbeiten auch auf die Bereitstellung neuartiger Fertigungsverfahren und Prüfeinrichtungen dafür ab.

Bei den **Systemtechniken** werden rechnergestützte Werkzeuge entwickelt, die den Entwurf, die Fertigung und die Qualitätssicherung der Mikrostrukturen und komplexer Mikrosysteme unterstützen. Die physikalischen Eigenschaften von Sensoren und Aktoren werden berechnet und stehen so für die Simulation von Mikrosystemen zur Verfügung. Daneben werden Signalverarbei-

tungskonzepte und mikroelektronische Schaltungen (z. B. ASICs) für eine effiziente Signalverarbeitung in den Mikrosystemen entwickelt. Weiterhin werden geeignete Konzepte für die Aufbau- und Verbindungstechnik entwickelt, um leistungsfähige Mikrosysteme in hybrider Bauweise kostengünstig herstellen zu können.

5.2 Strategische Anwendungsfelder

Die fünf übrigen Arbeitsthemen des PMT stellen "Strategische Anwendungsfelder" dar, in denen die FuE-Arbeiten zielgerichtet auf eine industrielle Verwertung in Zusammenarbeit mit externen Partnern durchgeführt werden. Diese Strategischen Anwendungsfelder werden in diesem Tagungsband ausführlich dargestellt, so daß hier nur eine kurze Zusammenfassung gegeben wird.

Im Rahmen der **Fertigungstechnik** für Mikrosysteme [15] soll für mikrosystemtechnische Entwicklungen des Forschungszentrums, die seitens der Industrie auf besonderes Interesse gestoßen sind, deren Serientauglichkeit durch die Fertigung von Kleinserien demonstriert werden. Die hierzu notwendigen Fertigungseinrichtungen und die Prozeßtechnik werden in Hinblick auf Prozeßoptimierung, Qualitätsmanagement und Kostenreduktion weiterentwickelt. Hierzu werden auch Werkzeuge und Verfahren zur rechnergestützten Mikromontage entwickelt und erprobt. Damit will das PMT seine Entwicklungen möglichst rasch aus dem Laborstadium herausführen und für die Industrie verfügbar machen. Zahlreiche Aktivitäten hierzu laufen seit geraumer Zeit dezentral in verschiedenen Instituten und werden zunehmend intensiviert. Wesentliche Teile dieser Kleinserienfertigung werden kontinuierlich in einem "Technikum für die Fertigung von Mikrosystemen" (TFM) zusammengeführt, welches Anfang 1997 als Abteilung im Institut für Mikrostrukturtechnik (IMT) eingerichtet wurde.

Bei der Entwicklung **Chemischer Mikroanalyse-systeme** [18] zur Anwendung in der Gasanalytik und in der Analytik von Flüssigkeiten wird eine durchgängige Basisforschung und Technologieentwicklung mit dem Ziel hoher Sensibilität, Selektivität und Langzeitstabilität der Sensoren verfolgt. Neben den genannten technischen Anforderungen steht insbesondere eine kostensenkende Miniaturisierung im Vordergrund der Entwicklung, die in enger Zusammenarbeit mit Industriepartnern durchgeführt wird, und wozu das Zentrum auch ein Applikationslabor betreibt.

Die Arbeiten zur **Physikalischen Mikroaktorik und -sensorik** [19] konzentrieren sich auf potentielle Anwendungen in der allgemeinen Meß- und Regeltechnik, der Verkehrstechnik und der Verfahrenstechnik. Beispiele sind hochpräzise Beschleunigungssensoren, Mikropumpen, Mikroven-

tile, Rotationsmotoren und Linearmotoren mit verschiedenen Antriebsprinzipien.

In der **Mikrooptik** [4] wird zur Mikrostrukturierung im wesentlichen das LIGA-Verfahren eingesetzt, da mit diesem Verfahren die für optische Anwendungen erforderliche Präzision und Oberflächengüte sehr gut erreicht werden können. Ebenso finden hier die Systemtechniken sowie verschiedene Aufbau- und Verbindungstechniken bis hin zur rechnergestützten Mikromontage ihre Anwendung. Zusammen mit Industriepartnern sollen optische Module oder komplette Systeme entwickelt und gemeinsam auf den Markt gebracht werden. Dabei konzentrieren sich die Arbeiten auf den Einsatz in der Prozeßanalytik und Telekommunikation (mikrooptische Bänke, Aufbau optischer Koppellemente mit Linsen, Strahlteilern, Prismen und Mikroaktoren).

In der **Mikroverfahrenstechnik** [20] werden, vorwiegend mittels „Mechanischer Mikrofertigung“, d. h. spanabhebender Bearbeitung, Mikromischer, Mikrowärmetauscher und Mikroreaktoren gefertigt, die von der chemischen und der Kfz-Industrie eingesetzt werden. Aber auch Werkzeuge für die Abformung von Mikrostrukturen in Keramik oder Kunststoff werden hergestellt. Die Entwicklung dieser Mikroapparate und passiver Mikrokomponenten für die chemische und thermische Verfahrenstechnik wird durch entsprechende Analytik zur optimalen Auslegung dieser Apparate begleitet und für den anwendungsnahen Einsatz optimiert.

6. Zusammenarbeit mit der Industrie

Die erzielten wissenschaftlichen Ergebnisse und auch deren Umsetzung in industrielle Produkte werden in den folgenden Beiträgen dieses Statusberichts ausführlich beschrieben. Daher sollen hier nur kurz die verschiedenen Möglichkeiten der Zusammenarbeit mit der Industrie dargestellt werden, die alle im Rahmen des Projekts auch intensiv angewendet werden.

Die Kooperation des PMT mit industriellen Partnern erstreckt sich von Arbeiten im vorwettbewerblichen bis zur Mustererprobung im wettbewerblichen Bereich. Insgesamt wurden in den letzten drei Jahren stets knapp 40 % des Projektumfangs im Rahmen von verschiedenen Formen der Zusammenarbeit mit der Industrie durchgeführt.

6.1 Verbundprojekte

Das PMT hat sich in der Vergangenheit an vielen Verbundprojekten beteiligt und auch mehrere selbst initiiert [3]. Die Förderung der Verbundprojekte erfolgt(e) dabei vom BMBF, der Landesregierung Baden-Württemberg oder der EU. Das PMT sieht in einer Teilnahme an solchen Ver-

bundprojekten (neben der Einwerbung von Drittmitteln) die Möglichkeit, seine Kompetenz in für die Industrie relevante Arbeiten einzubringen und bei der Prioritätensetzung seines FuE-Programms diese Bedürfnisse zu berücksichtigen.

Die Zahl der Industriefirmen, mit denen das Forschungszentrum Karlsruhe im Rahmen dieser Verbundprojekte kooperiert(e), beläuft sich auf 69.

Seit seiner Gründung war das PMT an insgesamt 20 Verbundprojekten beteiligt (9 BMBF-Projekte, 10 EU-Projekte und 1 Landesprojekt).

6.2. Bilaterale Kooperationen

Neben den Verbundprojekten hat das Forschungszentrum Karlsruhe z. Z. mit 17 Industriefirmen bilaterale Verträge zur Entwicklung von Prozessen oder Produkten der Mikrosystemtechnik abgeschlossen. Sind diese Industriekooperationen dem vorwettbewerblichen Bereich zuzuordnen, so können der Industriepartner und das Forschungszentrum Karlsruhe ein gemeinsames Projekt definieren, an dem beide Partner gleichgewichtig arbeiten, ohne daß ein direkter Austausch finanzieller Mittel erforderlich wird. Das Forschungszentrum Karlsruhe kann in solchen Fällen seinen Aufwand aus der Grundfinanzierung decken.

6.3 Lizenzvergabe

Es ist natürlich das Ziel aller Industriekooperationen, Ergebnisse zu erzielen, die wirtschaftlich vermarktet werden können. Werden solche Ergebnisse im Rahmen der o. g. Industriekooperationen erzielt, die ohne Zahlungen an das Forschungszentrum Karlsruhe durchgeführt wurden, so können die Rechte an den vom Zentrum erarbeiteten Ergebnissen dem Partner im Rahmen eines Lizenzvertrags überlassen werden. Selbstverständlich wird auch das vom Zentrum allein erworbene Know-how und die geschützten Arbeitsergebnisse der Industrie gegen entsprechende Lizenzzahlungen zur Verfügung gestellt.

6.4 Auftragsforschung

Es werden in zunehmendem Maße unmittelbar für die Industrie Entwicklungsaufträge für neue Prozesse oder Produkte bearbeitet. Daneben führt das PMT auch Dienstleistungen durch, vor allem dann, wenn diese von der Industrie aufgrund fehlenden Know-hows oder Equipments selbst nicht durchgeführt werden können [21]. So wurden z. B. 1997 vom PMT insgesamt 130 Aufträge bearbeitet.

7. Ausblick

Die Arbeiten im Schwerpunkt Mikrosystemtechnik sind kurz-, mittel- und langfristig angelegt. Dementsprechend umfaßt das Spektrum der Forschungsarbeiten unmittelbar praxisbezogene und industrierelevante Forschung und Entwicklung, mittelfristig eine anwendungsorientierte Basisforschung und auf einer längeren Zeitskala grundlegende Forschungsarbeiten. Damit wird das Ziel verfolgt, konkrete Entwicklungen möglichst kurzfristig in die industrielle Anwendung zu bringen, und gleichzeitig die notwendigen Grundlagen für künftige Generationen komplexer mikrostrukturierter Systeme zu schaffen. Nach Auffassung vieler Experten [22, 23] kann für die Mehrzahl von komplizierten Mikrosystemen deren Realisierung als marktreife Produkte durchaus noch zehn Jahre oder mehr in Anspruch nehmen. Der Einstieg der Unternehmer darf deshalb jedoch nicht hinausgezögert werden, sondern die Neuartigkeit und Vielfalt der Problemstellungen sowie der internationale Wettbewerb erfordern eine rasche Beschäftigung mit der Thematik. Auf dem Weg zum vollen wirtschaftlichen Durchbruch der Mikrosystemtechnik müssen sinnvolle Teil- oder Zwischenlösungen angestrebt werden, die oft nur im Rahmen von Kooperationen erreicht werden können. Das PMT richtet daher seine FuE-Arbeiten auf den Bedarf zahlreicher Anwender aus.

Literatur:

- [1] 1. Statuskolloquium des Projekts Mikrosystemtechnik, KfK Bericht Nr. 5238, September 1993
- [2] 2. Statuskolloquium des Projekts Mikrosystemtechnik, Wissenschaftlicher Bericht, FZK Nr. 5670, November 1995
- [3] Fahrenberg, J.: „Entwicklung und Einsatz von Produktionsverfahren im Rahmen von Verbundprojekten“, dieser Tagungsband
- [4] Mohr, J.: „Mikrooptik für Anwendungen in der Telekommunikation und Prozeßanalytik“, dieser Tagungsband
- [5] Rapp, M.: „Schnelle und flexible Gasanalytik mit massensensitiven Sensorarrays für die Qualitäts- und Prozeßkontrolle“, dieser Tagungsband
- [6] Schomburg, W.K., Ahrens, R., Bacher, W., Goll, C., Martin, J., Rummier, Z.: „AMANDA - Produktion mikrofluidischer Komponenten durch Abformung und Membranübertragung“, dieser Tagungsband
- [7] „Technologien am Beginn des 21. Jahrhunderts“, Diskussionspapier des Fraunhofer-Instituts für Systemtechnik und Innovationsforschung, Karlsruhe, 1993

- [8] „Letter to the editor“, micromachine device, Vol. 2, Nr. 11, Nov. 1997, Cahners Publishing, Newton, MA/USA
- [9] Wechsung, R., Eloy, J.-C.: „Market for Microsystems, an interim report from the NEXUS Task Force“, Proceedings of the 11th European Conference, Warsaw, Sept. 1997
- [10] Berger, J., Büttgenbach, S., Karthe, W., Lehr, H., Reichl, H.: „Mikrosystemtechnik - Von der Technologie zur Anwendung“, Hrsg. VDE/VDI-GMM, Frankfurt 1997
- [11] „Mikrosystemtechnik 1996-1999“, Programm im Rahmen des Zukunftskonzepts Informationstechnik, Hrsg. Bundesministerium für Bildung, Wissenschaft, Forschung und Technologie, BMBF, Bonn, 1996
- [12] VDI/VDE-Nachrichten
„Mikrosystemtechnik: Noch immer kein Durchbruch“, Nr. 46, 14.11.1997
- [13] E. Staudt: „Innovationsbarrieren und Transfermaßnahmen in der Mikrosystemtechnik“, Institut für Angewandte Innovationsforschung, Universität Bochum, Bericht 168, 1997
- [14] „Mehr Zukunft wagen“, Innovationsbeirat der Landesregierung Baden-Württemberg, März 1996, Hrsg. Staatsministerium Baden-Württemberg, Stuttgart
- [15] Behringer, U.: „Technikum für die Fertigung von Mikrosystemen - Bindeglied zwischen Entwicklung und Produktion“, dieser Tagungsband
- [16] Wallrabe, U., Guber, A., Mohr, J., Ruther, P., Ruzzu, A.: „Mikrosysteme für endoluminale Anwendungen in der Medizin“, dieser Tagungsband
- [17] Moser, H.: „Synchrotronstrahlungsquelle ANKA - Fortgeschrittene Röntgenbestrahlungstechnik für die Mikrofertigung“, dieser Tagungsband
- [18] Czolk, R.: „Chemische Mikroanalysesysteme für die Analytik von Gasen und Flüssigkeiten“, dieser Tagungsband
- [19] Hagen, O.F.: „Physikalische Mikroaktorik und -sensorik für Anwendungen in der allgemeinen Meß- und Regeltechnik, Verkehrs- und Verfahrenstechnik“, dieser Tagungsband
- [20] Schubert, K.: „Entwicklung von Mikrostrukturapparaten für Anwendungen in der chemischen und thermischen Verfahrenstechnik“, dieser Tagungsband
- [21] „Dienstleistungszentren Mikrosystemtechnik“, Hrsg. VDI/VDE-IT GmbH, Teltow, 1997
- [22] Altmann, T., Becher, T., Kirsten, H., Tillmann, D., Wirt, U.: „Technologiefolgenabschätzung und -beurteilung von Mikrosystemen“.
Im Auftrag des Ministeriums für Wirtschaft, Mittelstand und Technologie, NRW, erstellter Bericht der MSt-Aerospace GmbH, Düsseldorf, Dez. 1993
- [23] Cuhls, K., Breiner, S., Grupp, H.: „Delphi-Bericht 1995 zur Entwicklung von Wissenschaft und Technik - Mini Delphi“, FhG ISI

Das Strategische Anwendungsfeld „Fertigungstechnik“

Technikum für die Fertigung von Mikrosystemen Bindeglied zwischen Entwicklung und Produktion

Uwe Behringer

Institut für Mikrostrukturtechnik (IMT)

Zusammenfassung

Die Akzeptanz der Mikrosystemtechnik durch die kleinen und mittelständischen Unternehmen sowie die Großunternehmen muß verbessert werden. Um dies zu erreichen, muß gewährleistet sein, daß die in F&E entwickelten Produkte nach ihrem Kundennutzen und ihrer Fertigungseffizienz ausgewählt und schnell wirtschaftlich hergestellt werden. Das heißt, daß durch eine Kleinserienfertigung ihre kostenbewußte Herstellung demonstriert werden muß. Dies kann nur durch einen hohen Standardisierungsgrad bei der Prozeßtechnik verbunden mit der Einführung von Qualitätsmanagement und Qualitätssicherung gelingen. Das Technikum für die Fertigung von Mikrosystemen im Forschungszentrum Karlsruhe stellt sich dieser Herausforderung.

Die zügige Überführung der im Rahmen des Projektes Mikrosystemtechnik (PMT) erarbeiteten F&E-Ergebnisse in industrietaugliche Produkte ist die Hauptaufgabe des seit 1997 arbeitenden Technikums für die Fertigung von Mikrosystemen (TFM). Ausgehend von den in den Vorjahren gesammelten Erfahrungen mit Kleinserien, die die Umsetzbarkeit von Labormustern in industriell fertigbare Serienprodukte demonstrieren sollten, sind jetzt in der Abteilung TFM des Instituts für Mikrostrukturtechnik (IMT) Mitarbeiter und Prozeßanlagen zusammengeführt, die für die Durchführung der Standardprozesse der Mikrosystemtechnik, insbesondere des LIGA-Verfahrens, benötigt werden. Diese Bündelung der Prozeßtechnik erfolgt in enger Wechselwirkung mit den F&E-Abteilungen, um die Entwickler von Routinearbeiten zu entlasten und umgekehrt deren spezifische Erfahrung für die Prozeßentwicklung unmittelbar nutzen zu können. Das Technikum versteht sich so als Bindeglied zwischen Entwicklung und Produktion, indem es sowohl für im PMT erarbeitete Komponenten und Systeme industrietaugliche Verfahren entwickelt und in Kleinserien testet als auch ein breites Spektrum an Verfahrenstechniken und Dienstleistungen für industrielle Nutzer anbietet. Ziel ist letztlich, durch innovative, wirtschaftliche mikrotechnische Produkte die Leistungsfähigkeit der Mikrosystemtechnik zu demonstrieren und dadurch ihre Durchsetzung am Markt zu fördern.

1. Einleitung

Einer der Gründe, warum die Mikrosystemtechnik oft unter der geringen Akzeptanz ihrer Produkte leidet ist die Tatsache, daß die Mikrosystemtechnik noch zu wenige, nutzbringende Produkte schnell und preiswert auf den Markt bringt. Denn der Markt ist da, wie eine NEXUS Studie zeigt [1]. Sie geht von einem durchschnittlichen Marktwachstum für die Mikrosysteme von 17% pro Jahr bis ins Jahr 2002 aus.

Ein weiterer Grund ist, daß in vielen Bereichen, speziell in der „nicht Silizium Welt“ der Mikrosystemtechnik, die Fertigungsprozesse und die Aufbau- und Verbindungstechnik oft noch „Handarbeit“ sind.

Zur Bewältigung dieser Problematik wurde auf der Basis von Empfehlungen externer Gutachter und Beratungen im Projekt Mikrosystemtechnik durch Beschluß von Vorstand und Wissenschaftlich-Technischem Rat des Forschungszentrums am Institut für Mikrostrukturtechnik (IMT) das Techni-

kum für die Fertigung von Mikrosystemen (TFM) aufgebaut. Das Technikum umfaßt 35 Mitarbeiter sowie den größten Teil des im IMT befindlichen Maschinenparks. Prozesse wie Sputtern, reaktives Ionenätzen, CVD, Galvanik und lichtoptische sowie röntgenoptische Lithographie können hier auch als Dienstleistung angeboten werden. Außerdem stehen Prüftechniken wie Mikroskopie und Elektronenstrahl-Rastermikroskopie im Technikum zur Verfügung. Schwerpunkt der Technologie sind die im IMT entwickelten LIGA Prozesse. Durch die Einbindung des Technikums im PMT ist eine Zusammenarbeit mit den Teiltechnika wie HVT (mechanische Mikrofertigung), HPE (Elektronik) gewährleistet. Die Arbeiten im Technikum - gegründet am 1. Januar 1997 - haben das Ziel, die Forschungsergebnisse, die am Institut für Mikrostrukturtechnik und anderen Instituten erarbeitet wurden, durch industrienaher Herstellung in marktgerechte Produkte zu überführen. Das heißt, diese Entwicklungen möglichst rasch aus dem Labormusterstadium herauszuführen und für die Industrie verfügbar zu machen.

Was sind nun die Möglichkeiten, das Produkt kostengünstig zu fertigen? Wie kann man die Kosten für die Fertigung von Mikrosystemen reduzieren? Welcher Strategie muß man folgen?

2. Strategien des Technikums im Bereich Fertigung und Herstellungskosten

Die wichtigsten Maßnahmen, die zur Zeit im Technikum auf dem Weg dorthin getroffen werden, sind:

- *Konzentration auf marktfähige Produkte und deren Serienfertigung:* Das Technikum ist dabei, diejenigen Produkte auszuwählen, die den größten Kundennutzen versprechen und mit großer Fertigungseffizienz gefertigt werden können.
- *Standardisierung der Prozesse:* Bei der Fertigung von Mikrosystemprodukten werden zur Zeit die Fertigungsprozesse so standardisiert, daß die benötigten Prozeßblöcke - ähnlich einem Baukastensystem - zusammengestellt und hintereinander ausgeführt werden können. Dadurch werden kürzere Durchlaufzeiten für die Produkte erreicht.
- *Batch-Mode-Fertigung:* Um Handgriffe und damit Zeit und Kosten zu sparen, werden in der Fertigung von Mikrosystemen viele Teile parallel, das heißt im Batch-Mode, gefertigt.
- *Dienstleistungen:* In Zusammenarbeit mit der Industrie und anderen Forschungseinrichtungen auf dem Gebiet der Mikrosystemtechnik werden Dienstleistungen angeboten. Dazu stehen im IMT-Technikum Fertigungsmaschinen und Prozeßräume zur Verfügung. Außerdem hat sich in Berlin die Gruppe **ALIGA** etabliert [2], die weltweit LIGA-Produkte wie LIGA-Masken und LIGA-Formeinsätze anbietet. Sie ist eine Kooperation von Mitarbeitern des FZK-Technikum, FhG-ISIT, das eine Reinraumfläche von ca. 300 qm (Klasse 1.000 - 10.000) zur Verfügung stellt, und BESSY, Lieferant der Synchrotronstrahlung [2]. Mit dieser Synchrotronstrahlung werden in Verbindung mit der Röntgenstrahltieflithographie (RTL) und mit Hilfe von Galvanikprozessen Röntgenstrahlmasken hergestellt („World wide Maskshop“). Neben dem Maskentyp Titanmembran mit Au-Absorber ist auch die Verwendung von Beryllium-Blanks mit Au-Absorber vorgesehen. In Berlin werden außerdem Substrate für die Herstellung von Formeinsätzen bestrahlt, sowie Mikrostrukturen aus Kunststoff und Metallen (im Gegensatz zur Silizium Technologie) gefertigt. Diese Arbeiten in Berlin sind zeitlich be-

grenzt, da BESSY 1 nur bis Ende 1999 zur Verfügung steht. Bis zur Fertigstellung von ANKA [3] hier im FZK, die für das 3. Quartal 2000 geplant ist, müssen die benötigten Bestrahlungen an BESSY 2 in Berlin oder am Bonner Synchrotron durchgeführt werden. Die in Bonn vorhandene Synchrotronstrahlenquelle wird auch schon heute für die Bestrahlung hoher Resiststrukturen verwendet. Durch die Annahme externer Aufträge im ALIGA Service Center wird der eigene, teure Maschinenpark besser ausgelastet und auch das Investitionsvolumen beim Kooperationspartner reduziert. Gleichzeitig steigert sich das Fertigungs-Know-how, was zu einer besseren Ausbeute führt.

- *ISO 900X Zertifizierung:* Im Zusammenhang mit der Erstellung von Fertigungs- und Prüfplänen für die Herstellung von Produkten der Mikrosystemtechnik wird eine ISO 900X Zertifizierung für die Formeinsatzfertigung bis Ende 1999 angestrebt.

Um dies zu erreichen, ist das Technikum in drei Bereiche strukturiert:

- 1) Standardprozesse
- 2) Kleinserienfertigung
- 3) Qualitätsmanagement und Qualitätssicherung

2.1. Standardprozesse

Zielsetzung der Arbeiten ist die reproduzierbare und wirtschaftliche Herstellung von LIGA-Masken und -Formeinsätzen für externe und interne Auftraggeber. Durch die Umorganisation im Zuge der Gründung des Technikums im IMT wurde erreicht, daß alle wesentlichen Prozeßschritte durch TFM-Mitarbeiter durchgeführt werden. Zur Fokussierung auf die zu bewältigten Aufgaben wurden produktionsorientierte Teams gebildet.

Die Herstellung von Röntgenzwischenmasken mit ca. 2.2 µm Au-Absorber mittels Elektronenstrahlbelichtung kann als standardisiert betrachtet werden. Bei den Röntgenarbeitsmasken (RAM), mit ca. 12-30 µm Au-Absorber, ist die Standardisierung noch nicht abgeschlossen. Sie ist aber extrem wichtig, wenn sich das Technikum als weltweites Service Center für die Herstellung von LIGA-Produkten versteht.

Im Bereich Standardprozesse werden auch alle technischen Dienstleistungen des Technikums organisiert und abgewickelt. Als Angebot, besonders an die klein- und mittelständische Industrie (KMUs) stehen folgende Prozesse zur Verfügung:

1. LIGA-Produkte und -Werkzeuge:

- Röntgenmasken mit dünnen Au-Absorbern zur Strukturierung von bis zu 60µm PMMA.
- Röntgenmasken mit dickem Au-Absorber zur Strukturierung von bis zu 500µm PMMA. Hier ist für die Herstellung eine Röntgenzwischenmaske erforderlich.
- PMMA-Strukturen auf Silizium- oder Keramiksubstraten mit PMMA-Höhen bis 500µm.
- Galvanikstrukturen bis 500µm.
- Abformwerkzeuge für Spritzguß oder Heißprägen bis 500µm Strukturhöhe.

2. Weitere Mikrotechnologien:

- Lithographische Strukturierungen: Optische, Elektronenstrahl- und Röntgenlithographie.
- Subtraktive Strukturierung: Naßchemisches Ätzen, Reaktives Ionenätzen (RIE) oder isotropes Plasmaätzen.
- Additive Strukturierung: Galvanischer Aufbau von Ni-, Cu-, Au-Schichten, PVD-Verfahren (Sputtern und Aufdampfen).
- Abformen/Heißprägen als kostengünstiges Strukturierungsverfahren.
- Handhabungstechniken.

2.2. Kleinserienfertigung

Ziel der Kleinserienfertigung ist, neben der Fertigung selbst, die Untersuchung und Etablierung der Fertigungsprozesse. Dabei wird das Augenmerk auf folgende Aspekte gerichtet:

- Zusammenwirken der Teilprozesse: da die Einzelteile mit verschiedenen Techniken gefertigt werden, müssen sie im allgemeinen montiert werden (Herstellung hybrider Mikrosysteme).
- Erhöhung der Fertigungsausbeute
- Kostengünstige Anfertigung von Musterteilen für interessierte Kunden: der Kunde lernt dadurch die Bauteile, deren Funktion und den Umgang mit ihnen kennen und kann die Musterteile selbst testen. Danach kann er Vorschläge für Weiterentwicklungen oder gar Neuentwicklungen mit dem Musterhersteller (hier TFM) diskutieren.
- Konzeption von Geräten zur Teileherstellung bzw. Teilemontage (Beispiele: Anlage zum positionierten Abformen in Zusammenarbeit mit Jenoptik (siehe unten, [6,7])). Dazu kommt die Klebevorrichtung für das

AMANDA Verfahren [4], und die Bestückung mikrooptischer Bänke (MIMOSE-System [5]).

- Konzeption von Fertigungslinien (Beispiel: AMANDA-Verfahren, Fertigungslabor)
- Konzeption von Geräten und Meßroutinen zur Qualitätskontrolle (Beispiel Pumpentest im Zwölfertnutzen, Pumpenendtest). Seit Beginn der Kleinserienfertigung wurden Mikropumpen an 53 verschiedene Kunden verkauft.
- Vorbereitung der Kleinserienfertigung von Beschleunigungssensoren in Abformtechnik (BMFT Verbundprojekt PROBE). Die von Jenoptik konzipierte und gebaute Prägemaschine für die positionierte Abformung von Beschleunigungssensoren auf Keramiksubstraten wird derzeit eingefahren [6,7].

2.3. Qualitätsmanagement und Qualitätssicherung

Der Aufbau eines Qualitätsmanagement-Systems im IMT-Technikum für die Bereiche „Kleinserienfertigung“ und „Standardprozesse“ dient der Absicherung der Industrietauglichkeit von F+E-Ergebnissen aus dem Projekt Mikrosystemtechnik. Das QM-System orientiert sich dabei an den speziellen Randbedingungen, die sich aus der engen Kopplung von Forschung u. Entwicklung mit den Maßnahmen der Technologieumsetzung im FZK ergeben. Das Ziel ist die Umsetzung der für die Fertigung notwendigen Qualitätspolitik. Hierzu wurden Fertigungspläne erstellt sowie Laufzettel und Prüfpläne definiert, die jedes Produkt begleiten.

In einer zweiten Stufe ist die Erweiterung im Sinne von DIN ISO 9001 mit der Einbeziehung von Design und Entwicklung für die Herstellung von Formeinsätzen bis Ende 1999 vorgesehen.

Kurzfristig ist die Etablierung einer abteilungsübergreifenden Auftragsleitstelle geplant, über die alle Aufträge organisiert und abgewickelt werden. Ziel ist eine optimale Kapazitätsbestimmung und Auslastung. Dadurch werden Engpässe minimiert, was für eine effektive Einwerbung von Drittmitteln und die damit verbundene effiziente Kundenbetreuung ein absolutes Muß ist.

Langfristig wird in Zusammenarbeit mit dem IAI an einer Einbindung der Prozeß- und Prüfdaten in MS Exchange gearbeitet. Mit diesem System sollen dann per E-mail Nachrichten zum Stand der jeweiligen Probe an die Prozeßverantwortlichen geschickt werden. Die Erprobungsphase kann voraussichtlich Ende nächsten Jahres beginnen.

3. Das Technikum - Bindeglied zwischen Entwicklung und Produktion

Die Fertigung im Technikum wird so organisiert, daß trotz immer neuer Produkttypen ein bestimmter Satz an Standardprozessen definiert wird, die wie erwähnt in einer Art Baukastensystem zusammengestellt werden. So wird erreicht, daß der Aufwand für neu zu entwickelnde Prozeßparameter für ein neues Produkt minimiert wird. Dabei ist es offensichtlich, daß eine Fertigung, die mehrere Teile auf einer Anlage parallel im Batch-Mode fertigt, immer kostengünstiger arbeitet als eine Einzelfertigung. Außerdem spart eine Prozeßlinie weitere Kosten ein, wenn sie mehrere Produkte mit demselben Maschinenpark fertigen kann (höhere Auslastung).

Abbildung 1 zeigt fünf parallel abgeformte Mikrospektrometer. Das Mikrospektrometer [8,9] wird momentan in der Fünftausenderserie gefertigt. In dieser Fertigung werden auch mit neu hergestellten Formeinsätzen durch Heißprägen Mikrospektrometer hergestellt. Die anschließende Konfektionierung der Mikrospektrometer und die ausgeführten Messungen sind Teil der Abmusterung der neuen Formeinsätze.

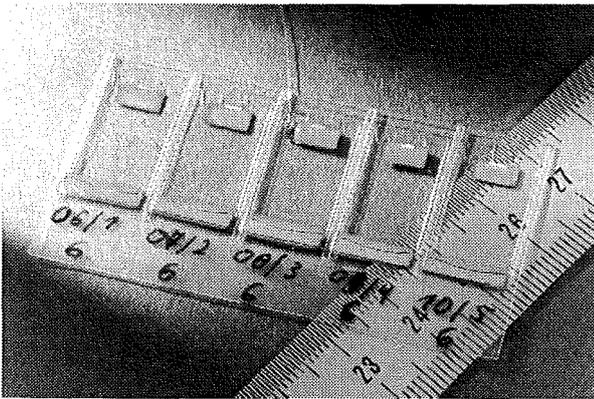


Abb. 1: Abformung vom fünf LIGA-Mikrospektrometern in einem Arbeitsgang.

In Abbildung 2 ist ein Batch von 12 Mikropumpen [10,11] zu sehen, die parallel gefertigt werden.

Die Umsetzung vom Gebrauchsmuster über Kleinserien- zur Großserienfertigung muß zügig erfolgen und in einem Zeitraum von maximal zwei bis drei Jahren abgeschlossen sein. Abbildung 3 versucht, das extreme Anwachsen des Aufwands bei dieser Umsetzung zu verdeutlichen. Aufgetragen ist der finanzielle Aufwand (Kapital- und Personaleinsatz) über die Zeit.

Zum Zeitpunkt Null soll der Blitz die Geburt einer Idee anzeigen. Die erste Kurve soll den ungefähren Aufwand für die ersten Gebrauchsmuster anzeigen. Die zweite Kurve demonstriert den um

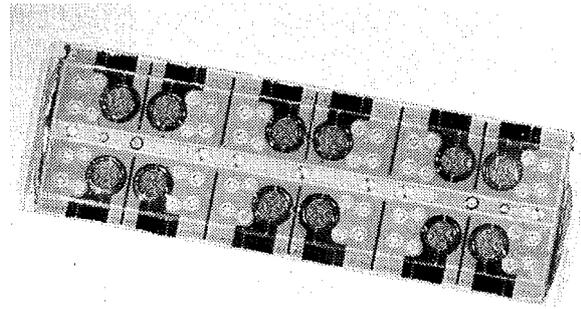


Abb. 2: 12er-Batch bei der Fertigung von Mikropumpen Mikrospektrometern in einem Arbeitsgang.

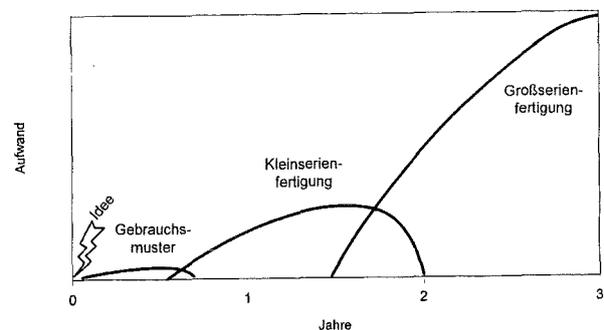


Abb. 3: Skizze des Aufwandes vom Gebrauchsmuster über die Kleinserie zur Großserienfertigung..

etwa den Faktor 10 bis 20 erhöhten Aufwand, das Produkt in einer Kleinserie zu fertigen. Die dritte Kurve veranschaulicht den erneuten extremen Aufwand (ca. der Faktor 10 bis 100 gegenüber der Kleinserienfertigung), wenn ein Produkt in die Großserienfertigung geht.

Die Fertigung der Kleinserie im Technikum als Bindeglied zwischen Gebrauchsmuster und Großserienfertigung soll demonstrieren, daß das Produkt kostengünstig gefertigt werden kann, und so die Unternehmen in ihrem Engagement unterstützen, den Sprung in die Großserie zu wagen.

In der Kleinserie und später speziell in der Großserie müssen noch weitere Überlegungen gemacht werden:

- Weitergehende Automatisierung von Prozeßschritten.
- Günstiger Einkauf von Materialien.
- Bessere Auslastung der Maschinenanlagen.

Nur so ist die Zeitdauer des „Return on Investment“ deutlich zu reduzieren. Das Technikum arbeitet nach diesen Gesichtspunkten: Z.B. können durch die Nutzung der von ALIGA angebotenen Dienstleistungen die Investitionen eines Unternehmens

kleiner gehalten und auf kundenspezifische Belange angepaßt werden.

4. Zusammenfassung und Ausblick

Die Mikrosystemtechnik braucht dringend mehr Akzeptanz bei den KMUs und den Großunternehmen. Dies kann erreicht werden, indem die Bereiche, sei es Forschung oder Industrie, die die Produkte der Mikrosystemtechnik entwickeln, sehr schnell diese Produkte umsetzen, ihren Kundennutzen nachweisen und die Machbarkeit und die kostengünstige Fertigung demonstrieren. Letzteres kann nur durch einen hohen Grad in der Standardisierung gelingen. Speziell für die Montage, das heißt für die Aufbau- und Verbindungstechnik, ist dies extrem wichtig.

Das Technikum hat sich dieser Aufgabe gestellt. Durch innovative Produkte, wie das Mikrospektrometer, das industriell schon in Tausender Stückzahlen gefertigt und eingesetzt wird: Abbildung 4 zeigt vereinzelt Mikrospektrometer, die im Fünfernutzen (vgl. Abb 1) hergestellt werden.

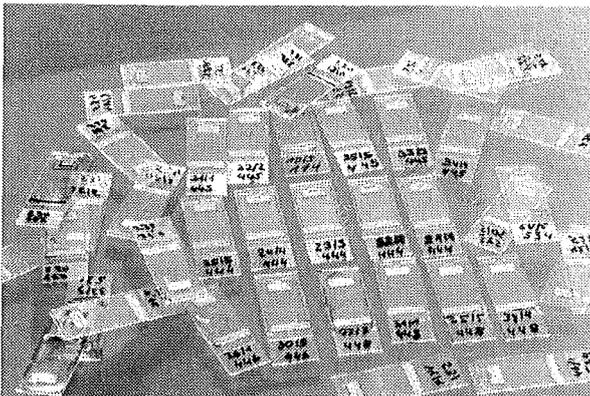


Abb. 4: Kleinserienfertigung des LIGA-Mikrospektrometers

Die Abbildung 5 zeigt die in der Kleinserienfertigung „schaufelweise“ hergestellten Mikropumpen, die schon als Testmuster an 53 Kunden ausgeliefert wurden. Beide Produkte haben die Akzeptanz für Produkte der Mikrosystemtechnik gefördert. Neuen Produkten zu einem ähnlichen Erfolg zu verhelfen ist das Ziel.

Zunächst teure LIGA-Produkte (Masken, direkt bestrahlte Substrate und Formeinsätze) oder Komponenten, die nur mit hohem Geräteaufwand hergestellt werden können, können vom Experten (TFM) hergestellt werden und vom Kunden (z. B. KMU) als Werkzeug zugekauft werden. Die eigentliche Produktion (Abformung) bzw. Montage (AMANDA) kann dann beim Kunden stattfinden, der die LIGA-Werkzeugkosten auf die Einzelteile umlegen kann. So wurde von einem Industriepartner demonstriert, daß das Spritzgießen von über

10.000 Mikrospektrometern mit einem Formeinsatz erfolgreich durchgeführt wurde [12].

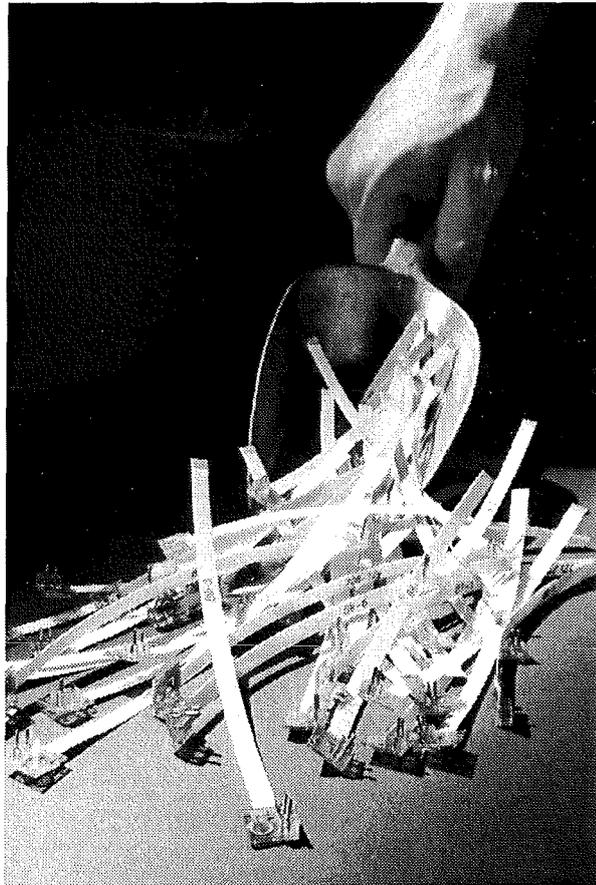


Abb. 5: Kleinserienfertigung der Mikropumpe

Wenn die Produkte der Mikrosystemtechnik demonstrieren, daß sie gegenüber vorhandenen Makrosystemen billiger, leistungsfähiger, sicherer und kleiner sind oder neue Märkte bedienen können, wird der Markt für Mikrosysteme rasant ansteigen. Dann ist eine ähnliche Preisentwicklung für die Mikrosystemfertigung zu erwarten wie in der Mikroelektronik.

Literatur:

- [1] Wechsung, R.: „Market Analysis for Microsystems“, an interim report from NEXUS taskforce, Eurosensor 1997, Warschau
- [2] Börner, M., Behringer, U., Karl, B., Maas, D., Schulz, J. ; Gerner, M., Scheunemann, U.: „ALIGA: Ein Service-Center für Mikrosystemkomponenten in LIGA-Technik“, dieser Tagungsband

- [3] Moser, H.O.: „Synchrotronstrahlungsquelle ANKA - fortgeschrittene Röntgenbestrahlungstechnik für die Mikrofertigung“ dieser Tagungsband
- [4] Schomburg, W.K., Ahrens, R., Bacher, W., Goll, C., Martin, J., Rummier, Z.: „AMANDA - Produktion mikrofluidischer Komponenten durch Abformung und Membranübertragung“, dieser Tagungsband
- [5] Gengenbach, U., Göttert, J., Engelhardt, F., Scharnowell, R.: „Ein System zur automatischen Montage von Mikrosystemen“, 2. Statuskolloquium des Projektes Mikrosystemtechnik, FZKA-Bericht 5670, (1995), S 62-66
- [6] Fahrenberg, J.: „Entwicklung und Einsatz von Produktionsverfahren im Rahmen von Verbundprojekten“, dieser Tagungsband
- [7] Rötting, O., Hecke, M., Maas, D., Reuther, F.: „Prägen von Mikrostrukturen - Entwicklung von Komponenten und Anlagen am Beispiel von Beschleunigungssensoren und Heißpräganlagen“, dieser Tagungsband
- [8] Hagen, O.F., Bacher, W., Hecke, M., Mohr, J., Moritz, H., Müller, C.: „Erfahrungen beim Aufbau und Betrieb einer Kleinserienfertigung für LIGA-Spektrometer“, 2. Statuskolloquium des Projektes Mikrosystemtechnik, FZKA-Bericht 5670, (1995), S 41-44
- [9] Müller, C., Mohr, J.: „Microspektrometer fabricated by the LIGA-Process“, ISR-Interdisciplinary Science Review 18 (1993), S 273-279
- [10] Seidel, D., Büstgens, B., Keller, W., Maas, D.: „Aufbau- und Verbindungstechnik für die Kleinserienfertigung von Mikropumpen“, 2. Statuskolloquium des Projektes Mikrosystemtechnik, FZKA-Bericht 5670, (1995), S 51-56
- [11] Schomburg, W.K., Bacher, W., Bier, W., Büstgens, B., Fahrenberg, J., Goll, C., Maas, D., Menz, W., Seidel, D.: „Fabrication of microfluidic devices by thermoplastic molding and Diaphragm transfer“, IMECE Proc. of the ASME Dynamic Systems and Control Division, DSC-Vol. 57-2, (1995), S. 951-956
- [12] Kreuzberger, S., Schönfelder, S., „Fertigungstechnik für Mikrosysteme“, F&M, 105. Jahrgang, Heft 6/97

Montage hybrider Mikrosysteme

U. Gengenbach¹⁾, F. Engelhardt¹⁾, P. Ruther²⁾, R. Scharnowell¹⁾, D. Seidel²⁾

¹⁾Institut für angewandte Informatik

²⁾Institut für Mikrostrukturtechnik

Zusammenfassung

Auf dem Weg von der Mikrokomponente zum Produkt kommt der Mikromontage eine große Bedeutung zu. Nur ein geringer Anteil von mikrotechnisch hergestellten Produkten kann vollständig monolithisch aufgebaut werden. In vielen Fällen werden die einzelnen Mikrokomponenten mittels unterschiedlicher Technologien hergestellt, so daß eine Mikromontage unvermeidbar ist. Das Forschungszentrum Karlsruhe arbeitet seit 1994 auf dem Gebiet der hybriden Mikromontage. Im Rahmen des BMBF-Verbundprojektes MFV-Mikrosysteme wurde ein System zur automatischen Montage von mikrooptischen Duplexern in kleinen und mittleren Serien aufgebaut. Der Beitrag umreißt die wesentlichen Aspekte der hybriden Mikromontage, die Montageaufgabe sowie die Anforderungen an die Gerätetechnik und illustriert sie am Beispiel der automatischen Montage eines mikrooptischen Duplexers. Abschließend wird der weitere Handlungsbedarf auf diesen Gebieten aufgezeigt.

1. Einleitung

Komplexe Mikrokomponenten und Mikrosysteme werden im allgemeinen aus mehreren Einzelteilen aufgebaut. Eine rein monolithische Integration ist in den seltensten Fällen möglich. Oft ist es erforderlich Teile aus verschiedenen Materialien die mit unterschiedlichen Fertigungstechnologien (z.B. konventionelle optische Technologie, mechanische Mikrotechnik, LIGA-Technik, Siliziumtechnologie) hergestellt wurden, zu einem Gesamtsystem zu integrieren. Ähnlich wie bei der Fertigung von Makrokomponenten müssen dazu Lösungen zur Teilezuführung und Magazinierung, zur Greiftechnik, Handhabungstechnik und Fügetechnik erarbeitet werden. Aufgrund der um Größenordnungen geringeren Abmessungen der Mikrokomponenten sind Geräte der Makrotechnik in vielen Fällen nicht direkt einsetzbar. Deshalb müssen hier Anpassungsarbeiten durchgeführt werden, bzw. neue Lösungen entwickelt werden. Von erheblichem Einfluß ist die Gestaltung der Mikroteile. Die Montageaufgabe läßt sich erheblich vereinfachen, wenn Montageaspekte bereits beim Design der Mikrokomponenten berücksichtigt werden.

2. Montageaufgabe

Durch die Vielfalt der Einsatzmöglichkeiten mikrotechnisch hergestellter Produkte ist die Teilebandbreite in der hybriden Mikromontage sehr groß. Sie reicht von der Montage von Mikromembranpumpen im Nutzen [1], über die Montage von Mikromotoren [2], LIGA-Galvanikformen für Beschleunigungssensoren auf strukturierten Silizi-

um-Wafern [3] bis zur Montage mikrooptischer Komponenten. Entsprechend variieren die Montageaufgaben, die Toleranzen der Teile, die Fügeprozesse und die einzuhaltenden Montagetoleranzen. Die wesentlichen Entwicklungen auf diesem Gebiet wurden in BMBF-Verbundprojekten wie MEP [4], MFV-Mikrosysteme [5], MOMSYS [6], MikroMilli [7] und FEPAKOM [8] durchgeführt. Ein wesentlicher Aspekt für eine automatisierte Montage ist ein montagegerechtes Design der zu montierenden Einzelteile. Dies soll am Beispiel eines mikrooptischen Duplexers erläutert werden, für den das Forschungszentrum Karlsruhe im Rahmen des BMBF-Verbundprojektes „MFV-Mikrosysteme“ das Montagesystem „MIMOSE“ entwickelt hat [9]. Diese Entwicklung wurde in interdisziplinärer Zusammenarbeit des Instituts für angewandte Informatik und des Instituts für Mikrostrukturtechnik durchgeführt. Das Institut für angewandte Informatik übernahm dabei die Entwicklung der Gerätetechnik und der Steuerungstechnik während vom Institut für Mikrostrukturtechnik das Design der Mikrokomponenten und die Fügeprozesse bearbeitet wurden.

2.1 Montagegerechtes Design am Beispiel des mikrooptischen Duplexers

Der mikrooptische Duplexer wurde vom Forschungszentrum Karlsruhe in Zusammenarbeit mit Partnern aus Industrie und Forschung im Rahmen des BMBF-Verbundprojektes AVT-KEO entwickelt [10]. Diese mikrooptische Komponente dient zur bidirektionalen Kopplung eines optischen Netzwerks mit einem elektrischen Netzwerk. Der Duplexer besteht aus zwei Kugellinsen, einem Wellenlängenfilter und einer Glasfaser, die

auf einer mikrooptischen Aufbauplatte montiert werden. Die mikrooptische Aufbauplatte wird in ein Gehäuse eingebaut, das mit einer Durchführung für die Glasfaser sowie mit zwei Bohrungen für die Anbringung von gehäusten Laser- und Photodioden versehen ist. Die Photodiode dient zur Wandlung des ankommenden optischen Signals in ein elektrisches Signal; die LASER-Diode zur Wandlung von ausgehenden elektrischen Signalen in optische Signale. Das Wellenlängenfilter und die Kugellinsen werden kommerziell mit herkömmlichen Fertigungsverfahren der Optikindustrie hergestellt. Die mikrooptische Aufbauplatte ist eine Polycarbonat-Struktur mit zwei Ebenen, die mit den Abformprozessen des LIGA-Verfahrens hergestellt wurde. Auf der mikrooptischen Bank befinden sich Haltestrukturen, die die passiven mikrooptischen Komponenten mit einem leichten Presssitz fixieren.

Die mikrooptische Aufbauplatte wird von oben in das Gehäuse eingeführt und auf dem Boden verklebt. Durch die Gestaltung der Haltestrukturen sind die Fügerichtungen der Mikrokomponenten festgelegt. Die Kugellinsen und das Wellenlängenfilter werden senkrecht in die Haltestrukturen der Aufbauplatte eingepreßt, die Glasfaser ist in einer Ferrule gefaßt und wird unter einem Winkel von 10° durch die Bohrung im Gehäuse in den horizontalen Faserschacht eingeschoben. Durch die hohe Präzision des LIGA-Verfahrens ist die Lage der Kugellinsen und des Wellenlängenfilters über die Haltestrukturen in der Ebene der mikrooptischen Aufbauplatte mit Submikrometergenauigkeit festgelegt. Lediglich die Position der Kugellinsen in z-Richtung muß durch das Mikromontagesystem mit $\pm 2\mu\text{m}$ Genauigkeit sichergestellt werden. Die Toleranz der Position der Glasfaserstirnfläche vor der ersten Kugellinse konnte durch das montagegerechte Design mit $\pm 110\mu\text{m}$ recht groß gewählt werden.

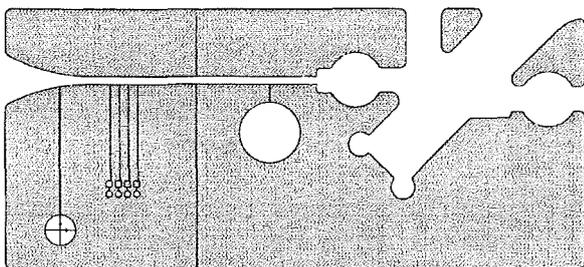


Abb. 1 : Maske des montagegerecht optimierten Designs der mikrooptischen Aufbauplatte.

Abb. 1 zeigt das im Hinblick auf die Montage-technik optimierte Design der mikrooptischen Aufbauplatte. Der Faserschacht wurde mit einer konischen Einführhilfe versehen, die Haltestruktur des Wellenlängenfilters ist nach einer Seite offen,

um eine überbestimmte Einspannung zu vermeiden. Die Kugellinsen zentrieren sich durch ihre natürliche Gestalt beim Einpressen sehr gut in der Haltestruktur. Die Quaderform des Wellenlängenfilters ist in dieser Hinsicht weniger günstig. Um auch hier eine Selbstzentrierung beim Einpressen zu erzielen, wurde das Filter an den Unterkanten mit einer $50\mu\text{m}$ Einführschräge versehen. Die Ferrule, die als Schnittstelle zwischen Glasfaser und Gehäuse dient, wurde mit einer Zentrierhilfe zur Vereinfachung des Greifprozesses versehen.

3. Anforderungen an die Gerätetechnik

Neben der Montageaufgabe wird das Layout der Montageanlage von einer Vielzahl von weiteren Faktoren bestimmt. Geplante Stückzahlen, Montagekosten, Produktionsumfeld (Platzbedarf, Reinraumanforderungen, Medienversorgung), Schnittstellen vor- und nachgelagerter Produktionsschritte stellen zusätzliche Anforderungen an die Gerätetechnik. Bei kleinen und mittleren Stückzahlen und einer kleinen Anzahl verschiedener Montagevorgänge können alle Montageschritte nacheinander auf einer multifunktionalen Arbeitsstation mit Werkzeugwechsler ausgeführt werden. Bei hohen Stückzahlen mit entsprechend niedrigen Taktzeiten müssen diese Schritte mit Hilfe von mehreren Montageautomaten in einer Montagelinie parallelisiert werden. Eine wesentliche Rolle kommt dem Materialfluß in der Montagezelle zu. Er muß optimiert werden, um Teilezuführungsbewegungen von einfachen Zuführgeräten ausführen zu lassen. Die eigentlichen Montagebewegungen, die hohe Genauigkeit erfordern, können damit auf einen kleinen Arbeitsraum beschränkt werden [11]. Eine solche Optimierung des Materialflusses erlaubt auch den Einsatz von „Mini-Environments“ und spart damit Reinraumkosten [12]. Im folgenden werden die wesentlichen Subsysteme eines Mikromontagesystems näher betrachtet.

3.1 Handhabungssystem

3.1.1 Situation

Eine Vielzahl von Handhabungsaufgaben in der hybriden Mikromontage besteht im senkrechten Fügen einer Komponente in oder auf ein Bauteil. Dazu ist eine Positionierung in der Ebene und eine Translation in z-Richtung erforderlich. In manchen Fällen ist zusätzlich noch eine Drehung der Komponente um die z-Achse erforderlich. Somit lassen sich die meisten Handhabungsaufgaben mit drei translatorischen und einem rotatorischen Freiheitsgrad erledigen. Die Anforderun-

gen an die Positioniergenauigkeit variieren von ca. $10\mu\text{m}$ bis in den Submikrometerbereich. Hierbei ist jedoch zu beachten, daß in vielen Fällen durch montagegerechtes Design die erforderliche Positioniergenauigkeit erheblich reduziert werden kann. Der erforderliche Arbeitsraum variiert zwischen einigen dm^3 z.B. für die Montage von Galvanikformen für Beschleunigungsaufnehmer auf Siliziumwafer [3] und einigen cm^3 für die Montage mikrooptischer Komponenten. Unter diesen Gesichtspunkten sind konventionelle Industrieroboter hinsichtlich ihrer Nutzlast und des Arbeitsraumes überdimensioniert während ihre Positioniergenauigkeit unzureichend ist.

Die Reduktion des Arbeitsraumes und die geringe Anzahl an erforderlichen Freiheitsgraden legt die Verwendung von kartesischen oder SCARA-Kinematiken nahe. Darüber hinaus können jedoch auch unkonventionelle kinematische Strukturen, wie die parallelen Strukturen, die an der Universität Braunschweig [13] und der EPFL Lausanne [14] entwickelt werden, zum Einsatz kommen. Als industrielle Produkte verfügbar sind z.B. Handhabungssysteme auf der Basis hochpräziser direktangetriebener xy-Tische von der Firma LPKF und hochgenaue kartesische Mikroroboter mit vier Freiheitsgraden der Firma SYSMELEC.

3.1.2 Handhabungstechnik am Mikromontage- system MIMOSE

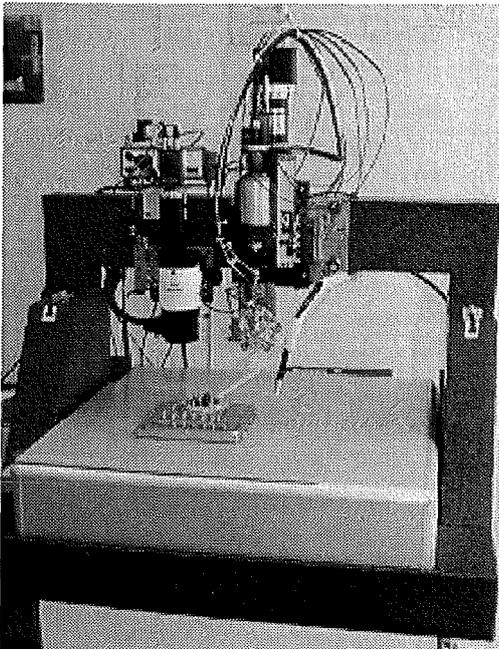


Abb. 2: Das Handhabungssystem LPKF-HS8

Zur Montage des mikrooptischen Duplexers wurde vom Forschungszentrum das hochpräzise vierachsige Handhabungssystem LPKF HS8 der Firma LPKF CAD/CAM Systeme in Thüringen gewählt (siehe Abb. 2). Dieses System besteht aus einem hochgenauen xy-Tisch mit starr darüber montierter Hub-/Drehachse. Es zeichnet sich durch einen Arbeitsraum von $200 \times 200 \times 100 \text{ mm}^3$ und eine absolute Positioniergenauigkeit von $\pm 1\mu\text{m}$ aus.

3.2 Teilezuführung

3.2.1 Situation

Um automatisch montieren zu können, müssen die Teile definiert in den Arbeitsraum des Handhabungsgerätes gebracht werden. Dies kann passiv in Form von Magazinen oder aktiv mittels Zuführsystemen geschehen. Wesentliche Faktoren, die die Art der Teilezuführung bestimmen, sind ihr Anlieferungszustand, ihre Teileeigenschaften und die Aufnahme durch den Greifer. Greifer und Teilezuführung bzw. Magazin müssen sorgfältig aufeinander abgestimmt sein. Der Anlieferungszustand der Teile ist in vielen Fällen nicht direkt für eine automatische Weiterverarbeitung geeignet. Dann ist erheblicher Aufwand erforderlich, um eine definierte Lage und Ausrichtung für die Montage herzustellen. Falls aus vorgelagerten Fertigungsprozessen z.B. Spritzgießen oder Heißprägen, eine „natürliche Ordnung“ der Teile vorgegeben ist, so sollte diese soweit als möglich beibehalten und für die Teilezuführung genutzt werden.

Die Teileeigenschaften ändern sich beim Übergang in Mikrodimensionen erheblich, volumenabhängige Einflüsse wie Masse und Trägheit verlieren an Bedeutung, während oberflächenabhängige Effekte wie Elektrostatik oder Adhäsion an Bedeutung gewinnen. Diese Einflüsse treten insbesondere bei der Vereinzelung von Schüttgut in den Vordergrund.

Um Magazinierlösungen zu entwickeln ist es in weit höherem Maße als bei makroskopischen Teilen notwendig eine Vielzahl von Teileeigenschaften (Material, Oberflächenbeschaffenheit, Steifigkeit, geometrische Gestalt etc.) zu berücksichtigen. Aus diesem Grund bestehen bisher wenige Lösungen für die Magazinierung und Zuführung von Mikrokomponenten. Daraus ergibt sich ein erheblicher Entwicklungsbedarf auf diesem Gebiet. In Anbetracht der grossen Teilevielfalt, besteht die Gefahr eine Vielzahl von Speziallösungen zu entwickeln. Um dies zu vermeiden, müssen die Teile klassifiziert und in Teilefamilien

gruppiert werden [15]. Die Kunst besteht nun darin, diese Klassifizierung so vorzunehmen, daß die Komplexität durch die Vielzahl der zu berücksichtigenden Teilemerkmale nicht zu sehr zunimmt und dennoch Teilefamilien entstehen, die eine vernünftige gerätetechnische Realisierung erlauben. Hierin liegt eine wesentliche Aufgabe für die Standardisierung. Durch Entwicklung von Geräten für diese Teilefamilien können Speziallösungen vermieden werden.

Ein erster Ansatz der Standardisierung von Werkstückträgern für die Mikrosystemtechnik ist der Normvorschlag „Fertigungsmittel für die Mikrosystemtechnik – Werkstückträger – Maße und Toleranzen“, der Fa. ACR. [16]. Dieser Werkstückträger wurde im BMBF-Verbundprojekt MEP entwickelt und zur Magazinierung von Mikrokörpern wie Linsen für Endoskope und Schwingspiegel eingesetzt. Der große Vorteil dieses Normvorschlages besteht in seiner Kompatibilität mit in der Halbleitertechnik üblichen Geräten wie z.B. SMIF-Systemen und Handlern.

3.2.2 Teilezuführung am Mikromontagesystem MIMOSE

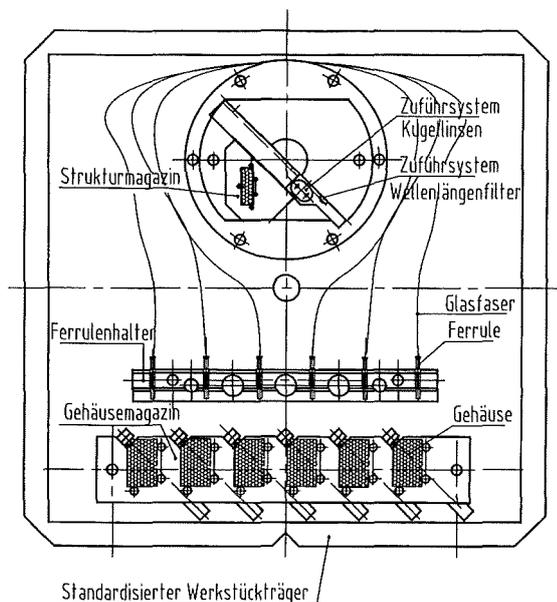


Abb. 3: Layout des MIMOSE Werkstückträgers

Zur Automatisierung der Duplexermontage hat das Forschungszentrum Karlsruhe ebenfalls dieses Format als Werkstückträger gewählt und darauf Magazine und Zuführsysteme für die Bereitstellung der Duplexergehäuse, der Wellenlängenfilter, der Kugellinsen und der Glasfasern aufgebaut (siehe Abb. 3). Auch hier ist der Anlieferungszustand der Teile nicht direkt für Teilezu-

führung zum Mikromontagesystem geeignet. Daher wurden für alle zu montierenden Komponenten eigene Magazine entwickelt. Dabei wurden die speziellen Eigenschaften der Kugellinsen (Masse ca. 1 mg, Selbstzentrierung) zur Realisierung einer pneumatischen Zuführung genutzt.

Zur Reduzierung von Nebenzeiten wird der Werkstückträger außerhalb der Maschine vorbereitet und anschließend mit Vakuum auf dem xy-Tisch des LPKF-Handhabungsgerätes gespannt.

3.3 Greifertechnik

3.3.1 Situation

Auf dem Gebiet der Greifertechnik ist die Situation ähnlich wie auf dem Gebiet der Teilezuführung. Die Teilevielfalt erfordert eine Vielzahl von verschiedenen Greiferlösungen angepaßt an die jeweilige Greifaufgabe. Derzeit dominieren Sauggreifer, zum Teil mit integrierter Sensorik, wie z.B. Kraftaufnehmern oder einer Miniaturkamera für Bildverarbeitung [17]. Durch die Materialvielfalt und speziellen Strukturierungsverfahren in der Mikrotechnik sind spezielle Bildverarbeitungsverfahren erforderlich. Bildverarbeitungsalgorithmen für die Justierung und Montage von LIGA-Teilen werden am Institut für angewandte Informatik des Forschungszentrums entwickelt [18,19]. Für mechanische Greifer werden Lösungen z.B. an der TU Braunschweig entwickelt [20]. Die geringen Massen der Teile erlauben auch den Einsatz von nichtkonventionellen Greifprinzipien wie z.B. Adhäsion.

Die meisten Mikrogreifer sind bisher lediglich als Prototypen und noch nicht als Produkte am Markt verfügbar.

3.3.2 Greifertechnik am Mikromontagesystem MIMOSE

Für die Montage des mikrooptischen Duplexers wurden drei Sauggreifer mit integrierter Kraftsensorik entwickelt, sowie ein kommerzieller pneumatischer Backengreifer adaptiert.

Die Sauggreifer wurden speziell an die Geometrie der Kugellinse, des Wellenlängenfilters und der LIGA-Platte angepaßt (siehe Abb. 4). Sie sind mit Zentrierhilfen zur Reduktion der Genauigkeitsanforderungen an das Magazin bzw. das Zuführsystem versehen. Ein integrierter Kraftsensor dient zur Messung der Fügekraft in z-Richtung. Zum hochgenauen Greifen der Glasfaser wurde die Ferrule, in der das Ende der Faser gefasst ist, mit

speziellen Zentrierhilfen versehen. Entsprechend wurden die Backen des Pneumatikgreifers darauf abgestimmt. Da das MIMOSE-System alle Montageschritte ohne Werkzeugwechsel ausführen soll, musste eine Möglichkeit zum automatischen Werkzeugwechsel geschaffen werden. Am Markt war kein Werkzeugwechsler verfügbar, der sechs Werkzeugpositionen bei kompakter Bauweise, geringem Eigengewicht und hoher Wiederholgenauigkeit bot. Daher wurde von uns ein kompakter Werkzeugwechselrevolver mit sechs Werkzeugpositionen und einer Wiederholgenauigkeit von $\pm 5\mu\text{m}$ entwickelt. Für dieses Wechselsystem wurde ein Gebrauchsmuster beantragt und erteilt [21]. Der Werkzeugwechsler trägt die drei Sauggreifer, den pneumatischen Zweifingergreifer und den miniaturisierten Klebstoffdispenser.

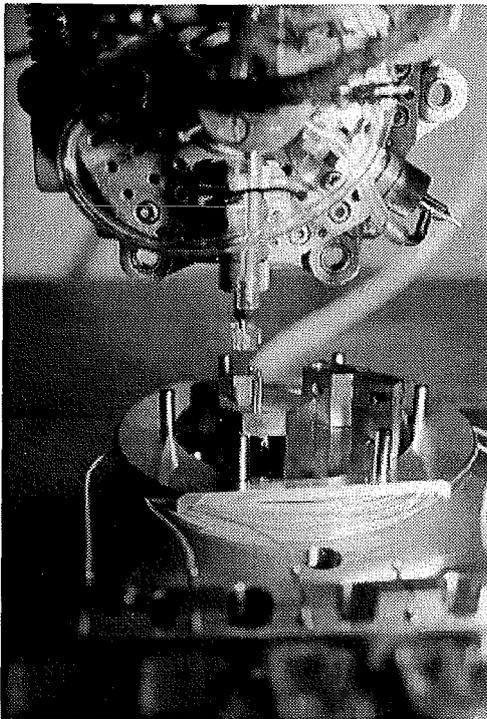


Abb. 4: Entnahme der mikrooptischen Aufbauplatte aus dem Magazin mit dem am Werkzeugwechselrevolver montierten Sauggreifer

3.4 Fügetechnik

3.4.1 Situation

Entsprechend der Vielfalt der hybriden Mikrosysteme wird eine Vielzahl von Fügeprozessen eingesetzt. Dominierende Fügeprozesse sind das Kleben, gefolgt von kraftschlüssigen Verbindungen wie Presssitz und dem Laserschweißen [22]. Klebeverbindungen müssen oft verschiedene Anforderungen wie mechanischer Fixierung, Anpassung optischer oder elektrischer Eigenschaften

ten bis hin zur Abdichtung gegen Gase und Flüssigkeiten erfüllen [1]. Daraus resultiert eine große Bandbreite von eingesetzten Klebstoffen mit hoher und niedriger Viskosität, gefüllt und ungefüllt oder lichterhärtend und thermisch härtend. Entsprechend variieren die Anforderungen an die Gerätetechnik zur Klebstoffdosierung [23].

Neben dem eher traditionellen Ansatz zur Klebstoffdosierung durch präzise Dosiertechnik, wurde im Institut für Mikrostrukturtechnik des Forschungszentrums ein Verfahren zur Ausnutzung der Kapillarität bei der Klebstoffdosierung entwickelt [24]. Durch Kapillarkräfte wird der Klebstoff gezielt an die Klebestelle geleitet. Dazu sind niederviskose Kleber und ein entsprechend angepasstes Design der Mikrokomponenten erforderlich. Auf diesem Gebiet werden umfangreiche Untersuchungen durchgeführt, um zu „Design-Rules“ zu kommen, die bereits beim Entwurf der Mikrokomponente berücksichtigt werden. Damit können die Anforderungen an das Dosiersystem erheblich reduziert werden, so daß dieses Fügeverfahren sicher noch eine große Zukunft vor sich hat.

Auf dem Gebiet der Umsetzung der in Entwicklung befindlichen Fügeverfahren in industriell einsetzbare Gerätetechnik sind noch weitere Arbeiten zu leisten. Aber auch die bereits am Markt verfügbare Gerätetechnik muß für die Integration in Mikromontagesysteme weiter angepaßt werden. Dies gilt insbesondere für Dosierköpfe von Klebstoffdispensern; sie sind oft noch zu groß um auf einem Mikromontageroboter oder einem Werkzeugwechselsystem montiert zu werden. Daher wird im BMBF-Verbundprojekt MOMSYS ein rechnergesteuertes Mikrodosiersystem für Klebstoffe für die Montage mikrooptischer Komponenten entwickelt [25].

3.4.2 Fügetechnik am Mikromontagesystem MIMOSE

Zur Montage des mikrooptischen Duplexers sind am Mikromontagesystem MIMOSE die Fügeverfahren „kraftschlüssiges Fügen durch Einpressen der Kugellinsen, der Wellenlängenfilter und der Glasfaser“ sowie „Kleben“ realisiert. Alternativ wurden auch Verfahren zur Fixierung der mikrooptischen Komponenten durch Aufschmelzen des Polymers der mikrooptischen Aufbauplatte mit Laser untersucht. Der Einpressvorgang der Kugellinsen und Wellenlängenfilter wird durch in die Sauggreifer integrierte Kraftsensoren geregelt. Zum Einkleben der mikrooptischen Aufbauplatte im Gehäuse und zur Sicherung der anderen Komponenten nach dem Einpressen wird ein

lichtaktivierbarer Klebstoff verwendet. Auch hier stellte sich das Problem der Integration der zur Dosierung des Klebstoffes erforderlichen Gerätetechnik in das System. Aus diesem Grund wurde eine miniaturisierte Klebstoffkartusche für ein kommerzielles Druckluft/Zeit-Dosiergerät entwickelt und auf dem Werkzeugwechselrevolver montiert. Die Steuereinheit des Dosiergerätes wurde außerhalb der Montagezelle angebracht. Abb. 5 zeigt das Aufbringen von Klebstoffpunkten im Gehäuse.

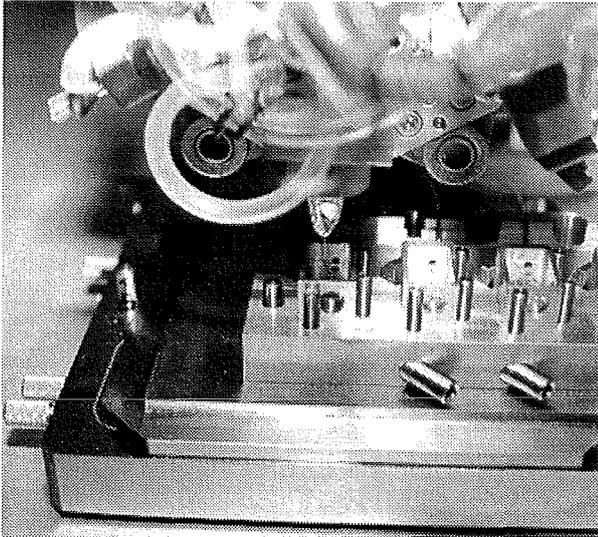


Abb. 5: Aufbringen von Klebstoffpunkten im Gehäuse mit dem miniaturisierten Dispenser

3.5 Steuerungstechnik

3.5.1 Situation

Die Steuerung eines Mikromontagesystems hat die Aufgabe Teilezuführungs- und Handhabungssysteme, Greifer und Fügesysteme anzusteuern, Sensordaten einzulesen und auszuwerten, Maschinenzustände und Prozessparameter zu überwachen und für Qualitätssicherungsmaßnahmen zur Verfügung zu stellen. Einzelne Subsysteme wie das Handhabungsgerät und das Fügesystem (z.B. Klebstoffdispenser, Laser) sind mit eigenen Steuerungen ausgerüstet. Auch bei Greifern und komplexen Sensoren, wie Bildverarbeitungssystemen und mehrdimensionalen Kraftaufnehmern, bietet es sich an die Intelligenz vor Ort zu legen [26]. Das Problem der Verkabelung von Mikromontagesystemen ist nicht zu unterschätzen. Obwohl die Greifer und Werkzeuge miniaturisiert werden können, schrumpfen die Steckverbinder, Kabel und Fluidanschlüsse nicht in gleicher Weise und beanspruchen daher erheblichen Bauraum. Aus diesen Gründen müssen Feldbus- und/oder Sensor-/Aktorbus-Konzepte im Hinblick

auf ihre Eignung für Mikromontagesysteme untersucht werden.

3.5.2 Steuerungstechnik am Mikromontagesystem MIMOSE

Die Steuerung des Mikromontagesystems MIMOSE besteht aus einem Personalcomputer, der mit einer AD/DA/DIO-Karte ausgerüstet ist. Bewegungsbefehle werden vom PC über die serielle Schnittstelle an die Steuerung LPKF Motion Control des Handhabungssystems geschickt. Die Greifer, der Werkzeugwechsler und der Klebstoffdispenser werden über die Digitalausgänge angesteuert. Kraftaufnehmersignale werden über die Analogeingänge eingelesen. Eine grafische Bedienoberfläche (siehe Abb.6) zeigt den Maschinenzustand und Sensordaten an und erlaubt die Ansteuerung einzelner Systemfunktionen durch Mausklick und die Ansteuerung kompletter Montagevorgänge durch Ablauf von Teachprogrammen. Um Fertigungstoleranzen der Duplexergehäuse zu kompensieren wurde, zum hochgenauen Einpressen der Kugellinsen mit einer Toleranz von $\pm 2\mu\text{m}$ in z-Richtung, eine Kraftregelung unter Ausnutzung der in die Sauggreifer integrierten Sensoren implementiert. Bei kontinuierlicher Abtastung der Kraftsignale wird die z-Achse so lange zugestellt, bis ein steiler Anstieg der Kraft den Kontakt der Kugellinse mit dem Grund ihrer Haltestruktur anzeigt (siehe Fenster für Sensordaten in Abb. 6).

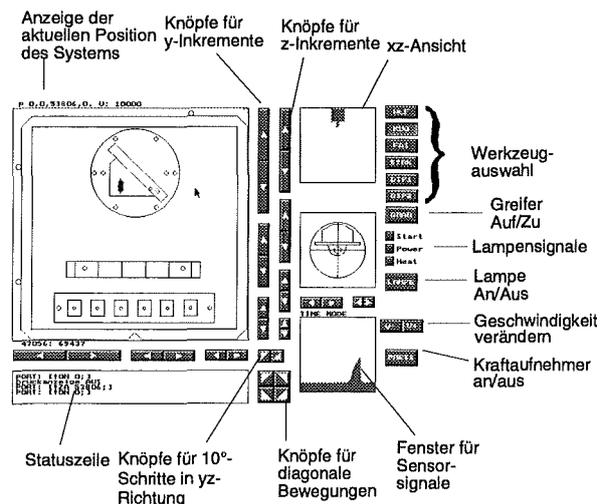


Abb.6: Grafische Bedienoberfläche der Steuerung des MIMOSE-Systems

4. Ausblick

Die hybride Mikromontage stellt hohe Anforderungen an die einzelnen Subsysteme eines Mikromontagesystems. Das im Forschungszentrum Karlsruhe im Rahmen des BMBF Verbundprojektes MFV-Mikrosysteme realisierte Montagesystem MIMOSE erlaubt es kleine und mittlere Serien eines mikrooptischen Duplexers vollautomatisch mit hoher Qualität zu montieren (siehe Abb. 7) [4].

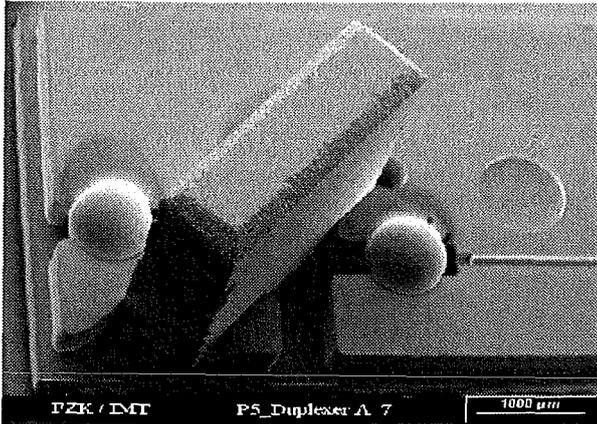


Abb. 7: REM-Aufnahme einer automatisch montierten mikrooptischen Aufbauplatte

Durch Ausrüstung mit einem Werkzeugwechselrevolver mit sechs Plätzen und durch die Nutzung eines standardisierten Werkstückträgers läßt sich das System flexibel auf andere Aufgaben umrüsten.

Die bei der Entwicklung dieser Anlage gewonnenen Erfahrungen zeigen, daß ein Großteil des Montageaufwandes beim Produktentwurf festgelegt wird. Die Bedeutung des montagegerechten Designs kann gar nicht hoch genug eingeschätzt werden.

Auf dem Gebiet der Gerätetechnik ist die Situation bei der Handhabungstechnik bereits recht gut und verbessert sich laufend durch neue Produkte, die auf den Markt kommen. Auf dem Gebiet der Greifertechnik existieren eine Vielzahl von vielversprechenden Prototypen, die rasch in industriell einsetzbare Geräte überführt werden müssen. Ähnlich ist die Situation in der Fügetechnik, hier existieren ebenfalls eine Vielzahl von vielversprechenden Fügeprozessen, die in industriell einsetzbares Equipment umgesetzt werden müssen. Das vorhandene Equipment muß an die Anforderungen der Mikromontage angepaßt werden. Auf dem Gebiet der Steuerungstechnik ste-

hen leistungsfähige Lösungen mit zentralisierter Systemarchitektur zur Verfügung. Durch den Einsatz von Sensor-/Aktorbus bzw. Feldbussystemen lassen sich modulare, verteilte Systeme aufbauen.

Die größten Defizite gibt es auf dem Gebiet der Magazinierung und Zuführung von Mikrokomponenten. Hier herrscht noch ein sehr großer Entwicklungsbedarf; nur wenig Gerätetechnik ist dafür am Markt verfügbar.

Aus der bisherigen Betrachtung läßt sich schließen, daß auf dem Gebiet der hybriden Mikromontage ein großer Standardisierungsbedarf besteht. Dieser Standardisierungsbedarf läßt sich untergliedern in:

- Standardisierung von Mikrokomponenten im Sinne einer montagegerechten Konstruktion von Mikroteilen und Bildung von Teilefamilien
- Standardisierung von gerätetechnischen Schnittstellen (z.B. Magazine, Teilezuführsysteme, Greifer/Handhabungsgerät)
- Standardisierung von Softwareschnittstellen (Kommunikationsprotokolle, Datenformate zur Kommunikation zwischen Subsystemen)

Diesen Aspekten widmet sich der DIN-Arbeitskreis DIN NaFuO AA F3 „Fertigungsmittel für Mikrosysteme“. Er soll durch das beantragte BMBF-Verbundprojekt „Microfeed2 Entwicklung von Produktstandards und Fertigungsmitteln für das Vereinzeln, Ordnen und Magazinieren von Mikrokörpern und Mikrosystemen“ unterstützt werden.

Literatur:

- [1] D. Maas, B. Büstgens, J. Fahrenberg, W. Keller, D. Seidel: "Application of Adhesive Bonding for Integration of Microfluidic Components", Proc. ACTUATOR 94, Bremen, Germany, pp. 75-78
- [2] Beckord, U. Bessey, R.: „Mikromotoren gewinnen Schwung“, F&M 105 Carl Hanser Verlag München, 1997, pp. 850-852
- [3] Müller, K.-D., Bacher W., Hecke M.: „Flexible integration of nonsilicon microstructures on microelectronic circuits“, MEMS 1998, Heidelberg, 1998, pp. 263 - 267

- [4] Rothmaier, U.: „Projektvorstellung-BMBF-Projekt: Industrielle Produktion v. Mini- u. hochintegrierten Endoskopen (MEP)“, Micro Engineering 97, Stuttgart, 1997
- [5] Ossig, F.: „Übersichtsvortrag MFV-Mikrosysteme“, Micro Engineering 97, Stuttgart, 1997
- [6] Eberhardt, R.: „Entwicklung eines modularen Montagesystems zum Fügen mikrooptischer Komponenten“, Micro Engineering 97, Stuttgart, 1997
- [7] Jeremias, M. et al.: „Mikromontage von Hochfrequenzmodulen: Erfahrungen bei der industriellen Umsetzung von Ergebnissen der Verbundforschung“, Micro Engineering 97, Stuttgart, 1997
- [8] Pontani, B., Pontani, M.: „Automatische Mikromontage ist machbar“, F&M 105 (1997), pp. 443 – 446
- [9] Gengenbach, U., Engelhardt, F., Scharnowell, R.: „Montagesystem für die Duplexermontage“, Micro Engineering 97, Stuttgart, 1997
- [10] Müller, A., Göttert, J., Mohr, J.: „Aufbau hybrider mikrooptischer Funktionsmodule für die optische Nachrichtentechnik mit dem LIGA-Verfahren“, Forschungszentrum Karlsruhe, Wissenschaftliche Berichte FZKA 5786, 1996
- [11] Gengenbach, U., Engelhardt, F., Scharnowell, R.: „The desktop factory – the next step to automatic assembly of microparts“, Symposium on handling and assembly of microparts, Technische Universität Wien, Wien 1997, pp. 83 – 88
- [12] Ludwig, J.: „Lean-SMIF als Garant moderner Qualitätssicherung für kontaminationsgefährdete Produkte“, VDI Berichte Nr. 1095, 1994, pp. 81 – 103
- [13] Hesselbach, J., Thoben, R.: „A new class of robots for micro assembly“, Symposium on handling and assembly of microparts, Technische Universität Wien, Wien 1997, pp. 13 – 18
- [14] Breguet, J.-M., Pernet, E., Clavel, R.: „Stick and slip actuators and parallel architectures dedicated to microrobotics“, SPIE conference Microrobotics: „Components and Applications“, Volume 2906, Bellingham USA, pp. 13 – 24.
- [15] Eberhardt, R., Mohaupt, M.: „Klassifizierung der Bauteile der Mikrosystemtechnik“, DIN Fachbericht 65 „Mikrosystemtechnik“, Beuth-Verlag Berlin, 1997, pp. 130 – 140
- [16] NN., „1. Manuskript zur Normvorlage „Fertigungsmittel für die Mikrosystemtechnik – Werkstückträger – Maße und Toleranzen“, NAFuO-AA F3 07-97, DIN, Berlin, 1997
- [17] Zöppig, V.: „Greifersysteme für die automatisierte Montage“, Micro Engineering 97, Stuttgart, 1997
- [18] Köhler, B. et al.: „RUMBA – Rechnergestützte Fertigung geprägter Mikrostrukturen mit digitalen Bildverarbeitungstechniken“, dieser Tagungsband
- [19] Köhler, B., "CALIMA - a Computer-controlled LIGA Mask Alignment System", Proc. of 5th International Conference on Micro System Technologies 96, September 17 - 19, 1996, Potsdam, VDE-Verlag, Berlin 1996, pp. 738 - 740
- [20] Hesselbach, J., Pitschellis, R.: „Mechanical grippers for micro assembly“, Symposium on handling and assembly of microparts, Technische Universität Wien, Wien 1997, pp. 67 – 72
- [21] Gebrauchsmuster-Nr. 29623147, 1997
- [22] Gillner, A.: „Advanced Laser joining for micro system packaging“, Symposium on handling and assembly of microparts, Technische Universität Wien, Wien 1997, pp. 36 – 42
- [23] Bauer, A. et al.: „Präzisionsdispensen von Leitklebstoff“, Micro Engineering 97, Stuttgart, 1997
- [24] D. Maas, B. Büstgens, J. Fahrenberg, W. Keller, P. Ruther, W. K. Schomburg, D. Seidel: "Fabrication of Microcomponents Using Adhesive Bonding Techniques", Proc. MEMS '96, San Diego, USA, pp. 331-336
- [25] Döring, J.: „Ein rechnergesteuertes Mikrodosiensystem für Klebstoffe“, Micro Engineering 97, Stuttgart, 1997
- [26] Zühlke, D. et al.: „Schrittweise in die automatisierte Mikromontage“, F&M 104 (1996), pp. 627 - 630

Entwicklung und Einsatz von Produktionsverfahren im Rahmen von Verbundprojekten

J. Fahrenberg

Projekt Mikrosystemtechnik, Projektleitung

Zusammenfassung

Voraussetzung für den endgültigen Durchbruch mikrosystemtechnisch gefertigter Komponenten auf dem Weltmarkt sind zuverlässige, standardisierte und kostengünstige Produktionsverfahren für die industrielle Massenfertigung. Für die automatisierte Weiterverarbeitung der Komponenten, d.h. ihre Integration in übergeordnete Systeme, müssen sie in großen Stückzahlen präzise hergestellt, vereinzelt und geordnet abgelegt (magaziniert) werden. Zur Entwicklung der benötigten Produktionsverfahren gehören deswegen neben den Fertigungstechniken auch die Erarbeitung von durchgehenden Materialflußkonzepten, neue Methoden der Aufbau- und Verbindungstechnik, Mikrohandhabungstechniken u.a. mit digitaler Bildverarbeitung, neue Anlagen- und Gerätetechniken sowie angepaßte Qualitätssicherungsmaßnahmen.

Das Forschungszentrum Karlsruhe arbeitet im Projekt Mikrosystemtechnik (PMT) zur Lösung dieser Fragestellungen im Rahmen von Verbundprojekten (EU, BMBF und HGF) in enger Verzahnung mit Industriepartnern an Produktionsverfahren im Bereich der "Nicht-Silizium-Materialien", d.h. Kunststoffen, Metallen und Keramiken. Als Referenzprodukte wurden dabei jeweils von der Industrie nachgefragte Demonstratoren ausgewählt. Im vorliegenden Bericht werden Verbundprojekte des PMT mit Schwerpunkt bei der Entwicklung oder dem Einsatz neuer Produktionsverfahren und die darin bearbeiteten Demonstratoren beschrieben.

1. Einleitung

Die Mikrosystemtechnik wird allgemein als eine Zukunftstechnologie des nächsten Jahrhunderts angesehen. Alle Marktstudien sagen hohe Wachstumsraten voraus. Voraussetzung für diese Entwicklung und den Durchbruch der Mikrosystemtechnik sind standardisierte Produktionsverfahren für die Massenfertigung [1].

Neben dem monolithischen Aufbau von Mikrosystemen in Siliziumtechnik werden Mikrosysteme zunehmend hybrid unter Verwendung dreidimensionaler Komponenten aus verschiedenen Materialien aufgebaut. Vielfältige Industrieanfragen, z. B. aus dem Bereich der Mikrooptik, der Mikrosensorik oder der chemischen Analytik belegen dabei das zunehmende Interesse an Mikrobauteilen aus unterschiedlichen "Nicht-Silizium-Materialien", d.h. Kunststoffen, Metallen und Keramiken. Diese Mikrobauteile können mit unterschiedlichen Technologien hergestellt werden (LIGA-Verfahren, Laserstrukturierung, Ätzverfahren, spanabhebende Verfahren etc.). Beispiele für heute schon nachgefragte Mikrobauteile sind Mikrolinsen (Kunststoff), Mikroturbinen (Kunststoff, Metall und Keramik), mikrooptische Bänke (Keramik), Mikrospulen (Metall), Mikroreaktoren (Metall und Keramik), hochpräzise Beschleunigungssensoren (Metall), Komponenten für Mikropumpen und -ventile (Kunststoff). Um aus diesen Komponenten Mikrosysteme aufzubauen, müssen

sie in großen Stückzahlen zuverlässig und insbesondere kostengünstig gefertigt werden.

Für die Integration dieser Mikrobauteile in kommerzielle Produkte müssen die Bauteile nach der präzisen Herstellung durch die entsprechenden Mikrostrukturierungsverfahren als "Zwischenprodukt" sowohl vereinzelt als auch geordnet abgelegt (magaziniert) vorliegen. Dies ist die Voraussetzung für eine automatisierte und damit kostengünstige Weiterverarbeitung zu einem Gesamtsystem.

2. Ausgangssituation

Nach gegenwärtigem Stand der Technik haben viele der Produktionsverfahren für Mikrobauteile aus Kunststoff, Metall und Keramik noch Laborcharakter und die resultierenden Mikrobauteile werden demgemäß nur in kleinen Stückzahlen gefertigt. Zusätzlich liegen sie meist entweder als ungeordnetes "Schüttgut" vor oder sie sind auf einer bis zu mehrere Millimeter dicken Trägerschicht aufgebracht, deren Entfernung (entspricht der Vereinzelung) einen sehr hohen Aufwand bedeutet.

Die Standardisierung der Einzelprozesse, ihre Einbindung in komplette wirtschaftliche Produktionsabläufe mit entsprechenden Qualitätssicherungsmaßnahmen und die Ergänzung dieser Fertigungstechnologien im Hinblick auf integrierte und

wirtschaftliche Vereinzlungstechniken, die zudem eine anschließende einfache Mikrohandhabung ermöglicht, ist daher eine wichtige Voraussetzung dafür, daß die Industrie diese Technologien für neue innovative Produkte übernimmt und einsetzt.

In verschiedenen Verbundprojekten arbeiten aus diesem Grund Industrie und Forschungsinstitute gemeinsam an der Lösung dieser Aufgabe. Zur Unterstützung dieser Tätigkeiten wurden spezielle Programme ins Leben gerufen, die explizit oder zum Teil auf die Fertigungstechnik abzielen. Dazu gehören u.a. die Förderprogramme des BMBF "Produktion 2000" [2], "Mikrosystemtechnik 1994-1999" [3] und Aktivitäten des Deutschen Instituts für Normung e.V. (DIN) zur Normung der Fertigungstechnik [4]. Das Forschungszentrum Karlsruhe ist mit mehreren Verbundprojekten in diese Programme eingebunden und beabsichtigt, sich auch weiterhin verstärkt daran zu beteiligen. Neben abgeschlossenen und laufenden Projekten werden deshalb auch die für das FuE-Programm des PMT repräsentativen Projekte in der Antragsphase beschrieben.

Darüberhinaus ist beabsichtigt, sich mit dem Antrag *KomPosit* [5] am neu ins Leben gerufenen BMBF-Ideenwettbewerb "Innovative Produkte auf der Grundlage neuer Technologien sowie zugehöriger Produktionsverfahren" und mit dem Antrag *FERMI* am Strategiefond der HGF (Hermann von Helmholtz-Gemeinschaft Deutscher Großforschungszentren) [6] zu beteiligen.

In den folgenden Kapiteln sind, nach einer Übersicht, die unterschiedlichen Verbundprojekte chronologisch mit den jeweils bearbeiteten De-

monstratoren und den zugehörigen Produktionsverfahren dargestellt. Berücksichtigt wurden dabei kürzlich abgeschlossene, aktuell laufende oder momentan in der Antragsphase befindliche Projekte, die ihren Schwerpunkt in den Fertigungstechnologien, der Erarbeitung von durchgehenden Materialflußkonzepten, neuen Methoden der Aufbau- und Verbindungstechnik, Mikrohandhabungstechniken mit digitaler Bildverarbeitung, neuen Anlagen- und Gerätetechniken und angepaßten Qualitätssicherungsmaßnahmen haben.

3. Übersicht über Verbundprojekte zum Thema Produktionsverfahren

Um einen Überblick über die in diesem Bericht beschriebenen Verbundprojekte zu bekommen, in die das FZK als Partner oder Unterauftragnehmer eingebunden ist, sind in Tabelle 1 die Laufzeit, das jeweilige Förderprogramm, die Materialien der Demonstratoren sowie die jeweils bearbeiteten Technologien zusammengestellt.

Neben den hier aufgelisteten Projekten gibt es weitere mit FZK-Beteiligung, die sich mehr mit der Entwicklung beispielhafter Prototypen beschäftigen, wie z.B. "Integration of Microcomponents in Interventional Cardiac Catheter Systems - IMICS" (EU) oder die zur Unterstützung der Mikrosystemtechnik im allgemeinen beitragen, wie z.B. "Designoptimierung von Mikrosystemen - DEMIS" (BMBF-MST) und "Material- und Verfahrensentwicklung für mikrotechnische Hochleistungsbau-teile" (ein weiterer HGF-Strategiefondantrag mit PMT-Beteiligung).

	AVT-KEO	µFAB	MFV	FEPa KOM	PROBE	FERMI	Kom Posit	micro-feed2	PROXI
Laufzeit	7/91-6/95	9/94-9/96	1/95-12/97	5/95-4/97	11/95-6/98	Antragsphase	Antragsphase	Antragsphase	Antragsphase
Programm	BMBF-MST	BMBF-MST	BMBF-MST	BMBF-Produktion 2000	BMBF-Produktion 2000	HGF	Leitprojekt	BMBF-MST	BMBF-Produktion 2000
Material									
Kunststoff	◆		◆	◆		◆			
Metall	◆	◆			◆	◆	◆		
Keramik						◆			◆
Silizium	◆	◆	◆						◆
Technologie									
RTL				◆		◆			
UV-Lithographie						◆			
Laser						◆			
Heißprägen	◆	◆	◆	◆	◆	◆	◆		
Spritzgießen				◆		◆			
Dünnschichttechnik									◆
Handhabung		◆	◆	◆		◆	◆	◆	
Bildverarbeitung					◆	◆	◆		

Tabelle 1: Übersicht über die Verbundprojekte mit FZK-Beteiligung in denen Produktionsverfahren entwickelt bzw. eingesetzt werden. In dieser Tabelle läßt sich ablesen, in welchem Projekt welche Technologie und welches Material bearbeitet wird.

4. AVT-KEO (*Aufbau- und Verbindungstechnik als Basistechnologie für elektrische und optische Systeme*)

Die Arbeiten im Verbundprojekt AVT-KEO (7/91-6/95) hatten zum Ziel, die Aufbau- und Verbindungstechniken (Gehäusetechnik, Flip Chip Technik, Justagetechniken, Kontaktierungstechniken etc.) als Basistechnologie für die hybride Integration von Mikrobauteilen zu kompletten Systemen voranzutreiben. Untersucht wurde u.a. die passive Justage optischer Komponenten aus Kunststoff durch den Einsatz von mikrometeregenau strukturierten Haltestrukturen auf mikrooptischen Bänken, in die in einem nachfolgenden Prozeß, automatisch justiert, Strahlteiler, Linsen und Lichtleiter paßgenau eingelegt werden können. Für diesen Zweck wurde in dem Projekt die LIGA-Technik (Röntgentiefenlithographie, Galvanik und Kunststoffabformung) mit Entwicklungen beim Heißprägeprozeß und bei der Realisierung gestufter Prägewerkzeuge eingesetzt.

Als Referenzprodukt dafür wurden ein optischer Duplexer [7] und ein Bypass-Schalter gewählt, welche durch die Vorteile der passiven Justage gegenüber den herkömmlichen Verfahren (aktive Montagetechnik unter optischen Meßbedingungen) deutlich kostengünstiger gefertigt werden konnten.

(Partner: Alcatel SEL AG, Rosenberger Frequenztechnik GmbH & Co., Electrovac GmbH, microParts GmbH, Robert Bosch GmbH, TU Berlin, Work Microwave GmbH, Wandel & Goltermann GmbH&Co.)

5. μ Fab (*Mikrofabrikationstechniken für Mikrosysteme*)

Im wissenschaftlichen Vorprojekt μ Fab (9/94-9/96) wurde ein Fabrikationskonzept für den modularen Aufbau von hybriden Mikrosystemen erarbeitet [8]. Im Vordergrund stand dabei die Anlagen- und Gerätetechnik, die speziell auf die Bedürfnisse einer Mikrosystemfertigung in kleinen und mittelständischen Unternehmen (KMU) ausgerichtet wurde (geringe Investitionskosten und hochflexible modulare Gerätetechnik für kleine bis mittlere Stückzahlen).

Im Rahmen des Projektes wurde zunächst der Stand der Technik, d.h. verfügbare Einzeltechnologien und Gerätetechnik zusammengetragen. Nach der Identifizierung der Lücken wurde eine Fertigungsstrategie erarbeitet die auf einem arbeitsteiligen Prozeß unter Nutzung der Vorteile kommerzieller IC-Produktion und Nutzung der Flexibilität in KMU basiert.

Ergebnis der Arbeiten ist die Dokumentation des Ist-Standes, eine Beschreibung des μ Fab-Fertigungskonzeptes mit der erforderlichen Infra-

struktur und Entwicklungsvorschläge für entsprechende Fertigungsgeräte. Die praktische Realisierbarkeit des Konzepts wurde anhand eines optischen Nivellierers getestet.

(Partner: FhG-IIS-B, FhG-IBMT, FhG-IKTS, FhG-IOF, FhG-IPA, FhG-ISIT, FhG-IZM, HSG-IMIT, TU Berlin, TU Ilmenau)

6. MFV (*Entwicklung und Erprobung von fertigungsgerechten Montage- und Fügeverfahren zum Aufbau von Mikrosystemen*)

Nach dem das Prinzip der passiven Justierung mikrooptischer Komponenten in einem Verbundprojekt erfolgreich konzipiert und erprobt wurde (AVT-KEO), wurden neben anderen auch diese hybriden Integrationstechniken im BMBF-Verbundprojekt MFV (1/95-12/97) vom Laborprozeß zu einem industriell einsetzbaren Verfahren weiterentwickelt.

Zur Realisierung wurden dafür Richtlinien für die montage- und fügegerechte Gestaltung von Mikrokomponenten, Systeme zur geordneten Bereitstellung der Komponenten, feinfühliges Greifsysteme für unterschiedliche Werkstückabmessungen und Geometrien, entsprechende Steuerungsverfahren und weitere Methoden der Aufbau- und Verbindungstechnik (Kleben, Löten, Schweißen, Bonden und Trennen usw.) entwickelt bzw. weiterentwickelt.

Ergebnis der Arbeiten war die Entwicklung prototypischer modularer Montagesysteme zur automatisierten Montage hybrider Mikrosysteme [9]. Der Nachweis der Funktion dieser Montagesysteme erfolgte an ausgewählten Referenzprodukten, einem mikromechanischen Drucksensor, einem optischen Empfangsmodul und dem am FZK entwickelten mikrooptischen Duplexer-Modul [10].

(Partner: JENOPTIK Automatisierungstechnik GmbH, Robert Bosch GmbH, LPKF CAD/CAM Systeme GmbH, HSG-IMIT, TU Ilmenau)

7. FEPAKOM (*Fertigungstechnik für passive optische Komponenten, abgeschlossen*)

Im Programm "Produktion 2000" haben im Projekt FEPAKOM (5/95-4/97) Forscher, Anlagenentwickler und Anwender an der Entwicklung von Pilotfertigungsanlagen zur Herstellung von passiven optischen Komponenten gearbeitet [11,12]. Ausgehend von einer vorhandenen Laborfertigung wurde dabei beispielhaft ein serientaugliches Verfahren konzipiert, umgesetzt und erprobt. Wichtige Aspekte waren dabei die sichere Beherrschung der Einzelschritte, Kompatibilität der Fertigungsschritte, hohe Fertigungskapazität, Beherrschung der Aufbau- und Verbindungstechnik, geringe Ausschußrate und höchste Qualität.

Am Beispiel einer Kopplerstruktur für Polymerfasernetzwerke und eines Mikrospektrometerbausteins, die beide durch Kunststoffabformung hergestellt werden, erfolgten Untersuchungen angefangen bei der Werkzeugherstellung (LIGA) bis hin zur Endmontage mit einem neuentwickelten Montageautomaten [13]. Das Mikrospektrometersystem, dessen Kunststoffbaustein zwischenzeitlich in einer Kleinserie am Forschungszentrum Karlsruhe gefertigt wurde (über 5000 Stück) wird inzwischen sehr erfolgreich durch die Fa. microParts, Dortmund, gefertigt und nach Kombination mit einer Diodenzeile als OEM-Teil vertrieben. Verschiedene Endgeräte auf der Basis dieses Bausteins sind auf dem Markt erhältlich.

(Partner: microParts, APA Anlagen Planung GmbH Alzenau, Ratioplast-Optoelectronics, Universität Karlsruhe (IIP))

8. PROBE (Produktionstechnik für bewegliche Mikrostrukturen aus vorstrukturierten Substraten am Beispiel des LIGA-Beschleunigungssensors)

Ebenfalls im Rahmen des Programms *Produktion 2000* werden im Projekt PROBE (11/95-6/98) die Produktionsverfahren von beweglichen Mikrostrukturen durch Abformung (Heißprägen) entwickelt [14]. Bei dem Referenzprodukt handelt es sich um den LIGA-Beschleunigungssensor, der als einer der 6 Demonstratoren des PMT beim letzten Statuskolloquium 1995 präsentiert wurde [15].

Bei diesem Sensor ist es erforderlich, daß der Abformprozess auf $\pm 5 \mu\text{m}$ genau auf vorstrukturierte Leiterbahnen erfolgt. Für diesen anspruchsvollen Prozeß haben die Partner im Projekt eine Prägeanlage entwickelt, die bereits im Technikum in Betrieb genommen wurde [16,17]. Ebenfalls werden im Projekt die nachfolgenden Prozesse wie das Entfernen der verbleibenden Restschicht durch Reactive Ion Etching (RIE) und der Galvanikprozeß (Nickel) an eine prototypische Fertigung angepaßt. Als Ergebnis des Projektes PROBE soll bis Mitte 1998 eine Kleinserienfertigung der LIGA-Beschleunigungssensoren realisiert werden.

(Partner: JENOPTIK Mikrotechnik GmbH, microParts GmbH, Rieger Sensortechnik)

9. KomPosit (Kompakte Positionierungsmodule und deren Applikationen)

Der hochpräzise LIGA-Beschleunigungssensor und die dazugehörigen Produktionsverfahren sind ebenfalls Bestandteil des auf den Ergebnissen von PROBE aufbauenden BMBF-Leitprojektes KomPosit (Antragsphase) [18]. In diesem Leitprojekt sollen für einen breit gefächerten Anwendungsbereich (Kfz-Technik, Medizintechnik, Ver-

messungstechnik, Transportwesen, Produktionstechnik, Konsumerbereich etc.) Kinematische und Inertiale Meßsysteme für Positionierung und Bewegungsanalyse entwickelt werden. Zentrale Bestandteile sind dabei mikromechanisch gefertigte Beschleunigungs- und Drehratensensoren mit Auswerteelektronik und intelligenter Signalnachverarbeitung. Durch u.a. eine Reduzierung der Größe und des Preises gegenüber herkömmlichen Systemen eröffnet sich für diese Sensormodule der Massenmarkt. Voraussetzung dafür sind jedoch geeignete und vor allem wirtschaftliche Produktionsverfahren.

Das Forschungszentrum Karlsruhe entwickelt in KomPosit auf der Basis des vorliegenden LIGA-Beschleunigungssensors ein hochpräzises dreiachsiges Kinematisches Meßsystem für vielfältige Anwendungen (u.a. der Medizintechnik). Diese Entwicklungsarbeiten werden dabei begleitet von der weiteren Anpassung der Fertigungsprozesse mit dem Ziel eine prototypische Fertigung von beweglichen, metallischen, mikromechanischen LIGA-Elementen aufzubauen.

(Partner: Daimler Benz AG, Temic GmbH, Siemens AG, JENOPTIK Mikrotechnik GmbH, Deutsche Star GmbH, Götting KG, IfEN GmbH, DLR, Universität Karlsruhe (wbk))

10. FERMI (Fertigungstechnologien für vereinzelte Mikrobaueteile aus Kunststoff, Metall und Keramik)

In FERMI, einem internen Teilprojekt des FuE-Programms des Projektes Mikrosystemtechnik (PMT), welches auch als Antrag zum HGF-Strategiefond eingereicht wurde (Antragsphase), werden Produktionsverfahren für vereinzelte dreidimensionale Mikrobaueteile aus Kunststoff, Metall und Keramik weiterentwickelt und hinsichtlich ihrer Leistungsfähigkeit, ihrer Zukunftsperspektive und ihrer Kosten (in Abhängigkeit von Stückzahlen) beurteilt. Damit soll für den potentiellen Anwender der Einsatzbereich dokumentiert und der Vergleich der Wirtschaftlichkeit ermöglicht werden. In vielen *Letters of Interest (LOI)* hat die Industrie ihr starkes Interesse an den Ergebnissen dieses Projektes geäußert und deren Bedeutung auch für die eigene Fertigung erläutert.

Im Rahmen der FuE-Tätigkeiten werden zunächst die existierenden Laborprozesse standardisiert und an industrielle Produktionsabläufe angepaßt. Nach der Analyse der verschiedenen Prozesse erfolgt dann die Entwicklung und Integration der nachgeordneten bauteilschonenden Vereinzelungs- und Magazinierungsverfahren. Abschließend wird eine detaillierte Kosten- und Leistungsanalyse durchgeführt und gemeinsam mit der Prozeß- und Anlagenbeschreibung dokumentiert.

Beispielhaft auch für andere Applikationen werden bei FERMI in jeder Materialklasse (Kunststoff, Metall und Keramik) Demonstratoren bearbeitet, anhand derer die etablierten Prozesse und Fertigungsanlagen gezeigt werden. Die Auswahl dieser Demonstratoren beruht dabei auf vielfältigen Industrieaufträgen, so daß am Projektende mehrere mikrotechnische Komponenten und deren wirtschaftliche Fertigungsverfahren stehen.

Als Referenzprodukte aus Kunststoff wurden strukturierte Fluidplättchen für die chemische Analytik, Mikroventile und Zahnräder für Mikrogetriebe ausgewählt. Dabei wird die Strukturierung einerseits durch Röntgen-, UV- oder Laserstrahlung und andererseits durch Kunststoffabformung, Heißprägen [19] und Spritzgießen [20] weiterentwickelt. Demonstratoren aus Metall sind der LIGA-Beschleunigungssensor und eine Mikroturbine. Hier werden durch den Präge- bzw. Spritzgießprozeß zunächst verlorene Kunststoffformen hergestellt, die dann durch galvanische oder außenstromlose Metallabscheidung [21] aufgefüllt werden. Keramikstrukturen werden derzeit in kleinen Stückzahlen über schlickerbasierte Verfahren hergestellt [22]. Aufgrund ihrer begrenzten Automatisierbarkeit für die Massenfertigung werden in FERMI die Verfahren des Mikrospritzgießens von Kunststoffen auf Keramikstrukturen übertragen. Als Demonstrator dient dabei eine mikrooptische Bank.

Bei der Mikrohandhabung werden geeignete Materialfluß- und Greiferkonzepte abgeleitet. Neben der Entwicklung von Steuerungsarchitekturen kommen dabei auch Methoden der digitalen Bildverarbeitung zum Einsatz. Über Werkzeugwechselrevolver und einen modularen Aufbau sollen dabei vielfältige Handhabungstätigkeiten durch einen Automaten durchgeführt werden können. Die Ergebnisse der Arbeiten werden anhand des LIGA-Beschleunigungssensors demonstriert.

11. microfeed2 (*Definition von Produktstandards und Entwicklung von Fertigungsmitteln für das Vereinzeln, Ordnen und Magazinieren von Mikrokörpern anhand ausgewählter Mikrosysteme*)

Im geplanten Verbundprojekt microfeed2 (Antragsphase) soll die vorwettbewerbliche Abstimmung zwischen den Produzenten von Mikrosystemen (Anwender), den Geräteherstellern (Ausrüster) und den Technologen über Richtlinien für die Gestaltung von Fertigungsmitteln und Mikrokörper herbeigeführt werden.

Ziel ist dabei die Erarbeitung und Umsetzung eines ganzheitlichen Materialflußkonzeptes in das sich viele unterschiedliche Fertigungsprozesse integrieren lassen und das hinsichtlich des großen Bauteilespektrums in der Mikrosystemtech-

nik möglichst offen angelegt ist [23]. Dabei werden in Zusammenarbeit mit dem DIN institutionsübergreifende Standards und Normen entwickelt, mit denen entsprechend gestaltete Mikrokörper einfach, einheitlich und umweltfreundlich vereinzelt, geordnet und magaziniert werden können. Als Referenzprodukt wird jeweils ein Beispiel aus dem Bereich der Mikrooptik, Mikrofluidik und Mikromechanik gewählt.

(Partner: HSG-IMIT, microParts GmbH, Meonic, GmbH, ACR Dresden GmbH, IEF-Werner GmbH, Hoyer Montagetechnik GmbH, ASYS GmbH&Co. KG, FhG-IOF)

12. PROXI (*Wirtschaftliche Produktionstechnik für oxidische Mehrschichtsysteme mit lateraler Mikrostruktur am Beispiel eines Gassensorsystems*)

Um sowohl einzelne Gaskomponenten in der Atmosphäre als auch Gaskollektive, wie Aromen und Gerüche, auf einfachste Art zu erkennen und auch zu quantifizieren, werden kleine und kostengünstige Gassensorsystemen benötigt. Diese werden eingesetzt um Gefahrezustände zu erkennen, chemische Prozeßabläufe zu verfolgen oder die Luftqualität überwachen zu können. Massenprodukte wie Kraftfahrzeuge, Haushaltsgeräte oder Heizungsanlagen können so mit intelligenten Sensoren ausgestattet werden.

In PROXI (Antragsphase) soll modernste Dünnschichttechnik für die Massenproduktion der oxidischen Mehrschichtsysteme entwickelt werden. Weitere Kriterien, neben der hohen gasanalytischen Leistung der sensitiven Schichten, sind dabei höchste Reproduzierbarkeit, Langzeitstabilität und Handhabung. Demonstrator ist dabei die am Forschungszentrum entwickelte "Karlsruher Mikronase" KAMINA [24].

(Partner: Jenoptik Laser Optik GmbH, Leybold Systems GmbH, IPT Ionen- und Plasmatechnik GmbH, Hella KG Hueck & Co)

13. Zusammenfassung

Im Projekt Mikrosystemtechnik (PMT) wird seit vielen Jahren im Rahmen von Verbundprojekten gemeinsam mit der Industrie an der Entwicklung von kompletten Produktionsabläufen für die vielfältigen Typen von Mikrokomponenten auch in unterschiedlichen Materialien gearbeitet. Neben der Standardisierung und Anpassung der Strukturierungstechniken konzentrieren sich die Arbeiten auch auf die Weiterentwicklung der Methoden der Aufbau- und Verbindungstechnik und der rechnergestützten Mikrohandhabung, die beide die Voraussetzung für eine automatisierte Integration der Mikrokomponenten in kommerzielle Produkte bilden.

Beispielhafte Erfolge dieser Arbeiten sind die Kleinserienfertigung (mehr als 5000 Stück) von Mikrospektrometerbausteinen aus Kunststoff [25] im "Technikum für die Fertigung von Mikrosystemen" des FZK [26], die inzwischen von der Industrie erfolgreich fortgeführt wird, und die Entwicklung der Anlagentechnik zur Produktion von mikrofluidischen Komponenten [27] bzw. Beschleunigungssensoren (PROBE). Dieses gilt es nun gemeinsam mit Anwendern aus der Industrie fortzuführen und für alle Materialien zu erreichen.

Literatur:

- [1] Westkämper, E., Schünemann, M., Schlenker, D.: "Industrialisierung der Fertigungstechnik für Mikrosysteme", Proc. MicroEngineering (1997), S. 41-51
- [2] Broschüre: "Rahmenkonzept "Produktion 2000" 1995-1999, Strategien für die industrielle Produktion im 21. Jahrhundert", BMBF Referat Öffentlichkeitsarbeit
- [3] Broschüre: "Mikrosystemtechnik 1994-1999, Programm im Rahmen des Zukunftskonzepts Informationstechnik", BMBF Referat Öffentlichkeitsarbeit
- [4] DIN (Hrsg.): "Fachbericht 65, Mikrosystemtechnik", Beuth Verlag (1997)
- [5] <http://www.bmbf.de/leitprojekte/inno.htm>
- [6] <http://www.helmholtz.de>
- [7] Müller, A., Rogner, A., Göttert, J., Mohr, J., Hehmann, J.: "Hybrid Optical Transceiver Module with a Microoptical LIGA-Bench, ECOC (1995), Brüssel
- [8] Grosser, V., Hillmann, V., Reichl, H., Grimme, R.: "Microfabrication techniques for microsystems - μ Fab - and first practical experience", Proc. Microsystem Technologies '96, Berlin, VDE-Verlag, 1996, S. 549-554
- [9] Ossig, F.: "Übersichtsvortrag MFV-Mikrosysteme", Tagungsband MicroEngineering (1997), S. 109-113
- [10] Gengenbach, U.: "Montagesystem für Duplexermontage", Proc. MicroEngineering (1997), S. 149-155
- [11] Kreuzberger, S., Schönfelder, S.: "Fertigungstechnik für Mikrosysteme", F&M 105 (1997), 6, S. 440-442.
- [12] Gissel, A., Feitner, P., Knauth, P.: "FMEA für die mikrotechnische Fertigung", dieser Tagungsband
- [13] Pontani, B., Pontani, M.: "Automatische Mikromontage ist machbar", F&M 105 (1997), 6, S. 443-442.
- [14] Hecke, M., Bacher, W., Blum, H., Müller, L., Ünal, N.: "Heißprägen von Mikrostrukturen als Fertigungsprozess", F&M, 105 (1997) 9, S. 598-602.
- [15] Krömer, O., Eggert, H., Wollersheim, O., et al.: "Intelligentes triaxiales Beschleunigungssensorsystem", Tagungsband 2. Statuskolloquium PMT (1995), FZKA-Bericht Nr. 5670
- [16] Rötting, O., Hecke, M., Maas, D., Reuther, F.: "Prägen von Mikrostrukturen - Entwicklung von Komponenten und Anlagen am Beispiel von Beschleunigungssensoren und Heißpräganlagen", dieser Tagungsband
- [17] Köhler, B., Eberle, F., Hecke, M., Rötting, O.: "RUMBA - Rechnerunterstützte Fertigung geprägter Mikrostrukturen mit digitalen Bildverarbeitungstechniken", dieser Tagungsband
- [18] <http://www-wbk.mach.uni-karlsruhe.de/~KomPosit>
- [19] Hecke, M., Bacher, W.: "Herstellung von Kunststoffmikrostrukturen für die Mikrooptik und Mikrosensorik durch Heißprägen", dieser Tagungsband
- [20] Ruprecht, R.: "Spritzgießen von Mikroteilen aus Kunststoffen, Metallen und Keramiken", dieser Tagungsband
- [21] Konys, J., Schanz, G., Thies, A., Walch, E.: "Metallabscheidung von Kunststoffmikrostrukturen", dieser Tagungsband
- [22] Ritzhaupt-Kleissl, H.-J.: "Keramik in der Mikrotechnik - Werkstoffe, Verfahren und Anwendungen", dieser Tagungsband
- [23] Gengenbach, U., Engelhardt, F., Ruther, P., Scharnowell, R., Seidel, D., "Montage hybrider Mikrosysteme", dieser Tagungsband
- [24] Goschnick, J.: "KAMINA - Karlsruher Mikronase für die gasanalytische Ausrüstung von Massenprodukten", dieser Tagungsband
- [25] Krippner, P., Kunke, K., Last, A., Massen, R., Mohr, J.: "Anwendungen der LIGA-Mikrospektrometersysteme - vorhandene und zukünftige Produkte", dieser Tagungsband
- [26] Behringer, U.: "Technikum für die Fertigung von Mikrosystemen - Bindeglied zwischen Entwicklung und Produktion", dieser Tagungsband
- [27] Schomburg, W. K., Ahrens, R., Bacher, W., Goll, C., Martin, J., Rummler, Z.: "AMANDA - Produktion mikrofluidischer Komponenten durch Abformung und Membranübertragung", dieser Tagungsband

Vorstellung von weiteren Strategischen Anwendungsfeldern

- **Mikrooptik**
- **Chemische Mikroanalysesysteme**
- **Physikalische Mikroaktorik und
-sensorik**
- **Mikroverfahrenstechnik**

Mikrooptik für Anwendungen in der Telekommunikation und Prozeßanalytik

J. Mohr

Institut für Mikrostrukturtechnik

Zusammenfassung

Mit dem LIGA-Verfahren werden Strukturen mit großem Aspektverhältnis, großer Höhe und hoher Präzision hergestellt. Dies ermöglicht die Realisierung von hybrid aufgebauten optischen Funktionsmodulen auf der Basis mikrooptischer Bänke sowie die Strukturierung von wellenleitenden Komponenten, deren Seitenwände optische Funktionen ausüben. Dabei lassen sich nicht nur rein passive Elemente, sondern auch aktive optische Systeme (MOEMS, micro-opto-electromechanical systems) wie Schalter, Schaltmatrixen, Chopper oder durchstimmbare Wellenlängenfilter herstellen, die in der Nachrichtentechnik oder in der Sensorik Anwendung finden. Eine Vielzahl von Prototypen wurden in den letzten Jahren realisiert bzw. befinden sich derzeit in der Entwicklung.

1. Einleitung

Das zunehmende Bedürfnis an Informationsgewinnung und -übertragung hat in den letzten Jahren zu einem wachsenden Bedarf an optischen Sensoren und zu verstärkten Anstrengungen im Hinblick auf den Aufbau optischer Kommunikationsnetze geführt. Zum Beispiel existiert in Japan der konkrete und ehrgeizige Plan bis zum Jahr 2004 die gesamten inländischen Telephonnetze auf optische Übertragungstrecken, d.h. auf Glasfaserübertragung umgestellt zu haben [1]. Auch im Bereich lokaler Netzwerke (LAN; local area network) wird die optische Datenübertragung zunehmend eingesetzt. Über kurz oder lang werden in Computern zunächst bei der Kopplung der unterschiedlichen Einsteckkarten und langfristig auch auf der Karte selbst die elektronischen Verbindungen durch optische ersetzt werden. Nur so kann die hohe Datenrate sichergestellt werden, die bei der zu übertragenden Informationsflut notwendigerweise erreicht werden muß.

Diese Anforderungen können nur erfüllt werden, wenn es gelingt, neben den Fasern, deren Qualität in den letzten Jahren fast exponentiell zugenommen hat, auch passive (Stecker, Faserkoppler, u.s.w.) und aktive (Laserdioden, Photodioden, optomechanische Schalter, u.s.w.) Elemente kostengünstig in großen Stückzahlen herzustellen. Derartige Anforderungen gelten nicht nur für den Bereich der Telekommunikation sondern auch für optische Sensoren, um z.B. Abstand oder um Farbe zu bestimmen.

Die Forderung nach kostengünstigen Elementen in großer Stückzahl verlangt den konsequenten Einsatz mikrotechnischer Fertigungsmethoden zur Herstellung der jeweiligen Komponenten. In vielen Labors weltweit werden deshalb seit Jahren große Anstrengung zur Anpassung der mi-

krotechnischen Fertigungsmethoden an die durch die optischen Anwendung bestimmten Forderungen unternommen [2]. Während in früheren Jahren im Bereich der Nachrichtentechnik solche Elemente ausschließlich durch „integrierte Optik“ auf der Basis von wellenleitenden Strukturen in Glas, Lithium-Niobat oder Polymer hergestellt wurden, hat sich in den letzten Jahren gezeigt, daß wegen der unterschiedlichen Materialsysteme einer monolithischen Integration Grenzen gesetzt sind. Deshalb kommt modularen Konzepten auf der Basis mikrooptischer Bänke zunehmend eine größere Bedeutung zu. Dies hat zu der Etablierung eines neuen mikrotechnischen Teilgebietes geführt, in dessen Rahmen sogenannte „micro-opto-electro-mechanical systems“ (MOEMS) hergestellt werden.

Auch am Forschungszentrum Karlsruhe werden seit Jahren mikrooptische Funktionselemente durch die Verfahrensschritte der LIGA-Technik (Röntgentiefenlithographie, Galvanik und Abformung) entwickelt [3]. Diese Tätigkeiten wurden im Arbeitsthema „Mikrooptik“ zusammengefaßt, in dessen Rahmen ein umfassender Ansatz verfolgt wird. Neben der Realisierung von Prototypen und Funktionsmustern werden der Prozeß und die Fertigungstechnik im Hinblick auf die Anforderungen der Optik optimiert. Hierzu zählt die Werkzeugherstellung, die Anpassung des Spritzgusses oder des Heißprägens, sowie die Erarbeitung von geeigneten Fertigungsmethoden [4]. Darüberhinaus werden im Bereich der Materialien Untersuchungen zur Einsetzbarkeit temperaturstabilerer Materialien für den Aufbau mikrooptischer Komponenten (z.B. Keramik) durchgeführt. Schließlich erfordert eine optimale Auslegung der Komponenten eine umfassende Simulation, in der auch Umwelteinflüsse wie z.B. Temperatur oder Feuchte im Hinblick auf ihre Auswirkung auf

das optische Verhalten der Systeme berücksichtigt werden [5].

Zur Herstellung mikrooptischer Komponenten und Sensoren werden am Forschungszentrum auf der Basis des LIGA-Verfahrens zwei Konzepte verfolgt: die Herstellung hybrid aufgebauter optischer Funktionsmodule auf der Basis mikrooptischer Bänke und die Herstellung von optischen Systemen in Verbindung mit Fasern durch die Strukturierung planarer Wellenleiter.

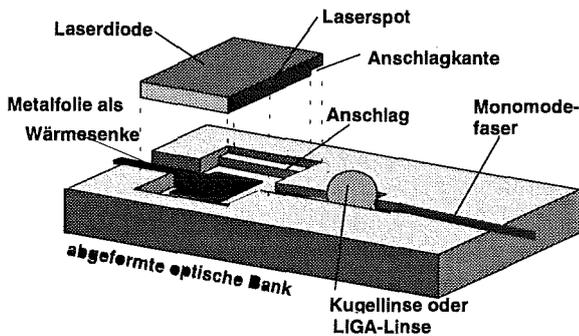


Abb. 1: Prinzipieller Aufbau einer mikrooptischen Bank auf der Basis einer abgeformten Kunststoffstruktur

2. Hybrid aufgebaute optische Funktionsmodule auf der Basis mikrooptischer Bänke nach dem LIGA-Verfahren

Aufgrund des hohen Aspektverhältnisses und der hohen Präzision, eignet sich das LIGA-Verfahren besonders für die Herstellung mikrooptischer Bänke, bei denen Halterungen für hybride optische Komponenten (Linsen, Laserdioden, Fasern u.s.w.) mit sub-mikrometer Genauigkeit an der für den optischen Strahlengang erforderlichen Position strukturiert werden (Abb. 1). Durch die Kombination des LIGA-Verfahrens mit Präzisionsmechanik oder Laserablation lassen sich auch gestufte mikrooptische Elemente herstellen [6]. Durch die Anwendung der Opferschichttechnik werden auch bewegliche Mikrokomponenten in die mikrooptische Bank eingefügt, die dann Schaltfunktionen übernehmen.

2.1 Aufbauprinzip

Die Herstellung mikrooptischer Bänke erfolgt im Falle von Vollpolymerstrukturen im Spritzguß oder im Falle von Strukturen auf einer massiven Grundplatte durch Heißprägen. Dabei werden die Formeinsätze durch Röntgentiefenlithographie und Galvanik nach dem LIGA-Verfahren hergestellt. Auf der Basis dieses Prozesses wurden passive Faserkoppler realisiert. Derzeit befinden sich Faserstecker in der Entwicklung.

2.2 Passive Funktionsmodule

Abb. 2 zeigt eine unter dem Gesichtspunkt der Montage optimierte optische Bank zur Realisie-

rung eines optischen Sende- und Empfangsmoduls, die Haltestrukturen für Fasern, Strahlteiler und abbildende Kugellinsen enthält. Laser- und Photodiode werden als gehäusete Komponenten gegenüber der mikrooptischen Bank justiert.

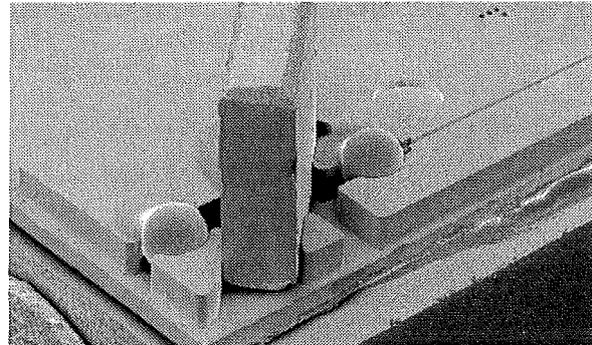


Abb. 2: Mikrooptische Bank aus einer Polymerstruktur auf einem Keramiksubstrat bestückt mit Kugellinsen, Strahlteilerplättchen und Faser

Aufbauend auf diesem Konzept können jedoch auch Elemente hergestellt werden, bei denen die Laser- oder Photodioden direkt in die Bank integriert sind. Zu diesem Zweck enthalten die Komponenten sogenannte Anschlagkanten, die exakt zu der Laserspotfläche positioniert sind. Zur Justierung dieser Elemente zur optischen Achse werden in der optischen Bank Anschläge strukturiert, die exakt zur optischen Achse plaziert sind (siehe Abb. 1). Auf diesem Konzept basierend wurde bereits ein Modul für die Laser-Wellenleiterkopplung realisiert [7], Laser-Faserkoppelelemente befinden sich in der Entwicklung.

Wesentlich komplexer ist der Aufbau eines Heterodynempfängers (Abb. 3), bei dem neben den Strahlteilern die ungehäuseten Photodioden senk-

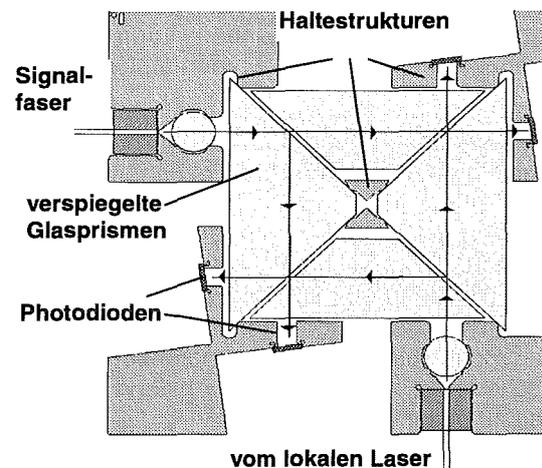


Abb. 3: Prinzipieller Aufbau einer mikrooptischen Bank für einen Heterodynempfänger bestehend aus Fasergruben für die Ankopplung an das Netz und des lokalen Lasers, Photodioden zur Signaldetektion und Prismen zur Signalaufteilung

recht zur Substratoberfläche in die optische Bank integriert werden und auf dem Substrat bereits die elektrischen Kontakte aufgebracht sind.

Abb. 3 zeigt schematisch den prinzipiellen Aufbau eines solchen Heterodynempfängers. Die optische Bank besteht aus Haltestrukturen für Fasern, Photodioden und Prismen, die die exakte Position der Elemente zueinander gewährleistet. Das über eine Faser eingekoppelte Licht des optischen Netzes wird zunächst an der ersten Prismenkante in seine beiden Polarisationsanteile aufgeteilt und anschließend über die anderen Prismenflächen kohärent mit dem Licht einer lokalen Laserquelle überlagert. Auch das Laserlicht wird über eine Faser in den Aufbau eingekoppelt. Das dadurch generierte Überlagerungssignal wird an den beiden Photodioden detektiert und je nach Signalstärke der lokalen Laserquelle verstärkt. Durch die Wahl der Wellenlänge der lokalen Laserdiode läßt sich die Empfangswellenlänge durchstimmen, so daß analog zum Radioempfang unterschiedliche Kanäle empfangen werden können. Durch den gewählten mikrooptischen Aufbau lassen sich solche Elemente kostengünstig herstellen.

2.3 Opto-mechanische Elemente

Für die Herstellung opto-mechanischer Mikrostrukturen werden zwei Konzepte verfolgt. Durch die Anwendung der Opferschichttechnik werden in den durch Galvanik hergestellten mikrooptischen Bänken bereits bei der Strukturierung elektrostatische oder elektromagnetische Aktoren miterzeugt, die so positionsgenau in der optischen Bank integriert sind. Das optische Funktionselement - in der Regel ein einfacher Spiegel - ist als Seitenwand Bestandteil der Struktur und wird durch den Aktor bewegt.

Im Falle des zweiten Konzeptes werden die optischen Haltestrukturen auf beweglichen Substraten - bisher ausschließlich Piezo-Multilayer-Substrate - aufgebaut. Durch die Dimensionsänderung des Piezosubstrates in x- bzw. y- Richtung erfolgt eine Positionsänderung der Haltestrukturen und damit auch der optischen Elemente [8]. Dies hat eine Änderung im optischen Strahlengang zur Folge.

2.3.1 Elektrostatischer Antrieb.

Abb. 4 zeigt einen einfachen optischen Schalter für Multimodefasern - ein einfaches MOEMS. In diesem Fall ist im Kreuzungspunkt dreier Faserführungsstrukturen ein Balken mit einer 45°-Kante plaziert, der Bestandteil eines elektrostatischen Antriebs ist. Über diesen Spiegel läßt sich das Licht einer Einkopplungsfaser auf zwei Auskopplungsfasern schalten bzw. in der Intensität modulieren. Für einen solchen Aufbau wurden Schaltzei-

ten um 10 msec gemessen. Die Verluste betragen beim Einsatz von 125 µm Fasern mit einem Kern von 50 µm und einer numerischen Apertur ohne Spiegel ca. 0.5 dB, mit Spiegel etwa 1 dB. Die Verluste im offenen Zustand sind auf Abstrahlverluste aufgrund des Abstandes der Fasern zurückzuführen. Die zusätzlichen Verluste im Falle der Umlenkung sind eine Folge einer nicht optimalen Reflexion aufgrund von Unregelmäßigkeiten am Spiegel.

Selbstverständlich kann der elektrostatische Aktor auch durch einen magnetischen Aktor ersetzt werden.

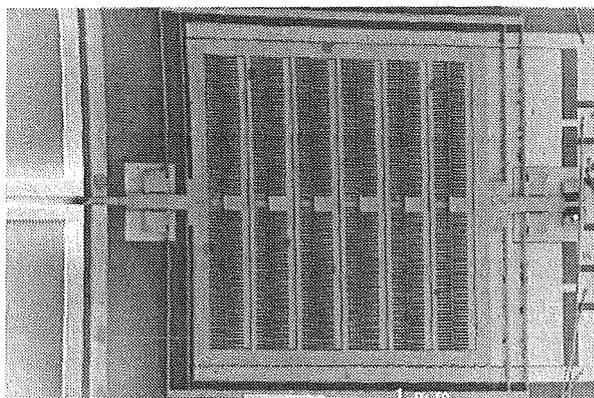


Abb. 4: optischer Schalter für Multimodefasern. Die 45°-Spiegelkante wird durch den elektrostatischen Aktor in oder aus dem Kreuzungspunkt der Fasern gefahren

Solche Multimode-Schalter können in lokalen Netzwerken eingesetzt werden, um die Information wahlweise auf zwei Empfangskanäle zu verteilen. Weitere Anwendungen sind z.B. durchstimmbare Signalabschwächer. Auch in der Sensorik sind derartige Elemente interessant, z.B. als optischer Beschleunigungssensor für Anwendungsgebiete, bei denen elektrische Sensoren aufgrund elektromagnetischer Störfelder nicht eingesetzt werden können.

Wesentlich komplizierter ist der Aufbau eines Bypass-Schalters für Monomodefasern, wie er bereits im letzten Statusbericht dargestellt wurde [9]. In diesem Fall ist der Aktor Bestandteil einer mikrooptischen Bank, bei der die Faserendflächen von Monomode-Fasern über Linsen in einem Freistrahlaufbau aufeinander abgebildet werden.

Abb. 5 zeigt das gesamte gehäusete System mit 4 Fasern, den vier abbildenden Kugellinsen und dem elektrostatischen Aktor. Weitergehende optische Messungen an einem derartigen System zeigten, daß Verluste kleiner 3 dB erreicht werden können. Auch für die Extinktion wurden Werte größer 40 dB gemessen. Beides sind wesentliche Voraussetzungen, um solche Schalter

zur kaskadierten Verschaltung mehrerer optischer Eingänge mit mehreren optischen Ausgängen einzusetzen.

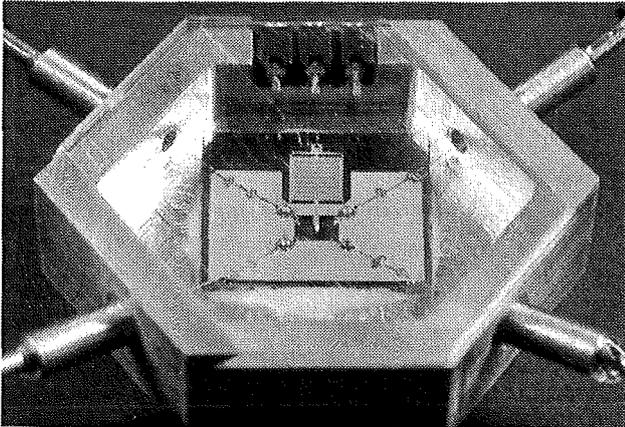


Abb. 5 Gehäuseter Bypass-Schalter auf der Basis einer optischen Bank mit elektrostatischem Antrieb

Basierend auf diesem Konzept werden am Forschungszentrum Entwicklungsarbeiten verfolgt, um kompaktere Schaltmatrixen für sowohl das Verschalten von einem Eingang auf N Ausgänge als auch von N Eingängen auf M Ausgänge zu realisieren.

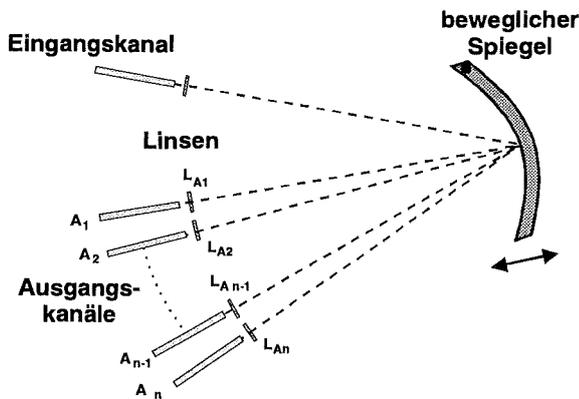


Abb. 6 Schematischer Aufbau einer 1 x N Schaltmatrix

Abb. 6 zeigt schematisch ein 1 x N Schaltelement basierend auf einem mikro-opto-elektromechanischen Aufbau. Das Licht der Einkopplungsfaser wird durch eine quer zur Ausbreitungsrichtung liegende Zylinderlinse in der y-Richtung kollimiert, durch den beweglichen Zylinderspiegel, der eine Kollimierung in x-Richtung durchführt, reflektiert und über eine zweite Zylinderlinse auf die Faserstirnfläche der Auskoppel-faser abgebildet. Der Parabolspiegel ist Bestandteil z.B. eines elektrostatischen Schrittmotors, der den an einer Seite gelagerten Spiegel in seiner Winkelstellung ändert. Als Aktor kann auch ein Mikromotor mit einer entsprechend geformten Außengeometrie des Rotors eingesetzt werden.

Der Mikromotor wird dann als Außenläufermotor realisiert. Vergleichbare Motoren wurden bereits im Rahmen eines anderen Projektes erfolgreich hergestellt [10].

Solche Spiegel-Stellmotoren sind auch Bestandteil der in der Entwicklung befindlichen NxM-Schaltmatrix (Abb. 7). Wie aus der schematischen Zeichnung zu erkennen ist, sind diese exzentrisch zum Kreuzungspunkt des ein- und ausfallenden abgebildeten Lichtstrahls positioniert. Die wahlweise Umlenkung erfolgt durch Platzieren eines spiegelnden Elementes, das als Bestandteil des Rotors an der Außenseite strukturiert wird. Für einen direkten Durchgang des Lichtstrahls wird durch Drehen des Mikromotors das Element in eine den Strahl nicht beeinflussende Parkposition gefahren. Die Abbildung der Faserstirnflächen erfolgt auch in diesem Fall über eine Freistrahl-optik mit Linsen, deren Position zusammen mit den Faserpositionen und den An-schlagelementen für die Mikromotoren durch den Strukturierungsprozeß in einem Prozeßschritt festgelegt werden.

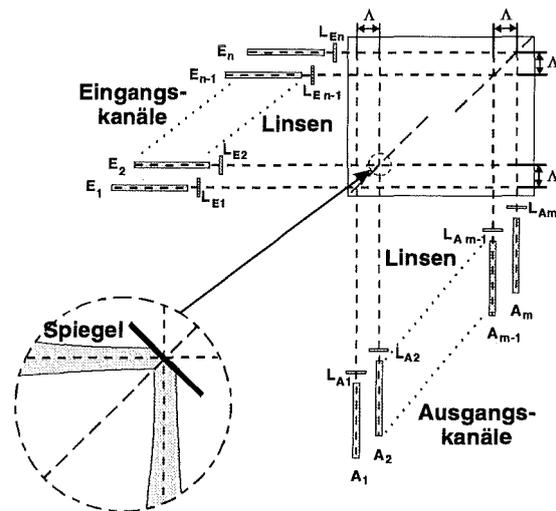


Abb. 7 Schematischer Aufbau einer N x M Schaltmatrix, bei der das Schalten über Mikromotoren erfolgt

2.3.1 Piezo-Antrieb [8]

Durchstimmbare Wellenlängenfilter, wie sie z.B. in der Nachrichtentechnik für das Wellenlängen-multiplexing (WDM) benötigt werden, oder zur Analyse von Wellenlängenverschiebungen in Verbindung mit Faser-Bragg-Sensoren vorteilhaft eingesetzt werden, lassen sich durch den Aufbau einer mikrooptischen Bank auf einem piezoelektrischen Substrat herstellen. In diesem Fall werden auf dem Substrat neben den Fasergruben und den Haltestrukturen für abbildende Elemente zusätzlich Haltestrukturen für Spiegelemente erzeugt, die so angeordnet sind, daß sie die Kavität eines Fabry-Perot-Resonators bilden. Der Abstand der Spiegel bestimmt die aus dem Re-

sonator ausgekoppelte Wellenlänge. Er läßt sich durch Anlegen einer Spannung an das Piezo-Substrat verändern, so daß die ausgekoppelte Wellenlänge durchgestimmt werden kann.

Eine andere Anwendung dieses Aufbaukonzeptes für MOEMS ist in Abb. 8 dargestellt. Es handelt sich um einen Shutter für Faseranwendungen. In den Freiraum zwischen zwei Fasern taucht ein Metallbalken ein und moduliert so die Lichtintensität je nach dem Grad der Abschattung. Der Balken ist Bestandteil eines vorgekrümmten Biegebalkens, der an zwei auf dem Piezosubstrat verankerten Haltestrukturen aufgehängt ist. Nimmt durch Kontraktion des Piezo-Substrates der Abstand zwischen den beiden Halteblöcken ab, so führt dies zu einer stärkeren Ausbeulung des Biegebalkens und damit zu einer Bewegung des Shutterbalkens. Bei kleiner Vorausslenkung läßt sich eine Verstärkung der Bewegung des Shutterbalkens um einen Faktor 20 gegenüber der Verkürzung des Piezo-Substrates erzielen. Somit sind durchaus Wege im Bereich von 100 µm möglich [8]. Auf diese Art und Weise läßt sich auch im Falle von Multimodefasern der Lichtweg zwischen den Fasern vollständig abschatten. Im Vergleich zu den elektrostatischen Schaltern kann dieser Aufbau mit Frequenzen im kHz-Bereich betrieben werden. Dies erlaubt z.B. den Einsatz solcher Systeme als Chopper in Kombination mit IR-Mikrospektrometern [11].

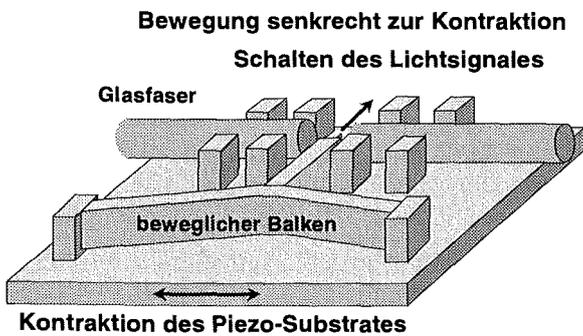


Abb. 8: Prinzipieller Aufbau eines Choppers für Faseranwendungen auf der Basis des Aufbaus einer mikrooptischen Bank auf einem Piezosubstrat

Abb. 9 zeigt die Transmission zwischen zwei im Abstand von 200 µm angeordneten Monomodefasern als Funktion der am Piezo-Substrat angelegten Spannung. Damit wird die Funktionsweise des Abschwächers demonstriert. Die Änderung der Transmission beträgt 0.45 dB/V. Die Grunddämpfung von 6.4 dB liegt an dem großen Abstand der Monomodefasern. Dieser läßt sich auf 10 µm bis 20 µm verkleinern. Die sehr große Anfangsspannung von ca. 500 V kann durch ein optimiertes Design ebenfalls deutlich vermindert werden.

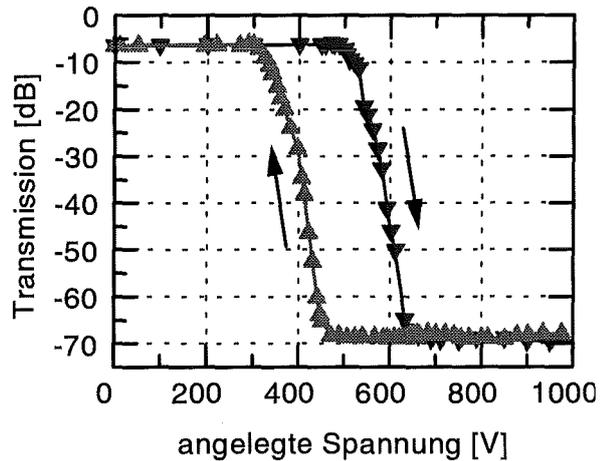


Abb 9: Transmission als Funktion der angelegten Spannung eines Abschwächers auf der Basis eines LIGA-Aufbaus auf einem Piezosubstrat

3. Wellenleitende Aufbauten

Während die bisher beschriebenen Elemente Freistrahlaufbauten darstellten, ist die Basis des zweiten Konzepts zur Herstellung mikrooptischer Systeme nach dem LIGA-Verfahren die Lichtführung in Wellenleitern. Dabei enthält der Wellenleiter an seinen vertikalen Begrenzungen optische Funktionsstrukturen wie z.B. Parabolspiegel, Gitterstrukturen oder Prismenstrukturen. Mit diesen Elementen wird die Ausbreitung des Lichtes modifiziert, so daß sich damit Sensorelemente realisieren lassen. Dadurch daß die verschiedenen Elemente in einem Schritt strukturiert werden, entfallen aufwendige Montagearbeiten (siehe Abb. 11).

3.1 Mikrospektrometer

Das erfolgreichste und inzwischen z.B. in einem Zahnfarbenmeßgerät, in einem Farbgriffel oder in einem Diamantprüfgerät eingebaute Element, das nach diesem Konzept hergestellt wurde, stellt das LIGA-Mikrospektrometer dar [12]. In diesem Fall werden die Faserführungsstrukturen sowie das selbstfokussierende, geblazte Gitter in einem Fertigungsschritt hergestellt. Während im sichtbaren Wellenlängenbereich die Mikrospektrometer auf der Basis eines Dreischicht-Polymerwellenleiters hergestellt wurden, wurde für den NIR und MIR- Bereich ein Aufbau entwickelt, bei dem das Licht durch Reflexion an den metallisierten Grund- und Deckplatten in einem Freiraum geführt wird (Hohlwellenleiter) [11]. Es zeigte sich, daß mit diesem Aufbau eine Dämpfung kleiner als 1 dB erzielt werden können.

Während im NIR und MIR die Reflexion aller Metalle ausreichend hoch ist, gilt dies für den sichtbaren Bereich nur für Silber oder Aluminium im nicht oxidierten Zustand. Durch eine weitere

Beschichtung von Aluminium mit Siliziumdioxid konnte auch für den sichtbaren Bereich eine dauerhafte Deckschicht mit ausreichend hohem Reflektionsgrad hergestellt werden. Damit können auch Spektrometer für den sichtbaren Wellenlängenbereich als Hohlwellenleiteraufbau realisiert werden. Dies erlaubt den Zugang zu Wellenlängen kleiner 400 nm, der mit Polymerwellenleitern aufgrund der hohen Dämpfung nicht mehr zugänglich ist. Ein erster Prototyp eines derartigen Spektrometers zeigte zu den Wellenleiterspektrometern vergleichbare Ergebnisse bzgl. Transmission und Streulichtdämpfung. Für 340 nm konnten noch Transmissionen um 5 % ermittelt werden, die Streulichtdämpfung lag bei 2 dB. Eine Verbesserung ist bei Optimierung des Aufbaus zu erwarten. Damit lassen sich nicht nur weitere Anwendungen erschließen, auch die Fertigung der Spektrometerkomponente wird sich vereinfachen, da die Hohlwellenleiterbausteine im Spritzguß hergestellt werden können.

3.2 Sensoren

Auf der Basis des Hohlwellenleiterprinzips befindet sich derzeit in Zusammenarbeit mit der Fa. Mitsubishi Electric, Japan ein Abstandssensor in der Entwicklung (Abb. 10). In diesem Fall wird Licht, das aus einer Multimode-Glasfaser austritt, in einem Polymerwellenleiter geführt. Dieser besitzt an seiner Begrenzung zylinderförmige Parabolspiegel, mit denen der Strahl in der Ebene fokussiert wird. Zur Fokussierung in vertikaler Richtung wird eine Stablinse in den Aufbau über Haltestrukturen eingefügt. Die Detektion des gestreuten Lichtes erfolgt nach Durchlaufen einer vergleichbaren optischen Strecke über zwei Fasern, mit denen je nach Abstand des Meßobjektes unterschiedliche Intensitäten detektiert werden. Das Intensitätsverhältnis stellt ein Maß für den Abstand dar. Prototypen dieser Sensoren wurden realisiert; die Funktionsweise konnte demonstriert werden.

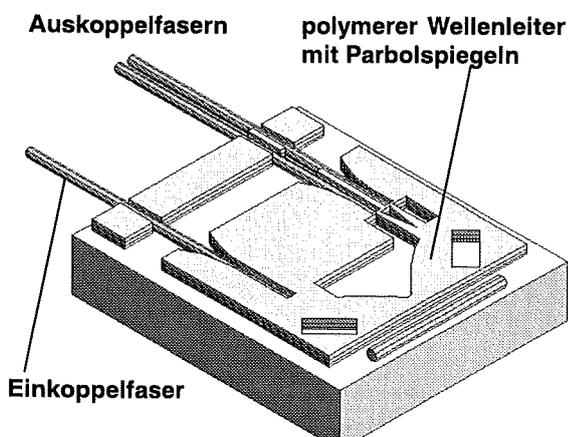


Abb. 10: Schema des Abstandssensors basierend auf einem Wellenleiter mit optischen Funktionsstrukturen an seinen Grenzflächen

4. Zusammenfassung

Die beschriebenen Elemente zeigen, daß die beiden auf dem LIGA-Verfahren basierenden Konzepte zum Aufbau passiv mikrooptischer Komponenten und „micro-opto electro-mechanical“ Systeme hervorragend geeignet sind. Weitere Entwicklungen müssen auf eine Anpassung der Materialien und der Prozeßtechnik auf die optischen Anforderungen abzielen, um die Leistungsdaten der Systeme zu erhöhen. Trotzdem bieten die bereits geleisteten Entwicklungen des Forschungszentrums einen guten Ansatz für die Industrie, mit dem Forschungszentrum gemeinsame Entwicklungen im Hinblick auf die Realisierung optimierter optischer Funktionsmodule für die Nachrichtentechnik und auf die Herstellung von mikrooptischen Sensoren zu beginnen. Durch die Konzentration der Arbeiten zur Mikrooptik ist sichergestellt, daß die Entwicklungsziele in einem umfassenden Ansatz von der Simulation bis zur Prototypfertigung verfolgt werden.

Literatur

- [1] J. Yoshida: „Role of Opto-Electronic Integrated Components in Subscriber ONUS, Technical Digest MOEMS '97, Nara, Nov. 97, S. 3-8
- [2] S. Walker: „Optics & MEMS: An Overview of Current Technology“, Technical Digest MOEMS '97, Nara, Nov. 97, S. 179-185
- [3] A. Müller, J. Hehmann, A. Rogner, J. Göttert, J. Mohr: „Hybrid Optical Transceiver Module with a Micro Optical LIGA-Bench“, Proc. of ECO '95, Brüssel, Belgium, Sept. 95
- [4] U. Behringer: „Technikum für die Fertigung von Mikrosystemen - Bindeglied zwischen Entwicklung und Produktion“, dieser Band
- [5] H. Eggert, H. Guth, W. Süß: „Designoptimierung für Mikrosysteme“, dieser Band
- [6] A. Müller et al: „Fabrication of stepped microoptical benches for fiber and free space applications, J. Microsystem Technologies Vol. 2, 1996, S. 40
- [7] J. Göttert, M. Marth, J. Mohr, B. Patterson, J. Söchtig: „Integration of III/V-devices on polymer micro-optical benches with single mode waveguides“, Technical Digest CLEO/QLS, Anaheim, Cal., USA, June, 1996
- [8] H. Debedda, U. Wallrabe, A. Weddigen: „LIGA-Strukturen auf Piezo-Substraten als Mikroaktoren für opto- und elektromechanische Anwendungen, dieser Band

- [9] J. Mohr, J. Göttert, A. Müller, C. Müller: „Mikrooptische Funktionsmodule auf der Basis von LIGA-Technik sowie Aufbau- und Verbindungstechnik; Konzepte, Potential und Anwendungen in der Informationstechnik“, FZK-Bericht 5670, 1995, S. 180-184
- [10] A. J. Sangster and V. D Samper: „Accuracy Assessment of 2-D and 3-D Finite-Element Models of a Double Stator electrostatic Wobble Motor“, J. of Microelectromechanical Systems, vol. 6, no. 2, 1997, S. 142-151
- [11] P. Krippner et al.,: „Aufbau und Anwendung von Mikrospektrometersystemen im IR-Bereich“, dieser Band
- [12] C. Müller, P.Krippner, T. Kühner, J. Mohr: „Leistungsfähigkeit und Anwendungsgebiete von UV-VIS und IR-LIGA-Mikrospektrometern“, FZK-Bericht 6670, 1995, S. 175-179

Danksagung

Die hier beschriebenen Arbeiten sind durch die Mithilfe vieler Personen entstanden. Ich möchte meinen Kollegen im IAI sowie Herrn Krevet im IMT für die Simulation der verschiedenen Bausteine danken. Mein Dank gilt auch den Mitarbeitern der verschiedenen Technologiegruppen - Röntgentiefenlithographie, Galvanik und Abformung - des IMT sowie den Mitgliedern der Optik- und der Aktorik-Gruppe insbesondere Frau Dr. Wallrabe, Frau Dr. Debeda sowie den Herren Last, Krippner, Dr. Ruther und Dr. Wengelink, ohne deren aller Unterstützung die Ergebnisse nicht hätten erzielt werden können.

Mikrosysteme für die chemische Analytik

R. Czolk

Projekt Mikrosystemtechnik, Projektleitung

Zusammenfassung

Die chemische Analytik von Gasen und Flüssigkeiten benötigt unterschiedlichste Arten von chemischen Sensoren und Meßsonden, um den vielfältigen Anforderungen gerecht zu werden. Ziel dieses Arbeitsthemas ist es, durch Miniaturisierung verschiedener Detektionsprinzipien eine Verbesserung der Meßempfindlichkeit, der Zuverlässigkeit und Stabilität sowie eine einfachere Handhabbarkeit und eine Minimierung sowohl des Probevolumens als auch des Preises herbeizuführen. Dazu sollen in Zusammenarbeit mit Anwendern und Industriepartnern spezifische Ausrüstungen der Systeme entwickelt und erprobt werden.

Der Beitrag gibt einen Überblick über die Ergebnisse aus den Vorhaben dieses Arbeitsthemas, bei denen Multisensorsysteme für die Gasanalytik und Sensorsysteme für die Analytik in Flüssigkeiten entwickelt werden.

1. Einleitung

In der chemischen Analytik ist ein wachsender Trend zur Miniaturisierung zu verzeichnen. Dabei kommen bei Analysegeräten immer häufiger Sensoren zum Einsatz, aber auch Komponenten des Analysengerätes müssen verkleinert werden, um den Ansprüchen hinsichtlich Zuverlässigkeit, Schnelligkeit und Minimierung von Probenvolumina gerecht zu werden [1]. Die FuE-Aktivitäten für den Bereich der chemischen Analytik innerhalb des Projekts Mikrosystemtechnik versuchen dieser Entwicklung Rechnung zu tragen. Diese gehen dabei von grundlegenden Entwicklungen neuer sensorgestützter Meßprinzipien über den Aufbau und Test funktionsfähiger Labormuster bis hin zu anwendungsnahen Optimierungen dieser prototypischen Verfahren und Geräte in Kooperation mit Industriepartnern. Durch diese Vorgehensweise soll die schnelle Umsetzung von FuE-Ergebnissen in marktfähige Produkte gewährleistet und forciert werden. Da ein Großteil der Ergebnisse aus diesem Arbeitsthema in anderen Beiträgen des Statuskolloquiums detaillierter dargestellt wird, soll im folgenden lediglich ein Überblick über die Arbeiten gegeben werden.

2. Basisentwicklungen für neuartige Transducerprinzipien

Das Ziel dieser grundlegenden FuE-Arbeiten ist die Entwicklung innovativer Meßmethoden für die chemische Analytik basierend auf neuartigen Transducerprinzipien. Im Focus der Entwicklung sind dabei die Reduktion der Probevolumina und die Steigerung der Zuverlässigkeit. Diese Maßgaben zielen vor allem auf einen Einsatz in der klini-

schen Diagnostik, der biochemischen Analytik sowie der Laboranalytik von Umweltproben ab.

2.1 Optochemische Mikro- und Nanosensoren

Durch Immobilisierung von Indikatorfarbstoffen in transparenten Matrices ist es möglich, Mikro- und Nanosensoren aufzubauen [2]. Diese basieren auf der Änderung photophysikalischer Eigenschaften des Farbstoffs nach Reaktion mit der nachzuweisenden Substanz. Wird die sensitive Schicht mit dem immobilisierten Farbstoff am Ende einer getaperten Lichtleitfaser fixiert, ist der Aufbau von Nanosensoren möglich. Für die Sauerstoffmessung in der Zellbiologie wurde eine entsprechende Methode basierend auf einem Nanosensor entwickelt.

2.2 Capillary Batch Injection Analysis (CBIA)

Bei dieser neuartigen Meßmethode werden Probenhandhabungssysteme mit Kapillaren kombiniert und als Detektionsprinzip die Voltammetrie mit Mikroelektroden eingesetzt [3]. Auf diese Weise sind elektrochemische Analysen von Proben in Nanoliter-Volumina (typischerweise 20-200 nl) möglich. Dies reduziert zum einen den bei der chemischen Analyse anfallenden Abfall, zum anderen werden durch die Steigerung des Proben durchsatzes die Zuverlässigkeit der Analyse verbessert (redundante Meßresultate).

2.3 Oberflächenwellenbauelemente (SAW-Sensoren) für die Bioanalytik

Werden Oberflächenwellenbauelemente (SAW-Sensoren) mit sensitiven Schichten belegt können

sie zur chemischen Analytik verwendet werden. Um nicht nur Gase detektieren zu können, wie unter 3.1. beschrieben, müssen spezielle Sensorelemente konzipiert und mit besonderen Schichtfolgen für den Einsatz in wässrigen Lösungen präpariert werden. Es kommen SAW-Bauelemente mit speziellem Substratmaterial (LiTaO_3) zum Einsatz, bei denen ein besonderer Wellentyp ausgenutzt wird (Abb. 1).

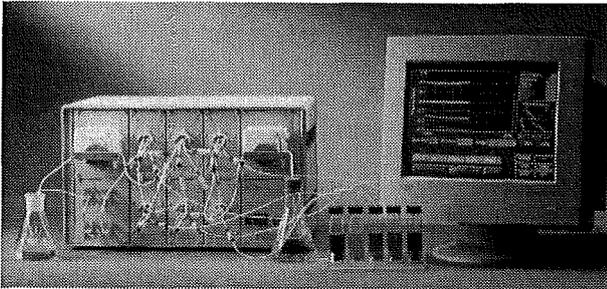


Abb. 1: MAFIA - Multi-Alyt-Fließinjektionsanalyse für automatisierte Messungen mit dem darin integrierten SAW-Flüssigkeitssensor

Werden solche Bauelemente mit biologisch aktiven Substanzen beschichtet, so lassen sie sich als Biosensoren verwenden [4]. Nach der chemischen Passivierung der Transducerstrukturen mit Polyimid können Antikörper kovalent auf den Sensorelementen gebunden werden. Für den Erkennungsprozeß und damit einhergehend die Qualität des Sensorsignals ist das verwendete Immobilisierungsverfahren von ausschlaggebender Bedeutung (Abb. 2).

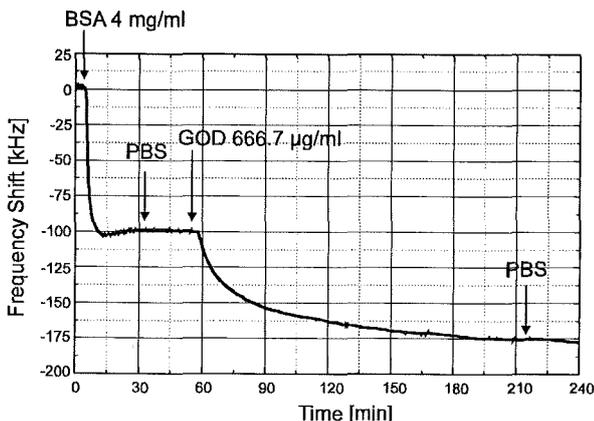


Abb. 2: Signalverlauf eines mit anti-Glucoseoxidase beschichteten SAW-Biosensors. Um die unspezifische Anbindung des Enzyms an den Sensor zu unterdrücken, wurden die entsprechenden Anbindungsstellen auf der Sensoroberfläche vorbehandelt.

3. Anwendungen in der Gasanalytik

Nachdem die Basisentwicklungen erfolgreich abgeschlossen und die prinzipielle Machbarkeit de-

monstriert werden konnte, folgen gemeinsam mit industriellen Kooperationspartnern Weiterentwicklungen dieser funktionsfähigen Labormuster zu Produkten am Markt. Im Falle der Gasanalytik sind dabei zwei auf unterschiedlichen Prinzipien basierende Gasanalytysesysteme in der Entwicklung, die für differierende Einsatzfelder optimiert werden. Denn es besteht größter Bedarf, sowohl einzelne Gase als auch Gaskollektive wie Aromen oder Gerüche schnell zu identifizieren und zu quantifizieren, um Gefahrenzustände zu erkennen, chemische Prozeßabläufe zu verfolgen oder auch Luftqualität zu bewerten.

3.1 Meßsysteme auf Basis von Oberflächenwellenbauelementen (SAGAS)

Die weiter oben beschriebenen Oberflächenwellenbauelemente (SAW-Sensoren) werden durch die Beschichtung mit Gas adsorbierenden Filmen für die Gasanalytik tauglich [5]. Ein Array aus acht unterschiedlich beschichteten SAW-Sensoren ist Herzstück der Gerätefamilie "SAGAS" (Surface Acoustic Wave Aroma and Gas Analyse System). Die drei verschiedenen, bisher entwickelten Gerätetypen sind den jeweiligen Bedürfnissen der ins Auge gefaßten Applikation angepaßt. Z.B. wurde bei „SAGAS µControl“ ein Mikroprozessor integriert, so daß ein stand-alone-Betrieb ohne Personalcomputer möglich wird. Die Auswertung der Sensorsignalmuster erfolgt mit Hilfe eines neuronalen Netzes, das neben der qualitativen auch die quantitative Analyse von Gasgemischen erlaubt.

3.2 Meßsysteme auf Basis von Metalloxidfilmen (KAMINA)

Um die Nachfrage nach Gassensorik in Massenprodukten zu befriedigen, wurde das Meßsystem KAMINA ("Karlsruher Mikronase") basierend auf elektrisch leitfähigen Metalloxidfilmen bestehend aus einem Array von Sensorelementen aufgebaut [6]. Durch eine geeignete Auswertung mittels neuronalen Netzen ist der Einsatz in vielfältigen Anwendungsgebieten möglich. Da die verwendeten Sensormaterialien (SnO_2 , WO_3 , Fe_2O_3) eine eingeschränkte Selektivität aufweisen, wurde bei dieser Entwicklung ein neuartiges Prinzip eines Multi-sensorsystems erprobt. Auf einem $9 \times 10 \text{ mm}^2$ großen Siliziumplättchen wurde durch Unterteilung eines Dünnschichtmetalloxidfeld mit Elektrodenstreifen eine Vielzahl von Sensorelementen gebildet. Dabei konnte durch den lateralen Gradienten einer oder mehrerer Sensorgrößen ein Feld unterschiedlich selektiver Sensoren realisiert werden. Zu dieser Sensordifferenzierung dienen dabei ein Gradient der Sensortemperatur oder die Beschichtung der Sensoren mit einer glaskeramischen Membran variierender Dicke. Derzeit werden im Auftrag von Industriekunden die Gasanaly-

sesensoren („elektronische Nasen“) auf unterschiedlichste Applikationen angepaßt.

4. Anwendungen in der Analytik von Flüssigkeiten

Dem allgemeinen Trend in der instrumentellen Analytik in Richtung weiterer Miniaturisierung folgend, stellt die Entwicklung von Systemen mit Probenhandhabung, die gleichzeitig zur Messung in kleinsten Volumina fähig sind, eine große Herausforderung dar. Eine der treibenden Kräfte für diesen Trend der Verkleinerung analytischer Meßgeräte ist der Wunsch, den Abfall an Chemikalien und den Zusatz von Hilfschemikalien bei der Analyse zu reduzieren. Ein weiterer wichtiger Grund für die Miniaturisierung liegt darin begründet, daß in speziellen Anwendungen (z.B. biomedizinische Untersuchungen der Metabolismen und Signalübertragungen in einzelnen Zellen) nur extrem kleine Probenvolumina verfügbar sind.

In diesem Teilvorhaben werden vor allem spektroskopische Analyseverfahren eingesetzt, um durch Miniaturisierung die Zuverlässigkeit zu steigern und das Probevolumen drastisch zu reduzieren.

4.1 Evanescent Field Absorbance (EFA) Sonde

Werden integriert-optische Lichtwellenleiter mit geeigneten Polysiloxanen beschichtet, so ist die Analytik apolarer organischer Verunreinigungen in wässrigen Lösungen durch NIR (Nahinfrarot)-Spektroskopie möglich. Dabei absorbieren die im Polymerfilm angereicherten Substanzen das aus der lichtleitenden Schicht austretende Licht. Ziel dieser Entwicklung war es, eine zum makroskopischen Gerät [7] vergleichbare Nachweisempfindlichkeit des miniaturisierten Meßaufbaus (Abb. 3) zu erreichen.

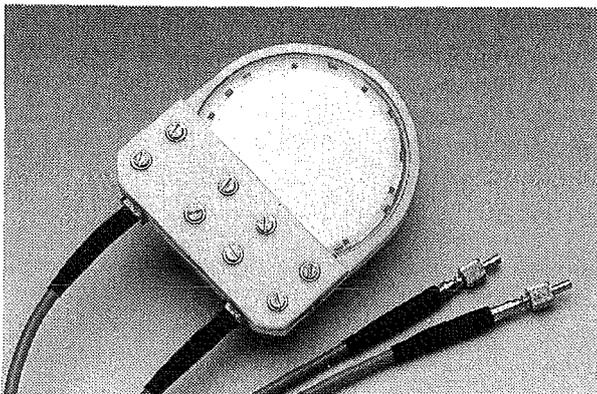


Abb. 3: Integriert-optische EFA-Sonde. Auf dem Glaschip befindet sich eine schleifenförmige Wellenleiterstruktur mit einer Wechselwirkungsstrecke von 56 cm. Der Durchmesser des Chips beträgt drei Zoll.

Darüber hinaus sollte der Mikrosensor mit entsprechenden miniaturisierten Komponenten (Mikrospektrometer und miniaturisierte Lichtquelle) zu einem kompletten Analysegerät kombiniert werden. Eine Steigerung der Nachweisempfindlichkeit war durch ein schleifenförmiges Design des integriert-optischen Lichtwellenleiters (Wechselwirkungsstrecke: 56 cm) möglich. Wie Abbildung 4 zeigt, war die integriert-optische Meßsonde mit einer Nachweisgrenze von 1,3 ppm für Trichlorethylen in Wasser genauso leistungsstark wie die makroskopische (Lichtwellenleiterspule mit 12 m Wechselwirkungsstrecke) [8].

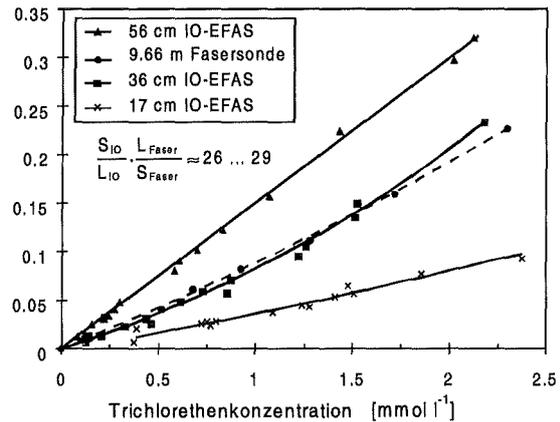


Abb. 4: Kalibrationskurven verschiedener integriert-optischer EFA-Sonden für Trichlorethylen. Zum Vergleich wurde die Kennlinie für eine konventionelle EFA-Faseroptik-Sonde mitaufgenommen (gestrichelte Kurve).

Der Ausbau zum kompletten Analysegerät wird dann erfolgen, wenn von Seiten der Industrie ein Bedarf an einer miniaturisierten Meßmimik basierend auf diesem Prinzip absehbar ist.

4.2 Thermische Linse

Photothermische Verfahren haben sich als nachweisstarke Verfahren in der Pestizidanalytik erwiesen. Da das eigentliche Meßvolumen nur durch den Strahldurchmesser der eingesetzten Lichtquellen (Laser: 10-100 µm) begrenzt wird, ist diese Methode prädestiniert für den Nachweis in Probenvolumina, die nur einige wenige Nanoliter betragen. Durch diese extrem kleinen Meßvolumina sind die photothermischen Methoden für die Anwendung als Detektor für die Kapillarelektrophorese mit Kapillardurchmessern zwischen 25 bis 250 µm geeignet [9]. Es konnte ein miniaturisierter Meßkopf von 2 x 2 x 2 cm³ als Detektoreinheit aufgebaut werden. Dieser Würfel enthält neben der Trennkapillare Aufnahmen für Lichtleiter, über die das Anregungslicht bzw. Prüflicht zur Meßstelle geleitet werden. Der robuste, miniaturisierte Aufbau erlaubt reproduzierbare Messungen ohne langwieriges Nachjustieren der Lichtleiter.

4.3 Miniaturisierte spektroelektrochemische Meßzelle

Um Struktur- und Funktionseigenschaften von Proteinen zu untersuchen, die redox-gebundene Konformationsänderungen zeigen, hat sich die Fourier Transformation Infrarot (FTIR)-Spektroelektrochemie bewährt. Für diese Methode wurde eine neuartige Meßzelle entwickelt, die die Vorteile von kommerziell erhältlichen Meßzellen für die FTIR-Spektroelektrochemie in sich vereinigt [10]. Die mit mikrotechnischen Verfahren hergestellte Küvette (Abbildung 5) ist einfach handhabbar und gleichzeitig gut zu reinigen bzw. beinhaltet das Potential für den einmaligen Gebrauch (preiswerte Herstellung). Die Einheit ist vollständig aus mikrostrukturierten Siliziumteilen aufgebaut, die mit den für die Spektroelektrochemie notwendigen Elektroden versehen wurden. Diese sind aus Platin und Gold und werden mittels UV-Lithographie und Sputtern mikrostrukturiert auf einem Teil der Meßzelle aufgebracht.

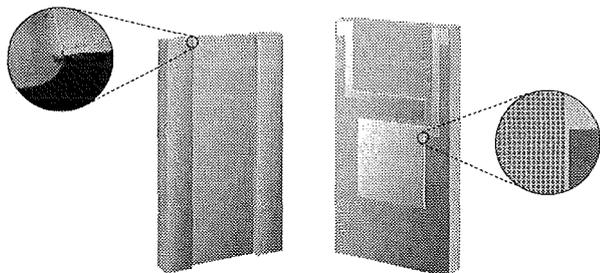


Abb. 5: Spektroelektrochemische Meßzelle für FTIR-Differenz-Spektroskopie von Proteinen bestehend aus zwei mikrostrukturierten Si-Teilen. (Kleines Bild links: Detailaufnahme der Kanalstruktur; kleines Bild rechts: Detailaufnahme der gitterförmigen Goldelektrode).

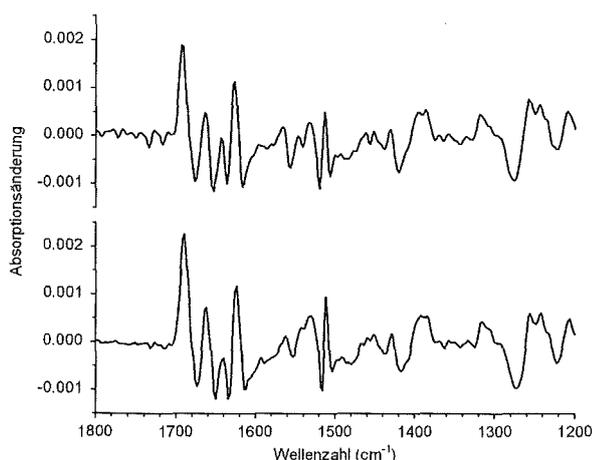


Abb. 6: FTIR-Differenzspektren von Cytochrom c. Die erste Messung (oberes Spektrum) wurde mit der Si-Mikrozelle aufgenommen und im Vergleich dazu dieselbe Messung mit einer konventionellen Meßzelle (unteres Spektrum) durchgeführt.

Die kanalartige Struktur im zweiten Teil sorgt nach dem Zusammenfügen für eine reproduzierbar einstellbare Dünnschichtzelle (Optische Weglänge: 10 μm). Durch Kapillarkräfte befüllt sich diese Meßzelle in kurzer Zeit (3 s) selbst. Die Spektren, die mit der neuen Zelle erhalten werden, sind identisch mit solchen, die in konventionellen Meßzellen aufgenommen wurden (Abb. 6).

Mögliche Anwendungen dieser Meßmethode liegen in der klinischen Diagnostik, z.B. um genetischen Anaemien (d.h. Haemoglobin-Mutationen) festzustellen.

5. Applikations- und Demonstrationslabor

Für die anwendungsorientierte Erprobung und Präsentation der Entwicklungen aus diesem Arbeitsthema gegenüber kommerziellen Interessenten wurde ein gesondertes Labor geschaffen. Dieses verfügt über ständig einsatzbereite Sensorsysteme, um kurzfristig und überzeugend die Leistungsfähigkeit der entwickelten Systeme demonstrieren zu können. Dazu wurden Vorführeinrichtungen aus dem zu präsentierenden Sensorsystem und flexible Probenahmeeinrichtungen mit Mischsystemen für die Herstellung von Modellgasproben sowie Referenzanalytik ausgerüstet. Davon vor der Anwendung einer chemisch-analytischen Entwicklung in der Regel Adaptionen an den jeweiligen Zweck unumgänglich sind, soll mit der Ausrüstung dieses Labors auch die applikationsorientierte Entwicklung der Analysensysteme zur Anwendungsreife unterstützt werden.

6. Ausblick

Meßsysteme, die auf Mikrosensoren basieren, eröffnen neue Felder in der chemischen Analytik. Dazu müssen die Empfindlichkeit und Selektivität sowie die Zuverlässigkeit der Mikrosensoren vergleichbar sein mit derzeit auf dem Markt erhältlichen makroskopischen Analysensystemen. Um dieses Ziel zu erreichen, ist es notwendig, bereits in einem frühen Stadium der Entwicklung mit Anwendern und Herstellern zusammen zu arbeiten. Darüber hinaus müssen neue Prinzipien untersucht werden, um auch in Zukunft Alternativen für die derzeit gebräuchlichen Geräte anbieten zu können. Wenn Mikrosensoren unter Anwendungsaspekten entwickelt werden, wird es auch einen wachsenden Markt für Mikrosensorgestützte Meßgeräte in der chemischen Analytik geben.

Literatur:

- [1] Becker, H.: "The Chemical Laboratory on a Microchip", mst news, No. 22, December 1997, S. 13-14

- [2] Reichert, J., Heinzmann, G.: "Potential optochemischer Mikro- und Nanosensoren", dieser Tagungsband
- [3] Backofen, U., Hofmann, W., Matysik, F.-M.: "Kapillar-Batch-Injektions-Analyse - Eine neue Methode für die Untersuchung von Proben im Nanoliter-Bereich", dieser Tagungsband
- [4] Rapp, M., Wessa, T., Ache, H.J.: „Modification of Commercially Available Low-Loss SAW Devices Towards an Immunosensor for in-situ Measurements in Water“, IEEE Ultrasonics Symp. Proc., 1995, S. 433-436
- [5] Rapp, M.: "Schnelle und flexible Gas-analytik mit massesensitiven Sensorarrays für die Qualitäts- und Prozeßkontrolle", dieser Tagungsband
- [6] Goschnick, J.: "KAMINA - Karlsruher Mikronase für die gasanalytische Ausrüstung von Massenprodukten", dieser Tagungsband
- [7] Bürck, J. Mensch, M.: „Portable fiber-optic in-situ monitoring system for hydrocarbons in water“, in „Field Screening Europe“, Proc. of the 1st Int. Conf. On Strategies and Techniques for the Investigation and Monitoring of Contaminated Sites, ed. Gottlieb, J., Hötzl, H., Huck, K., Nießner, R., Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, 1997, S. 243-246
- [8] Bürck, J., Zimmermann, B., Ache, H.J.: „Integrated-optical NIR-evanescent wave absorbance sensor for chemical analysis“, Fres. J. Anal. Chem. 354 (1996), S. 284-290
- [9] Faubel, W., Seidel, B.: "Die Thermische Linse als alternativer Detektor für die Kapillarelektrophorese", dieser Tagungsband
- [10] Wolf, A., Hoffmann, W., Moss, D.A.: "FTIR spectroelectrochemistry of redox proteins using a microstructured silicon thin layer cell", 7th Europ. Conf. On the Spectroscopy of Biological Molecules, San Lorenzo de El Escorial, Madrid (Spanien), 7.-12. September 1997

Physikalische Mikroaktorik und -sensorik für Anwendungen in der allgemeinen Meß- und Regeltechnik, Verkehrs- und Verfahrenstechnik

Otto F. Hagen

Institut für Mikrostrukturtechnik

Zusammenfassung

Die Arbeiten zur physikalischen Mikroaktorik und -sensorik sind seit 1996 in einem eigenen strategischen Anwendungsfeld zusammengefaßt. Dieser Beitrag beschreibt die dabei untersuchten Aktor- und Sensorkonzepte und die wesentlichen Anwendungsbeispiele. Die praktische Umsetzung der Forschungsarbeiten in industrielle Produkte ist in diesem Bereich noch auf die Auslieferung von Prototypen beschränkt. Die erzielten Leistungsdaten der auf unseren Aktoren/Sensoren aufbauenden Mikrosysteme und der Entwicklungsstand bei der Fertigung lassen erwarten, daß der industrielle Einsatz erreicht werden wird. Dies gilt insbesondere für fluidische Komponenten und für Inertialsensoren.

1. Einleitung

Bei der Strukturierung der F&E-Arbeiten des Projektes Mikrosystemtechnik (PMT) in unterschiedliche strategische Anwendungsfelder wurden im Vorhaben „Physikalische Mikroaktorik und -sensorik“ die Arbeiten zusammengeführt, die auf den praktischen Einsatz der im Zentrum entwickelten Aktor- und Sensorkonzepte gerichtet waren. Bei der großen Zahl der in der Anlaufphase des PMT untersuchten Aktorkonzepte, bei denen die Entwicklung oft bis zu Funktionsmustern führte, wurde inzwischen die weitere Entwicklung auf die besonders aussichtsreich erscheinenden Typen konzentriert. Über deren Anwendungsmöglichkeiten in den Bereichen allgemeine Meß- und Regeltechnik (LIGA-Aktoren, FGL-Aktoren), Verkehrstechnik (Inertialsensoren) und Verfahrenstechnik (Pumpen, Ventile, Drucksensoren) wird bei diesem Statuskolloquium in vier Fachvorträgen und mit acht Exponaten im Detail berichtet. Hier soll zunächst ein allgemeiner Überblick über die Arbeiten seit dem letzten Statuskolloquium gegeben werden.

2. Allgemeine Meß- und Regeltechnik

Unter diesem Sammelbegriff sind die folgenden Vorhaben zusammengefaßt:

- Weiterentwicklung der LIGA-Aktorik (elektrostatischer Motor, elektromagnetischer Aktor, Piezo-LIGA,)
- Mikrosysteme mit planaren FGL-Aktoren (Ventilantrieb, Linearaktor)
- Mikrostrukturierte Ultraschallwandler

2.1 LIGA-Aktorik

Bei der LIGA-Aktorik sind seit der ersten Demonstration der dazu erforderlichen beweglichen LIGA-Strukturen (Opferschichttechnik) die unterschiedlichsten Aktor-Konzepte auf ihre Eignung für mikrotechnische Anwendungen hin untersucht worden. Von besonderer Bedeutung war dabei jeweils die Einbindung des Aktors in ein umfassenderes Mikrosystem, z. B. ein elektrostatisch angetriebener Linearaktor zum Verstellen des Spiegels eines mikrooptischen Schalters [1,2].

Während die Nutzung elektrostatischer Kräfte praktisch nur für *Mikroaktoren* interessant ist, lassen sich elektromagnetische Mikroaktoren als miniaturisierte konventionelle magnetische Kreise betrachten. Sie ermöglichen deutlich höhere Kräfte und wurden auf Anwendungen als Schaltrelais oder mechanisches Stellglied hin untersucht [3,4]. Der Einsatz dieser Aktoren (erreichte Daten: Stellwege um 0,1 mm, Kräfte um 20 mN) wurde in engem Kontakt mit potentiellen Kunden für unterschiedlich ausgelegte Systeme untersucht. Ein konkretes Einsatzgebiet zeichnet sich in der Mikrooptik ab, wo ein elektromagnetisch angetriebener Chopper zur Empfindlichkeitssteigerung eines IR-Spektrometers vorgesehen ist [5].

Rotierende LIGA-Systeme als elektrostatischer Motor [6] sind für spezielle Anwendungen weiterentwickelt worden. Im Rahmen des EG - Projektes IMICS wurde ein LIGA-Motor für den Antrieb von medizinischen Schneidwerkzeugen gebaut [7]. Eine Weiterentwicklung dieses Motortyps ist als rotierender Aktor zum Verstellen der Spiegel einer optischen $N \times N$ Schaltmatrix vorgesehen

[8]. Ein weiteres rotierendes Aktorelement stellt die Mikroturbine dar, die ebenfalls im Rahmen des IMICS-Projektes zunächst für den medizinischen Einsatz entwickelt wurde [9], aber natürlich auch in anderen Gebieten eingesetzt werden kann. Bei einem Systemdurchmesser von 2,5 mm wurden mit Wasser als Antriebsmedium ein Drehmoment von 7,6 μNm und eine mechanische Leistung von 42 mW erreicht. Ein Beispiel für einen fluidisch betriebenen Linearaktor ist der Kolbenaktor, eingesetzt in einem LIGA-Mikrosystem zur Messung mechanischer Eigenschaften [10] und als oszillierender Kolben [11]. Bei einem Kolbenquerschnitt von $0,2 \times 0,5 \text{ mm}^2$ erreicht man bei einem Differenzdruck von 1 bar eine Aktorkraft von 10 mN.

Einen neuen Aktor-Typ stellt der LIGA-Piezoaktor dar, eine Kombination von LIGA-Biegeelementen auf einem Piezosubstrat [12]. Er nutzt die Tatsache aus, daß die bei einem Piezokristal unter dem Einfluß eines elektrischen Feldes beobachtete geringe Ausdehnung in Feldrichtung in der dazu senkrechten Ebene zu einer kleinen Kontraktion führt. Diese Kontraktion wird z.B. bei dem sogenannten Moonie-Aktor dazu genutzt [13], in einer bimorphen Anordnung aus einer Piezoscheibe und einer mit ihr am Rand verbundenen Metallmembran eine wesentlich verstärkte Auslenkung der Membran zu erzeugen. Der Liga-Piezoaktor benutzt statt einer Membran z.B. einen mit LIGA-Technik strukturierten Biegebalken, der an seinen Enden mit dem Piezo verbunden ist und auf die Kontraktion des Piezo unter elektrischer Spannung mit einer Ausbeulung reagiert. Diese Kombination der schnellen Ansteuerbarkeit des Piezo mit der freien lateralen Strukturierbarkeit von präzisen LIGA-Komponenten verspricht schon jetzt eine Reihe von interessanten Anwendungen, z. B. bei mikrooptischen Systemen [8, 12]. Die weitere Entwicklung dieser Aktoren erfordert die Verfügbarkeit spezieller großflächiger Vielschicht-Piezosubstraten, bei denen die Strukturierung der metallischen Zwischenlagen bereits auf die Abmessungen der Aktoren abgestimmt ist. Dies ermöglicht die gleichzeitige Fertigung einer Vielzahl von Aktoren auf einem Substrat, die mit gegenüber Monolayer-Substraten deutlich kleineren Steuerspannungen betrieben werden können.

2.2 FGL-Aktorik

Der Einsatz von Formgedächtnis-Legierungen (FGL) als Funktionswerkstoff von Aktoren ist im Vergleich zu anderen „smart materials“ insbesondere wegen der großen Kräfte und Auslenkungen für mikrotechnische Anwendungen von Interesse [14]. Wird dieses Material durch äußere Kräfte zunächst verformt, dann erfolgt bei Erwärmung über eine charakteristische Umwandlungstempe-

ratur hinaus eine Rückstellung in den Ausgangszustand, wobei gegen die äußeren Kräfte Arbeit geleistet wird. Die Arbeiten innerhalb des PMT zu diesem Thema konzentrieren sich auf die Untersuchung planarer Aktorkonzepte, die auf gesputterten Filmen bzw. dünn gewalzten Blechen aufbauen. Nachdem in der Vergangenheit Untersuchungen zur Herstellung, Strukturierung und Charakterisierung der verschiedenen Materialvarianten im Vordergrund standen [15-18], sind inzwischen unterschiedliche Aktoren entwickelt, gebaut und anwendungsnah getestet worden [19,20]. In Einzelfällen wurden konkrete Anwendungen für FGL-Aktoren mit Interessenten aus der Wirtschaft diskutiert und Labormuster für Tests ausgeliefert.

Die bisherigen Aktorentwicklungen waren darauf gerichtet, daß bei der Einbindung des eigentlichen Aktorelementes in das jeweilige System, z.B. in ein Mikroventil, die schon bisher im PMT eingesetzten Technologien genutzt werden konnten. Dies gilt speziell für die Kompatibilität mit dem AMANDA-Prozeß, bei dem z.B. spritzgegossene Ventilkörper und mikrostrukturierte Kunststoffmembranen eingesetzt werden [21]. Ein besonderes Problem stellt dabei die Einbindung von Dünnschichtaktoren aus gesputtertem TiNi dar. Bei ihrer Konditionierung sind Temperaturen von 550 °C erforderlich. Um diese Dünnschichtaktoren zusammen mit Kunststoffmembranen einsetzen zu können, werden die Filme unter Zwischenschaltung einer Opferschicht auf einem Keramiksubstrat aufgesputtert, konditioniert und anschließend strukturiert. Nach Herauslösen der Opferschicht erhält man freitragende FGL-Bauteile, die anschließend im Nutzen mit entsprechenden Kunststoffmembranen bzw. Gehäuseteilen verklebt werden [20].

Ein wichtiger Gesichtspunkt bei der Auslegung gerade auch von FGL-Bauteilen ist das Einhalten bestimmter Maximalwerte von mechanischer Spannung und Dehnung, weil nur dann ein reversibler Betrieb über viele Lastwechsel möglich ist. Um lokale Spannungs/Dehnungsspitzen zu vermeiden, muß die Formgebung des FGL-Bauteiles an die jeweilige mechanische Belastung angepaßt werden (Gestaltsoptimierung). Diese Optimierungsaufgabe läßt sich in Einzelfällen analytisch lösen, erfordert aber in der Regel den Einsatz dafür entwickelter Spannungs-Optimierungsprogramme [22]. Am Beispiel des FGL-Aktors zum Antrieb eines Ventils konnte gezeigt werden, daß durch die Spannungsoptimierung die Spannung um etwa den Faktor 5 gesenkt werden konnte. Dies erhöht die Lebensdauer bzw. den zugänglichen Belastungsbereich [20]. Die bisher erreichten Schalldrücke von 4,5 bar lassen sich bei Bedarf durch geringe Änderungen am Ventil auf ca. 20 bar steigern [19]. Neben Aktoren für den Antrieb von Ventilen – Kraft-Weg senkrecht

zur Substratebene – sind auch Linearaktoren entwickelt worden, die zum Feinpositionieren von z.B. optischen Komponenten genutzt werden können [19]. Die erzielbaren Stellwege hängen von der jeweiligen mechanischen Vorspannung ab, wobei erneut durch Gestaltoptimierung Spannungsspitzen im Material vermieden werden. Je nach Ausführung wurden mit den 4 mm breiten Stellgliedern Stellwege zwischen 200 und 600 µm und Kräfte bis zu 100 mN erreicht.

FGL Aktoren werden durch die Temperatur des Materials gesteuert. Die Erwärmung durch direkten Stromdurchgang ist dabei eine besonders einfache, leicht zu steuernde Methode. Wenn als Ergebnis der Gestaltoptimierung stark unterschiedliche Materialquerschnitte vorliegen, kommt es zu einer entsprechend unterschiedlichen Wärmefreisetzung. Bei der Auslegung der Heizung ist daher zu beachten, daß die Temperatur der Gebiete mit kleinem Querschnitt keine unzulässig hohen Werte annimmt. Analog zu anderen thermisch gesteuerten Aktoren – Bimetall, thermo-pneumatischer Aktor – kann es von Vorteil sein, die Heizleistung anfangs wesentlich höher zu wählen als zur Aufrechterhaltung des stationären Zustandes nötig. Der höhere Steuerungsaufwand bewirkt dann ein schnelleres Erreichen der Schalttemperatur. In umgekehrter Richtung ist eine aktiv beschleunigte Abkühlung zwar denkbar, wäre aber sehr aufwendig. Schließlich muß noch erwähnt werden, daß die Schaltzeiten natürlich dadurch stark reduziert werden, daß z.B. beim Linearaktor nur ein Teil des möglichen Stellweges genutzt wird [19].

2.3 Ultraschallwandler

Ultraschallwandler werden in vielen Bereichen der Technik mit Erfolg eingesetzt. Wichtig sind dabei Verbundanordnungen aus der eigentlichen Piezokeramik und einer Polymermatrix. Für die von der Anwendungsseite nachgefragte Miniaturisierung dieser Strukturen ist in Karlsruhe als Formgebungsverfahren das Prägen von PZT-Folien entwickelt worden [23]. Der erreichte Entwicklungsstand erlaubt die Fertigung von PZT-Arrays, bei denen die lateralen Abmessungen der Säulen bei 30 µm und die Aspektverhältnisse bei etwa 5 liegen [24].

3. Verkehrstechnik

Die Verkehrstechnik, insbesondere soweit sie den PKW-Bereich betrifft, ist schon heute ein bevorzugtes Einsatzgebiet für Mikrosysteme. Vor allem zur Motor- und Fahrwerksteuerung werden eine Vielzahl von Sensorsystemen eingesetzt, und ihre Verfügbarkeit ist ein wichtiger Beitrag einmal zur technischen Leistungsfähigkeit des modernen Kraftfahrzeuges, zum anderen zur Reduzierung

der Fahrzeugmasse und zur Erhöhung der Zuverlässigkeit.

Im Rahmen des PMT liegt bei den physikalischen Sensoren für den Verkehrsbereich der Schwerpunkt bei der Entwicklung von Inertialsensoren, d. h. von Beschleunigungssensoren und von Gyrometern (Drehratensensoren), mit der Zielvorstellung der Entwicklung einer Navigationsplattform, mit der in allen Raumrichtungen die Beschleunigungen und Drehraten gemessen werden können. Basiskomponente ist dabei der LIGA-Beschleunigungssensor, der bereits beim 1. Statuskolloquium 1993 in der Ausführungsform mit Temperaturkompensation vorgestellt wurde [25]. Beim zweiten Statuskolloquium 1995 wurde ein aus diesen Bausteinen aufgebautes triaxiales Meßsystem erfolgreich vorgestellt [26], erste Prototypen waren an Kunden ausgeliefert.

Angesichts ungenügender Ausbeuten beim Herstellungsprozeß, bei dem es beim Ätzen der Opferschicht zu einem Haftungsversagen kam, wurde die weitere Fertigung von Systemen zunächst zurückgestellt und der Schwerpunkt der Arbeiten auf die Erarbeitung einer zuverlässigen, stabilen, reproduzierbaren Prozeßtechnologie gelegt. Diese Arbeiten stehen kurz vor einem erfolgreichen Abschluß. Parallel dazu wurde damit begonnen, die Voraussetzungen für die Herstellung der Beschleunigungssensoren über einen Abformprozeß zu schaffen.

Anders als bei der Abformung z. B. des Mikrospektrometerbausteines, bei dem das Endprodukt ein isoliertes mikrostrukturiertes Kunststoffteil ist, müssen bei der Herstellung beweglicher Mikrokomponenten mit elektrischen Anschlüssen durch Abformung folgende Teilschritte erfolgreich kombiniert werden:

- a) Strukturierung des Substrates (Leiterbahnebene, Opferschicht) und Aufbringen der Prägemasse
- b) Prägen der Struktur nach Justierung von Prägewerkzeug zur Substratstruktur (positioniertes Prägen)
- c) Entfernen der Restschicht im Strukturgrund durch reaktives Ionenätzen (RIE)
- d) Galvanisches Auffüllen der Strukturen (z.B. Ni, FeNi, Cu)
- e) Auflösen des Resist, Ätzen der Opferschicht.

Bezüglich der Teilschritte a), b) – positioniertes Prägen – zeigten die ersten Versuche, daß zwar die geforderte Positioniergenauigkeit erreicht wurde [27], aber daß für gute Ausbeuten die Prägetechnik verbessert werden mußte. Im Rahmen des BMBF-Verbundprojektes PROBE [28] wird gemeinsam mit Anlagenbauern, Fertigungsunternehmen und Anwendern die

Technik der Produktion beweglicher Mikrostrukturen durch Abformung weiter entwickelt. Ein erfolgreicher Abschluß dieser Arbeiten wird für 1998 erwartet.

Der Vergleich der Prozeßfolgen für die Herstellung der Beschleunigungssensoren über Direkt-LIGA (Strukturierung durch Röntgenstrahlung) bzw. Abformung zeigt, daß ein Großteil der Prozesse bei beiden Varianten gleich ist. Die justierte Bestrahlung wird durch das justierte Prägen mit anschließendem RIE-Prozeß ersetzt. Ob also im Falle beweglicher Strukturen der Vorteil einer kostengünstigen Abformung entscheidend wird, läßt sich gegenwärtig noch nicht abschließend feststellen. Wesentlich für das eine oder andere Verfahren wird sein, ob z. B. beim Prägen die größere Freiheit in der Wahl des Materials (Substrat, Opferschicht: keine Verträglichkeit mit den Prozessen der Röntgenstrahlstrukturierung notwendig) oder bei Direkt-LIGA die Verfügbarkeit preiswerter Bestrahlungsquellen Bedeutung erlangt. Unabhängig vom Ausgang dieser Frage für die Fertigung von Beschleunigungssensoren ist es wichtig, daß beide Verfahren zur Industriereife geführt werden. Nur dann kann man sich auch für andere LIGA-Produkte für das jeweils bessere Verfahren entscheiden.

4. Verfahrenstechnik

In der Verfahrenstechnik liegt der Schwerpunkt der Projektarbeiten auf der Herstellung fluidischer Mikrosysteme mit der sogenannten AMANDA Prozeßtechnik [29]. Dabei werden zunächst mikrostrukturierte Gehäuseteile durch Abformung hergestellt (Spritzguß, Heißprägen). Die Sensor/Aktorkomponenten (Heizspiralen, Dehnungsmeßstreifen, Ventilmembranen) werden mit Standardprozessen der Dünnschichttechnik (Bedampfen, Spincoaten, optische Lithographie) auf einer Trägermembran erzeugt. Diese strukturierte Membran wird mit den Gehäuseteilen durch Klebtechniken zum Mikrosystem verbunden.

4.1. Mikropumpen

Die AMANDA-Mikropumpen der ersten Generation, bei denen die Förderung des Gases durch gepulste Erwärmung des Fördergases erfolgt, sind bereits in Kleinserie gefertigt und als Muster an viele Kunden ausgeliefert [29]. Da das thermische Antriebskonzept hinsichtlich der erzielbaren Kompressionsverhältnisse Grenzen setzt, wird für die Erzielung höherer Drücke an einer zweistufigen Pumpe gearbeitet. Die ersten Ergebnisse sind mit Förderdaten um $90 \mu\text{l}/\text{min} = 1.5 \text{ mm}^3/\text{s}$ und Förderdrücken um 200 hPa sehr befriedigend. Wesentlich ist, daß die Fertigung

der zweistufigen Pumpen – abgesehen von anderen Masken und Formwerkzeugen – keinerlei neue technologischen Entwicklungen erfordert und daß über die parallele Fertigung im Nutzen der Herstellungsaufwand klein ist.

Ein ganz anderes Pumpkonzept geht von der Nutzung magnetostriktiver Schichten aus. Über die Verformung einer bimorphen Membran durch ein magnetisches Wechselfeld bis zu 230 Hz wurden für Methanol Durchsätze von $5 \text{ mm}^3/\text{s}$ erzielt, allerdings bei einem Förderdruck von nur 5 hPa [30]. Da hier das Pumpkonzept einer Membranpumpe vorliegt (Volumenänderung der Pumpkammer), sind bei Anpassung der Pumpkammer-Geometrie an die Auslenkung der Membran auch deutlich höhere Förderdrücke zu erwarten. Es ist möglich, daß die weitere Entwicklung mit Prozeßschritten der AMANDA-Linie und integrierten Magnetspulen kombiniert werden kann.

4.2 Mikroventile

Bei den AMANDA-Mikropumpen sind für den Ein- und Auslaß einfache Rückschlagventile vorhanden, deren Schließverhalten wesentlich durch die elastischen Eigenschaften der Membran und eine eventuelle Vorspannung bestimmt wird. Für andere fluidische Anwendungen sind dagegen Ventile erforderlich, die von außen gezielt geöffnet bzw. geschlossen werden können. Beispiel für den praktischen Einsatz solcher Ventile ist z.B. das Positioniersystem zur Lagesteuerung einer Katheterspitze über aufblasbare Luftkissen [9]. Hier wird der Ventilsitz über eine thermisch betätigte Membran geschlossen. Während bei dieser Bauart der aktive Zustand des Ventils nur durch Energiezufuhr aufrechterhalten werden kann, sind gerade in der Mikrosystemtechnik solche Ventile von Interesse, die nur für den eigentlichen Schaltvorgang Energiezufuhr benötigen. Für solche bistabilen Ventile wurde als Lösung eine unter Druckspannung stehende Dichtmembran entwickelt, die zwei stabile Lagen hat und deren Fertigung ebenfalls über den AMANDA - Prozeß erfolgen kann [31]. Für den industriellen Einsatz ist hier wie auch bei den Mikropumpen wichtig, daß durch entsprechende Versuchsreihen die Dauerbelastbarkeit nachgewiesen werden konnte [29].

4.3 Drucksensoren

Empfindliche Druckaufnehmer in Si-Technik sind bereits bis zu kleinen Abmessungen auf dem Markt verfügbar. Für die Nutzung im Zusammenhang mit z.B. der Mikropumpe war es jedoch erwünscht, die Fertigung der Sensoren in den AMANDA - Prozeß integrieren zu können. Entsprechende Entwicklungsarbeiten haben zu

Differenzdruckaufnehmern aus Kunststoff auf der Basis von Gold-Dehnungsmeßstreifen geführt, bei denen mit einer Sensorfläche von <1 mm Durchmesser der für die Pumpe wichtige Druckbereich von 0 - 250 hPa abgedeckt wird. Mit kleinen Änderungen am Sensorelement lassen sich die Meßbereiche bis 1000 hPa bzw. 25 hPa erweitern. Diese Sensoren sind auch als Einzelelemente und als Flußsensoren einsetzbar [29]. Bei positivem Ausgang der laufenden Untersuchungen zur Stabilität und Serientauglichkeit dieser Sensoren sollten sie über den engeren Bereich der AMANDA - Mikropumpe hinaus Anwendungen finden.

5. Innovative Aktorkonzepte

Zusätzlich zu den bisher vorgestellten Projektarbeiten wird im PMT an einer Reihe kleinerer Vorhaben gearbeitet, die durchaus das Potential einer späteren praktischen Nutzung haben: Im Bereich der Dünnschichtaktorkonzepte wird im Rahmen eines EU-Projektes der Einsatz *magnetischer Schichten* für lineare wie rotierende Antriebe untersucht [32]. Die bei den Arbeiten am FGL-Ventil gewonnenen Erfahrungen – vgl. Abschnitt 2.2 -- mit planaren FGL-Komponenten werden für die Entwicklung von Mikrogreifern genutzt [19]. Auch die zunächst für medizinische Anwendungen entwickelten Mikrozangen aus superelastischen NiTi-Drähten sollen in diesem Zusammenhang erwähnt werden [9]. Ein bisher in der Mikro-Welt wenig bearbeitetes Aktorkonzept stellt die Verwendung elektrorheologischer (ER) Flüssigkeiten für fluidische Steuerungen dar, bei der die Viskositätsänderung durch Anlegen eines elektrischen Feldes ausgenutzt wird [33]. Der ER-Effekt konnte noch in Strömungskanälen mit 40 µm Spaltweite nachgewiesen werden, in einer Brückenordnung aus vier Elementen (= Strömungswiderständen) wurden Druckdifferenzen von 2,5 bar erreicht, die für Schaltzwecke genutzt werden können.

6. Ausblick

Die im Projekt Mikrosystemtechnik verfolgten Arbeiten zur Aktorik und physikalischen Sensorik – darunter ist die Abgrenzung zu chemischen und optischen Sensorsystemen zu verstehen – sind gegenwärtig schwerpunktmäßig auf Anwendungen in der Fluidik (AMANDA, FGL) und in der Bewegungs-Sensorik (LIGA-Beschleunigungssensor) ausgerichtet. Auf beiden Gebieten wird in enger Wechselwirkung mit industriellen Anwendern daran gearbeitet, die entwickelten Prototypen zur Serienreife zu bringen. Zusätzlich bleibt es wichtig, durch neue eigene Entwicklungen und kritisches Auswerten der weltweit laufenden Forschungsanstrengungen auf diesem Gebiet

die Grundlagen für neue Prototypen und Produkte zu schaffen.

Literatur:

- [1] Mohr, J., Göttert, J., Kohl, M., Müller, A.: „Mikrooptischer Schalter als Bypass-Element in optischen Datennetzwerken“, Bericht FZKA 5238, S. 71 - 75, 1993
- [2] Kohl, M., Göttert, J., Mohr, J.: „Verification of the Micromechanical Characteristics of Electrostatic Linear Actuators“, Sensors and Actuators **A53**, p. 416 - 418, 1996
- [3] Schulz, J., Rogge, B., Mohr, J.: „Elektrostatistische und elektromagnetische Mikroaktoren in LIGA-Technik, VDI Berichte No. 1269, S. 89 -104, 1996
- [4] Rogge, B., Schulz, J., Mohr, J.: „Entwicklung, Optimierung und Test von elektromagnetischen Linearaktoren basierend auf LIGA-Mikrotechnik“, Bericht FZKA 5793, 1996
- [5] Krippner, P., Kühner, T., Mohr, J., Wyzgol, R.: „Aufbau und Anwendungen von Mikrospektrometersystemen im IR-Bereich“, dieser Tagungsband
- [6] Wallrabe, U., Bley, P., Krevet, B., Menz, W., Mohr, J.: „Design Rules and Test of Electrostatic Micromotors made by the LIGA process“, J. Micromech. Microeng. **4**, S. 40-43, 1994
- [7] Samper, V.D., Sangster, A.J., Reuben, R.L., Wallrabe, U.: „Multi-stator LIGA fabricated Electrostatic Wobble Motors with integrated Synchronous Control“, J. Micromech. Microeng., im Druck, 1998
- [8] Mohr, J.: „Mikrooptik für Anwendungen in der Telekommunikation und Prozeßanalytik“, dieser Tagungsband
- [9] Wallrabe, U., Guber, A., Mohr, J., Ruther, P., Ruzzu, A.: „Mikrosysteme für endoluminale Anwendungen in der Medizin“, dieser Tagungsband
- [10] Ruther, P., Bacher, W., Feit, K.: „Entwicklung eines LIGA-Mikrosystems zur Messung mechanischer Eigenschaften von Mikrozugproben“, Bericht FZKA 5986, 1997
- [11] Gebhardt, U., Hein, H.: „Entwicklung eines miniaturisierten fluidischen Oszillators zur Ansteuerung fluidischer Aktoren für die minimalinvasive Medizintechnik“, Bericht FZKA 5895, 1997.

- [12] Debeda, H., Wallrabe, U., Weddigen, A.: „LIGA-Strukturen auf Piezo-Substraten als Mikroaktoren für opto- und elektromechanische Anwendungen“, dieser Tagungsband
- [13] Fernandez, J.F., Dogan, A., Zhang, Q.M., Tressler, J.F., Newnham, R.E.: „Hollow Piezoelectric Composites“, *Sensors and Actuators*, **A 51**, S. 183 - 92, 1996
- [14] Quandt, E., Holleck, H., Gugenberger, F., Seemann, K.: „Magnetostruktive, piezoelektrische und Formgedächtnis-Dünnschichtaktoren“, Bericht FZKA 5670, S. 155 - 160, 1995
- [15] Kohl, M., Skrobanek, K.D., Quandt, E., Schloßmacher, P., Schübler, A., Allen, D.M.: „Development of Microactuators based on the Shape Memory Effect“, *J. de Physique IV C8*, S. 1187 - 1192, 1995
- [16] Schübler, A.: „Strukturieren und Fügen von Formgedächtnislegierungen mit Laserstrahlung“, Bericht FZKA 5670, S. 151 - 154, 1995
- [17] Kitamura, K., Miyazaki, S., Kohl, M.: „Anisotropy of Shape Memory Behavior of rolled Ti-Ni Thin Plates“, *Actuator 96*, Bremen, S. 401 - 404, 1996
- [18] Kohl, M., Skrobanek, K.D., Goh, C.M., Allen, D.M.: „Mechanical Characterization of Shape Memory Materials“, *SPIE 2880*, S. 108 - 118, 1996
- [19] Kohl, M., Skrobanek, K.D.: „Mikroaktoren aus Formgedächtnislegierungen“, dieser Tagungsband
- [20] Skrobanek, K.D., Hagena, O.F., Kohl, M.: „Entwicklung von Mikromembranaktoren mit NiTi-Formgedächtnislegierungen“, Bericht FZKA 6052, 1998
- [21] Ahrens, R., Bacher, W., Hagena, O.F., Martin, J., Schomburg, W.K.: „Mit dem AMANDA-prozeß gefertigte Mikropumpen, Druck- und Flußsensoren“, dieser Tagungsband
- [22] Mattheck, C., Burkhardt, S.: „A new Method of Structural Shape Optimization based on Biological Growth“, *Int. J. Fatigue 12*, S. 185-190, 1990
- [23] Ritzhaupt-Kleissl, H.-J., Bauer, W., Knitter, R.: „Keramische Mikrostrukturen und ihre Anwendungen in der Mikrosystemtechnik“, Bericht FZKA 5670, S. 161 - 165, 1995
- [24] Ritzhaupt-Kleissl, H.-J.: „Keramik in der Mikrotechnik - Werkstoffe, Verfahren und Anwendungen“, dieser Tagungsband
- [25] Strohrmann, M., Frommheim, O., Keller, W., Lindemann, K., Mohr, J.: „LIGA-Sensoren und intelligente Sensorsysteme zur Messung von Beschleunigungen“, Bericht KfK5238, S. 65 - 70, 1993
- [26] Krömer, O. et al.: „Intelligentes triaxiales Beschleunigungssensorsystem“, Bericht FZKA 5670, S. 75 - 80, 1995
- [27] Both, A., Bacher, W., Heckeke, M., Ruprecht, R.: „Herstellung beweglicher LIGA-Mikrostrukturen durch positionierte Abformung“, Bericht FZKA 5671, 1995
- [28] Heckeke, M., Bacher, W.: „Herstellung von Kunststoffmikrostrukturen für die Mikrooptik und Mikrosensorik durch Heißprägen“, dieser Tagungsband
- [29] Schomburg, W.K., Ahrens, R., Bacher, W., Goll, C., Martin, J., Rummler, Z.: „AMANDA - Produktion mikrofluidischer Komponenten durch Abformung und Membranübertragung“, dieser Tagungsband
- [30] Quandt, E., Ludwig, A., Seemann, K.: „Giant Magnetostrictive Multilayers for Thin Film Actuators“, *Proc. TRANSDUCERS '97*, 1997 Int. Conf. Solid-State Sensors and Actuators, Chicago, Vol. 2, S. 1089 - 1092
- [31] Goll, C., Bacher, W., Büstgens, B., Maas, D., Menz, W., Schomburg, W.K.: „Microvalves with Bistable Buckled Polymer Diaphragms“, *J. Micromech. Microeng.* **6**, S. 77-79, 1996
- [32] Quandt, E., Betz, J., Ludwig, A.: „Magnetische Viellagenschichten für Aktoren, Sensoren und Induktoren“, dieser Tagungsband
- [33] Schulz, S., Besser, H., Dürr, S., Kohl, M., Pfleging, W., Voges, U.: „Hydraulische Muskeln als Antriebseinheit für endoluminale Systeme in der Medizin“, dieser Tagungsband

Entwicklung von Mikrostrukturapparaten für Anwendungen in der chemischen und thermischen Verfahrenstechnik

Klaus Schubert

Hauptabteilung Versuchstechnik

Zusammenfassung

Neue Bauformen von Mikrostrukturapparaten, die mit thermischen Leistungen im 200-kW-Bereich das 10fache der Standard-Mikrostrukturapparate übertragen können, und neuartige, statische Mikrovermischer wurden für chemische Prozesse entwickelt. Für Anwendungen mit aggressiven Medien wurden die korrosionsbeständigen Werkstoffe Hastelloy und Palladium in den Fertigungsprozeß der Mikrostrukturapparate aufgenommen. Sicherheitstechnische Eigenschaften der Mikrostrukturapparate, wie hohe Druckfestigkeit und explosionshemmende Wirkung der Mikrokanäle wurden experimentell demonstriert. Beim mechanischen Mikrofertungsverfahren konnten Fortschritte insbesondere bei der Reduzierung der Herstellungskosten der Mikrostrukturapparate erreicht werden. Ein spezielles Teiltechnikum für die Herstellung von Prototypen und Kleinserien von Mikrostrukturapparaten ist fertiggestellt und in Betrieb. Ein Labor für Applikationsuntersuchungen an Mikrostrukturapparaten ist im Aufbau. Verschiedene Mikrostrukturreaktoren wurden im Rahmen von wissenschaftlichen Kooperationen mit chemischen Prozessen erfolgreich erprobt. Die F+E-Arbeiten zur industriellen Anwendung der Mikrostrukturapparate in der chemischen Produktion wurden planmäßig und in enger Zusammenarbeit mit dem Partner aus der chemischen Industrie durchgeführt. Mögliche technische Anwendungsgebiete außerhalb der Chemieproduktion werden aufgezeigt.

1 Einleitung

Mikrostrukturapparate wie Mikrowärmeübertrager und Mikroreaktoren für chemische Prozesse, die vom Forschungszentrum mit der Mechanischen Mikrofertigung herstellbar sind, zeichnen sich aus durch hohe spezifische innere Oberflächen, kleine Verweilzeiten und hohe spezifische Wärmeleistungen. Dadurch ist eine effektive Temperaturkontrolle der Prozesse möglich sowie eine sichere Beherrschung von chemischen Reaktionen mit großen Wärmeproduktionsraten. Hohe Druckfestigkeit und explosionshemmende Wirkung der Mikrostrukturapparate tragen zur Betriebssicherheit bei. Aufgrund dieser herausragenden Eigenschaften besteht das Potential, eine erhöhte Sicherheit, verminderte Umweltrisiken und Umweltbelastungen und eine bessere Wirtschaftlichkeit bei chemischen und thermischen Prozessen der Industrie zu erreichen. Weiterhin sind völlig neue Prozeßführungen denkbar, die mit der konventionellen Verfahrenstechnik nicht möglich sind.

Die Vorteile einer Prozeßführung mit Mikrostrukturapparaten müssen abgewogen werden gegenüber möglichen Nachteilen, die sich in der Praxis ergeben können. Hier muß besonderes Augenmerk auf die Minimierung der möglichen Korrosions- und Ablagerungserscheinungen sowie der Druckverluste der Fluide gelegt werden.

Die Eigenschaften und Potentiale sowie das auf mechanischer Mikrofertigung beruhende Herstell-

ungsverfahren der vom Forschungszentrum entwickelten Mikrostrukturapparate für verfahrenstechnische Prozesse sind in früheren Veröffentlichungen dargestellt [1]-[10].

Bei den Arbeiten zu den Mikrostrukturapparaten für chemische Prozesse besteht eine vertragliche Zusammenarbeit mit einem Partner aus der chemischen Industrie mit dem Ziel, die vom Forschungszentrum entwickelte Technologie für die Herstellung von chemischen und pharmazeutischen Produkten einzusetzen.

Die Idee, Mikrostrukturreaktoren für eine zukünftige chemische Produktion einzusetzen, wurde in den letzten Jahren auch von vielen anderen Forschungsstellen, national und international, aufgegriffen, insbesondere von dem Institut für Mikrotechnik Mainz, das inzwischen vielfältige Aktivitäten auf diesem erfolgversprechendem Gebiet gestartet hat und mit dem das Forschungszentrum im Rahmen eines BMBF-Vorprojektes über Grundlagenuntersuchungen zu chemischen Mikroreaktoren zusammenarbeitet.

Die anwendungsorientierten Arbeiten des Forschungszentrums auf dem Gebiet der verfahrenstechnischen Mikrostrukturapparate werden innerhalb des Projekts Mikrosystemtechnik im Rahmen des strategischen Anwendungsfeldes Mikroverfahrenstechnik mit einem dazugehörigen Teiltechnikum für die Herstellung der Mikrostrukturapparate durchgeführt. An den Arbeiten sind

das Institut für Mikrostrukturtechnik, das Institut für Materialforschung III und die Hauptabteilung Versuchstechnik beteiligt.

Seit dem letzten Statusbericht des PMT im November 1995 [8] sind bei der Mikroverfahrenstechnik folgende Ergebnisse und Fortschritte erzielt worden, die im vorliegenden Bericht zusammengestellt sind. Der Bericht wird durch einen weiteren Beitrag zu diesem Statuskolloquium ergänzt, der sich speziell mit den Vorteilen von Mikrostrukturreaktoren für katalysierte chemische Prozesse und mit den erforderlichen Katalysatorsystemen befaßt [16].

2 Neue Bauformen von Mikrostrukturapparaten für chemische und thermische Prozesse

2.1 Mikrostrukturreaktoren/Mikrowärmeübertrager

Die Abb. 1 zeigt den Querschnitt durch einen Mikrostrukturapparat in Kreuzstrombauweise, der als reiner Wärmeübertrager eingesetzt werden kann oder als Reaktor für chemische Prozesse. In diesem Fall wird die chemische Reaktion in den Kanälen der einen Passage geführt, während die Reaktionswärme über die Mikrokanäle der anderen Passage aufgrund der hohen spezifischen Wärmeleistungen schnell und effektiv ab- oder zugeführt werden kann.

Mit der in Abb. 1 gezeigten Mikrostruktur können bekanntlich in der Standard-Bauform in einem würfelförmigen Volumen von 1 cm^3 bis zu 8000 Mikrokanäle angeordnet werden und mit Wasser als Testmedium bis zu 20 kW Wärmeleistung übertragen werden bei etwa 700 kg/h Wasserdurchsatz pro Passage (z. B. [2], [3]).

Aufgrund von Anforderungen der Industrie nach größeren Einheiten mit größeren Durchsätzen wurde ein Hochleistungs-Mikrostrukturreaktor in Kreuzstrombauweise entwickelt und gebaut, der in einem würfelförmigen Volumen von 3 cm Kantenlänge mit Wasser als Testmedium thermische Leistungen im 200-kW-Bereich übertragen kann bei Durchsätzen von 7000 kg pro Stunde und Passage.

Abb. 2 zeigt den Hochleistungs-Mikroreaktor in der technischen Ausführung wie er an den Industriepartner geliefert wurde, wo er mit einem hochexothermen chemischen Prozeß erfolgreich getestet wurde.

Die bisher vom Forschungszentrum entwickelten Mikrostrukturapparate sind als Kreuzströmer aufgebaut (vgl. Abb. 1 und 2).

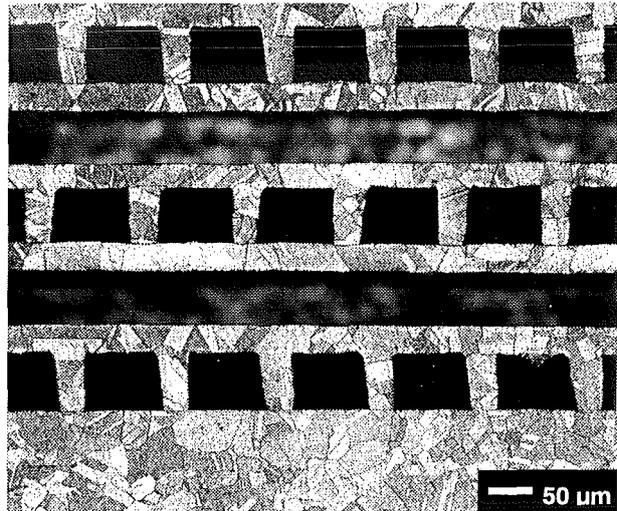


Abb. 1: Querschnitt durch einen mit der mechanischen Mikrofertigung hergestellten metallischen Mikrostrukturreaktor/Mikrowärmeübertrager. Die im Kreuzstrom verlaufenden Mikrokanäle haben Abmessungen von $70 \mu\text{m} \times 100 \mu\text{m}$. Damit werden spezifische Wärmedurchgangsflächen von $15000 \text{ m}^2/\text{m}^3$ erreicht.

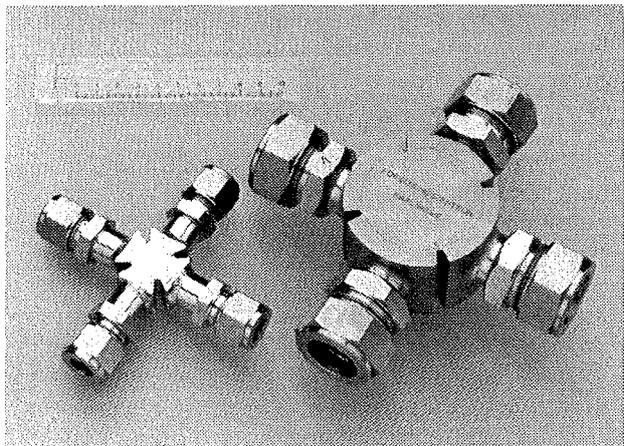


Abb. 2: Rechts im Bild ein „Hochleistungs“-Mikrostrukturreaktor aus Edelstahl mit thermischen Übertragungsleistungen im 200-kW-Bereich mit Wasser als Testmedium. Links im Bild zum Vergleich der bekannte „Standard“-Mikrostrukturreaktor mit thermischen Übertragungsleistungen im 20-kW-Bereich. Die würfelförmigen Mikrostrukturkörper sind jeweils in Edelstahlgehäuse mit vier Rohranschlüssen vakuumdicht und überdruckfest eingeschweißt.

Für bestimmte industrielle Anwendungen können Gegenstromapparate Vorteile im Vergleich zu Kreuzstromapparaten bieten, z. B. hinsichtlich der Temperaturführung. Daher wurden erste Prototyp-Mikrostrukturapparate in Gegenstrombauweise entwickelt, gefertigt und mit Wasser als Testmedium im 20-kW-Bereich getestet.

Abb. 3 zeigt einen Gegenstromapparat neben der Standard-Bauform in Kreuzstrombauweise. Beide Mikrostrukturapparate besitzen gleiche thermische Leistungen bis zu 20 kW. Das umbaute Volumen des Gegenströmers ist wegen der konstruktiv aufwendigeren Zu- und Abführung der Fluide größer als beim Kreuzströmer.

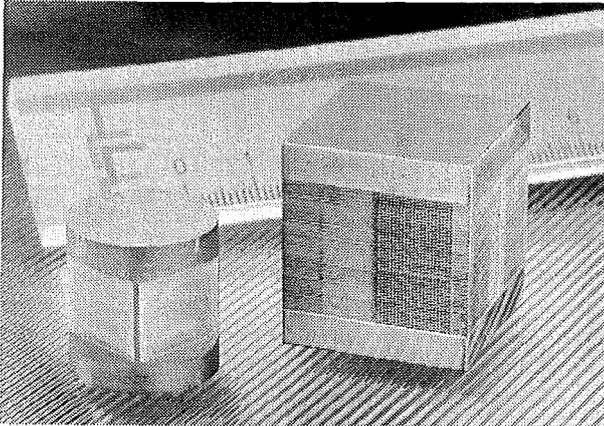


Abb. 3: Rechts ein neu entwickelter Mikrostrukturreaktor/Wärmeübertrager in Gegenstrombauweise aus Edelstahl. Links zum Vergleich der standardisierte Kreuzstromapparat mit 1 cm^3 Bauvolumen wie er in Abb 2 eingeschweißt im Gehäuse gezeigt ist.

2.2 Statische Mikrovermischer für chemische Prozesse

Die Vorteile und Potentiale der vom Forschungszentrum entwickelten statischen Mikrovermischer für die effektive Vermischung unterschiedlicher Fluide, z. B. bei schnellen und hoch exothermen Gas- und Flüssigkeitsphasenreaktionen sind bereits früher beschrieben worden (z. B. [6], [8], [9]).

Zusätzlich zu den beim Industriepartner bereits in der Erprobung befindlichen Standard-Mikrovermissern [10] wurden zwischenzeitlich aufgrund industrieller Erfordernisse weitere neue Bauformen entwickelt. Ein Beispiel davon ist in der Schemazeichnung in Abb. 4 gezeigt [11]: In dem Mischerbauteil werden die zu mischenden Fluide - jedes getrennt für sich - in eine große Anzahl (mehrere Tausend) von Mikrostromfäden aufgeteilt, die alle gemeinsam in den Mischaum münden. Durch die so erreichte, eng benachbarte Anordnung der einzelnen Mikrostromfäden der beiden Fluide wird auf kurzem Weg und in sehr kurzer Zeit eine effektive Vermischung erzielt. Im Unterschied zu den Standard-Mikromissern mit linear verlaufenden Mikrokanälen wurden bei der in Abb. 4 gezeigten neuen Bauform kreisbogenförmige Mikrokanäle realisiert. Dadurch wird erreicht, daß bei einheitlichem Druckverlust in allen Mikrokanälen einer Passage die austretenden, zu

vermischenden Stromfäden beider Fluide den gewünschten parallelen Verlauf haben. Dieser parallele Austritt aller Stromfäden in die Mischkammer ist aufgrund theoretischer Überlegungen für spezielle Anwendungen in der Chemie vorteilhaft. Abb. 5 zeigt die technische Ausführung dieses „Parallel“-Vermischers aus Edelstahl, wie er an den Industriepartner ausgeliefert wurde.

Um ein besseres Verständnis von chemischen und physikalischen Effekten bei der Mikrovermischung zu erhalten, wurden im Forschungszentrum IR-spektroskopische Untersuchungen an chemischen Reaktionen in Mikrokanälen begonnen und erste grundlegende Experimente durchgeführt [15].

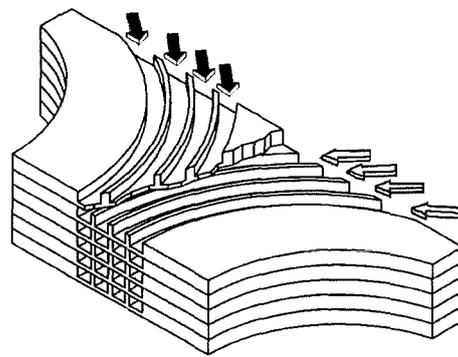


Abb. 4: Schema einer neuen Bauform eines Mikrovermisser für chemische Prozesse mit parallelem Austritt der Mikrostromfäden der zwei Fluide in die Mischkammer. Die Abmessungen der kreisbogenförmig verlaufenden Mikrokanäle liegen typischerweise bei $70 \mu\text{m} \times 100 \mu\text{m}$, die Breite der Kanalwände und -böden bei etwa $30 \mu\text{m}$

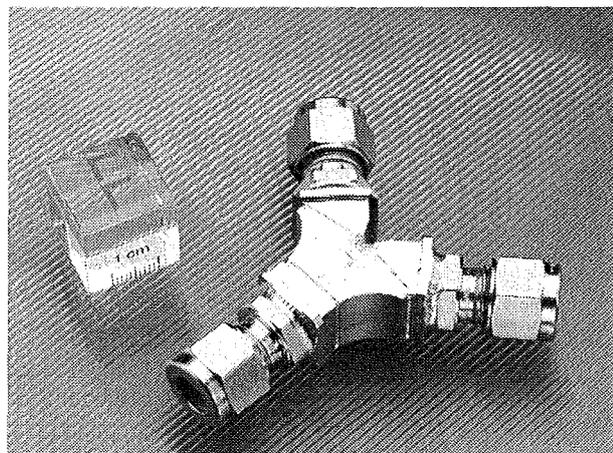


Abb. 5: Technische Ausführung des in Abb. 4 schematisch gezeigten „Parallel“-Vermischers aus Edelstahl für chemische Prozesse.

3 Einsatz von neuen Werkstoffen für die Mikrostrukturapparate

Zum Zeitpunkt des letzten PMT-Statusberichtes wurden für die Herstellung der Mikrostrukturapparate die Werkstoffe Kupfer, Aluminium, Silber und Edelstahl fertigungstechnisch beherrscht.

Bedingt durch Anforderungen, die sich aus Prozessen mit besonders aggressiven Medien bei der chemischen Industrie ergeben, wurden das korrosionsbeständige Hastelloy, eine Legierung mit hohem Nickelgehalt, und das Edelmetall Palladium in den mechanischen Fertigungsprozeß für Mikrovermischer und Mikrostrukturreaktoren aufgenommen.

Die einzelnen Fertigungsschritte wurden bei beiden Materialien erfolgreich demonstriert. Verschiedene Prototypen von Mikrostrukturapparaten aus Hastelloy und aus Palladium wurden gebaut und an den Industriepartner zur Erprobung ausgeliefert.

4 Sicherheitstechnische Eigenschaften der Mikrostrukturapparate

Die mit der mechanischen Mikrofertigung hergestellten Mikrostrukturapparate wie Mischer, Reaktoren und Wärmeübertrager besitzen aufgrund ihrer Bauart eine hohe Überdruckfestigkeit [8], [11]. Darüber hinaus ist eine explosionshemmende Wirkung der Mikrostrukturapparate zu erwarten:

In Fortsetzung früherer Drucktests wurden an Standard-Mikroreaktoren aus Edelstahl ein statischer Druckversuch mit 300 bar und täglichen Temperaturwechseln von 80 K über sechs Monate durchgeführt sowie eine dynamische Druckbelastung mit insgesamt 1 Million Druckimpulsen von 10 auf 160 bar und Impulsdauern von 1 Sekunde. Nach beiden Belastungsarten konnten keine nachweisbaren Veränderungen der Eigenschaften der Mikrostrukturapparate, wie z. B. die Vakuumdichtigkeit zwischen den Passagen, festgestellt werden. Diese Druckfestigkeit ist nicht nur sicherheitstechnisch für den Fall von schnellen und großen Druckerhöhungen bei Betriebsstörungen bedeutsam, sondern auch für verfahrenstechnische Prozesse, bei denen möglichst hohe Betriebsdrücke erwünscht sind.

Mit Wasserstoff/Luft-Gemischen wurden explosionstechnische Versuche gemeinsam mit dem Fraunhofer-Institut für Chemische Technologie, Pfinztal, an einem Standard-Mikrostrukturapparat aus Edelstahl durchgeführt, dessen Mikrokanäle Durchmesser von ca. 100 µm besaßen. Erste Ergebnisse bestätigten, daß der Mikrostrukturapparat wie eine Explosionssperre wirkt, d. h. eine Explosion auf der einen Seite einer Passage des

Mikrostrukturapparates wird im Inneren der Mikrokanäle gestoppt und schlägt nicht auf die andere Seite durch. Die explosionshemmende Wirkung konnte bis zu Ausgangsbetriebsdrücken des Wasserstoff/Luft-Gemisches von 15 bar demonstriert werden, ein Wert, der von konventionellen Explosionssperren nicht erreicht wird.

Diese Eigenschaften der Mikrostrukturapparate gewähren somit bei chemischen Prozessen mit potentiell explosiven und toxischen Stoffen eine erhöhte Sicherheit und dadurch verminderte Umweltrisiken.

5 Fortschritte beim Herstellungsverfahren für die Mikrostrukturapparate

Das mechanische Mikrofertungsverfahren für die Herstellung der gezeigten Mikrostrukturapparate ist in früheren Veröffentlichungen beschrieben [1], [2], [3], [8]. Metallische Folienbänder werden mit Mikroschneidwerkzeugen auf Präzisionsdrehmaschinen strukturiert, anschließend in Abschnitte zerteilt, gestapelt und in einem Diffusionsschweißofen zu einem zusammenhängenden druckfesten und zwischen den Passagen vakuumdichten Mikrostrukturkörper verbunden (vgl. z. B. Abb. 1). Der Mikrostrukturkörper wird dann, meist mit einer Elektronenstrahlanlage, in ein Gehäuse mit Rohranschlüssen eingeschweißt (vgl. Abb. 2).

Mikrostrukturapparate werden von der Industrie nur dann akzeptiert, wenn die Herstellungskosten angemessen sind: Daher wurde in den letzten zwei Jahren das Schwergewicht bei der Fertigungsentwicklung auf die Vereinfachung und Verbilligung der einzelnen Fertigungsschritte gelegt.

Durch Optimierung der Schneidparameter bei der Mikrostrukturierung, Einsatz neuer Mikroschneidwerkzeuge, Automatisierung einzelner Fertigungsschritte und Anwendung von Mehrfach-Diffusionsschweißung konnten die Herstellungskosten der Mikrostrukturapparate auf die Hälfte gesenkt werden.

Weiterhin wurden zwischenzeitlich für die Mikrostrukturierung der metallischen Folien Mikroätztechniken und Mikrodrahterosionsverfahren erfolgreich eingesetzt, um mehr Freiheitsgrade in der Formgebung der Mikrokanäle zu erhalten und um Werkstoffe für die Mikrostrukturapparate verwenden zu können, die nur äußerst schwer zerspanbar sind.

6 Fertigstellung und Betrieb des Teiltechnikums für die Herstellung der Mikrostrukturapparate

Das dem Strategischen Anwendungsfeld Mikroverfahrenstechnik zugeordnete Teiltechnikum für den Bau von Demonstratoren bzw. Prototypen und Kleinserien ist mittlerweile fertiggestellt und erfolgreich in Betrieb.

Das Teiltechnikum ist so organisiert, daß eine fertigungstechnisch aufwendigere Prototypenentwicklung parallel zu einer nach anderen Grundsätzen durchzuführenden Kleinserienfertigung abgewickelt werden kann. Die abschließende Elektronenstrahleinschweißung der Mikrostrukturapparate in ein Gehäuse wird in der vorhandenen Schweißanlage der Hauptabteilung Betriebstechnik des Forschungszentrums oder bei Spezialunternehmen der Industrie im Lohnauftrag durchgeführt.

Das Teiltechnikum besitzt eine Fertigungskapazität, die für die Anforderungen der nächsten Zeit ausreichend erscheint. Für den Fall, daß längerfristig größere Stückzahlen benötigt werden, muß das Fertigungsverfahren in die Industrie übertragen werden. Die wesentlichen Fertigungseinrichtungen sind Präzisionsdrehbänke, Diffusions-schweißöfen, Stanz- und Stapelautomat und Qualitätssicherungseinrichtungen wie Mikroskope und Lecksuchapparate. Die benötigte Investition ist überschaubar und gut kalkulierbar. Das mechanische Mikrofertungsverfahren für die Herstellung von Mikrostrukturapparaten scheint besonders für klein- und mittelständische Unternehmen geeignet zu sein, die ihre Produktpalette erweitern wollen.

7 Aufbau eines Labors für Applikationsuntersuchungen für die Mikroverfahrenstechnik

Für Applikationsuntersuchungen wurde ein Labor aufgebaut, um die Mikrostrukturapparate mit thermischen und chemischen Prozessen testen zu können.

Die Auslegung der Mikrostrukturapparate für industrielle Anwendungen erfordert eine möglichst umfangreiche Kenntnis der wärmetechnischen Vorgänge in den Mikrokanälen. Daher wurde in Ergänzung zu früheren Messungen [2], [5] ein breit angelegtes Testprogramm mit unterschiedlichen Mikrostrukturapparaten im Applikationslabor gestartet, bisher mit Wasser gegen Wasser als Testmedium. Beispiele für experimentelle Ergebnisse sind in Abb. 6 gezeigt, in der die thermischen Übertragungsleistungen von drei Mikrostrukturapparaten mit jeweils unterschiedlich großen Durchmessern der Mikrokanäle über dem Massendurchsatz aufgetragen sind. Die aus die-

sen Daten und aus den gemessenen Temperaturen berechneten Wärmedurchgangskoeffizienten sind in Abb. 7 aufgetragen.

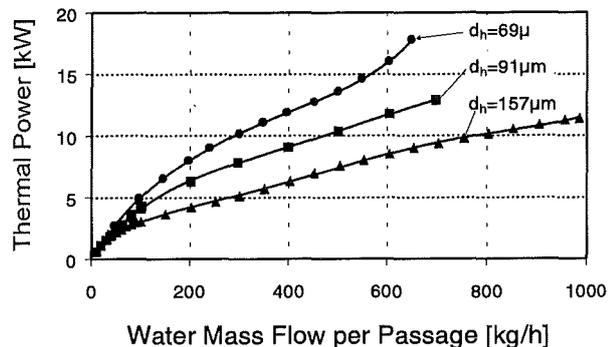


Abb. 6: Beispiel für experimentelle Ergebnisse von Applikationsuntersuchungen: Die thermische Leistung von drei Mikrostrukturapparaten, deren Mikrokanäle jeweils unterschiedliche hydraulische Durchmesser (d_h) haben, ist über dem Massendurchsatz aufgetragen. Alle drei Mikrostrukturapparate haben ein würfelförmiges Volumen von 1 cm^3 (vgl. Abb. 2).

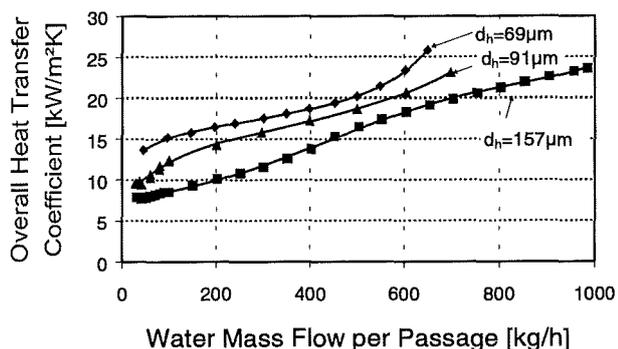


Abb. 7: Wärmedurchgangskoeffizienten bei den drei Mikrostrukturapparaten in Abhängigkeit vom Massendurchsatz. Die Koeffizienten wurden auf der Basis der in Abb. 6 gezeigten Ergebnisse berechnet. Wie erwartet steigt der Wärmedurchgangskoeffizient mit kleiner werdenden hydraulischen Durchmessern (d_h) der Kanäle an. Der Maximalwert von $25000 \text{ W/m}^2\text{K}$ liegt um etwa eine Größenordnung höher als bei konventionellen Wärmeübertragern.

Aus den experimentellen Daten ergeben sich Verweilzeiten von bis zu einigen Millisekunden sowie Aufheiz- bzw. Abkühlraten von bis zu $10000 \text{ Kelvin pro Sekunde}$. Z. B. kann ein Wasserstrom von 400 kg/h in dem Mikroapparat in 3 Millisekunden um 30 Kelvin erhitzt oder abgekühlt werden. Die gewonnenen experimentellen Daten werden als Eingabedaten für kommerziell erhältliche Rechenprogramme verwendet, um

eine optimierte Auslegung der Mikrostrukturapparate für zukünftige Anwendungen zu erhalten.

Für eigene experimentelle Untersuchungen von chemischen Prozessen in Mikrostrukturreaktoren in Ergänzung zum Programm des Industriepartners wurde mit dem Aufbau eines verfahrenstechnischen Versuchsstandes begonnen. Der Versuchsstand soll auch dazu dienen, um das Potential von Mikrostrukturreaktoren für Anwendungsgebiete außerhalb der Chemieproduktion zu untersuchen.

8 Ergebnisse von chemischen Reaktionen in den Mikrostrukturreaktoren

Im Rahmen von wissenschaftlichen Kooperationen wurden verschiedene Mikrostrukturreaktoren des Forschungszentrums mit heterogen katalysierten Gasphasenreaktionen in externen Forschungslabors untersucht. Die Ergebnisse sind vielversprechend und werden im folgenden beschrieben (vgl. auch [16]).

Auf Initiative des Forschungszentrums wurden bereits vor Jahren erste Untersuchungen mit einer chemischen Gasphasenreaktion in einem 1 cm^3 -Mikroreaktor aus Kupfer in Zusammenarbeit mit der Universität Karlsruhe [4] und später an einem gemeinsam entwickelten Mikrostrukturreaktor aus Aluminium an der Technischen Universität Chemnitz durchgeführt (Abb. 8).

Dort wurde der Mikrostrukturreaktor mit Palladium als Katalysator auf den Kanalwänden am Beispiel einer heterogen katalysierten Gasphasenreaktion erfolgreich erprobt.

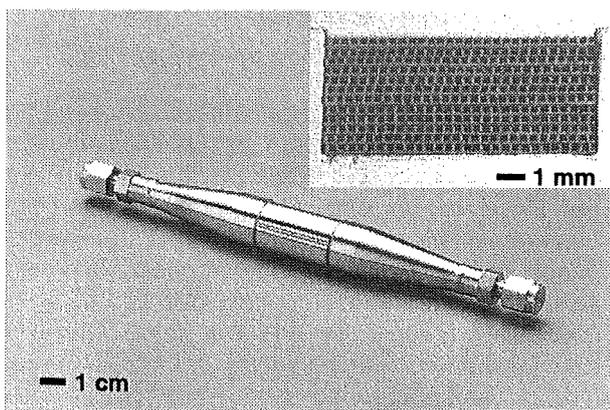


Abb. 8: Foto eines gemeinsam mit der Technischen Universität Chemnitz entwickelten Mikrostrukturreaktors für chemische Prozesse [12]. Rechts oben die Mikrostrukturkanäle des Reaktors, die aus Aluminium gefertigt, anodisch oxidiert und mit dem katalytisch aktiven Material Palladium belegt wurden.

Die durchgeführten Experimente zur selektiven Hydrierung eines Kohlenwasserstoffes zeigen klar, daß bei der Reaktionsführung in Mikrokanälen deutlich höhere Produktausbeuten erreicht werden als bei einer Reaktionsführung in einem aus dem gleichen Trägermaterial und gleichen Katalysator aufgebauten regellosen Schüttbett [12].

Ein mögliches Anwendungsfeld für Mikrostrukturreaktoren ist ihr Einsatz für chemische Reaktionen explosiver Gasgemische. Dazu wurden gemeinsam mit der Universität Frankfurt, Institut für Anorganische Chemie, erste experimentelle Untersuchungen am Beispiel von explosiven Knallgasgemischen aus Wasserstoff und Sauerstoff mit einem FZK-Mikrostrukturreaktor aus Edelstahl erfolgreich durchgeführt. Die Experimente zeigten, daß Knallgasgemische in den mit katalytischem Material beschichteten Kanälen des Mikrostrukturreaktors kontrolliert und sicher verbrannt werden können, und daß die dabei entstehende Reaktionswärme nutzbringend aus dem Mikrostrukturreaktor abgeführt werden kann. Diese zur Demonstration des Potentials der Mikrostrukturreaktoren durchgeführten Untersuchungen könnten auch für bestimmte technische Anwendungen in Verbrennungs- und Heizsystemen von Interesse sein [13].

Ein vom Forschungszentrum hergestellter Mikrostrukturreaktor aus dem katalytisch aktivem Silber wurde mit einer heterogen katalysierten Gasphasenreaktion in dem Forschungslabor eines Chemieunternehmens untersucht, wobei eine erhebliche Steigerung der Produktausbeute gegenüber einem konventionellen Reaktor erzielt werden konnte [14].

Bei dem Anfang 1997 gestarteten wissenschaftlichen BMBF-Vorprojekt „Grundlagenuntersuchungen zu Mikroreaktoren für industrierelevante Reaktionen in der Gasphase“ arbeitet das Forschungszentrum Karlsruhe zusammen mit dem Institut für Mikrostrukturtechnik Mainz und dem Institut für Angewandte Chemie Adlershof, Berlin, an der Teilaufgabe der partiellen Oxidation von Methan zu Synthesegas. Entsprechend dem vereinbarten Zeitplan wurde die Auslegung und Konstruktion eines speziellen metallischen Mikrostrukturreaktors für hohe Temperaturen und Gasdrücke von 25 bar erarbeitet. Mit dem Bau eines ersten Prototyps wurde in Karlsruhe begonnen. Die experimentelle Erprobung wird in Berlin und in Karlsruhe durchgeführt.

9 Mögliche industrielle Anwendungsgebiete für Mikrostrukturreaktoren, Mikrovermischer und Mikrowärmeübertrager

Die chemische und pharmazeutische Verfahrenstechnik erscheint zur Zeit als das attraktivste zukünftige Anwendungsgebiet für den Einsatz der entwickelten Mikrostrukturapparate. Auf diesem Gebiet könnten die Vorteile der Mikroreaktoren, Mischer und Wärmeübertrager voll zum Tragen kommen. Das Potential der Mikrostrukturapparate, z. B. für völlig neuartige Prozeßführungen, dürfte in der chemischen Technik am größten sein. Der Schwerpunkt im strategischen Anwendungsfeld Mikroverfahrenstechnik liegt daher auf der Entwicklung, dem Bau und der Erprobung von Mikrostrukturapparaten für chemische Prozesse. Die Arbeiten werden im Rahmen der vertraglichen Kooperation mit dem Partner aus der chemischen Industrie durchgeführt. Erste erfolgversprechende Ergebnisse wurden erzielt.

Auch außerhalb der chemischen Produktionstechnik gibt es mögliche Anwendungen für chemische Mikrostrukturreaktoren, z. B. für die Erzeugung von Wasserstoff aus Methanol und Wasser: Ein solcher Mikroreaktor könnte in der Fahrzeugtechnik bei zukünftigen Brennstoffzellen-Antrieben genutzt werden, an denen weltweit gearbeitet wird, um die Umweltbelastungen im Straßenverkehr zu vermindern. Für diese Anwendung bieten sich die Karlsruher Mikroreaktoren an aufgrund ihres geringen Gewichtes, ihrer schnellen Ansprechzeiten und sehr guten Temperatursteuerung. Im Forschungszentrum wurde begonnen, das Potential der Mikroreaktoren für diesen Anwendungsfall zu untersuchen.

Ein Einsatz der Mikrostrukturapparate ist auch in anderen verfahrenstechnischen Gebieten denkbar. Im folgenden werden einige Beispiele aufgezählt:

Chemische Mikrostrukturreaktoren zur Erzeugung von Wasserstoff aus Erdgas für eine dezentrale, umweltfreundliche Energieversorgung mit Brennstoffzellen.

Chemische Mikrostrukturreaktoren als umweltfreundlicher katalytischer Brenner in Heizsystemen (ein Grundlagenexperiment dazu wurde in Abschnitt 8 am Beispiel der katalytischen Verbrennung von Wasserstoff/Sauerstoff-Gemischen geschildert).

Mikrostrukturkörper als Explosionssperren speziell für kleine Rohrdurchmesser und erhöhte Gasdrücke.

Mikrovermischer für rein physikalische Mischvorgänge wie Emulgieren, Dispergieren, oder als Gasmischer für Verbrennungsvorgänge.

10 Ausblick

Das Forschungszentrum Karlsruhe wird den Schwerpunkt seiner Arbeiten bei der Mikroverfahrenstechnik weiterhin auf die Entwicklung von Mikrostrukturapparaten für den zukünftigen Einsatz in der chemischen Produktion legen und die Arbeiten in enger Zusammenarbeit mit dem Industriepartner durchführen.

Weitere mögliche Anwendungen außerhalb der chemischen Produktion wie z. B. Mikroreaktoren für die Wasserstoff-Erzeugung werden untersucht, da auch hier ein großes Potential für die vom Forschungszentrum entwickelten Mikrostrukturapparate besteht.

Literatur:

- [1] K. Schubert, W. Bier, G. Linder, D. Seidel: „Profiled Microdiamonds for Producing Microstructures“, Industrial Diamond Review Vol.50, No.5 (1990)
- [2] W. Bier, W. Keller, G. Linder, D. Seidel und K. Schubert: „Manufacturing and Testing of Compact Micro Heat Exchangers with High Volumetric Heat Transfer Coefficients“, Symposium Volume, DSC-Vol. 19, ASME, p.189-197 (1990)
- [3] W. Bier, G. Linder und K. Schubert: „Mechanische Mikrotechnik“, Kernforschungszentrum Karlsruhe, KfK-Nachrichten Vol. 23, 2-3, p.165-173 (1991)
- [4] G. Wießmeier: „Untersuchungen zur heterogen katalysierten Oxidation von Propen in einem Mikrostrukturreaktor“, Diplomarbeit, Engler-Bunte-Institut, Universität Karlsruhe (1991)
- [5] W. Bier, W. Keller, G. Linder, D. Seidel, K. Schubert, H. Martin: „Gas-to-gas heat transfer in micro heat exchangers“, Chemical Engineering and Processing, Vol. 32, No.1, p. 33-43 (1993)
- [6] W. Bier, A. Guber, G. Linder, Th. Schaller und K. Schubert: „Mechanische Mikrotechnik - Verfahren und Anwendungen“, Kernforschungszentrum Karlsruhe, 1. Statuskolloquium des Projekts Mikrosystemtechnik, KfK-Bericht 5238, p.132-137 (1993)
- [7] G. Linder, W. Bier, Th. Schaller, D. Seidel und K. Schubert: „Mikrowärmeübertrager und Mikroreaktoren“, Symposium Mikrotechnik ACHEMA, Frankfurt (1994)

- [8] Th. Schaller, W. Bier, G. Linder und K. Schubert: „Mechanische Mikrotechnik für Abformwerkzeuge und Kleinserien“, Forschungszentrum Karlsruhe, 2. Statuskolloquium des Projekts Mikrosystemtechnik, Bericht. FZKA 5670, p. 45-50, (1995)
- [9] „Ergebnisbericht über Forschung und Entwicklung 1994“, Forschungszentrum Karlsruhe, p.224 (1995)
- [10] „Ergebnisbericht über Forschung und Entwicklung 1995“, Forschungszentrum Karlsruhe, p.227 (1996)
- [11] „Ergebnisbericht über Forschung und Entwicklung 1996“, Forschungszentrum Karlsruhe, p.229-230 (1997)
- [12] G. Wießmeier, K. Schubert, D. Hönicke: „Monolithic Microstructure Reactors Possessing Regular Mesopore Systems for the successful Performance of Heterogenously Catalyzed Reactions“, First International Conference on Microreaction Technology, Frankfurt, Germany, organised by DECHEMA on February 23-25, (1997)
- [13] U. Hagendorf, M. Janicke, F. Schüth K. Schubert, M. Fichtner: „A Pt/Al₂O₃ Coated Microstructured Reactor/Heat Exchanger for the Controlled H₂/O₂-Reaction in the Explosion Regime“ Second Int. Conf. on Microreaction Technology, New Orleans, USA, March 8-12, 1998
- [14] O. Wörz, K.-P. Jäckel, Th. Richter, A. Wolf: „Microreactors, a New Efficient Tool for Optimum Reactor Design“, Second Int. Conf. on Microreaction Technology, New Orleans, USA, March 8-12, 1998
- [15] A. E. Guber, W. Bier und K. Schubert: „IR-Spectroscopic Studies of a Chemical Reaction in Various Micromixer Designs“, Second Int. Conf. on Microreaction Technology, New Orleans, USA, March 8-12, 1998
- [16] M. Fichtner, T. Ludwig, R. Wunsch und K. Schubert: „Katalysatorsysteme für Mikroreaktoren“, Beitrag zum 3. Statuskolloquium des Projektes Mikrosystemtechnik, 2.-3. April 1998

Materialentwicklung

Keramik in der Mikrotechnik - Werkstoffe, Verfahren und Anwendungen

H.-J. Ritzhaupt-Kleissl
Institut für Materialforschung III

Zusammenfassung

Die Herstellung mikrostrukturierter Bauteile aus keramischen Materialien setzt Entwicklungsarbeiten auf mehreren Feldern voraus. Hierzu gehören die Entwicklung geeigneter, mikrostrukturierbarer Materialien einschließlich angepaßter Bindersysteme, die Etablierung von Abformverfahren und schließlich das Design und die nach Form und Funktion spezifikationsgerechte Herstellung von Mikrokomponenten. Der vorliegende Beitrag gibt zum Thema Werkstoffentwicklung einen Überblick über die Entwicklungsarbeiten zu elektrisch leitfähigen sowie zu solchen Keramiken, die schrumpffrei sintern. Es werden die für die Mikroabformung entwickelten bzw. angepaßten Formgebungsverfahren Zentrifugieren und Heißgießen vorgestellt und im Rahmen der Anwendung wird die Entwicklung und Herstellung spezieller keramischer Mikrokomponenten vorgestellt.

1 Einleitung

Der Einsatz keramischer Werkstoffe oder Bauelemente als Komponenten von Mikrosystemen kann nicht nur die derzeit gebräuchliche Materialpalette erweitern, die im wesentlichen die Materialklassen Kunststoff und einige ausgewählte Metalle umfaßt, sondern kann spezifische Anwendungsmöglichkeiten eröffnen, die mit anderen Werkstoffen nicht realisierbar sind. Hierfür müssen allerdings zwei Voraussetzungen erfüllt sein: Das geeignete Material muß reproduzierbar in einer zur Mikrostrukturierung geeigneten Qualität herstellbar und ein entsprechendes Abformverfahren muß so etabliert sein, daß die notwendigen Stückzahlen der gewünschten Komponenten sich reproduzierbar mit der erforderlichen Qualität herstellen lassen.

Im folgenden soll ein Überblick über aktuelle Arbeiten zu entsprechenden Material- und Verfahrensentwicklungen gegeben und einige Anwendungen dargestellt werden.

2 Materialentwicklung

2.1 ZrSiO₄-Keramiken mit minimiertem Sinterschrumpf

Den offenkundigen Vorteilen keramischer Werkstoffe, wie ihrer hohen Härte oder ihrer chemischen und thermischen Beständigkeit steht generell ein Nachteil gegenüber. Beim Sintern des vorgeformten, porösen und nicht allzu festen Körpers (Grünling) zur dichten und festen Keramik tritt ein mehr oder weniger großer Schrumpfungsprozeß auf. Typisch sind Werte mit bis zu 20% linearer Schwindung. Um nach dem Sintern die gewünschte Bauteilgröße zu erhalten, muß der Grünkörper entsprechend größer dimensioniert

werden. Zur Einhaltung enger Maßtoleranzen, wie es bei Mikrobautteilen generell der Fall ist, muß nach dem Sintern ein aufwendiger Schleifprozeß nachgeschaltet werden, sofern dies überhaupt möglich ist.

Eine Lösungsmöglichkeit für das genannte Problem bietet ein sogenanntes Reaktionsintervallverfahren, bei welchem eine Komponente im Grünkörper ihr Volumen im Laufe des Prozesses vergrößert und so den Sinterschrumpf kompensiert. Bei dem hier entwickelten Verfahren [1,2,3] wird als reaktive Komponente eine intermetallische Verbindung (Zirconiumdisilicid, ZrSi₂) eingesetzt. Da die Pulverherstellung über ein Preß- bzw. Prägeverfahren erfolgen soll, wird als Preßhilfsmittel ein Binder auf Silicium-Basis (Polymethylsilsesquioxan, PMSS), ein sogenannter *low-loss-binder*, eingesetzt. Dieser hat gegenüber konventionellen Bindern den Vorteil, daß er beim keramischen Brand nicht völlig verbrennt, sondern teilweise keramisiert wird. Dadurch wird der Sinterschrumpf weiter verringert. Als inerte Füllkomponente dient ein Oxidkeramikpulver (Zirconiumdioxid, ZrO₂), welches am Ende mit den Oxidationsprodukten des Silicids und des Polysiloxans zur gewünschten Keramik (ZrSiO₄) reagiert.

Nach Festlegung des optimalen Binderanteiles und der damit erzielbaren Preßlingsdichte sowie der angestrebten Sinterdichte lassen sich, unter Berücksichtigung der jeweiligen Volumenänderungen während der thermischen Prozeßführung, die Mengenanteile der einzelnen Konstituenten berechnen.

Über einen Mischmahl- und Sprühtrocknungsprozeß wird ein preßfähiges Granulat hergestellt. Das Prägen dieses Granulates kann mittels eines metallischen Prägwerkzeuges oder mit Hilfe eines Polymer-Stempels, der z.B. aus Polymethyl-

methacrylat (PMMA) bestehen kann, erfolgen. Im Falle des metallischen Stempels wird der Preßling mechanisch vom Stempel entformt, im Falle des PMMA-Stempels macht man sich das "Prinzip der verlorenen Form" zu Nutze. Hierbei wird der Stempel nicht mechanisch vom Preßling getrennt, sondern während des Reaktionsinterverfahrens pyrolysiert.

Im Anschluß an die Herstellung des Preßlings erfolgt das Reaktionssinterverfahren in einem mit Luft gespülten Hochtemperatur-Kammerofen. Im Laufe des Prozesses wird zunächst das PMSS pyrolysiert, dann das $ZrSi_2$ oxidiert und schließlich die Keramik dicht gesintert. Damit am Ende der Sinterschrumpfung exakt kompensiert werden kann, muß die Preßlingsdichte aufgrund der tatsächlich erzielten Sinterdichte durch Variation des Verdichtungsdruckes auf den entsprechenden Wert korrigiert werden.

Die Ergebnisse grundlegender Untersuchungen zeigen, daß mit einem PMSS-Anteil von 30 Vol-% je nach Verdichtungsdruck Preßlingsdichten von bis zu 85 % TD erzielt werden können. Die keramische Ausbeute des PMSS wird zu $\alpha_{ker.} = 81\%$ bestimmt. Dadurch ergibt sich eine Volumenänderung von $\Delta \tilde{V}_{PMSS} = -58\%$. Mit diesen experimentell bestimmten Werten läßt sich der oben angegebene Anteil an $ZrSi_2$ abschätzen.

Je nach Ausgangszusammensetzung der Keramiken liegt nach dem Sintern noch ein Rest an nicht umgesetztem ZrO_2 bzw. SiO_2 vor. Dies ist anhand der Röntgenbeugungsanalysen nicht zu erkennen, kann jedoch mittels der REM-Aufnahmen bestätigt werden. Die mittlere Kristallitgröße liegt, wie entsprechende Gefügeuntersuchungen zeigen, bei etwa 1 - 2 μm . Die schrumpfungsfreien Keramiken weisen eine Dichte von ca. 92 % th. D. auf. Die Festigkeit beträgt 200 - 220 MPa, die Reißzähigkeit liegt bei knapp 3 $MPa\sqrt{m}$. Die Keramiken lassen sich im Hinblick auf ihre mechanischen Eigenschaften mit $ZrSiO_4$ -Keramiken vergleichen, die über andere Verfahren hergestellt wurden [4, 5].

In den Abbildungen 1 und 2 sind einige strukturierte Formkörper abgebildet, die mittels eines Prägestempels aus Metall (Münze) bzw. PMMA geprägt wurden. Wie in diesen Abbildungen zu erkennen ist, lassen sich mittels eines solchen Prägeverfahrens strukturierte Formkörper mit hoher Detailtreue und guter Maßhaltigkeit herstellen.



Abbildung 1: Demonstration einer schrumpfungsfreien Keramik: Prägewerkzeug (links), Keramik (Mitte) und Grünkörper (rechts).

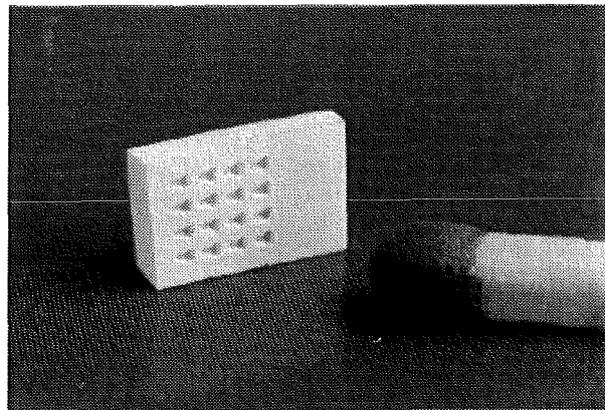


Abbildung 2: Formkörper aus schrumpfungsfreier Keramik, geprägt mit einer PMMA-Form

Aufgrund der beschriebenen Vorteile eignet sich das hier vorgestellte Verfahren zur Herstellung von Bauteilen und Komponenten für die Mikrosystemtechnik. Es lassen sich den Anforderungen entsprechend mikrostrukturierte Bauteile herstellen, deren Ausmaße vor und nach dem Sintern identisch sind. Eine bei den winzigen Detailstrukturen unmögliche mechanische Nachbearbeitung ist nicht nötig. Ein weiteres Anwendungsfeld stellt die Dentaltechnik dar. Mit diesem Verfahren können durch eine im Dentallabor durchführbare Formgebungsmethode paßgenaue Replikat für Zahnersatz hergestellt werden. Die weiße Farbe und die guten mechanischen Eigenschaften der Keramiken, die mit bereits in der Anwendung befindlichen Materialien vergleichbar sind [6], erweisen sich als weitere Vorteile. Durch die weiße Farbe ist die aus ästhetischen Gründen unverzichtbare Anpassung an den natürlichen Farbton der Zähne unproblematisch.

2.2 Elektrisch leitfähige Keramiken

Keramische Materialien, die elektrische Leitfähigkeit aufweisen und dadurch heizbar sind, können in Mikroapparaten in vielfältiger Weise eingesetzt werden, z.B. als Heizelemente, aber auch, vorausgesetzt es herrscht ein eindeutiger, möglichst linearer und positiver Temperaturkoeffizient des elektrischen Widerstandes, als Temperaturmonitore. Betrachtet man die Carbide, Nitride und Boride der Elemente der 4. bis 6. Nebengruppe des Periodensystems so zeigen sie zwar neben extrem hohen Schmelzpunkten und Härten metallische elektrische Leitfähigkeit, jedoch auch ein äußerst schlechtes Sinterverhalten. Als Lösung bietet sich hier die Entwicklung einer binären Keramik an, bestehend aus einer nicht leitfähigen Keramik, in der eine leitfähige Phase zusammenhängend dispers verteilt ist. Eine solche Keramik läßt sich nicht nur nach den für andere Keramiken entwickelten Formgebungsverfahren mikrostrukturieren, sondern außerdem elektroerosiv bearbeiten. Weiterhin ist über den Anteil an leitfähiger Phase auch der elektrische Widerstand über mehrere Größenordnungen einstellbar, so daß in Bezug auf den elektrischen Widerstand ein Gradientenwerkstoff bzw. gradierte Formteile realisierbar sind.

Als geeignete Materialkombination erwies sich $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiN}$ mit unterschiedlichen Zusammensetzungen [7]. Die Auswahl dieser Materialien hat mehrere Gründe. TiN besitzt mit $22 \cdot 10^{-6} \Omega\text{cm}$ einen mit Metallen vergleichbaren, geringen elektrischen Widerstand und ist chemisch sehr beständig. Weiterhin sind die thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Al_2O_3 mit $5,4 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$ bei RT und $8 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$ bei 400°C und von TiN mit $6,3 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$ bei RT bzw. $8,9 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$ bei 400°C vergleichbar, so daß Festigkeitsprobleme aufgrund thermischer Differenzdehnungen und -spannungen nicht auftreten sollten. Beide Materialien zeigen außerdem für Keramiken gute Wärmeleitfähigkeiten von ca. 13 W/mK (Al_2O_3) bzw. ca. $10 - 26 \text{ W/mK}$ (TiN).

Aus den erwähnten Ausgangsmaterialien wurden Pulvermischungen mit unterschiedlichen Zusammensetzungen hergestellt. Die Formgebung erfolgte nach verschiedenen Verfahren, jedoch hauptsächlich durch Trockenpressen von Formkörpern sowie durch Herstellung keramischer Folien und deren Strukturierung. Der Sintervorgang erfolgte drucklos unter Stickstoffatmosphäre bei 1650°C und 1h Haltezeit. Die erreichten Dichten lagen bei ca. 95% th. D. Durch Variation der Zusammensetzungen im Formkörper lassen sich Leitfähigkeitsgradienten einstellen. Hierdurch können lokal begrenzte Heizzonen erzeugt werden. Die Realisierung dieses Konzeptes konnte an unterschiedlichen Modellkomponenten gezeigt werden. Da TiN bei den angestrebten Heiztemperaturen in Bereichen deutlich oberhalb von 1200°C nicht oxidationsstabil ist, müssen die Bauteile pas-

siviert werden. Dies kann beispielsweise durch Laminieren mit Al_2O_3 -Folien oder durch Tauchbeschichtung mit einem Al_2O_3 -Schlicker geschehen. Diese beschichteten Komponenten zeigten im mehrwöchigen Dauertest keine Oxidationsneigung. Auf der Basis der hier gewonnenen Ergebnisse laufen derzeit Entwicklungsarbeiten an verschiedenen fein- bis mikrostrukturierten heizbaren Komponenten [8, 9].

3 Abformverfahren

3.1 Zentrifugenabformung

Eine interessante Alternative zum Mikroformgebungsverfahren des Schlickerpressens [10] ist die Methode der Zentrifugalabformung [11]. Beim Schlickerpressen wird die Suspensionsflüssigkeit aus einem wässrigen Keramikschlicker durch einen porösen Oberstempel während des axialen Preßvorganges abgezogen. Dadurch werden die Pulverteilchen in eine in der Preßmatrize angeordnete Negativform zum Grünkörper verdichtet. Hierfür sind geringere Preßdrücke als beim Trockenpressen, aber immer noch relativ hohe Preßdrücke erforderlich, die zunächst als hydrostatischer Druck auf die Suspension übertragen werden. Bei fortschreitender Verdichtung, d.h. wenn die suspendierten Partikel einander berühren und sich miteinander verhaken, überwiegt die axiale Druckkomponente, die einerseits zur Verdichtung des Grünlings, andererseits jedoch zur axialen Beanspruchung der Negativform führt. Bei der Zentrifugalabformung, bei der es sich um eine Sedimentation im künstlichen Schwerfeld handelt, wirken die Zentrifugalkräfte auf die einzelnen Pulverpartikel in der Suspension, die hierdurch zur beschleunigten Sedimentation gezwungen werden. Die Belastung der Negativform ist hier deutlich geringer. Dies hat weitreichende Konsequenzen im Hinblick auf die verwendbaren Formwerkstoffe. Während beiden Verfahren gemeinsam ist, daß sie nach der Methode der verlorenen Formen arbeiten, wird zum Schlickerpressen eine mechanisch belastbare Polymerform benötigt, z.B. aus PMMA, die den auftretenden Preßdrücken standhalten muß. Beim Zentrifugieren kann die strukturierte Form dagegen aus einem weichen Modellwachs bestehen. Neben den Kostenaspekten - insbesondere für die Prototyp- und Kleinserienfertigung lassen sich Wachsformen, z.B. durch Gießen in Siliconkautschukformen, vorbildgetreu und sehr preisgünstig herstellen, während die verlorenen Polymerformen durch Mikrospritzguß gefertigt werden müssen - bestehen auch technische Vorteile zugunsten des Zentrifugierens. Das während des Ausschmelzens dünnflüssige Wachs dringt aufgrund der Kapillarkräfte in die Poren des Keramik-Grünkörpers ein und erhöht dessen Festigkeit nach dem Abkühlen so, daß eine mechanische

Grünbearbeitung sehr leicht möglich ist, ohne den Formkörper zu zerstören. Das in den Poren befindliche Wachs wird dann zu Beginn des eigentlichen Sinterprozesses ausgebrannt. Eine Hartbearbeitung der Keramik nach dem Brennen kann damit auf ein Minimum reduziert werden. Das Zentrifugieren eignet sich besonders für Teile, die hohe Aspektverhältnisse aufweisen. Nach diesem Verfahren wurden keramische Mikrokomponenten mit Strukturdetails bis hinunter in den 10µm-Bereich und Aspektverhältnissen bis zu etwa 10 detailgetreu und reproduzierbar aus unterschiedlichen keramischen Materialien hergestellt (Abb.3).

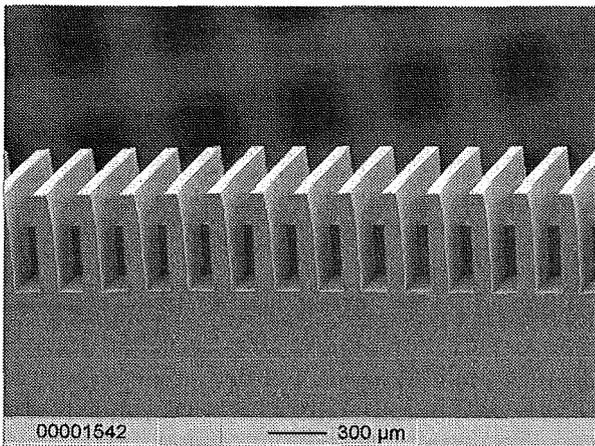


Abb. 3: Ladeelektrode für einen Tintenstrahldrucker, gefertigt aus Al_2O_3 , durch Zentrifugalabformung

3.2 Heißgießen

Das Heißgießen bzw. Niederdruckspritzgießen ist ein dem konventionellen Spritzgießen verwandtes thermoplastisches Formgebungsverfahren zur Herstellung von keramischen Teilen. Während beim Hochdruckspritzgießen von Keramik Thermoplaste zur Warmplastifizierung eingesetzt werden, verwendet man beim Heißgießen ausschließlich Paraffine und flüssigschmelzende Wachse als Binder. Heißgießen erfolgt daher bei wesentlich niedrigeren Drücken (0,2 - 5 MPa) und relativ moderaten Temperaturen (60 - 100°C). Das Formenmaterial wird daher weniger belastet und es können ungehärtete Stähle, aber auch andere Metalle und sogar Kunststoffe als Formwerkstoff eingesetzt werden.

Die geringen Maschinen- und Werkzeuganforderungen sind ein Grund dafür, daß das Verfahren auch für die Fertigung von Mikrokomponenten interessant erscheint. Die konstruktive Gestaltung des Werkzeuges ist mit einfachen Mitteln und schneller als beim Hochdruckspritzguß zu erreichen. Dabei kann auf eine große Palette von Werkstoffen zurückgegriffen werden.

4 Anwendungen

Im Laufe der Arbeiten zur Entwicklung keramischer Materialien und Abformungsverfahren für den Einsatz in der Mikrotechnik kristallisierten sich einige besonders interessante Anwendungsfelder heraus [12]. Hierzu gehört insbesondere die Ultraschall - Meßtechnik aber auch die Herstellung elektrisch heizbarer Mikrokomponenten für den Einsatz als Heizstrukturen für Anwendungsbereiche in konventionellen Bereichen bis zur Anwendung in der Mikroreaktionstechnik.

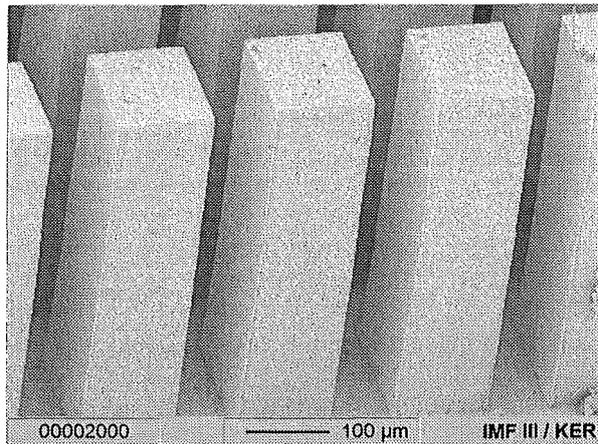


Abb.4: Detailansicht mikrostrukturierter PZT-Arrays als Basiskomponente für 1-3 Piezocomposites.

Die Herstellung mikrostrukturierter piezokeramischer Ultraschall-Wandlerarrays (Abb. 4) wurde hinsichtlich der Reproduzierbarkeit so weit entwickelt, daß es derzeit möglich ist, PZT-Arrays mit säulenförmigen Strukturen zu fertigen, deren laterale Abmessungen bis in den 30 µm-Bereich liegen können, bei Aspektverhältnissen von ca. 5. Hieraus wurden 1-3 Composites gefertigt, deren Piezoeigenschaften die von unstrukturierten Elementen in einigen wichtigen Eigenschaften wesentlich übertreffen. Tabelle 1 zeigt einen Vergleich zwischen den Piezoeigenschaften von konventionellen Schwingern mit denen von Piezocomposites, die nach den hier beschriebenen Methoden hergestellt wurden.

Typ			massiv	Array
Kopplungsfaktor	k_t	1	0,45	0,76
Piezomodul	d_{33}	10^{-12} C/N	660	204
Piezoel. Spannungskonstante	g_{33}	10^{-3} Vm/N	16,3	32,9
Frequenzkonstante	N_t	Hz m	2100	1350
Dichte	ρ	g/cm ³	7,8	2,6
Mech. Güte	Q_m	1	60	4
rel. Dielektr. konstante	K^T	1	4500	700

Tabelle 1: Vergleich der Eigenschaften von strukturierten und unstrukturierten Piezokomponenten

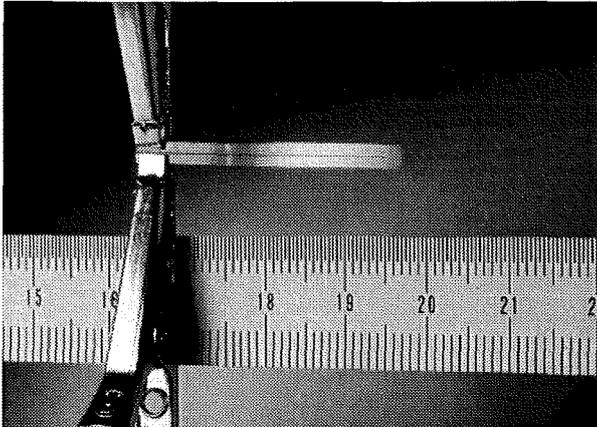


Abb. 5: Keramisches Heizelement aus einem Al_2O_3 -TiN Gradientenwerkstoff

Die Arbeiten auf dem Sektor elektrisch leitfähiger keramischer Mikrokomponenten konzentrierten sich bisher hauptsächlich auf die Herstellung von Heizelementen für die unterschiedlichsten Anwendungen. In Abbildung 5 ist ein solches Heizelement in der Erprobungsphase zu sehen. Die Arbeitstemperatur für dieses Bauteil kann hierbei bis ca. 1400°C betragen. Je nach Anwendungsbereich werden diese Heizelemente noch mit geeigneten keramischen Oxidationsschutzschichten umhüllt.

5 Zusammenfassung und Schlußfolgerungen

Im Rahmen der Arbeiten zur Entwicklung keramischer Werkstoffe, Abformverfahren und Komponenten für die Mikrotechnik konnten erfolgreich neue Materialien entwickelt werden, wie z.B. eine $ZrSiO_4$ -Keramik, die beim Sinterprozeß nicht schrumpft sowie eine mikrostrukturierbare, elektrisch leitfähige Keramik auf Al_2O_3 /TiN-Basis. Die Entwicklung von Formgebungsprozessen führte zu einer Etablierung der fertigungstechnisch relevanten Verfahren Zentrifugalabformung und Heißgießen. Basierend auf den Ergebnissen dieser Arbeiten konnten neue Anwendungsgebiete erschlossen werden. Eine Auswahl daraus wurde hier vorgestellt, weitere Arbeiten werden im Rahmen von Kooperationen bearbeitet.

Literatur

- [1] V.D. Hennige: "Verfahrens- und Werkstoffentwicklung zur Herstellung oxidkeramischer Mikroformteile mit minimiertem Sinterschrumpf." Diss. Universität Freiburg 1998
- [2] V.D. Hennige, H.-J. Ritzhaupt-Kleissl, J. Haußelt: "Herstellung von $ZrSiO_4$ -Keramiken mit minimiertem Sinterschrumpf." *Keram. Zeitschrift* (1998) in Druck
- [3] V.D. Hennige, H.-J. Ritzhaupt-Kleissl, J. Haußelt: "Verfahren zur Herstellung eines oxidkeramischen Sinterkörpers und dessen Verwendung." Deutsches Patent DE 195 47 129, 1995
- [4] T. Mori, H. Hoshino, H. Yamamura, H. Kobayashi: "Mechanical Properties of High-Purity Sintered $ZrSiO_4$." *J. Ceram. Soc. Jpn., Int. Ed.* **98** (1990) 1023
- [5] P. Stieling: "Der Schlickerguß von Zirkonsilikat zur Herstellung von keramischen Formteilen als Alternative zum konventionellen Preßverfahren." *Keram. Z.* **44** (1992), 295
- [6] K.W. Bieniek, R. Marx: "Die mechanische Belastbarkeit neuer vollkeramischer Kronen- und Brückenmaterialien." *Schw. Monatsz. f. Zahnmed.* **104** (1994), 284 - 294
- [7] V. Winter: "Entwicklung einer elektrisch heizbaren, mikrostrukturierbaren Keramik." Diss. Universität Karlsruhe, 1998
- [8] V. Winter, R. Knitter: " Al_2O_3 /TiN as a material for microheaters." *MicroMat '97, Berlin, Proceedings MicroMaterials*, 1015-1017 (1997)

- [9] R. Knitter et al.: "Ceramics in Microreaction Technology: Materials and Processing." 2nd Int. Conf. of Microreaction Technology, New Orleans, Louisiana, USA, March 8-11, 1998.
- [10] W. Bauer, H.-J. Ritzhaupt-Kleissl, J. Haußelt: "Micropatterning of Ceramics by Slip Pressing." Eingereicht bei Ceramics International (1998) .
- [11] W. Bauer, H.-J. Ritzhaupt-Kleissl, J. Haußelt: "Shaping of High Aspect Ratio Ceramics by Centrifugal Casting." MicroMat '97, Berlin, Proceedings MicroMaterials, 1227-1229 (1997)
- [12] W. Bauer, R. Knitter, H.-J. Ritzhaupt-Kleissl, J. Haußelt: "Ceramic Microcomponents and their Applications in Microsystems Engineering." mst news 19/97 (1997)

Magnetische Viellagenschichten für Aktoren, Sensoren und Induktoren

E. Quandt, J. Betz, A. Ludwig
Institut für Materialforschung I

Zusammenfassung

Bestimmte magnetische Viellagenschichten zeichnen sich durch ihre besonderen magnetostriktiven und/oder Hochfrequenzeigenschaften gegenüber entsprechenden magnetischen Einlagenschichten aus und lassen sich daher besonders vorteilhaft als Werkstoffe für Aktoren, Sensoren mechanischer Größen oder als Induktoren in Mikrosystemen einsetzen. Die wesentlichen Vorteile betreffen dabei die Reduzierung der Sättigungs- und Koerzitivmagnetfeldstärken bei magnetostriktiven Viellagenschichten, die als Aktoren oder Sensoren eingesetzt werden, sowie die Verringerung der Wirbelstromverluste magnetischer Schichten bei hochfrequenten Anwendungen vorzugsweise als Induktoren oder Sensoren hoher Bandbreite, die durch Viellagenaufbauten mit nichtleitenden Zwischenschichten erreicht wird.

1 Einleitung

Magnetische Viellagenschichten stellen seit 1988 durch die Entdeckung des Riesenmagnetowiderstandes (GMR) ein bedeutendes Gebiet der Dünnschichtentwicklung magnetischer Werkstoffe dar [2]. Diese Entwicklungen sind in den letzten Jahren in verschiedene industrielle Produkte eingeflossen, so z.B. für magnetische Leseköpfe [3] und für "Fluxguide"-Sensoren [4] und haben zu zahlreichen grundlegenden Arbeiten bezüglich Untersuchungen der Austauschkopplung zwischen magnetischen Schichten geführt [5]. Diese Austauschkopplung stellt auch die Basis für das Funktionsprinzip der 1996/97 entwickelten hochmagnetostriktiven Viellagenschichten dar [6], die sich durch eine einzigartige Kombination von hochmagnetostriktiven und weichmagnetischen Eigenschaften auszeichnen. Dieses zusammengesetzte Material verhält sich wie ein homogener Werkstoff mit Eigenschaften, die mit einfachen Legierungen nicht erreicht werden können.

Anfangs wurden magnetostriktive Viellagenschichten für Anwendungen als Dünnschichtaktoren entwickelt, später zeigte sich, daß für die Entwicklung optimierter magnetostriktiver Sensorschichten das Konzept einer Viellagenstrukturierung weitgehend übernommen werden konnte. Dabei zeichnen sich sowohl die Aktoren als auch die Sensoren durch ihre Fernsteuerbarkeit sowie ihren einfachen Aufbau und Herstellungstechnologie aus. Der zusätzlichen Anforderung besonders hoher Grenzfrequenzen kann dabei durch nichtleitende Zwischenschichten zur Reduktion der Wirbelstromverluste [7] entsprochen werden. Damit eignen sich die so optimierten Dünnschichten auch als magnetische Schichten für integrierbare induktive Bauelemente, wie z.B. Mikrotransformatoren [8].

In diesem Beitrag werden das Modell der austauschgekoppelten magnetostriktiven Viellagenschichten, die entsprechenden Werkstoffe und ihre wesentlichen Eigenschaften jeweils im Vergleich zu konventionellen Werkstoffen vorgestellt und ausgewählte Beispiele für Applikationen dieser Werkstoffe im Bereich der Mikrosystemtechnik diskutiert.

2 Modell der austauschgekoppelten, magnetostriktiven Viellagenschichten

Die magnetostriktiven Viellagenschichten bestehen aus hochmagnetostriktiven amorphen Seltenen Erden-(Fe, Co)-Schichten [9] und aus weichmagnetischen Schichten mit hoher Magnetisierung, wie z.B. Fe oder FeCo (s. Abb. 1). Unter der Voraussetzung, daß die jeweiligen Lagendicken kleiner als die ferromagnetische Austauschlänge sind, kann sich keine Blochwand an den Zwischenlagen ausbilden und die magnetischen 3d-Momente der Einzellagen sind ferromagnetisch gekoppelt. Die Magnetisierungs-

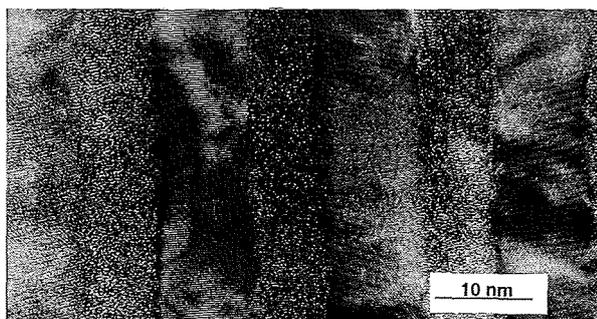


Abb. 1 : HRTEM-Bild einer magnetostriktiven Viellagenschicht aus amorphen TbFe- und kristallinen FeCo-Schichten [1].

prozesse erfolgen dann entsprechend dem Mittelwert der einzelnen Lagen, wodurch die Sättigungsmagnetisierung signifikant erhöht und die Anisotropie des Schichtverbundes im Vergleich zur entsprechenden Einzelschicht erniedrigt werden kann. Abbildung 2 verdeutlicht die Möglichkeit der Einstellbarkeit der magnetischen Polarisation durch Variation des Schichtdickenverhältnisses sowie die antiparallele Kopplung der beiden Schichten. Das magnetostriktive Verhalten von Dünnschicht-Substrat-Verbunden wird durch den magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten b beschrieben. Er ist ähnlich wie der Magnetostruktionskoeffizient λ für massive Werkstoffe definiert. Die Beziehung zwischen b und λ wird durch

$$b = -\frac{E_f \lambda}{1 + \nu_f} \quad (1)$$

gegeben, wobei E_f das Elastizitätsmodul, ν_f die Querkontraktionszahl und λ die Magnetostruktion der Schicht bezeichnen [10]. Trotz Reduzierung des magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten b der Viellagenschicht im Vergleich zur hochmagnetostriktiven Einlagenschicht ergibt sich für die Viellagenschicht mit gleichen Lagendicken eine Erhöhung der mittleren magnetostriktiven Suszeptibilität (Steigung $\delta b/\delta H$), da die magnetische Sättigungsfeldstärke durch die Reduktion der Anisotropie bei gleichzeitiger Erhöhung der Magnetisierung stark reduziert und damit die Abnahme der Magnetostruktion überkompensiert wird. Durch Verwendung von weichmagnetischen Schichten mit relativ hohen magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten, wie z.B. FeCo, läßt sich die Abnahme der Magnetostruktion im Viellagenverbund vermindern und dadurch die magnetostriktive Suszeptibilität weiter erhöhen (s. Kap. 4.1).

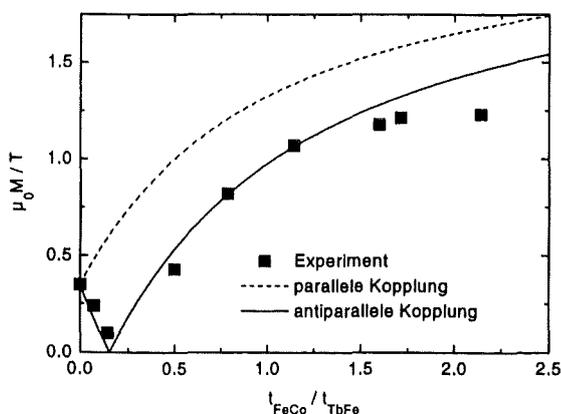


Abb. 2 : Variation der magnetischen Polarisation mit dem Schichtdickenverhältnis der TbFe/FeCo Viellagenschichten im Vergleich zur Berechnung für parallele und antiparallele Kopplung der Einzelschichten

3 Experimentelle Methoden

3.1 Schichtherstellung

Die magnetischen Schichten wurden durch Magnetronspütern in einer modifizierten Leybold Z550-Anlage auf ungeheizte Substrate wie Si, Metalle oder Glas bei einem Ar-Druck von 0,4 Pa unter Verwendung von Legierungstargets abgeschieden. Die hochmagnetostriktiven Seltenen Erden-(Fe, Co)-Schichten wurden im DC-Betrieb bei gleichzeitigen HF-Bias hergestellt, wobei die Sputterbedingungen zu amorphen Schichten mit einer leichten Magnetisierungsrichtung in der Schichtebene führen [11]. Die Abscheidung der Schichten mit hoher magnetischer Polarisation erfolgte durch HF-Magnetronspütern. Eine integrierte Drehtellersteuerung im "Stop-and-go-mode" ermöglichte die Viellagenherstellung mit den entsprechenden Einzelschichtenprozessen. Für die Abscheidung nichtleitender Zwischenschichten wurden keramische Targets wie z.B. SiO₂ im HF-Betrieb verwendet, so daß auch diese Schichten nichtreaktiv hergestellt werden konnten. Nach der Beschichtung wurden die Schichten bei unterschiedlichen Temperaturen und Zeiten im Vakuum angelassen, um die durch die Herstellung bedingten Eigenspannungen abzubauen und somit ein magnetisch weiches Material zu erhalten.

3.2 Schichtcharakterisierung

Die Zusammensetzung der Schichten wurde durch Mikrosondenanalyse und Augerelektronenspektroskopie, die Mikrostruktur durch hochauflösende Transmissionselektronenmikroskopie untersucht. Die magnetischen DC-Eigenschaften wurden durch Vibrationsmagnetometrie (VSM), die HF-Eigenschaften bis 500 MHz mit einem Netzwerkanalysator (HP 4195A) bestimmt. Die magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten b der Schichten wurden mit einer Biegebalkenmethode [10], die elastischen Eigenschaften mit Nanoindentation [12], Biege- [13] oder Resonanzmethoden [14] gemessen. Die Magnetoresistivität wurde mit einer Vierpunktmessung bestimmt. Alle Messungen der strukturellen und magnetischen Eigenschaften erfolgten bei Raumtemperatur.

4 Magnetische Viellagenschichten

4.1 Hochmagnetostriktive Aktorschichten

Als hochmagnetostriktive Aktorschichten wurden insbesondere Schichten des Systems Tb_{0,4}Fe_{0,6}/Fe_{0,5}Co_{0,5} mit verschiedenen Lagendicken im Bereich von 1 bis 20 nm untersucht. Dabei entsprechen die Tb_{0,4}Fe_{0,6}-Lagen in Zusammensetzung und Herstellungsbedingungen

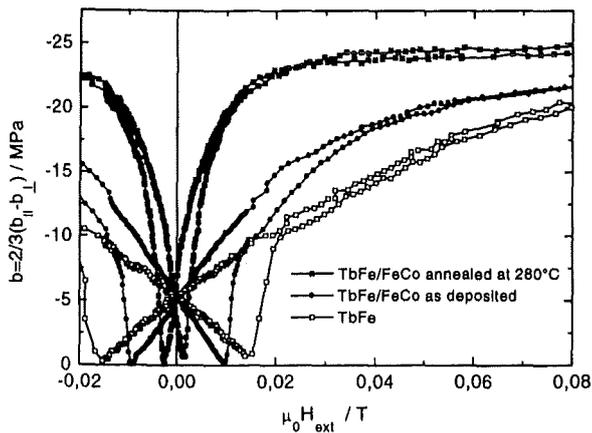


Abb. 3 : Vergleich des optimierten magnetoelastischen Verhaltens einer $Tb_{0,4}Fe_{0,6}$ -Einlagenschicht und einer $Tb_{0,4}Fe_{0,6}/Fe_{0,5}Co_{0,5}$ Viellagenschicht vor und nach dem Tempern.

den zuvor entwickelten amorphen hochmagnetoelastischen Schichten [9]. Die kristallinen $Fe_{0,5}Co_{0,5}$ -Lagen weisen in dieser Zusammensetzung eine relativ hohe Magnetostraktion für Materialien ohne Seltenen Erden-Anteil von $\lambda = 100 \cdot 10^{-6}$ auf. Zudem ist die magnetische Polarisation dieser Lagen extrem hoch (2,3 T). Ferner zeigen diese FeCo-Schichten eine sehr geringe Anisotropie aufgrund der durch die Zusammensetzung nahezu kompensierten Anisotropiekonstanten [15].

Der Vergleich der Feldverläufe des magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten einer optimierten TbFe/FeCo-Viellagenschicht und einer typischen amorphen TbFe-Einlagenschicht (s. Abb. 3) verdeutlicht die durch den Viellagenaufbau hervorgerufene Reduktion der Koerzitiv- und Sättigungsfeldstärke bei nahezu unverändertem magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten. Diese deutliche Verbesserung der weichmagnetischen Eigenschaften wird durch Tempern der Schichten nach Herstellung bei Temperaturen zwischen 250

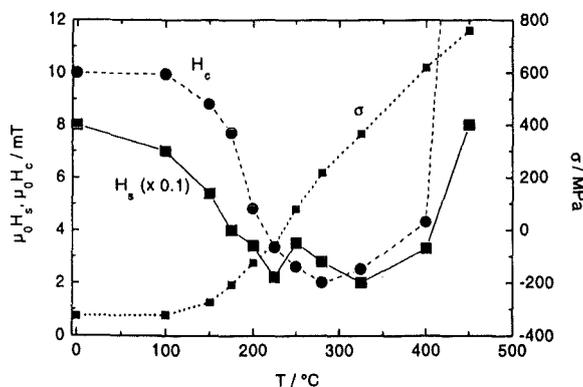


Abb. 4 : Schichteigenspannung (σ) und magnetische Eigenschaften (Sättigungs- (H_s) und Koerzitivfeldstärke (H_c)) von $Tb_{0,4}Fe_{0,6}/Fe_{0,5}Co_{0,5}$ Viellagenschichten in Abhängigkeit der Anlaßtemperatur.

und 300 °C erreicht, bei denen die herstellungsbedingten, intrinsischen Druckspannungen der Schicht abgebaut werden (s. Abb. 4). Druckspannungen führen bei positiv magnetoelastischen Schichten aufgrund des magnetoelastischen Energiebeitrags zu einer senkrechten Orientierung der leichten Magnetisierungsrichtung und zu einer Erhöhung der Gesamtanisotropie [16]. Dabei konnte gezeigt werden, daß diese Anlaßtemperaturen keine nachweisbare Diffusion zwischen den Schichten hervorruft [17], daß aber offensichtlich eine teilweise Kristallisation der amorphen TbFe-Schichten an den Grenzflächen zu den kristallinen FeCo-Schichten auftritt [1].

Zwei weitere interessante und für Anwendungen vorteilhafte Eigenschaften dieser hochmagnetoelastischen Viellagenschichten sind die außergewöhnlich starke Abhängigkeit des Elastizitätsmoduls E sowohl vom Lagendickenverhältnis als auch vom Magnetfeld H (ΔE -Effekt) (s. Abb. 5) sowie der signifikante, magnetoresistive Effekt von etwa $\Delta R/R = 1\%$ [18]. Diese Abhängigkeit des elektrischen Widerstandes vom äußeren Magnetfeld kann zum Aufbau eines multifunktionalen Aktor/Sensor-Verbundes genutzt werden.

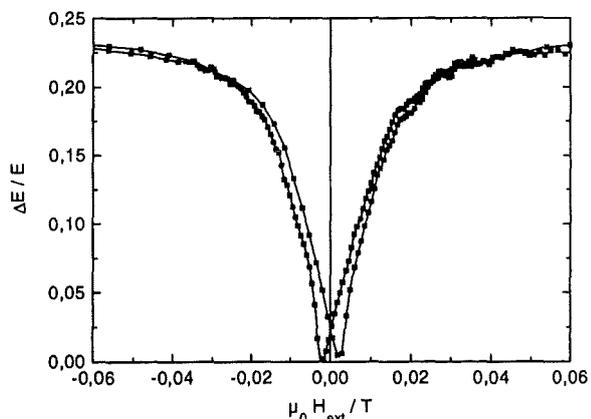
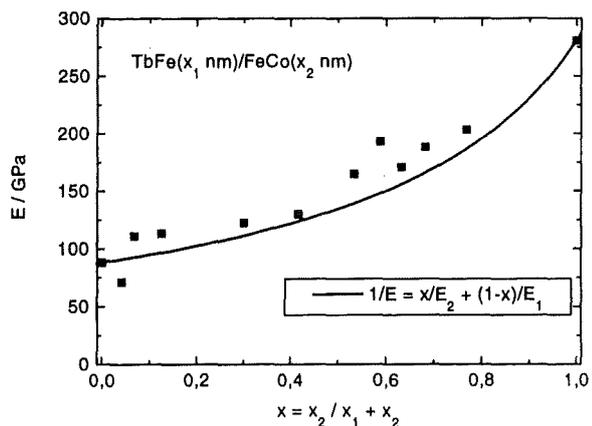


Abb. 5 : Elastizitätsmodul von $Tb_{0,4}Fe_{0,6}/Fe_{0,5}Co_{0,5}$ Viellagenschichten in Abhängigkeit des Lagendickenverhältnisses (oben) und des externen Magnetfeldes (unten).

4.2 Magnetostruktive Sensorschichten

Für magnetostruktive Sensoren läßt sich das Anforderungsprofil im Vergleich zu den Aktorwerkstoffen wie folgt erweitern: Neben einem optimierten weichmagnetischen, möglichst hysteresefreien Verhalten und optimierten magnetoelastischen Eigenschaften ist eine hohe magnetische Polarisierung erforderlich, um die magnetische Änderung des Materials aufgrund zu messender mechanischer Spannungen induktiv auslesen zu können. Im Fall hoher erforderlicher Bandbreiten des Sensors ist es zudem notwendig, eine hohe Wirbelstromgrenzfrequenz zu erhalten, die über den Quotienten aus spezifischem elektrischen Widerstand (ρ) und Permeabilität der Schicht mal Schichtdicke zum Quadrat definiert ist [19]. Dieses Eigenschaftsprofil wird z.B. von den weichmagnetischen, magnetostruktiven Zwischenlagen der Aktor-Viellagenschichten, wie z.B. $\text{Fe}_{0,5}\text{Co}_{0,5}$ erfüllt. Durch Einbringen dieser Schichten in einen Viellagenverbund läßt sich dann auch noch die für die Wirbelstromverluste maßgebliche Schichtdicke reduzieren und der spezifische Widerstand erhöhen, so daß insgesamt eine höhere Grenzfrequenz erreichbar ist.

Um die Herstellung des Sensors z.B. mit der Halbleiterproduktion kompatibel zu halten, müssen sowohl das magnetische Material wie auch die Induktionsspule durch Dünnschichtverfahren und Mikrostrukturierung hergestellt werden. Mit Hilfe einer numerischen Modellierung der Induktivität einer Planarspule zwischen zwei magnetischen Schichten [20] in einem Sandwichsystem erhält man die Abhängigkeit der Induktivität L von der relativen Permeabilität μ_r (Abb. 6). Um eine hohe Empfindlichkeit des Sensors zu erhalten, muß sich die Induktivität bei geringer Änderung der Permeabilität stark ändern, d.h. die Steigung $dL/d\mu_r$ sollte möglichst groß sein, wie es für diese Rechnung bei Permeabilitäten bis 200 beobachtet wird.

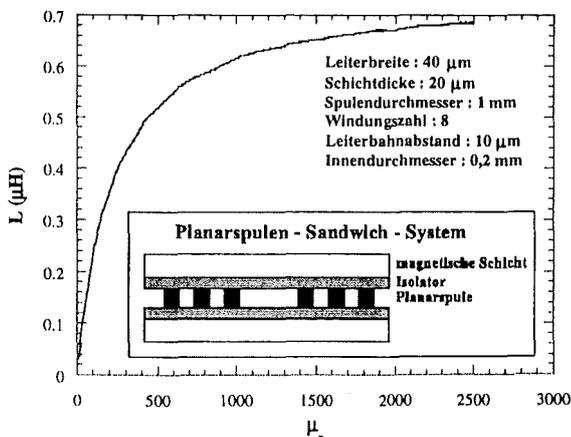


Abb. 6 : Änderung der Induktivität einer Sandwich-Planarspule in Abhängigkeit der Permeabilität der benachbarten magnetischen Schichten.

Materialuntersuchungen an amorphen $\text{Co}_{0,8}\text{B}_{0,2}$ Schichten und kristallinen $\text{Fe}_{0,5}\text{Co}_{0,5}$ Schichten haben ergeben, daß es möglich ist, die gewünschte Permeabilität zu erhalten (s. Abb. 7). Für $\text{Fe}_{0,5}\text{Co}_{0,5}$ wurde eine Permeabilität von $\mu_r = 100$ gemessen.

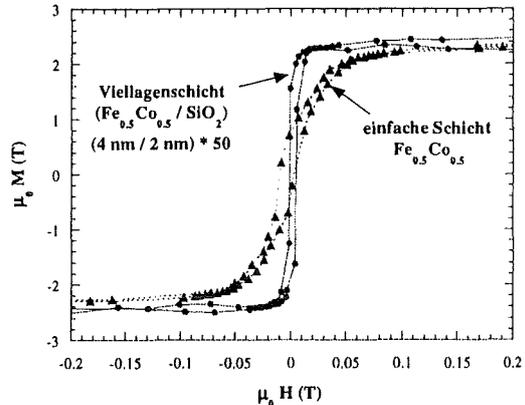


Abb. 7 : Magnetisierungskurven von einfachen $\text{Fe}_{0,5}\text{Co}_{0,5}$ Schichten und $(\text{Fe}_{0,5}\text{Co}_{0,5}/\text{SiO}_2)$ Viellagenschichten jeweils ohne Temperatur.

4.3 Magnetische Schichten für Induktoren

Für mikroelektronische Bauteile wie z.B. Transformatoren für DC/DC-Konverter werden neben den weichmagnetischen Anforderungen an die Materialien auch hochfrequente Eigenschaften verlangt, da die übertragbare Leistung bei vorgegebenem Volumen des magnetischen Kerns direkt proportional zur Arbeitsfrequenz ist. Wie schon bei den Sensorschichten kann der elektrische Widerstand durch das Konzept magnetischer Viellagenschichten mit nichtleitenden Zwischenlagen [8] erhöht werden. Hierzu wurden $\text{Fe}_{0,5}\text{Co}_{0,5}/\text{SiO}_2$ Viellagenschichten hergestellt und charakterisiert, wobei das SiO_2 die Rolle des Isolators übernimmt. Wie man in Abbildung 7 erkennen kann, ist das quasistatische Verhalten dieser Viellagenschichten vergleichbar zu dem der Einzellage. Die Viellagenschichten sind magnetisch etwas weicher, da das Wachstum der FeCo-Kristallite in der Viellagenschicht in Schichtnormalenrichtung begrenzt sind. Somit erhält man ein nanokristallines Material (vgl. auch Abb. 1). Bei diesen Viellagenschichten wurde eine Permeabilität von $\mu_r = 150$ bestimmt.

5 Anwendungen von Viellagenschichten

Für jedes der beschriebenen Schichtsysteme soll ein Anwendungsbeispiel vorgestellt und diskutiert werden: Als Beispiel eines Aktors wird ein magnetostruktiver Ultraschallmotor vorgestellt. Als Sensor wird ein magnetoelastischer Drehmomentsensors und als mikroelektronisches Bauteil ein Dünnschicht-Transformator beschrieben.

5.1 Magnetostriktiver Ultraschallmotor

Die im Rahmen eines EU-Projektes realisierten Motoren für lineare und rotierende Bewegungen [21] gehören gemäß der Klassifikation für piezoelektrische Ultraschallmotoren in die Klasse der Stehenden-Wellen-Ultraschallmotoren (SWUM), da sie Vibrationen aufgrund resonanter Biegeschwingungen mit Reibungskräften kombinieren. Die Vibrationen der Zähne des aktiven Elements (s. Abb. 8) enthalten dabei aufgrund ihrer unsymmetrischen Anordnung sowohl normale als auch tangentialen Komponenten, die durch Reibungskräfte in die Bewegung des Motors umgesetzt werden. Ein besonderes Kennzeichen dieser Motoren ist die kontaktlose Ansteuerung, besonders signifikant im Fall des linearen Motors, der über Entfernungen von mehreren Zentimetern Geschwindigkeiten bis zu 10 mm/s erreicht. Der rotierende Motor unterscheidet sich von piezoelektrischen Ultraschallmotoren dadurch, daß der Rotor gleichzeitig das vibrierende Element darstellt. Mit diesem Motor wurde ein Drehmoment von 1,6 μNm erzielt [22].

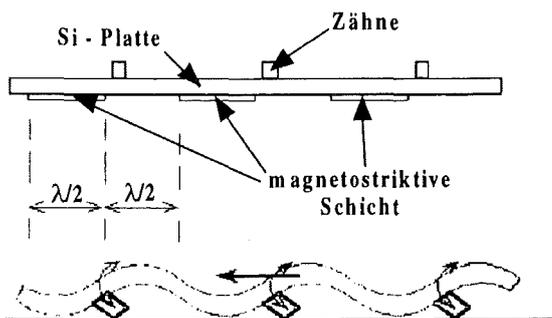


Abb. 8 : Aufbau und Funktionsprinzip des magnetostriktiven Linear-Ultraschallmotors.

5.2 Drehmomentsensor

Das Arbeitsprinzip dieses Sensors basiert auf dem umgekehrten magnetostriktiven Effekt der weichmagnetischen Werkstoffe. Diese Materialien haben eine elektromagnetische Resonanz, die durch eine Spule angeregt und detektiert werden können. Dabei ändern magnetische Materialien ihre Permeabilität sobald man sie mechanischen Spannungen aussetzt. Die so veränderte Permeabilität kann zu einer Änderung der Induktivität einer hochfrequenten Spule führen, die in einem LC-Kreis zu einer detektierbaren Frequenzänderung führt. Da diese Informationen über elektromagnetische Induktion auch drahtlos übertragen werden können, sind diese sogenannten "Stress-tag"-Sensoren auch für Spannungsmessungen über größere Distanzen geeignet. Das Arbeitsprinzip ist in Abbildung 9 dargestellt.

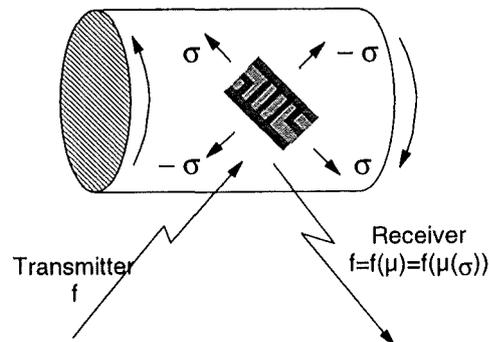
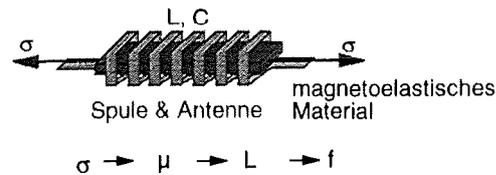


Abb. 9 : Arbeitsprinzip eines Drehmomentsensors, bei dem durch magnetoelastische Werkstoffe die Resonanzfrequenz eines LC-Kreises verändert wird. Bei Anbringen auf Wellen kann durch ein Transponder-Prinzip das Sensorsignal per Fernabfrage ausgelesen werden.

5.3 Dünnschicht-Transformator

Die Transformatoren müssen so konzipiert werden, daß die Primärspule (Anregung) und die Sekundärspule mit wenig Verlusten und hohem magnetischen Fluß gekoppelt ist. Das kann erreicht werden, indem man eine kompakte Solenoidspule mit zwei Spulenstromkreisen und einem magnetischen Kern erstellt (Abb. 10). Somit kann der Kern effektiv angeregt werden und zugleich die resultierende magnetische Flußänderung in der Sekundärspule induziert werden. Dieser Spulenaufbau hat eine hohe Induktivität und kann durch Dünnschichttechnik und Mikrostrukturierung hergestellt werden.

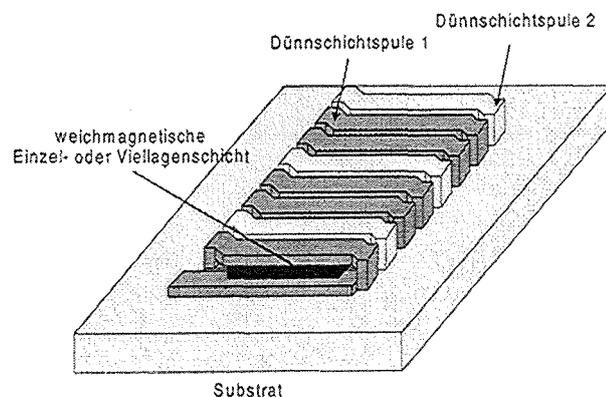


Abb. 10 : Prinzipielles Design eines Dünnschicht-Transformators

6 Diskussion

Es wurden in diesem Beitrag magnetische und magnetostruktive Viellagenschichten vorgestellt, die als intelligente Materialien in Aktoren und Sensoren, sowie in mikroelektronischen Bauteilen eingesetzt werden können. Es wurde gezeigt, daß es möglich ist, die Materialien durch die Herstellungsbedingungen und thermische Nachbehandlungen zu optimieren.

Außerdem wurden drei typische Anwendungsbeispiele für diese Materialklasse präsentiert, wobei bei allen Applikationen jeweils ein anderer Vorteil dieser zusammengesetzten Werkstoffe ausgenutzt wurde. Zusammenfassend läßt sich feststellen, daß magnetische Viellagenschichten durch ihren strukturellen Aufbau Eigenschaften besitzen, die in homogenen Legierungen nicht erreicht werden können.

Literatur

- [1] E. Quandt, A. Ludwig, D. G. Lord, C. A. Faunce, "Magnetic properties and microstructure of giant magnetostrictive TbFe/FeCo multilayers", *J. Appl. Phys.* (1998), im Druck.
- [2] A. Fert, P. Grünberg, A. Barthelemy, F. Petroff, W. Zinn, „Layered magnetic structures: interlayer exchange coupling and giant magnetoresistance“, *J. Magn. Magn. Mat.* **140-144**, 1-8, (1995).
- [3] C. Tsang, et al, "5 Gbits/sq.in. Recording Demonstration With Conventional AMR Dual Element Heads & Thin Film Disks", *IEEE Trans.Mag.*, vol. **33**, No. 5, Sept. 1997.
- [4] R. Coehoorn, „Giant magnetoresistance in exchange biased spin-valve layered structures and its application in read heads“, *Magn. thin films and multilayer systems*, Springer Series in Materials Science, ed. by U. Hartmann, (1996).
- [5] D. Givord, J. Betz, K. Mackay, J. C. Toussaint, J. Voiron, S. Wüchner, „Properties of rare earth-transition metal sandwich films“, *J. Magn. Mag. Mat.* **159**, 71-79 (1996).
- [6] E. Quandt, A. Ludwig, J. Betz, D. Givord and K. Mackay, "Giant magnetostrictive spring magnet type multilayers", *J. Appl. Phys.* **81**, (8), 5420-5422 (1997).
- [7] J. S. Y. Feng, D. A. Thompson, „Permeability of narrow permalloy stripes“, *IEEE Trans. Magn.*, vol. **MAG-13**, (5), 1521-1523 (1977).
- [8] K. Shirakawa, „Micro-Inductors and Transformers“, *IEEE Transl. J. Magn. Jap.* **9**, (3), 116-124, (1994).
- [9] E. Quandt, "Giant magnetostrictive thin film materials and applications", *Journal of Alloys and Compounds* **258** (1997), 126-132.
- [10] E. du Trémolet de Lacheisserie and J. C. Peuzin, "Magnetostriction and internal stresses in thin films : the cantilever method revisited", *J. Magn. Magn. Mater.* **136**, 189-196 (1994).
- [11] E. Quandt, B. Gerlach and K. Seemann, "Preparation and applications of magnetostrictive thin films", *J. Appl. Phys.* **76**, (10), 7000-7002 (1994).
- [12] J. Mencík, D. Munz, E. Quandt, E. R. Weppelmann, „Determination of elastic modulus of thin layers using nanoindentation“, *J. Mater. Res.*, **12**, (9), 2475-2484, (1997).
- [13] J. Mencik, E. Quandt, D. Munz, "Elastic modulus of TbDyFe films - a comparison of nanoindentation and bending measurements", *Thin Solid Films* **287** (1996), 208-213.
- [14] J.C. Peuzin and K. Mackay, "Torsional Resonances in Magneto-elastic Bimorphs", *J. Appl. Phys.* **81** (4) (1996), 1833.
- [15] C. Kuhrt, L. Schultz, "Formation and magnetic properties of nanocrystalline mechanically alloyed Fe-Co", *J. Appl. Phys.* **71**, (1992), 1896-1900.
- [16] J. Betz, K. Mackay and D. Givord, "Magnetic and magnetostrictive investigation of amorphous biaxial anisotropic Tb_(1-x)Co_x thin films", to be published (1998).
- [17] E. Quandt, A. Ludwig, J. Mencik, E. Nold, „Giant magnetostrictive TbFe/Fe multilayers“, *J. Alloys and Compounds* **258**, 133-137, (1997).
- [18] Privatmitteilung: K. Mackay, CNRS, Grenoble, Frankreich.
- [19] R. Boll, "Weichmagnetische Werkstoffe", Siemens AG, Berlin 1990, S. 107.
- [20] T. Sato, M. Hasegawa, T. Mizoguchi and M. Sahashi, „Study of high power planar inductor“, *IEEE Trans. Magn.* **27**, (6), 5277-5279, 1991.
- [21] B. Halstrup, J. Betz, K. Mackay, J.-C. Peuzin and N. Lhermet, "Magnetostrictive, micromachined actuators", *Micro System Technologies 96 Conf. Proc.* **5**, pp. 457-462, Potsdam, Germany: MESAGO GmbH, (1996)
- [22] Privatmitteilung: F. Claeysen, N. Lhermet, Cedrat Recherche, Meylan, Frankreich.

Herstellung und Prüfung von Mikrostrukturen

LIGA Strukturen mit Strukturhöhen von mehreren Millimetern durch Ultratiefe Röntgenlithographie (UDXRL)

F.J. Pantenburg, S. Achenbach und M. Sesterhenn

Institut für Mikrostrukturtechnik

Zusammenfassung

Im Rahmen des LIGA-Verfahrens wird die Röntgentiefenlithographie als erster Prozeßschritt für die Strukturierung von Resistsschichten mit Dicken von 20 µm bis mehreren 100 µm standardmäßig eingesetzt. Um die wesentlichen Vorteile des Verfahrens, beliebige laterale Geometrie der Mikrostruktur, geringe Seitenwandrauigkeit und Strukturdetails im Submikrometer-Bereich, auf mm-dicke Resiststrukturen zu übertragen, waren Prozeßoptimierungen im Bereich der Masken- und Substrattechnik sowie des Resist- und des Entwicklungsprozesses notwendig. Mit den optimierten Bedingungen konnten bereits Resiststrukturen mit 100 µm breiten Wänden und Gräben in einer Resisthöhe von 3073 µm realisiert werden. Diese Strukturen zeigen einen Strukturverlust an der Resistkante von 4 µm über der gesamten Resisthöhe. Die Seitenwandrauigkeit variiert über der Strukturhöhe im Bereich von 15 bis 35 nm. Die Prozeßoptimierungen werden derzeit in den bestehenden Standardprozeß eingeführt, um die Prozeßausbeute zu steigern und die Produktqualität zu stabilisieren. Gleichzeitig werden neue Produkte (z.B. optische Komponenten, refraktive Röntgenoptiken) mit der ultratiefen Röntgenlithographie realisierbar.

1. Einleitung

In der Röntgentiefenlithographie wird eine Röntgenmaske, bestehend aus einer Maskenmembran (Be, Ti) mit Absorberstrukturen (Au), durch Schattenprojektion in einen röntgenempfindlichen Resist abgebildet. Wegen seiner hohen Intensität und der geringen Divergenz im Röntgenbereich wird Synchrotronstrahlung für die Abbildung verwendet.

Aufgrund des hohen Auflösungsvermögens wird typischerweise Polymethylmethacrylat (PMMA) als Resistmaterial eingesetzt. Mit diesem Material können standardmäßig Strukturhöhen bis zu 500 µm mit Details im Submikrometerbereich hergestellt werden. Durch die geringe Seitenwandrauigkeit von ca. 30 nm eignet sich dieses Material in Verbindung mit der Nickel-Mikrogalvanik speziell für die Herstellung von Formeinsätzen für die Mikrooptik (z.B. Mikrospektrometer für den UV-VIS und IR Spektralbereich).

Durch den Bestrahlungsprozeß wird das PMMA mit einem Ausgangsmolekulargewicht von $2 \cdot 10^6$ g/mol auf ein Molekulargewicht von ca. $3 \cdot 10^3$ g/mol reduziert. Dadurch werden die bestrahlten Bereiche in einem organischen Entwickler lösbar. Ausgezeichnete Qualitäten bezüglich der Seitenwandrauigkeit werden mit dem GG-Entwickler (5% Ethanolamin, 15% Wasser, 20% Morpholin, 60% Butoxyethoxyethanol) erzielt. Um eine rückstandsfreie Entwicklung zu gewährleisten, ist bei der Bestrahlung eine Mindestdosis von 4 kJ/cm^3 in der Resisttiefe erforderlich. Um eine zu starke Gasblasenbildung im Resist während der Bestrahlung und damit ein Aufschäumen

des Resists zu verhindern, wird die Dosis an der Resistoberfläche auf einen Maximalwert von $12\text{-}20 \text{ kJ/cm}^3$ je nach strukturierter Resistdicke begrenzt. Diese Dosisanforderungen werden durch eine Anpassung des Synchrotronstrahlungsspektrum erfüllt. Zu diesem Zweck filtern Vorabsorbermaterialien mit niedriger Kernladungszahl den niederenergetischen Anteil heraus.

Um einen Angriff des Resists während des Entwicklungsprozesses zu vermeiden, darf die eingetragene Dosis an der Resistoberfläche einen Wert von 0.1 kJ/cm^3 nicht übersteigen. Der hierfür notwendige Maskenkontrast wird durch die Goldabsorberdicke auf der Röntgenmaske bestimmt und liegt im Bereich von ca. 10 µm für Resistsschichtdicken bis zu 500 µm.

Drei primäre Prozesse werden in der Literatur für Strukturabweichungen während des Lithographieprozesses verantwortlich gemacht:

Durch Fresnelbeugung wird die primär einfallende Synchrotronstrahlung in den abgeschatteten Resistbereich hinein gebeugt. Mit zunehmender Photonenenergie nimmt der Abstand der Beugungsmaxima von der Absorberkante ab.

Die im Resist absorbierten Photonen erzeugen Photoelektronen, die eine Reichweite im Resist von mehreren 100 nm haben können. Die Auswirkung dieser beiden Prozesse auf die Kantensteilheit ist gegenläufig. Rechnungen von Ehrfeld und Münchmeyer [1] zeigen die Auswirkungen der beiden Prozesse auf die Kantensteilheit an einer 500 µm hohen Resiststruktur in Abhängigkeit von der charakteristischen Energie des Speicherringes. Wie in Abb. 1 dargestellt, erkennt man ein Minimum von 90 nm in der Kantenunschärfe bei einer

charakteristischen Wellenlänge von 0.3 nm. Allerdings ist dieses Minimum nicht besonders ausgeprägt. Erlaubt man eine zusätzliche Kantenunschärfe von 10 nm, so kann die charakteristische Wellenlänge im Bereich von 0.2 bis 0.8 nm frei gewählt werden.

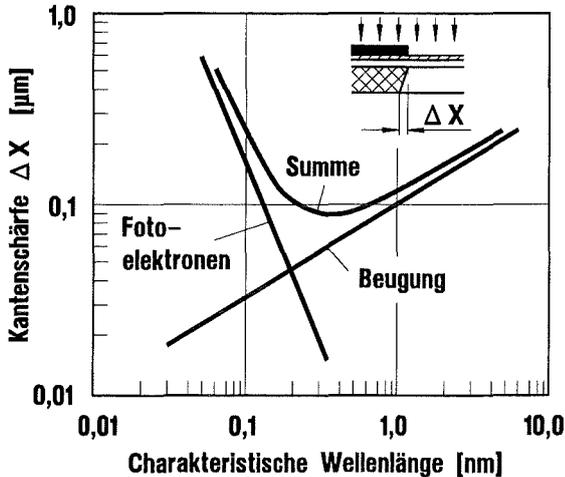


Abb. 1: Einfluß von Fresnelbeugung und Photoelektronen auf die Kantenunschärfe einer 500 µm hohen Resiststruktur in Abhängigkeit von der charakteristischen Energie des Speicherrings.

Schließlich resultiert eine Strukturabweichung aus der Divergenz der Synchrotronstrahlung. Sie beträgt typischerweise 0.2 mrad im interessierenden Spektralbereich um 0.2 nm. Dieses führt zu einer Kantenunschärfe von ca. 0.1 µm bei einer Strukturhöhe von 500 µm.

In der Praxis zeigt sich, daß die beobachteten Strukturgenauigkeiten und -defekte nicht mit diesen primären Prozessen erklärt werden können. Aus den folgenden Ergebnissen wird deutlich, daß die Strukturqualität und -genauigkeit durch sekundäre Prozesse in der Maskenmembran und dem Substrat dominiert werden.

2. Einfluß der Maskenmaterialien auf die Strukturgenauigkeit

Die eingesetzten Masken bestehen aus einer Maskenmembran, auf der die Goldabsorberstrukturen aufgebaut sind. Während die Goldabsorberstruktur die Aufgabe hat, die einfallende Synchrotronstrahlung nahezu vollständig zu absorbieren, sollte die Membran eine möglichst hohe Röntgentransparenz aufweisen. Dieses wird durch die Verwendung von Materialien mit möglichst niedriger Kernladungszahl erreicht.

Ein geringer Anteil der einfallenden Synchrotronstrahlung wird dennoch in der Maskenmembran absorbiert. Als Folgeprozeß wird Fluoreszenzstrahlung erzeugt. Diese Fluoreszenzstrahlung wird isotrop ausgesandt und auch in die Resistbereiche unterhalb der Goldabsorberstrukturen

emittiert, wo sie absorbiert wird und die Resistoberseite schädigt.

Wird Titan als Maskenmembranmaterial verwendet, so ist die Intensität der Fluoreszenzstrahlung und damit die Schädigung des Resists aufgrund der hohen Fluoreszenzwahrscheinlichkeit der Titan-K-Schale von 21% relativ hoch. Die entstehende Titan- $K_{\alpha/\beta}$ -Strahlung hat eine Wellenlänge um 0.26 nm und damit eine 1/e-Reichweite von 300 µm in PMMA. Da aufgrund der Dosisanforderungen mit zunehmender Resistdicke die mittlere Energie der spektralen Synchrotronstrahlungsverteilung zu höheren Energien hin verschoben werden muß, wird der Anteil der primär einfallenden Photonen größer, die die Titan-K-Schale bei 0.25 nm anregen können. Der schädigende Effekt an der Resiststruktur wird ab Strukturhöhen von 500 µm deutlich. In Abb. 2 ist eine 1000 µm hohe entwickelte Resiststruktur, welche unter Verwendung einer 2.2 µm dicken Ti-Maskenmembran hergestellt wurde, dargestellt. Die REM-Aufnahme zeigt eine Kantenverrundung an der Resistoberseite von 150 µm. Die Einwirkung der Fluoreszenzstrahlung äußert sich ferner in einer Lochbildung in der Seitenwand und setzt somit die Strukturqualität deutlich herab.

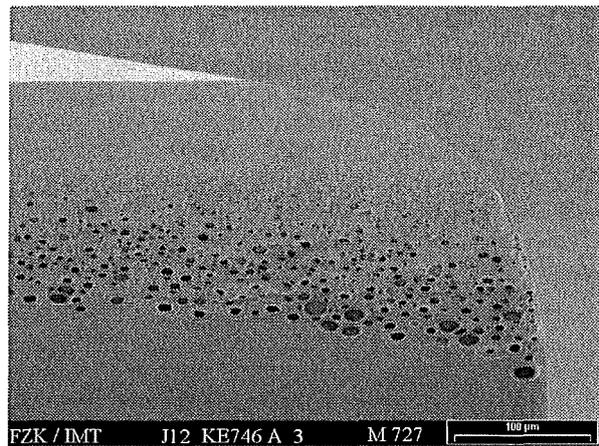


Abb. 2: Kantenverrundung von 150 µm an der Resistoberseite einer 1000 µm hohen PMMA-Struktur aufgrund der Resistschädigung durch Fluoreszenzstrahlung aus einer 2.2 µm dicken Titanmaskenmembran.

Da mit abnehmender Kernladungszahl die Fluoreszenzwahrscheinlichkeit und die Energie der Fluoreszenzstrahlung abnehmen und gleichzeitig die Röntgentransparenz deutlich zunimmt, führen Experimente mit Maskenmembranen aus Beryllium zu deutlich besseren Ergebnissen.

Auf einem 200 µm dicken Berylliumblech wurde eine 20 µm hohe Goldabsorberstruktur galvanisch aufgebaut. Die unter Verwendung dieser Maske strukturierte 1000 µm hohe Resistschicht ist in der Abbildung 3 dargestellt. Die Kantenverrundung an der Resistoberseite ist deutlich geringer als 1 µm.

Neben der Unterdrückung der Fluoreszenzstrahlung bietet eine Maskenmembran aus Beryllium weitere Vorteile. Durch die verringerte Absorption der Röntgenstrahlung in der Berylliummembran können im Vergleich zum Titan 100 mal dickere Membranen bei gleicher Röntgentransparenz verwendet werden. Dies bewirkt eine höhere Wärmeableitung während der Bestrahlung. Thermisch induzierte Verzüge von Maske und Resist werden reduziert. Gleichzeitig wird die mechanische Stabilität der Maskenmembran erhöht.

Während der Bestrahlung in einer 100 mbar He-Atmosphäre befindet sich die Röntgenmaske in einem Abstand von 50-100 µm zum Resist. Maskenrand und Substratunterseite werden auf konstanter Temperatur (21°C) gehalten. Durch die Absorption der Röntgenstrahlung in der Maske und der Probe tritt eine Erwärmung und damit ein thermisch bedingtes Ausdehnen der Materialien auf. Aufgrund der dickeren Be-Membran wird die in die Maske eingetragene Energie deutlich besser zum thermostatisierten Maskenrand abgeleitet, wie die FEM-Rechnungen in Abbildung 4 zeigen. Während die Temperatur in der 2,2 µm dik-

ken Ti-Membran im Strahlzentrum bis auf Werte von 55°C ansteigt, beträgt die Temperatur im Strahlzentrum bei der Be-Membran nur 22°C.

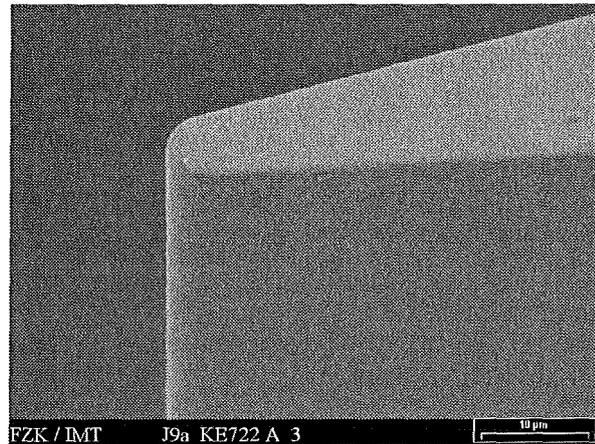
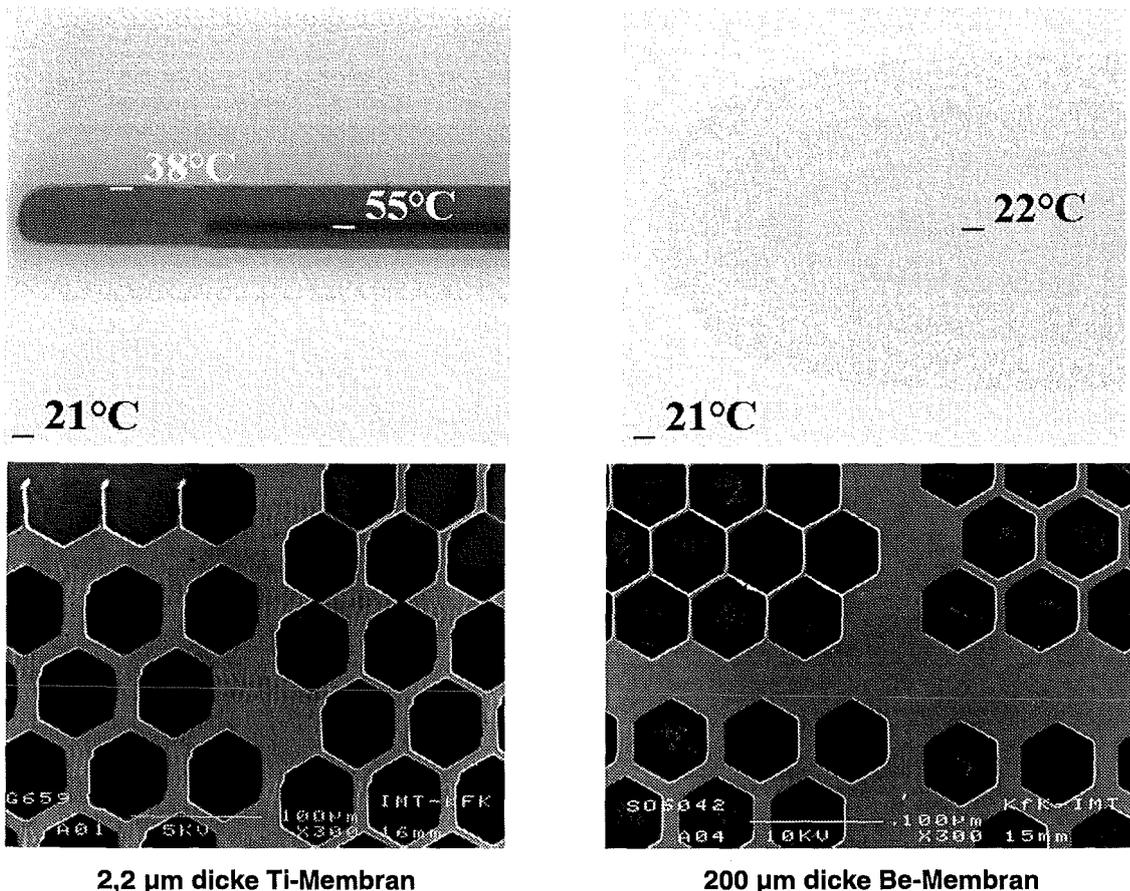


Abb. 3: Detail der Oberseite einer 1000 µm hohen Resiststruktur aus PMMA, die unter Verwendung einer Röntgenmaske mit einer 200 µm dicken Berylliummembran röntgenlithographisch hergestellt wurde.



2,2 µm dicke Ti-Membran

200 µm dicke Be-Membran

Abb. 4: FEM-Simulationen der Temperaturverteilung auf Röntgenmasken während der Bestrahlung und röntgenlithographische Mikrostrukturen in Abhängigkeit vom verwendeten Membranmaterial. Prozeßparameter: 100 µm dicker PMMA-Resist auf einer Epoxyphenolharzgrundplatte; 1 W/cm² einfallende Röntgenleistung. Das Material Epoxyphenol wird durch den Prozeß der Bestrahlung und Entwicklung nicht angegriffen, besitzt aber sehr ähnliche thermomechanische Eigenschaften wie das verwendete Resistmaterial, so daß die Prozeßproblematik in der ultratiefen Röntgenlithographie deutlich wird.

Durch die gute Wärmeableitung der dicken Be-Membran werden im Prozeß der Mikrostrukturierung deutlich geringe Verzüge in der entwickelten Resiststruktur beobachtet. So beträgt der Strukturverzug der in Abbildung 4 gezeigten Wabenstruktur bei Verwendung einer 2.2 µm dicken Ti-Membran ca. 8 µm, während er im Falle der 200 µm dicken Be-Membran unterhalb von 0.5 µm liegt.

Diese Prozeßproblematik wird mit zunehmender Resistdicke deutlicher. Da die minimale Entwicklungsdosis in den Resist eingetragen werden muß, um eine rückstandsfreie Entwicklung zu gewährleisten, nimmt mit zunehmender Resistdicke die einzutragende Energie ebenso näherungsweise linear zu. Um eine ähnliche Wärmebelastung von Maske und Resist und damit vergleichbare Strukturverzüge während der Bestrahlung mmdicker Proben zu gewährleisten, würde die Bestrahlungszeit ebenfalls linear zu nehmen. Bestrahlungszeiten von mehreren Tagen wären die Folge.

3. Einfluß der Substratmaterialien auf die Strukturqualität

In der Röntgentiefenlithographie werden typischerweise Substrate mit einer naßchemisch oxidierten Titanschicht verwendet. Diese Schicht erfüllt gleichzeitig die Aufgabe einer Haftschrift für den Resist (mechanisch durch die Verankerung des Resistmaterials in den Mikrokavernen der TiO_x-Schicht und über interne Haftvermittler im Resistmaterial) und nach dem Entwicklungsprozeß als Galvanikstartschicht für die Mikrogalvanik.

Die spektrale Verteilung der Synchrotronstrahlung erstreckt sich vom Infraroten bis in den harten Röntgenbereich. Während die langwelligen Anteile im Vakuumfenster bzw. in den Vorabsorbieren absorbiert werden, trägt der Bereich zwischen 0.6 nm und 0.12 nm hauptsächlich zur Strukturierung des Resistmaterials bei. Der kurzwelligere Anteil kann die Goldabsorberstruktur auf der Maske durchdringen und wird teilweise in der Grenzschicht zum Resist im TiO_x absorbiert. Dadurch entsteht Sekundärstrahlung (Photo- und Augerelektronen, Fluoreszenzphotonen) in dieser Grenzschicht, die teilweise in den Resist emittiert wird und damit den Resist an der Haftfläche schädigt. Die in der Grenzschicht deponierte Dosis kann Werte erreichen, die oberhalb der minimalen Entwicklungsdosis liegen. Während des Entwicklungsprozesses werden kleinere Resistlinien weggeschwemmt (Abb. 5).

Die Intensität der aus der TiO_x-Schicht zurückemittierten Strahlung wird einerseits bestimmt durch die charakteristische Wellenlänge des Beschleunigers, die Höhe der Goldabsorberstrukturen auf der Röntgenmaske sowie das Substratmaterial. Das FZK/IMT nutzt aus diesem Grunde Beschleuniger mit angepaßter charakteristischer

Wellenlänge (λ_c) in Abhängigkeit der zu strukturierenden Resisthöhe. Die Strahlung aus einem Ablenkmagneten von BESSY I ($\lambda_c \approx 20$ nm) wird zur Strukturierung von Resistsschichten bis zu 70 µm zur Herstellung von Röntgenarbeitsmasken [2], der Beschleuniger ELSA ($\lambda_c = 3-5$ nm) des Physikalischen Instituts der Universität Bonn zur Strukturierung von Resistsschichten bis zu 1000 µm und der Beschleuniger DCI am Laboratoire pour l'Utilisation du Rayonnement Électromagnétique (LURE) zur Herstellung von ultratiefen Strukturen bis zu 3000 µm verwendet. In der Zusammenarbeit mit LURE wurde ein Doppelspiegelsystem, welches im streifenden Einfall arbeitet, aufgebaut und am Beschleuniger DCI installiert. Mit diesem Spiegelsystem wird in naher Zukunft die Möglichkeit der Unterdrückung der kurzwelligen Strahlungsanteile untersucht. Durch ein solches Spiegelsystem können dann alle Strukturierungsaufgaben der Röntgentiefenlithographie an einem Beschleuniger (ANKA) durchgeführt werden.

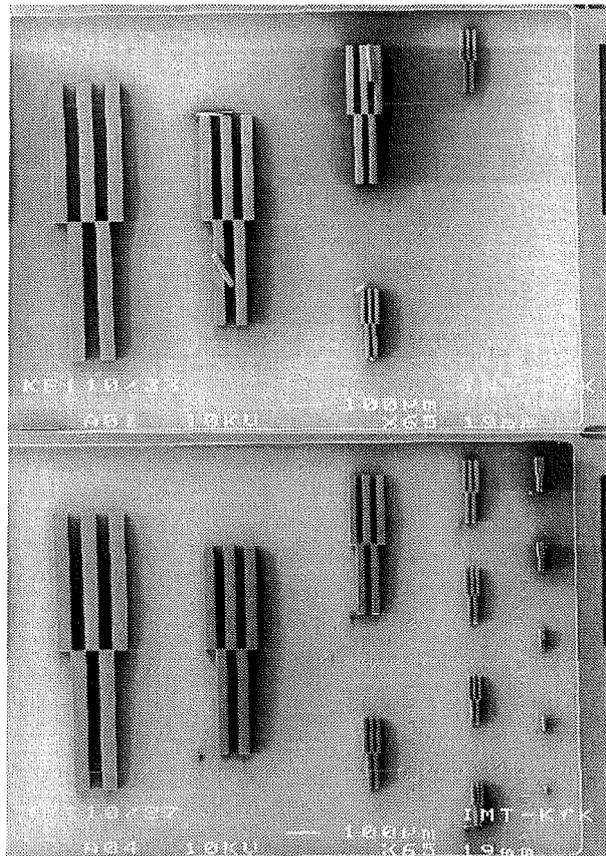


Abb. 5: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen von 100 µm dicken Resiststrukturen nach dem Entwicklungsprozeß, die mit einer 3.5 µm (oberes Bild) bzw. 7.5 µm (unteres Bild) dicken Au-Absorberstruktur hergestellt wurden.

4. Einfluß der Entwicklertemperatur auf die Strukturqualität

Ein wesentlicher Vorteil des LIGA-Verfahrens besteht in der Möglichkeit der Strukturierung von nahezu beliebiger Strukturgeometrie. Aus diesem Grunde ist es notwendig, daß das Resistmaterial auf ein Substrat aufgebracht wird, damit nach der Röntgentiefenlithographie auch nicht selbsttragende Strukturen erzeugt und in einem nachfolgenden Galvanikschritt die metallischen Schichten auf diesem Substrat aufgebaut werden können. Um ein möglichst spannungsarmes Aufbringen der Resistsschichten auf das Substrat zu ermöglichen, wird eine zuvor auf Sollstärke gefräste und getemperte PMMA-Platte auf das Substrat aufgeklebt oder gebondet [3].

Die Entwicklung mit dem GG-Entwickler erfolgt typischerweise bei 37°C. Höhere Temperaturen sind aufgrund eines Dunkelabtrags der unbestrahlten Resistbereiche nicht erlaubt. Die in der Röntgentiefenlithographie verwendeten Substratmaterialien Silizium ($\alpha \approx 2 \cdot 10^{-6}/K$) und Kupfer ($\alpha \approx 16 \cdot 10^{-6}/K$) haben einen deutlich geringeren linearen Ausdehnungskoeffizienten als das Resistmaterial PMMA ($\alpha \approx 70 \cdot 10^{-6}/K$). Unterschiedliche Prozeßtemperaturen beim Aufbringen des Resists und dem Entwicklungsprozeß induzieren daher Spannungen im Resistmaterial, die zu Brüchen in den Resiststrukturen in der Nähe des Substrates führen (Abb. 6). Der Riß verläuft aufgrund der hohen Materialbeanspruchung innerhalb der Resiststruktur, während die Haftung des Materials auf dem Substrat als ausgezeichnet bezeichnet werden kann.

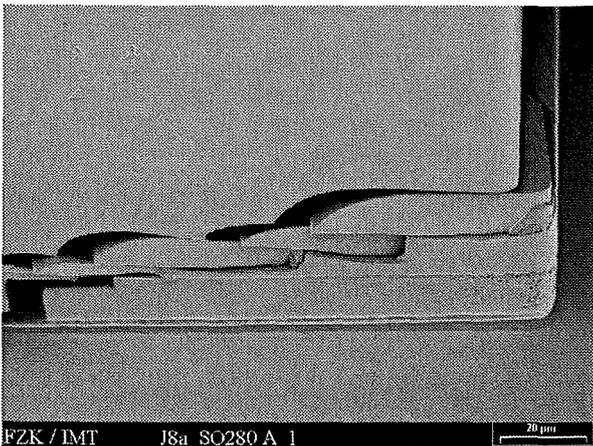


Abb. 6: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme einer 1100 µm dicken und 11 mm langen Resiststruktur nach dem Entwicklungsprozeß am Substratgrund. Die Resistplatte wurde auf einem Siliziumsubstrat mit einer 100 nm dicken Kohlenstoffschicht aufgebaut und nach der Bestrahlung in der GG-Lösung bei 37°C entwickelt.

Um diese Defektursache zu vermeiden, ist es notwendig, entweder die Prozeßtemperaturen im

Entwicklungsprozeß herabzusetzen oder Substratmaterialien mit einem an das Resistmaterial angepaßten Ausdehnungskoeffizienten zu verwenden.

Geeignete Substratmaterialien, die den Bestrahlungsprozeß und den Entwicklungsprozeß nicht beeinflussen, stehen derzeit nicht zur Verfügung. Aus diesem Grunde wurde die Entwicklertemperatur zur Herstellung von Strukturen im mm-Bereich auf Raumtemperatur abgesenkt. Dadurch nimmt die Entwicklungszeit zu, während der Kontrast des Resist-Entwicklersystems deutlich erhöht wird.

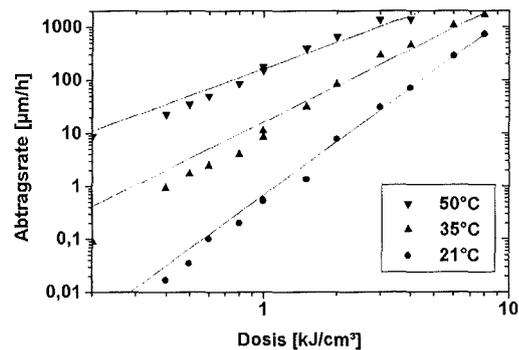


Abb. 7: Abtragsraten von homogen belichteten PMMA-Platten für unterschiedliche Entwicklertemperaturen in Abhängigkeit von der Bestrahlungsdosis.

In Abbildung 7 ist das Abtragsverhalten 200 µm dicker PMMA-Platten, welche homogen über die Tiefe belichtet wurden, dargestellt. Es zeigt sich beispielsweise, daß die Entwicklungszeit um einen Faktor 6 bei einem Temperaturübergang von 35°C auf 21°C für Dosiswerte um 4 kJ/cm² zunimmt. Gleichzeitig nimmt der Kontrast des Resist-Entwicklersystems zu, wobei der Kontrast die Änderung der Entwicklungsgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Dosis definiert. Dieser erhöhte Kontrast äußert sich in einer verbesserten Strukturqualität, da Resistbereiche, die durch sekundäre Strahlung aus der Maske oder dem Substrat geschädigt werden, einen geringeren Abtrag während des Entwicklungsprozesses erfahren [4].

5. Charakterisierung von ultratiefen Resiststrukturen

Die in den vorangegangenen Abschnitten beschriebenen Untersuchungen haben dazu geführt, daß 3073 µm dicke Resiststrukturen mit einer Breite von 100 µm und einer Länge bis zu 11 mm hergestellt werden konnten.

Unter Verwendung einer Röntgenmaske mit einer 500 µm dicken Beryllium-Membran und 27 µm hohen Goldabsorberstrukturen wurde eine 3073 µm dicke PMMA-Platte am Beschleuniger DCI strukturiert. Zur Unterdrückung der Sekun-

därstrahlung aus dem Substrat wurde ein Silizium-Wafer, welcher mit einer 100 nm dicken Kohlenstoffschicht beschichtet war, als Substrat verwendet. Die Kohlenstoffschicht absorbiert aufgrund der geringen Reichweite der im Si-Substrat entstehenden Sekundärelektronen fast vollständig, so daß diese die Resisthaftschrift nicht schädigen können. Die Bestrahlungszeit betrug 12 h bei einem Scanhub von 75 mm im Röntgenscanner. Zur Entwicklung befand sich die bestrahlte Probe 216 h in einem Becherglas. Der Entwickler wurde mit einem Magnetrührer bewegt.

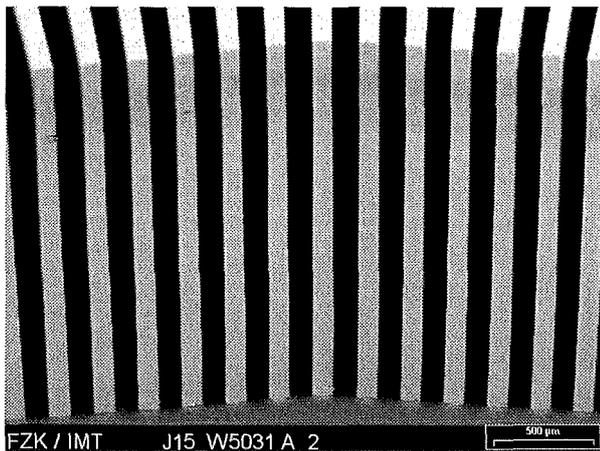


Abb. 8: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme einer 3073 µm hohen Resiststruktur mit einer Linienbreite von 100 µm auf einem mit einer 100 nm dicken Kohlenstoffschicht beschichteten Si-Substrat.

Die sehr gute Haftung der Resiststrukturen und die rückstandsfreie Entwicklung ist in der Abbildung 8 zu erkennen. Messungen am Rasterelektronenmikroskop zeigen eine Abweichung der Resistbreite von der Sollbreite von 4 µm pro Kante an der Resistoberseite (Abb. 9). Diese Abweichung kann durch den seitlichen Angriff des Entwicklers auf das teilweise direkt bestrahlte Resistmaterial unterhalb der Goldabsorberstruktur erklärt werden. Verbesserungen werden durch Röntgenmasken mit einem höheren Kontrast erwartet. Die gemessene Seitenwandrauhigkeit variiert über der Strukturhöhe im Bereich von 15 bis 35 nm und erreicht damit optische Qualität. Allerdings werden vereinzelte Mikrorisse in der Seitenwand beobachtet, deren Herkunft bisher noch nicht exakt geklärt werden konnte.

6. Ausblick

Die in diesem Bericht dargestellten Prozeßzusammenhänge ermöglichen es einerseits, den vorhandenen Standardprozeß zu stabilisieren und zu verbessern. Andererseits werden dadurch Strukturhöhen durch Röntgentiefenlithographie zugänglich, die bisher der mechanischen Mikrofertigung vorbehalten waren. Diese Strukturen

profitieren nun von der verbesserten Seitenwandrauhigkeit im nm-Bereich.

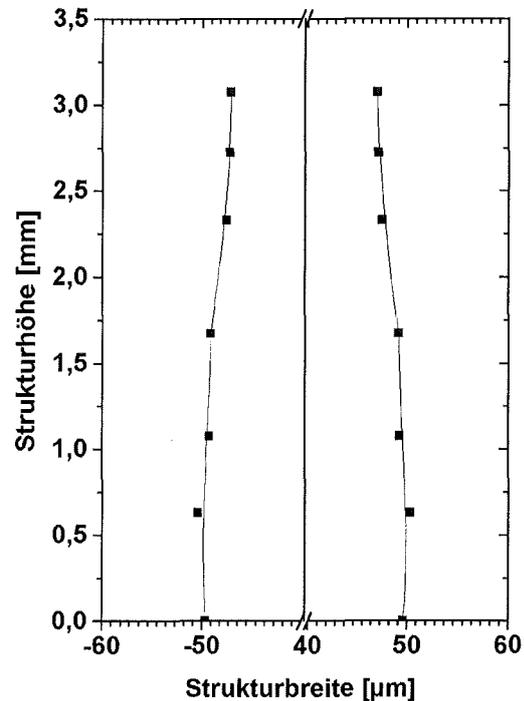


Abb. 9: Linienbreite in Abhängigkeit von der Strukturhöhe einer 3073 µm hohen Resiststruktur. Die Abweichung beträgt 4 µm pro Kante von der Sollbreite (100 µm).

Literatur:

- [1] Ehrfeld W., Münchmeyer D., „Three-dimensional microfabrication using synchrotron radiation“, Nucl. Instr. and Meth. A 303, 1991, 523-531
- [2] Pantenburg F.J., Chlebek J., El-Kholi A., Huber H.-L., Mohr J., Oertel H.K., Schulz J., „Adhesion problems in deep-etch X-ray lithography caused by fluorescence radiation from the plating base“, Microelectronic Eng. 23, 1994, 223-226
- [3] Formation of microstructures using a preformed photoresist sheet, U.S. patent #5378583 (1995)
- [4] Pantenburg F.J., Achenbach S., Mohr J., „Characterisation of structure defects in very high deep-etch X-ray lithography microstructures“, erscheint in Microsystem Technologies 26, 1997

Spritzgießen von Mikroteilen aus Kunststoffen, Metallen und Keramiken

R. Ruprecht, V. Piötter, T. Benzler, J. Haußelt

Institut für Materialforschung III

Zusammenfassung

Die Spritzgießabformung von Mikrostrukturen stellt ein wirtschaftliches Verfahren zur Herstellung von Komponenten für Mikrosysteme mit besonderer Eignung für große Serien dar. Gegenwärtig können Formeinsätze mit Mikrostrukturen von minimal 20 µm bzw. Aspektverhältnissen von 14 mit technischen Kunststoffen und Hochleistungsthermoplasten in Zykluszeiten bis zu 4 Minuten vollautomatisch abgeformt werden. Damit wurde die Zykluszeit innerhalb von 2 Jahren auf ca. die Hälfte reduziert. Eine weitere Verbesserung der Wirtschaftlichkeit ist in naher Zukunft zu erwarten, beispielsweise durch das Spritzgießen nachbearbeitungsarmer mikrostrukturierter Bauteile [1].

Die Herstellung von Metall- und Keramikmikrostrukturen wird durch die Weiterentwicklung der für makroskopische Formteile bereits etablierten Pulverspritzgießtechnik unter Berücksichtigung der besonderen Anforderungen der Mikroabformung ermöglicht.

1. Einleitung

Für den ökonomischen Erfolg der Mikrosystemtechnik bedarf es neben einer möglichst breiten Vielfalt an Werkstoffen auch wirtschaftlicher Verfahren zu deren Verarbeitung. Die Abformung mikrostrukturierter Formeinsätze durch Spritzgießen von Kunststoffen stellt ein solches Verfahren dar [2]. Zur Übertragung der konventionellen Spritzgießtechnik auf die speziellen Bedingungen der Mikrosystemtechnik sind jedoch anspruchsvolle Modifikationen hinsichtlich der Werkzeug- und Prozeßtechnik notwendig [3, 4]. Ähnliches gilt für die Adaption des Pulverspritzgießens zur Herstellung von Metall- bzw. Keramikmikrostrukturen [5, 6].

2. Mikrospritzgießen von Kunststoffteilen

2.1 Werkzeug- und Prozeßtechnik

Bereits vor über zehn Jahren wurde am Forschungszentrum Karlsruhe in Kooperation mit der Industrie das Spritzgießen für erste mikrostrukturierte Kunststoffteile entwickelt. Die gegenüber dem konventionellen Spritzgießen wichtigsten Innovationen bestanden zum einen in der Evakuierung der Werkzeuge, um Kompressionsdefekte in den Sacklöchern der mikrostrukturierten Formeinsätze zu verhindern. Zum anderen erwies es sich als erforderlich, während des Abformprozesses einen Temperaturzyklus im Werkzeug zu fahren, um einerseits eine ausreichende Fließfähigkeit des Kunststoffes während der Formfüllung zu erhalten und andererseits eine ausreichende mechanische Festigkeit für eine sichere Entformung der abgekühlten Formteile zu gewährleisten.

Daneben wurden bewährte Peripheriegeräte wie z.B. automatische Granulatzufuhr und Teilentnahme aus dem konventionellen Spritzgießen in die Mikroabformung übernommen. Jüngster Fortschritt in der Spritzgießentwicklung am Forschungszentrum Karlsruhe ist der weltweit erste Einsatz einer vollelektrischen Spritzgießmaschine (Elektra E50 der Fa. Ferromatik Milacron, Malterdingen) zur Abformung von Mikrostrukturen. Durch die Ausführung der Bewegungsabläufe mittels Elektromotoren wird mit derartigen Spritzgießmaschinen neben einer signifikanten Energieeinsparung sowie einer Senkung des Geräuschpegels vor allem eine deutlich höhere Reproduziergenauigkeit erreicht.

2.2 Reduzierung der Zykluszeit

Als Folge des beschriebenen Temperaturzyklus sind die Abformzeiten beim Mikrospritzgießen verglichen mit denen des konventionellen Spritzgusses ausgesprochen lang. Einer Reduzierung der Zykluszeit zur Verbesserung der Wirtschaftlichkeit bei der Mikrofertigung kommt daher eine entscheidende Rolle zu. Wie Abb. 1 zeigt, sind hierbei in den letzten Jahren signifikante Fortschritte erzielt worden. So konnten durch neue Werkzeugtemperierkonzepte mit einer elektrischen Werkzeugheizung der Aufheizvorgang beschleunigt werden. Damit wurden für mikrostrukturierte Kunststoffteile mit einem Aspektverhältnis von 14 bzw. minimalen Strukturdetails von 1 µm (vgl. Abb. 5) Zykluszeiten unter 5 Minuten erreicht werden. Hierbei wird beispielsweise während des gesamten Spritzgießzyklus der äußere

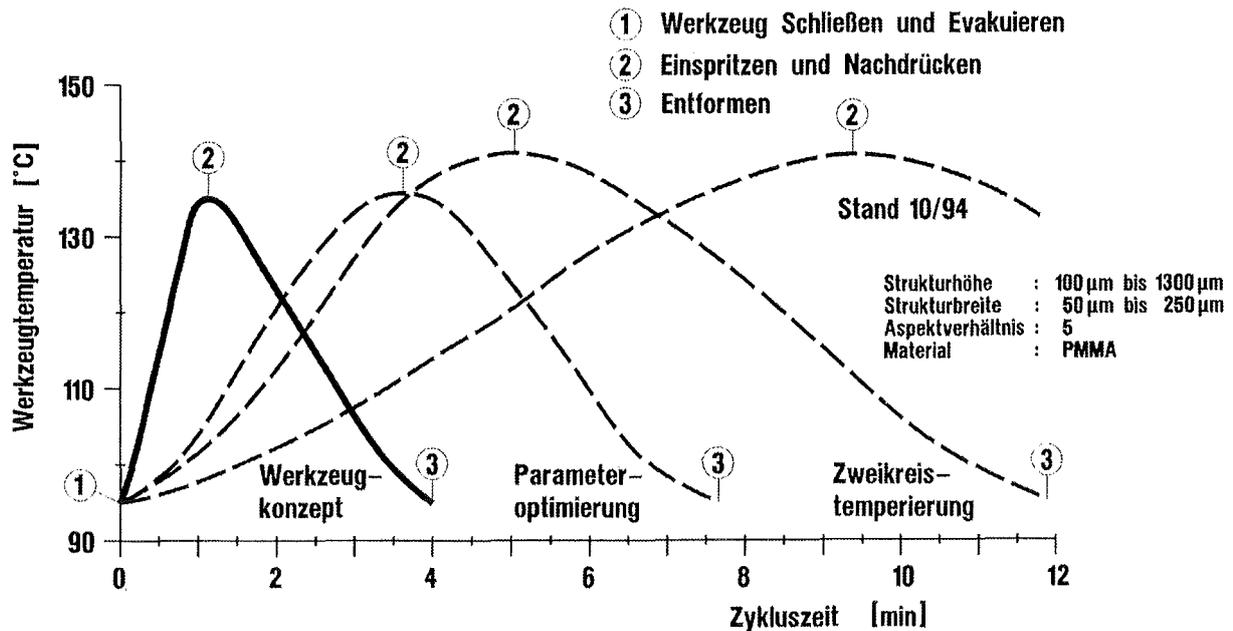


Abb. 1: Reduzierung der Zykluszeit von über 12 Minuten (Stand 10/94) auf derzeit unter 5 Minuten (durchgezogene Kurve) beim Spritzgießen von PMMA-Teststrukturen; Zweikreistemperierung 1995; Parameteroptimierung 1996; neues Werkzeugkonzept mit elektrischer Heizung 1997.

Bereich des Werkzeuges, der das Führungssystem enthält, durch Öltemperierung [7] auf dem Temperaturniveau in der Nähe der Entformungstemperatur gehalten. Der innere Werkzeugbereich, in dem sich die mikrostrukturierten Formeinsätze befinden, wird durch Heizpatronen mit insgesamt 6000 Watt elektrischer Leistung vor dem Einspritzen des Kunststoffes beheizt. Durch Regelung der Leistung der einzelnen Heizstäbe wird erreicht, daß innerhalb zweier Formeinsätze mit jeweils einer mikrostrukturierten Stirnfläche von $20 \times 60 \text{ mm}^2$ die Temperaturdifferenz vor dem Einspritzen der Formmasse kleiner 2 K beträgt.

Die geringe Größe der abzuförmenden Mikrostrukturen erlaubt neben dem Einsatz von Mehrfachwerkzeugen auch die Anordnung einer relativ großen Zahl von Kavitäten pro Formeinsatz, so daß die Zykluszeit pro Bauteil nur wenige zehn Sekunden betragen kann. Somit stellt das Mikrospritzgießen bereits heute ein serientaugliches, von einer Reihe von Unternehmen genutztes und wirtschaftliches Herstellungsverfahren dar.

2.3 Simulationen zum Mikrospritzgießen

Die Optimierung des Spritzgießparameter, insbesondere die Formmasse- und Werkzeugtemperaturen, hinsichtlich Formfüllung und Zykluszeit wird durch Simulationsrechnungen mit dem Computerprogramm MOLDFLOW untersucht. Bei MOLDFLOW handelt es sich um ein 2,5-dimensionale Finite-Elemente-Simulationspro-

gramm, bei dem die Geometrie eines Bauteils durch einfache Flächenelemente angenähert wird, denen eine Dicke zugewiesen wird. Durch die geringen Bauteilabmessungen im Mikrometerbereich ergibt die numerische Behandlung mit dem Rechenprogramm unter Einsatz traditioneller Spritzparameter sehr hohe Schergeschwindigkeiten, die experimentell zu Materialschäden führen würden. Hingegen konnte nach einer anfänglichen Programmadaptation auf mikrotechnische Anforderungen Bauteilabmessungen von minimal 3 µm Wandstärke und einem Aspektverhältnis von bis zu 100 vollständig gefüllt simuliert werden.

Im Rahmen des ESPRIT-Projektes IMICS [8] wurden Mikroturbinengehäuse aus PMMA mit 2,5 mm Außendurchmesser spritzgegossen. Sie bestehen aus mehreren Kammern mit kleinsten Wanddicken von 0,115 mm und sind stirnseitig mit mehreren Bohrungen für Durchflußleitungen versehen. Anhand von computersimulierten Füllstudien konnte gezeigt werden, daß sich durch optimale Auslegung und Balancierung eines Anguß- und Verteilersystems Zykluszeiten für die Gehäuseabformung drastisch verkürzen lassen. Füllstudien zum Spritzgießen von gleichzeitig acht bzw. 16 Turbinengehäusen haben gezeigt, daß nach Füllung des Anguß- und Verteilersystems (innerhalb einer Sekunde) die vollständige Formfüllung aller Turbinengehäuse nach weiteren 50 Millisekunden erreicht werden kann (s. Abb. 2). Es wurde eine theoretische Schergeschwindigkeit von über 50.000 $1/s$ ermittelt, die an der

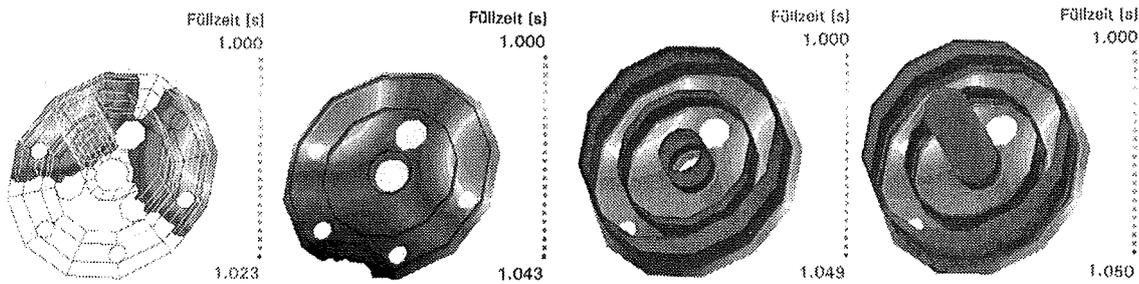


Abb. 2: Füllstudie zum Spritzgießen von Mikroturbinengehäusen mit dem Softwarepaket MOLDFLOW.

Grenze zur Materialschädigung liegt [7]. Die Ergebnisse der Simulation flossen in das Design der Formeinsätze und die Spritzparameter für die Turbinengehäuse mit ein. Die Turbinengehäuse wurden inzwischen im Rahmen einer Kleinstserie auf einer Trägerschicht erfolgreich spritzgegossen, durch Präzisionsstirnplanfräsen [9] der Trägerschicht vereinzelt und im Rahmen erster Experimente durch Mikroguß erfolgreich in Gold-, Palladiumlegierungen und Aluminiumbronzen kopiert [10].

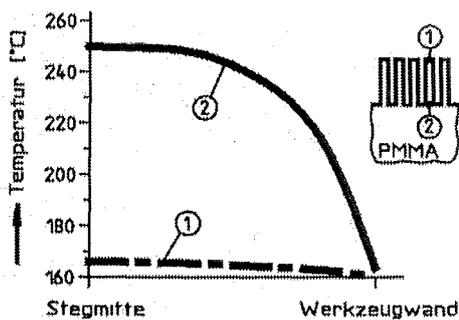


Abb. 3: Temperaturverlauf innerhalb einer 20 µm breiten und 130 µm hohen Stegstruktur direkt nach dem Einspritzen. Der Temperaturverlauf über die Stegbreite zeigt deutlich am Stegfuß „2“ an der Trägerplatte einen Gradienten zwischen der Formmassen- (250°C) und der Formeinsatztemperatur (160°C); die Stegspitze „1“ weist über die gesamte Stegbreite bereits nahezu Formeinsatztemperatur auf.

Eine weitere Simulationsaufgabe befaßte sich mit dem Spritzgießen eines Arrays von Kunststoffstegen, die aus mikromechanisch gefertigten Formeinsätzen abgeformt wurden. Dazu weisen die Formeinsätze mehrere Millimeter lange Grabenstrukturen mit planparallelen Wänden auf mit minimalen Breiten von 20 µm bei einer einheitlichen Grabentiefe von 130 µm. Beim Spritzgießen werden die Grabenstrukturen der Formeinsätze zu Kunststoffstegen gleicher Breite invertiert, die sich auf einer 1,3 mm dicken Kunststoffträgerplatte befinden, die gleichzeitig mit den Mikrosteinen abgeformt wird.

Berechnungen mit MOLDFLOW haben gezeigt, daß eine vollständige Formfüllung der nur 20 µm schmalen Stegstrukturen nur dann zu erreichen ist, wenn die Formmasse und die Formeinsätze deutlich über der No-flow-Temperatur amorpher Kunststoffe erwärmt sind. Für PMMA mit einer Glasübergangstemperatur von 105 °C und einer No-flow-Temperatur von 150 °C bedeutet dies, daß die auf 250 °C temperierte Formmasse in die Kavitäten des zur vollständigen Formfüllung auf mindestens 160 °C geheizten, evakuierten Formeinsatzes eingespritzt wird. Die Spritzgießversuche bestätigten darüber hinaus, daß bedingt durch die geringe Wandrauheit der Formeinsätze bereits bei einer Formeinsatztemperatur von 90 °C die Mikrostrukturen fehlerfrei entformt werden können, obwohl PMMA oberhalb von 80 °C ein überwiegend plastisches Werkstoffverhalten aufweist.

3. Anwendungsbeispiele

Aufgrund des hohen Potentials der Mikrospritzgießtechnik für die Serienfertigung wird bereits heute eine Fülle von Komponenten für Mikrosysteme nach diesem Verfahren hergestellt. Neben den schon an anderer Stelle berichteten Anwendungsfällen [2, 3, 4] wie z.B. Gehäuse für Mikroturbinen oder Komponenten für Mikroanalyse-systeme sind in jüngster Zeit weitere Beispiele hinzugekommen:

Für biochemische Anwendungen wurden Kanalstrukturen (z.B. für die Blutanalytik) aus PMMA und Zellcontainer-Strukturen neben PMMA neuerdings auch aus PC durch Spritzgießen hergestellt (Abb. 4). Im Rahmen von aktuellen Arbeiten im Strategischen Anwendungsfeld Mikrooptik wurden NIR-Spektrometerbausteine mit kleinsten Strukturdetails von 1 µm und mikrooptische Bänke (Duplexerbausteine) aus PMMA spritzgegossen (Abb. 5). Ein Beispiel für mikrofluidische Bauteile, die aus Hochleistungsthermoplasten wie PSU oder PEEK (letzteres mit Zykluszeiten von ca. 2 Minuten) hergestellt werden, zeigt die Abbildung 6.

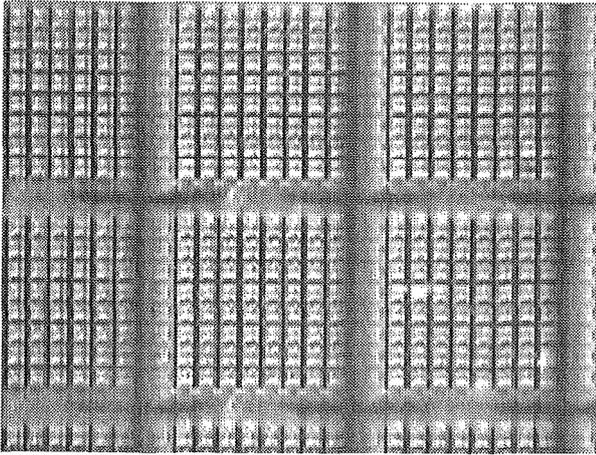


Abb. 4: Array von spritzgegossenen Zellcontainern ($300 \times 300 \times 300 \mu\text{m}^3$) aus PMMA. Die Netzabstände der inneren Lochstrukturierung betragen ca. $40 \mu\text{m}$, wobei sich die Löcher in der Tiefe auf unter $10 \mu\text{m}$ verjüngen. [9].

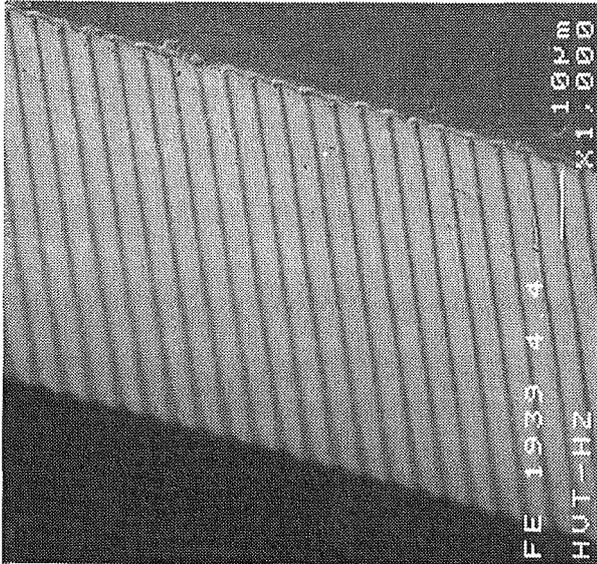


Abb. 5: Ausschnitt des $145 \mu\text{m}$ hohen Gitters eines NIR-Spektrometerbausteins, spritzgegossen aus PMMA mit minimaler Zahnstufe unter $1 \mu\text{m}$ [11].

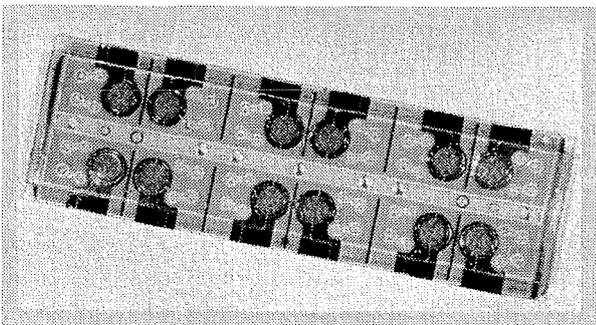
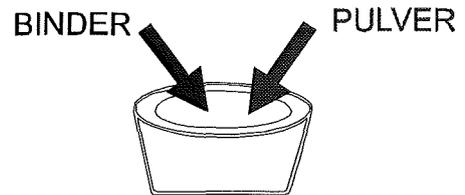


Abb. 6: Array a'12 Mikropumpen mit spritzgegossenen Gehäusen aus PSU vor der Montage der fluidischen und elektrischen Schnittstellen und Vereinzelung [9, 12].

4. Mikro-Pulverspritzgießen

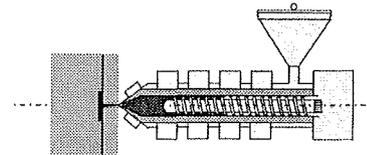
Zu den industriell etablierten Sonderverfahren der Spritzgießtechnik zählen u.a. das Metall- bzw. Keramikpulverspritzgießen (MIM=Metal Injection Molding, CIM=Ceramic Injection Molding). Diese Verfahren bieten insbesondere bei der Produktion komplexer und endkonturnah geformter Bauteile in großen Serien wirtschaftliche Vorteile. Die Adaption dieser Prozeßtechnik auf die speziellen Anforderungen und Dimensionen des Mikrospritzgießens stellt daher ein wichtiges Forschungsziel der Werkstoffprozeßtechnik am Forschungszentrum Karlsruhe dar [5, 6].

1. Feedstock Aufbereitung



Mischen; Kneten; Extrudieren

2. Spritzgießen



3. Entbindern und Sintern

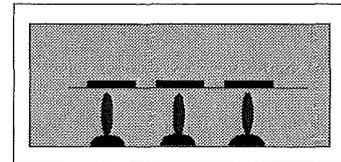


Abb. 7: Schematischer Verfahrensablauf der Pulverspritzgießtechnik

Der Verarbeitungsprozeß (siehe Abb. 7) läuft folgendermaßen ab: zunächst wird das Metall- bzw. Keramikpulver mit einem polymeren Binder soweit versetzt, daß die vermischte Masse (Feedstock) thermoplastisch verarbeitbar wird. Damit erfolgt die Formgebung zum sogenannten Grünling mittels Spritzgießen. In einem weiteren Prozeßschritt wird der Binder wieder entfernt, was meist durch Ausschmelzen, in einigen Fällen aber auch durch Auslösen oder Pyrolyse geschieht. Anschließend wird der nun (nahezu) polymerfreie Pulververbund zum fertigen Metall- bzw. Keramikbauteil gesintert.

Zur Entwicklung des Mikro-Pulverspritzgießens (Micro-MIM bzw. Micro-CIM) wurden zunächst geeignete Pulver/Bindersysteme ausgesucht, wo-

bei auf kommerziell erhältliche Materialien zurückgegriffen werden sollte. Die Wahl der Füllstoffe fiel auf ein relativ weiches Carbonyleisenpulver der BASF AG mit einer mittleren Partikelgröße von 4,5 µm und als Keramikpulver ein Aluminiumoxid mit einer deutlich kleineren mittleren Partikelgröße von 0,6 µm. Als Binder kommen ein Olefin-basiertes System von Hoechst (Hostamont) und ein Polyacetalbinder der BASF (Catamold) zum Einsatz. Die Mischungsverhältnisse von Pulvern und Bindern wurden den spezifischen Anforderungen des Mikrospritzgießens angepaßt und ergaben in bisherigen Versuchen gegenüber dem konventionellen Pulverspritzgießen relativ hohe Bindergehalte in den Feedstocks.

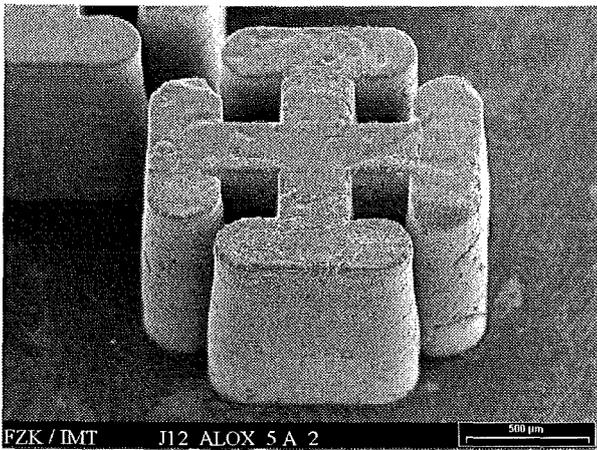


Abb. 8: CIM-Grünling (Aluminiumoxidpulver mit Binder auf Olefinbasis) unmittelbar nach dem Spritzgießen und vor dem Entbindern und Sintern.

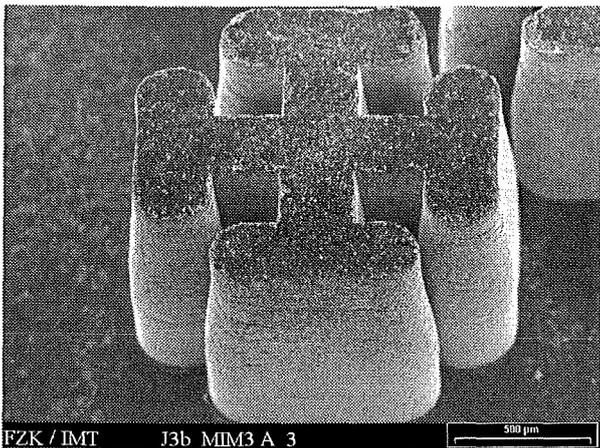


Abb. 9: MIM-Grünling (Carbonyleisenpulver mit Binder auf Olefinbasis).

Für die Spritzgießversuche wurden ein mikromechanisch gefertigter Formeinsatz, welcher Steg-Teststrukturen mit einem maximalen Aspektverhältnis von 4,8 trägt [5], und ein LIGA-Formeinsatz mit verschiedenen Zahnradstrukturen und einem maximalen Aspektverhältnis von

14 verwendet. Durch Analyse der Feedstocks im Dilatometer und durch Differential-Kalorimetrie-Messungen (DSC) konnten erste Orientierungswerte für die Entbinderungs- und Sinterversuche gewonnen werden.

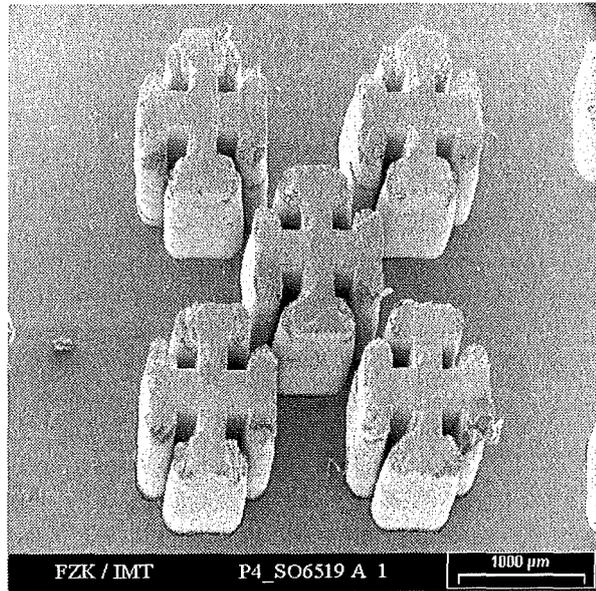


Abb. 10: MIM-Steg-Teststrukturen aus Carbonyleisen nach dem Entbindern und Sintern.

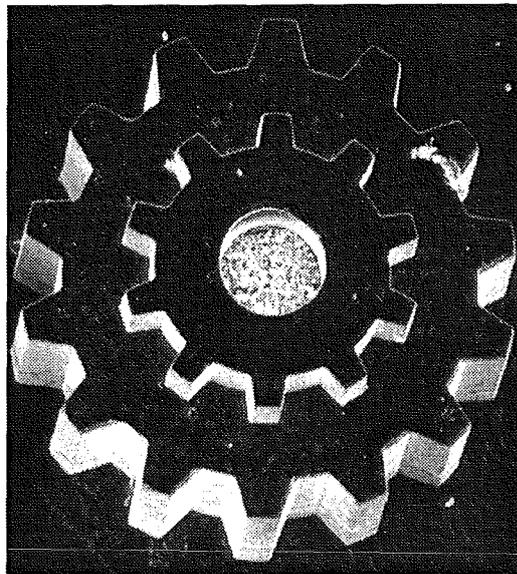


Abb. 11: MIM-Grünling: LIGA-Zahnradstrukturen (Carbonyleisenpulver und Binder auf Polyacetalbasis).

Die Ergebnisse der Spritzgießversuche sowie der anschließenden Entbinderungs- und Sinterschritte sind auf den REM-Abbildungen 8 bis 11 exemplarisch dargestellt. Es ist zu beachten, daß infolge des Verdichtungsprozesses des Pulvers beim Sintern zu einem massiven Teil die Abmessun-

gen der gesinterten Formteile ca.15 % geringer sind als die der spritzgegossenen Grünlinge.

Wie die Abbildungen 8, 9 und 11 belegen, ist das Spritzgießen in mikrostrukturierte Formeinsätze auch mit MIM- bzw. CIM-Feedstocks möglich. Insbesondere die mit Polyacetal-Binder-Systemen hergestellten Grünlinge zeigen eine hohe Abformgenauigkeit (Abb. 11). Problematisch stellt sich derzeit noch die Qualität der Strukturen nach dem Entbindern und Sintern dar, was sich vor allem an Kanten und Ecken erkennen läßt (Abb. 10). Hier Verbesserungen zu erzielen ist zentraler Bestandteil aktueller Arbeiten. Die realen Dichten der fertig gesinterten Teile betragen etwa 97 % der theoretischen Werte und liegen damit auf dem Niveau der makroskopischen Pulverspritzgießtechnik.

5. Ausblick

Die Weiterentwicklung der Mikrospritzgießtechnik besonders hinsichtlich einer Erweiterung ihrer Einsatzmöglichkeiten für vielfältige Anwendungsbereiche stellt eine elementare Zielsetzung am Forschungszentrum Karlsruhe im Rahmen der Mikrosystemtechnik dar. Wie bereits in der Vergangenheit steht dabei die Verbesserung der Wirtschaftlichkeit im Mittelpunkt, wobei zukünftig durch neue Werkzeug- und Formeinsatzkonzepte vor allem eine Minimierung des Nachbearbeitungsaufwandes mikrostrukturierter Teile und Mikroteile angestrebt wird. Eine Erweiterung der verfügbaren Materialpalette wird durch bedarfsorientierte Verwendung neuer Kunststoffe sowie Ertüchtigung des Mikro-Pulverspritzgießens zu einem serientauglichen Verfahren erfolgen.

6. Danksagung

Für die finanzielle Unterstützung unserer Forschungsarbeiten danken wir besonders der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG), dem Land Baden-Württemberg und dem BMBF. Ferner bedanken wir uns bei den Unternehmen microParts GmbH, Schunck Sintermetalltechnik GmbH, BASF AG, Hoechst AG, Otto Männer GmbH und Ferromatik Milacron GmbH für ihre wertvolle Unterstützung und bei unseren Kollegen im Forschungszentrum Karlsruhe für Ihre wertvollen Beiträge.

Literatur:

- [1] Fahrenberg, J.: „Entwicklung und Einsatz von Produktionsverfahren im Rahmen von Verbundprojekten“; (dieser Tagungsband).
- [2] Wechsung, R.: „Mikrostrukturprodukte aus Metallen, Kunststoffen und Keramik“; Sensor, Report 1 (1993) 156.
- [3] Nöker, F.: „Perspektiven und Möglichkeiten des Spritzgießens in der Mikrotechnik“, Fachtagung Hochleistungsspritzgießen, Süddeutsches Kunststoff-Zentrum Würzburg (1995).
- [4] Plotter, V.; Hanemann, T.; Ruprecht, R.; Haußelt, J.: „Injection Molding and related Techniques for Fabrication of Microstructures“, J. Microsystem Technologies 64, (1997), pp. 129-133.
- [5] Plotter, V.; Hanemann, T.; Ruprecht, R.; Thies, A.; Haußelt, J.: „New developments of process technologies for microfabrication“, SPIE-Vol. 3223, (1997), pp. 91-99.
- [6] Ruprecht, R.; Benzler, T.; Hanemann, T.; Müller, K.; Konys, J.; Plotter, V.; Schanz, G.; Schmidt, L.; Thies, A.; Wöllmer, H.; Haußelt, J.: „Various replication techniques for the manufacturing of metal micro structures“ HARMST 97, Madison, (1997), J. Microsystem Technologies, Vol. 4, No. 1, Dec. (1997), pp. 28-31.
- [7] Norajitra, P.; Haußelt, J.; Müller, K.; Ruprecht, R.: „Computersimulation zur Verbesserung der Wirtschaftlichkeit beim Spritzgießen von Kunststoffmikrostrukturen“; Tagung Werkstoffwoche 96, Symposium 8, Herausgeber: Hirsch, J.; DGM-Informationsgesellschaft-Verlag, (1997), S. 279-284.
- [8] Ruzzi, A.; Fahrenberg, J.; Mohr, J.; Müller, M.; Wallrabe, U.: „Mikrokomponenten für einen Herzkatheter: Fräser, Mikroturbine und Positioniereinheit“; (dieser Tagungsband).
- [9] Fichtner, M.; Linder, G.; Schaller, T.: „Komponenten für die Mikroverfahrenstechnik“; (dieser Tagungsband).
- [10] Wöllmer, H.; Haußelt, J.; Müller, K.; Ruprecht, R.: „Feingießen in der Mikrotechnik“; (dieser Tagungsband).
- [11] Mohr, J.: „Mikrooptik für Anwendungen in der Telekommunikation und Prozeßanalytik“; (dieser Tagungsband).
- [12] Ahrens, R.; Bacher, W.; Hagena, O. F.; Martin, J.; Schomburg, W.K.: „Mit dem AMANDA-Prozeß gefertigte Mikropumpen, Druck- und Flußsensoren“; (dieser Tagungsband).

Herstellung von Kunststoffmikrostrukturen für die Mikrooptik und Mikrosensorik durch Heißprägen

M. Hecke, W. Bacher

Institut für Mikrostrukturtechnik

Zusammenfassung

In diesem Artikel soll gezeigt werden, daß das Heißprägeverfahren besonders gut geeignet ist, um anspruchsvolle Mikrostrukturkomponenten, beispielsweise mikrooptische Bauelemente oder mikro-mechanische Sensoren zu fertigen. Die Kunststoffmikrostrukturierung durch Heißprägen liefert wegen der variabel gestaltbaren Prozeßführung vor allem bei optische Komponenten sehr gute Ergebnisse. Im Bereich der Mikrosensorik liegt der Vorteil des Heißprägens darin, daß durch positioniertes Abformen auf vorstrukturierten Substraten eine Verbindung zwischen Sensorelement und Signalverarbeitung hergestellt werden kann. Anhand einiger Komponenten aus Mikrooptik und Mikrosensorik sollen diese Vorteile des Heißprägeverfahrens demonstriert werden.

1 Einleitung

Mikrooptik und Mikrosensorik sind zwei wichtige Anwendungsgebiete der Mikrosystemtechnik, wie auch die Auswahl der Beiträge zu diesem Statuscolloquium zeigt. Auf diesen Gebieten werden die entwickelten Komponenten für industrielle Anwendungen zunehmend interessanter, insbesondere, wenn auch Wege zu einer Herstellung in großen Stückzahlen und reproduzierbarer Qualität aufgezeigt werden können.

Für die Massenfertigung unter wirtschaftlichen Bedingungen bedient man sich heute im Prinzip zweier Technologien:

Auf der einen Seite steht eine immer leistungsfähigere Großserienfertigung mit immer kürzeren Taktzeiten im Bereich der Kunststoffabformung durch Spritzgießen, wie sie z.B. aus der CD-Fertigung oder der Produktion von Autozubehör bekannt ist.

Die Siliziumtechnik auf der anderen Seite entwickelt massiv parallele Fertigungstechniken mit dem Trend zu immer größeren Waferformaten bei kleiner werdenden Leiterbahnbreiten.

Bei der Herstellung mikromechanischer Produkte stößt die Siliziumtechnik an ihre Grenzen, wenn hohe Mikrostrukturen oder Aspektverhältnisse $\gg 1$ gefordert werden oder wenn Sensor- oder Aktorprinzipien realisiert werden sollen, die andere Materialien als einkristallines Silizium erfordern. Das ist beispielsweise bei vielen mikrooptischen Bauteilen aus speziellen Kunststoffen gegeben oder bei elektromagnetischen Aktoren oder Aktoren aus Formgedächtnislegierungen, wo Metalle bzw. Legierungen strukturiert werden müssen. Für die Herstellung hoher Mikrostrukturen mit parallelen Strukturwänden, großem Aspektverhältnis und sehr geringer Oberflächen-

rauigkeit aus Kunststoffen und Metallen bietet das LIGA-Verfahren deutliche Vorteile [1].

LIGA-Komponenten aus Kunststoffen können in großen Stückzahlen durch Kunststoffabformung hergestellt werden. Die dafür benötigten Abformwerkzeuge sind LIGA-Produkte mit der für dieses Verfahren typischen Strukturqualität. Die Abformtechnik muß unter dem Gesichtspunkt ausgewählt werden, diese Strukturqualität auch in dem abgeformten Kunststoffteil bzw. in der daraus durch einen weiteren Galvanikschritt hergestellten Metallmikrostruktur zu erhalten. Gleichzeitig muß das Abformverfahren eine wirtschaftliche Produktionsweise erlauben [2].

2 Kunststoffabformung

Generell müssen bei der Abformung von LIGA-Mikrostrukturen einige Besonderheiten im Unterschied zur Herstellung selbst so anspruchsvoller Komponenten wie der CD beachtet werden. Aus dem hohen Verhältnis von Strukturhöhe zur Wanddicke (Aspektverhältnis) ergibt sich ein großes Verhältnis von Fließlänge zu Wanddicke. Wegen der großen Oberfläche im Vergleich zu ihrem Volumen sowie Wanddicken von oft nur wenigen Mikrometern erfolgt ein schneller Wärmeaustausch zwischen Formmasse und Werkzeug, wodurch der über seine Glasübergangstemperatur erwärmte Kunststoff schnell die Temperatur des Formeinsatzes annimmt. Aus diesem Grund muß der Formeinsatz ebenfalls erwärmt werden.

Zur vollständigen Befüllung der Mikrostrukturen des Formeinsatzes muß das Werkzeug evakuiert werden, da der Formeinsatz bereits beim Benetzen seiner Stirnfläche mit Formmasse von der

übrigen Werkzeugkavität abgetrennt wird und nicht mehr entlüftet werden kann.

Nachdem der Formeinsatz vollständig mit Kunststoff befüllt ist, wird die Temperatur erniedrigt bis zu einer Temperatur, bei der der Kunststoff eine ausreichende mechanische Festigkeit aufweist. Dann erst ist eine Entformung, d.h. eine Trennung von Formeinsatz und abgeformten Teil, möglich. Der Temperaturzyklus, dem der Kunststoff und das Abformwerkzeug unterliegen, beeinflusst entscheidend die Herstellungsgeschwindigkeit und damit die Wirtschaftlichkeit des Verfahrens.

3 Heißprägen

Wichtiger als die Verkürzung der Zykluszeiten ist jedoch vielfach die Qualität der abgeformten Produkte. Durch die geringen Abmessungen der Werkzeuge und Bauteile ergeben sich beim dynamischen Prozeß der Abformung hohe Gradienten einiger Variablen, die negative Auswirkungen auf die Güte der Produkte haben können.

So werden bei zu hohen Kühlraten innere Spannungen im Polymermaterial induziert oder eingefroren. Solche innere Spannungen führen bei optischen Bauteilen möglicherweise zu Streuzentren, die vermieden werden müssen.

Eine andere Ursache für innere Spannungen und Inhomogenitäten sind Fließfronten im Polymer. Diese sind um so ausgeprägter, je mehr Material über größere Strecken in der Form fließt.

Vor allem unter diesem Gesichtspunkt bietet die Vakuum-Heißprägetechnik Vorteile gegenüber dem Spritzgießen bei der Herstellung von Mikrobauteilen mit sehr feinen Strukturelementen wie freistehenden Säulen oder langen, dünnen Wänden im Formeinsatz oder bei mikrooptischen Komponenten [3]. Beim Heißprägen können Druck und Geschwindigkeit, mit denen der Formeinsatz in das Polymer gedrückt wird, exakt geregelt werden. Wenn eine homogene Materialverteilung erreicht werden muß, ist es zusätzlich vorteilhaft, das Polymer in Form einer Folie einzusetzen, wobei die Dicke der Folie in der Größenordnung der Strukturhöhe der Mikrostrukturen liegt.

Wegen der geringen Lateralabmessungen der Mikrostrukturen können sehr hohe Fließgeschwindigkeiten in den schmalen Kanälen des Formeinsatzes auftreten, die im Extremfall zum Bruch von Polymerketten führen, was infolge unterschiedlicher Molekulargewichtsverteilung Qualitätseinbußen bei den optischen Strukturen zur Folge hat. Solche unerwünschten Effekte können beim Prägen durch die erreichbaren geringen Umformgeschwindigkeiten (im Bereich von $\mu\text{m}/\text{sec}$) vermieden werden.

Insgesamt ist für die Qualität der Bauteile eine Prozeßführung möglichst nahe am thermischen Gleichgewicht wünschenswert. Voraussetzung dafür ist eine hochpräzise Regelung von Prägeschwindigkeit und Temperatur. Damit ist der Spielraum für eine Zykluszeitverkürzung durch Beschleunigung des Umformprozesses und der Abkühlphase sehr gering.

Für viele Anwendungen ist es vorteilhaft, wenn die Restschicht, die nach dem Prägen zwischen Substrat und Formeinsatz verbleibt und nach dem Entformen eine unstrukturierte Trägerschicht bildet, möglichst dünn ist. Im Falle eines optischen Wellenleiters würde eine Polymer-Restschicht zu Auskoppelverlusten aus dem Wellenleiter führen. Im Falle des LIGA-Mikrospektrometers für den UV/VIS-Spektralbereich wurde der Prägeprozeß so weit entwickelt, daß keine Restschicht mehr auftritt. Dies kann nur erreicht werden, wenn die vertikale Position des Formeinsatzes sehr genau gesteuert werden kann.

Schließlich ist auch die exakte laterale Positionierung des Abformwerkzeugs bezüglich dem Substrat, auf dem geprägt werden soll, wichtig. Das gilt vor allem dann, wenn auf vorstrukturierten Substraten geprägt wird, um die geprägten Mikrostrukturen exakt positioniert zu Leiterbahn- oder Opferschichtebenen aufzubringen.



Abb. 1: Mit der von JENOPTIK Mikrotechnik und IMT gemeinsam entwickelten Heißprägemaschine HEX03eT kann auf vorstrukturierten Substraten positioniert abgeformt werden.

Alle genannten Anforderungen werden von einer modularen Heißprägemaschine erfüllt, die im

Institut für Mikrostrukturtechnik des Forschungszentrums Karlsruhe in Kooperation mit der Firma JENOPTIK Mikrotechnik, Jena, entwickelt wurde und die von JENOPTIK Mikrotechnik vermarktet wird [3-5]. Den Kern der Anlage bildet eine hochgenaue Presse (Hersteller: Firma Zwick, Ulm) mit einer Vakuumkammer und einer leistungsfähigen Temperiereinheit zum Temperieren des umzuformenden Kunststoffes (PMMA, Polycarbonat etc.) und zur Umformung bei zeitlich genau definiertem Temperatur-, Kraft- und Vakuumverlauf. Die Vakuumkammer, in der der eigentliche Umformprozeß stattfindet, ist eine Eigenentwicklung des Forschungszentrums Karlsruhe.

Abbildung 1 zeigt eine Heißprägemaschine zum positionierten Prägen, die von JENOPTIK Mikrotechnik vermarktet wird.

4 Mikrooptik

Zu den am weitesten verbreiteten optischen Elementen aus mikrostrukturiertem Kunststoff gehören Fresnellinsen und Hologramme [6]. Bei diesen Elementen handelt es sich um diffraktive Strukturen mit kleinsten Abmessungen im Nanometerbereich mit Aspektverhältnissen um 1. Die exakte Abformung solcher sehr kleinen Strukturen erfordert keine großen Kräfte, so daß für solche Anwendungen auch kleinere Prägemaschinen (z.B. Typ HEX01 von Firma JENOPTIK Mikrotechnik, Jena, mit 20 kN Preßkraft) zum Einsatz kommen.

Wichtig ist die sehr gute Oberflächenqualität, die mit LIGA-Werkzeugen in Verbindung mit dem Heißprägeverfahren erreicht werden kann.

Etwas höhere Strukturen werden für die Herstellung von Monomode-Wellenleitern gebraucht. Zur Anforderung an die optische Qualität kommt hier noch die Schwierigkeit, verschiedene Materialien mit unterschiedlichen Brechungsindizes zu verarbeiten. Die Qualität des Wellenleiters hängt dabei sehr stark von einer exakten Formgebung ab, die auch wichtig ist, um eine genaue Positionierung bei der Kopplung verschiedener optischer Elemente zu erzielen. Geringste Abweichungen führen bereits zu untragbar hohen Koppelverlusten. Zur Zeit dominieren hier noch die konventionellen Werkstoffe (Glasfasertechnik). Die Aktivitäten auf diesem Gebiet sind bezüglich der Kunststoffabformung deswegen von geringerer Bedeutung.

4.1 Kopplerstrukturen

Um verschiedene optische Elemente der Mikrooptik miteinander zu kombinieren, wie z.B. Kugellinsen und Lichtleiter, sind mikrooptische Bänke unverzichtbar. Diese Strukturen stellen höchste Anforderungen an die Maßgenauigkeit der

Haltestrukturen. Neben der Maßhaltigkeit in lateraler Richtung ist bei diesen oft gestuften Strukturen auch die Höhe wichtig. Für die Kunststofftechnik ist das wegen der hohen thermischen Ausdehnungskoeffizienten der verwendeten Materialien und damit starker Verzugsneigung eine sehr anspruchsvolle Aufgabe.

Weitere wichtige optische Komponenten sind Mikrolinsen [7-9]. Ihre Bauteilabmessungen sind im Vergleich zu üblichen Mikrobauanteilen mit mehreren hundert Mikrometern Durchmesser recht groß. Auch bei diesen Dimensionen müssen die Oberflächen von höchster Qualität sein. Für die Herstellung von Linsenformeinsätzen gibt es mehrere Ansätze. Das Problem liegt in der Herstellung der gekrümmten Linsenoberfläche. Eine Möglichkeit ist das Umschmelzen von zylindrischen LIGA-Mikrosäulen und die Weiterprozessierung zum Formeinsatz. Die LIGA-Technik erlaubt dabei ein recht freies Design. So kann zum Beispiel der Zylinderradius vom Radius der Linsenoberfläche abweichen.

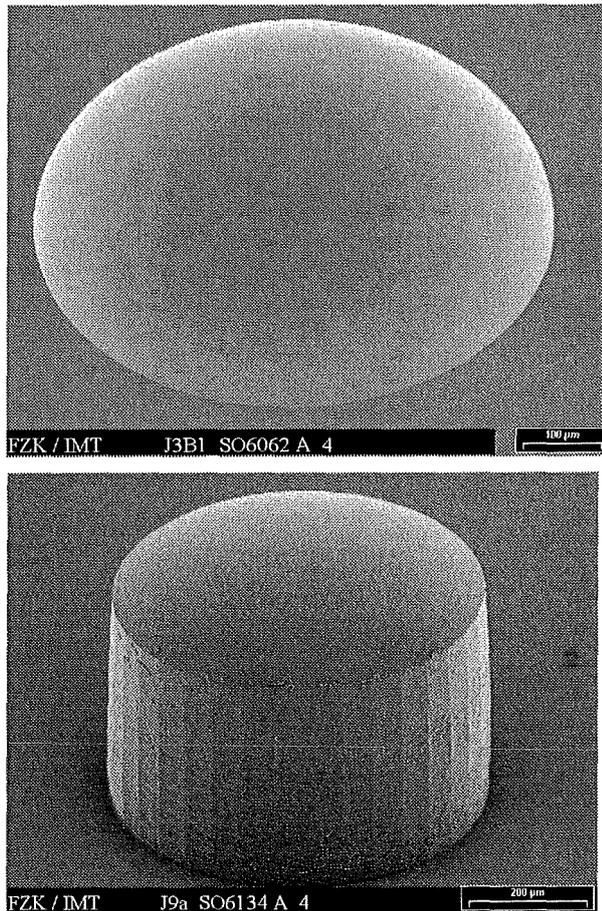


Abb. 2: Durch Heißprägen hergestellte Mikrolinsen. Der Formeinsatz kann in Silizium durch Ätzen (oberes Bild; Linsendurchmesser 600µm) oder in LIGA-Technik gefertigt werden (unteres Bild; Linsendurchmesser 340µm).

Die Abformung durch Heißprägen in Polycarbonat ergibt Mikrolinsen von sehr guter Qualität, die wegen ihrer Abbildungsgenauigkeit in Mikroobjektiven eingesetzt werden. Ähnlich gute Ergebnisse lassen sich durch Abformen mit einem Siliziumformeinsatz erzielen, in dem durch isotropes Ätzen linsenförmige Vertiefungen erzeugt wurden. Die Oberflächengüte des Siliziums bestimmt hier die Güte der Kunststofflinse.

In Abbildung 2 sind Mikrolinsen dargestellt, die durch Abformung aus einem Siliziumwerkzeug bzw. durch Umschmelzen aus einer LIGA-Mikrostruktur erhalten wurden.

4.2 Mikrospektrometer

Das LIGA-Mikrospektrometer wird erfolgreich als Produkt vermarktet. Das Herstellungsverfahren wurde am IMT bis zur Kleinserienfertigung entwickelt. Mehrere tausend Mikrospektrometerbausteine wurden hergestellt und an den Industriepartner Firma microParts, Dortmund, ausgeliefert. Inzwischen ist die Fertigungstechnik bei microParts etabliert [3,10,11].

Das LIGA-Mikrospektrometer weist eine Wellenleiterstruktur auf, in die die Funktionselemente Einkoppelschicht, selbstfokussierendes Beugungsgitter und Auskoppelschräge zur Ankopplung an eine Diodenzeile integriert sind. Damit braucht ein solches System nicht mehr justiert zu werden, was neben der Herstellung durch Kunststoffabformtechnik zu seinem günstigen Preis beiträgt.

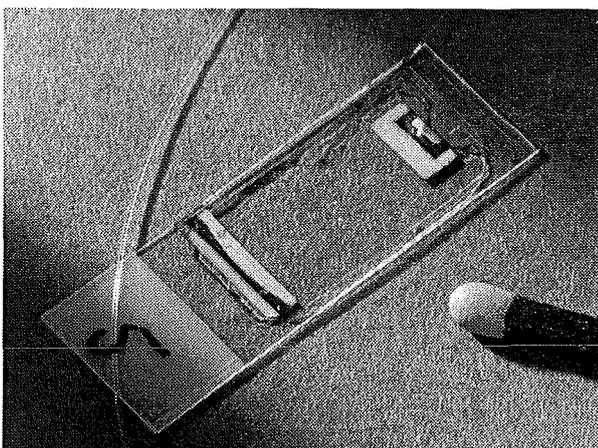


Abb. 3: Mikrospektrometer, hergestellt durch restschichtfreies Heißprägen der Kernschicht und anschließendes Verschweißen mit einer Mantelschicht.

Das Mikrospektrometer ist für den UV/VIS-Spektralbereich ausgelegt und aus drei Schichten aufgebaut, wobei die Lichtleitung in einer geprägten Kernschicht stattfindet, auf welche in einem zweiten Prozeßschritt die für die Lichtleitung nötige Mantelschicht aufgeschweißt wird. Ein wesentliches Problem ist dabei der scharfe Übergang von der strukturierten Kernschicht zur unstrukturierten Mantelschicht, um einen Lichtverlust in die Mantelschicht zu vermeiden. Für solche Aufgabenstellungen ist das Heißprägen bestens geeignet.

Abbildung 3 zeigt einen Mikrospektrometerbaustein aus der Kleinserienfertigung im IMT, der durch Prägen der Kernschicht, Verschweißen mit einer Mantelschicht und Vereinzeln hergestellt wurde.

5 Mikrosensorik

Mikromechanische Sensoren und Aktoren müssen für mikrosystemtechnische Anwendungen klein sein, um beispielsweise ganze Sensorarrays anstelle von Einzelsensoren einsetzen zu können. Die Verkleinerung darf jedoch nicht zu einem Verlust an Strukturqualität führen. Da die Leistungsfähigkeit, die im allgemeinen proportional zur Größe der Oberfläche ist, noch gesteigert werden soll, müssen bei größer werdenden Strukturhöhen die Strukturdetails immer feiner werden. Das bedeutet beispielsweise bei Kondensatorstrukturen, wie sie oft zur Erzeugung elektrischer Signale in Mikrostrukturen verwendet werden, bei gleichbleibenden Kondensatorspalten, aber größerer Strukturhöhe, daß das Aspektverhältnis wächst.

Für solche Strukturen gelten die gleichen Vorteile des Heißprägens wie bei mikrooptischen Komponenten. Zusätzlich ergibt sich die Anforderung, daß über Leiterbahnen eine elektrische Kontaktierung nach außen erfolgen muß und/oder daß eine Opferschicht eingesetzt werden muß, um frei bewegliche und starre Mikrostrukturen nebeneinander zu erzeugen. In diesen Fällen gibt es die Möglichkeit, mit dem Heißprägeverfahren auf vorstrukturierten Substraten abzuformen. Eine Leiterbahnebene stellt dann den elektrischen Kontakt her und über eine strukturierte Opferschicht ist es möglich, frei bewegliche Mikrostrukturen zu fertigen.

Die Möglichkeit der exakten Prozeßführung beim Heißprägen bezüglich Druck, Weg und Temperatur erlaubt es auch in Kunststoffschichten hineinzuprägen, die auf die Oberfläche sehr zerbrechlicher Substrate wie Keramik- oder Siliziumwafer aufgebracht sind. Je nach Anforderung muß die Positionierung von Kunststoffmikrostruktur und Leiterbahnebene mit einer Genauigkeit von einigen Mikrometern erfolgen.

5.1 Beschleunigungssensor

Eine große Herausforderung im Bereich der Mikrosensorik ist die Fertigung von LIGA-Beschleunigungssensoren [12] über den Prozeß der positionierten Kunststoffabformung [13]. Nach der auf $\pm 5 \mu\text{m}$ genau zu Opferschicht und Leiterbahnebene justierten Abformung und der Entfernung einer verbliebenen Kunststoffrestschicht durch RIE muß die so erzeugte Negativform galvanisch mit Metall aufgefüllt und schließlich die Opferschicht unter den beweglichen Teilen weggeätzt werden.

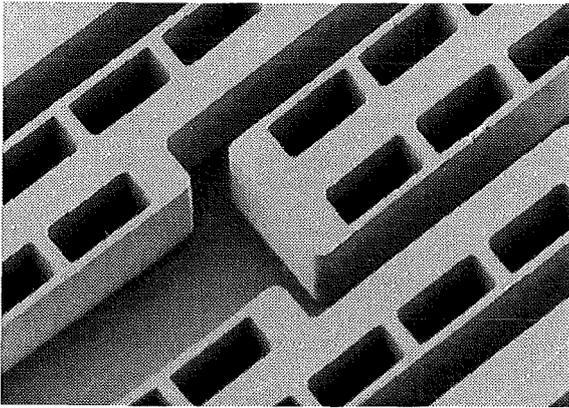


Abb. 4a: Geprägte Kunststoffform für den LIGA-Beschleunigungssensor. Schmale Stege und enge Spalte stellen hohe Anforderungen an den Heißprägeprozeß.

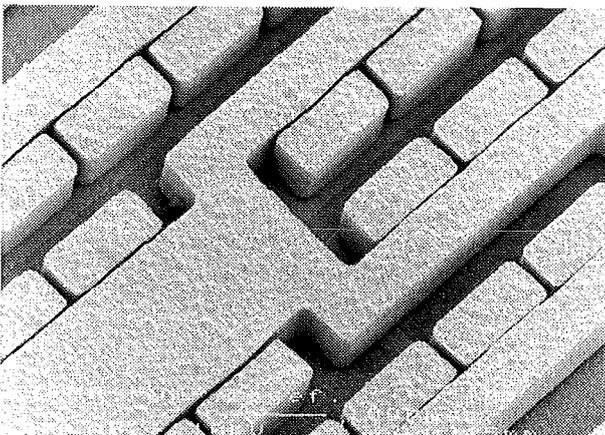


Abb. 4b: Durch Nickel-Galvanoformung aus der Kunststoffform aus Abb 4a hergestellte teilweise bewegliche metallische Mikrostrukturen des LIGA-Beschleunigungssensors.

Abbildung 4 zeigt jeweils in Ausschnitten REM-Aufnahmen der durch Prägen hergestellten Kunststoffform des Beschleunigungssensorelements und der daraus durch Nickelgalvanik hergestellten Metallstruktur.

Beim augenblicklichen Stand der Technik können auf diese Weise ca. 100 Sensorelemente gleichzeitig pro Nutzen gefertigt werden, die abschließend noch vereinzelt werden müssen.

Solch ein Prozeß kann nur dann mit einer befriedigenden Ausbeute ablaufen, wenn mit der Prägemaschine reproduzierbare Fertigungsbedingungen realisiert werden können. Dies ist der Inhalt des BMBF-Projekts PROBE (Produktion von beweglichen Mikrostrukturen). Die Projektgemeinschaft setzt sich aus einem Anlagenbauer (JENOPTIK Mikrotechnik), einem Fertigungsunternehmen (microParts) und einem Endanwender (Rieger Sensortechnik) zusammen. Das Forschungszentrum treibt die Prozeßentwicklung zur Realisierung einer Kleinserienfertigung voran.

Ein halbes Jahr vor Projektende wurde eine Heißprägemaschine mit einem integrierten hochpräzisen Justiermodul am IMT in Betrieb genommen. Die Justierung wird dabei durch ein Bildverarbeitungssystem (RUMBA) unterstützt [14].

Literatur

- [1] Bacher, W., Menz, W., Mohr, J., Müller, C., Schomburg, W.K.: „Die LIGA-Technik und ihr Potential für Mikrosysteme“, *Naturwissenschaften* **81** (1994) 536 - 545
- [2] Bacher, W., Hecke, M., Mohr, J.: „Das LIGA-Verfahren - eine Technologie zur industriellen Fertigung von Mikrokomponenten und Mikrosystemen“, *Schweizer Maschinenmarkt* **12/97** (1997) 24-29
- [3] Hecke, M., Bacher, W., Blum, H., Müller, L., Ünal, N.: „Heißprägen von Mikrostrukturen als Fertigungsprozeß“, *F&M* **105(9)** (1997) 598 - 602
- [4] Hecke, M., Bacher, W.: "Modular Molding Equipment for Quasi Monolithic Integration of Micromechanical and Microelectronic Components", *Proc. MECHATRONICS, 3rd France-Japan Congress*, Besançon, France, (1996) 501-504
- [5] Hecke, M., Bacher, W.: "Modular Hot Embossing Equipment for MEMS", *Micro-machine Devices* **2(2)** (1997) 1-3

- [6] Bacher, W., Heckeke, M., Blum, H.: „Kunststoffabformtechniken für die Fertigung mikrooptischer Komponenten“, Jahrbuch für Optik und Feinmechanik 1998, W.D. Prenzel (Hrsg.), Schiele&Schön, Berlin (1998) 256-271
- [7] Göttert, J., Müller, C., Mohr, J.: "Examples and Potential Applications of LIGA Components in Microoptics"; in: W. Ehrfeld et al. (eds.), Teubner Taschenbücher der Physik, Teubner, Stuttgart **27** (1993) 219-247
- [8] Oßmann, C., Göttert, J., Ilie, M., Mohr, J., Ruther, P.: "Fabrication of PMMA based Microlenses using the LIGA-Process", EOS Topical Meeting on Microlens Arrays, Teddington, 1997
- [9] Köhler, U., Guber, A.E., Bier, W., Heckeke, M., Schaller, Th.: "Fabrication of Microlenses by Combining Silicon Technology, Mechanical Micromachining and Plastic Molding, Sensors and Actuators **A53** (1996) 361
- [10] Hagena, O.F., Heckeke, M., Mohr, J., Bacher, W., Moritz, H., Müller, C.: „Erfahrungen beim Aufbau und Betrieb einer Kleinserienfertigung für LIGA-Spektrometer“, Forschungszentrum Karlsruhe, Wissenschaftlicher Bericht FZKA-5670 (1995) 41-44
- [11] Heckeke, M.: „Aufbau und Betrieb einer Kleinserienfertigung von LIGA-Mikrospektrometern“, Swiss Plastics **19**(6) (1997) 5
- [12] Strohrmann, M., Mohr, J., Schulz, J.: „Intelligentes Mikrosystem zur Messung von Beschleunigungen basierend auf LIGA-Mikromechanik“, Forschungszentrum Karlsruhe, Wissenschaftlicher Bericht FZKA-5561 (1995)
- [13] Both, A., Bacher, W., Heckeke, M., Ruprecht, R.: „Herstellung beweglicher LIGA-Mikrostrukturen durch positionierte Abformung“, Forschungszentrum Karlsruhe, Wissenschaftlicher Bericht FZKA-5671 (1995)
- [14] Köhler, B., Eberle, F., Heckeke, M., Rötting, O.: „RUMBA - Rechnerunterstützte Fertigung geprägter Mikrostrukturen mit digitalen Bildverarbeitungstechniken“, dieser Tagungsband

Prüftechniken zur Qualitätssicherung von Mikrostrukturen und Mikrokomponenten

M. Rohde¹⁾, C. Adelhelm¹⁾, J. Aktaa²⁾, K. Feit³⁾, H. Zimmermann¹⁾, K.-H. Zum Gahr¹⁾

¹⁾ Institut für Materialforschung I

²⁾ Institut für Materialforschung II

³⁾ Institut für Mikrostrukturtechnik

Zusammenfassung

Zur Prüfung von Mikrokomponenten und Mikrosystemen sind leistungsfähige Verfahren erforderlich, die in der Lage sind auf einer Skala von einigen Mikrometern zu prüfen und Werkstoff- bzw. Komponenteneigenschaften zu bestimmen. Zu diesem Zweck werden speziell entwickelte Prüf- und Meßmethoden angewandt, um mechanische, tribologische und thermophysikalische Eigenschaften und auch die chemische Zusammensetzung an Dünnschichtsystemen und Mikrokomponenten zu bestimmen.

1. Einleitung

Eine leistungsfähige Prüftechnik ist ein wichtiges Element in einer Kette von Maßnahmen zur Qualitätssicherung. Eine wichtige Rolle spielt dabei die Charakterisierung von Materialeigenschaften und die Prüfung von Komponenten, was den Einsatz einer ganzen Reihe von unterschiedlichen Prüfmethoden erfordert, um einerseits das Verhalten des Materials bzw. der Komponente in der Anwendung beurteilen und andererseits die Reproduzierbarkeit und damit auch die Qualität des Herstellungsprozesses überprüfen zu können. Die Ergebnisse der Eigenschaftsmessungen mit Hilfe von für Mikrosysteme und -komponenten spezifischen Prüfmethoden fließen ein in einen Optimierungsprozeß bzw. werden eingebunden in Maßnahmen zur Qualitätssicherung.

2. Prüfmethoden für die Mikrosystemtechnik

Für die Entwicklung von funktionstüchtigen Mikrokomponenten bzw. Mikrosystemen ist die Kenntnis der Materialeigenschaften auf einer Skala von wenigen Mikrometern erforderlich. Eigenschaftskennwerte, z. B. mechanische, tribologische oder thermische, die an makroskopischen, kompakten Proben ermittelt wurden, lassen sich in der Regel nicht in Mikrodimensionen übertragen. Ebenso können auch Prüfmethoden für makroskopische Systeme nicht angewendet werden auf Strukturen und Komponenten, deren Abmessungen im Bereich einiger Mikrometer liegen. Daher sind entweder neuartige Prüfverfahren zu entwickeln oder aber konventionelle Prüfmethoden anzupassen bzw. zu optimieren. Auch ist es nicht hinreichend, eine einzelne Kenngröße zu bestimmen, da in einem komplexen System Komponenten unter Umständen miteinander in einem ebenso komplizierten Wech-

selwirkungsprozess stehen. So können durch Temperaturgradienten in einem System zusätzliche mechanische Spannungen induziert werden. Umgekehrt kann über die Dissipation von mechanischer Energie durch Reibung oder auch plastische Verformung Wärme erzeugt werden, die zur lokalen Aufheizung führt. Diese thermischen Effekte können Phasenübergänge im Material bewirken, die mit drastischen Eigenschaftsveränderungen verbunden sind. Durch tribochemische Reaktionen an Oberflächen von beweglichen Komponenten können zusätzlich zu Reibungs- und Verschleißeffekten Veränderungen der chemischen Zusammensetzung hervorgerufen werden, die wiederum die mechanischen Eigenschaften beeinflussen können.

Daher ist es notwendig, die Ergebnisse einzelner Prüf- und Meßmethoden im Hinblick auf die Anwendung bzw. den Einsatzbereich einer Mikrokomponente oder eines Mikrosystems zu bewerten und auch mögliche Wechselwirkungen zu berücksichtigen. Nur der Einsatz einer Vielzahl von angepaßten Prüfmethoden gewährleistet im Zusammenspiel mit einer entsprechenden Entwicklung der Herstellungsprozesse die Funktionsfähigkeit eines Systems.

2.1 Mechanische Eigenschaften von Mikrokomponenten

Mechanische Kenngrößen wie die Festigkeit und auch das Versagensverhalten von Bauteilen werden mitbestimmt durch die bei der Herstellung erzeugten Gefüge und durch Oberflächeneigenschaften. Für Mikrokomponenten gilt dies im besonderen Maße, da bei fortschreitender Miniaturisierung das Verhältnis von Oberfläche zu Volumen ansteigt und damit auch der Einfluß der Oberfläche. Aus diesem Grund können mechani-

sche Eigenschaften wie Festigkeit, Ermüdungs- und Versagensverhalten und damit auch die Lebensdauer von Mikrokomponenten sich deutlich unterscheiden von den entsprechenden Kennwerten der Materialien in makroskopischen Abmessungen.

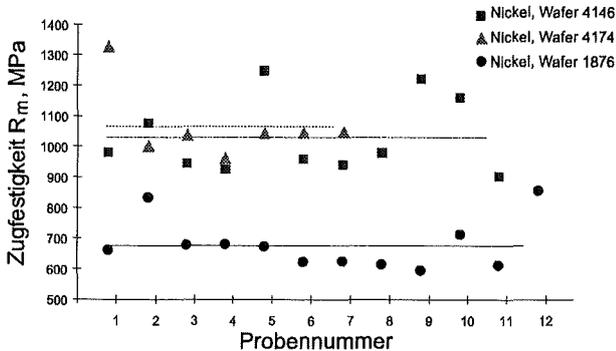


Abb. 1: Einfluß der Galvanik auf die Zugfestigkeit von Ni-LIGA-Mikrostrukturen.

Elastisch-plastische Kenndaten von metallischen oder polymeren Kompaktmaterialien, dünnen Schichten und Einzelfasern oder die Haftfestigkeit von gebondeten Drähten lassen sich durch Mikrozugversuche messen. Hierzu werden in einem neuartigen Lastrahmen speziell entwickelte Kraft- und Wegaufnehmer [1,2] sowie Einspannvorrichtungen für die Aufnahme von Mikroproben eingesetzt. Die Ergebnisse von Zugversuchen an Ni-Mikrostrukturen, hergestellt mit dem LIGA-Verfahren, zeigen deutliche Unterschiede in den Festigkeitswerten für verschiedene Probenchargen (Abb. 1). Im Vergleich zu makroskopischen Ni-Proben sind die Festigkeitswerte deutlich erhöht, während die Dehnungswerte bzw. Duktilität erniedrigt ist. Untersuchungen des Verformungsverhaltens zeigen nur einen geringen Einfluß der Dehnungsgeschwindigkeit auf die Festigkeitswerte (Abb. 2).

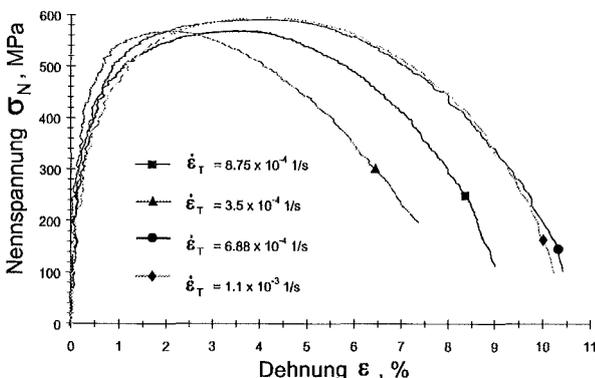


Abb. 2: Einfluß der Dehnungsgeschwindigkeit auf das Verformungsverhalten von Ni-LIGA-Strukturen unter monotoner Zugbelastung.

Neben den statischen Kenngrößen spielen die Ermüdungseigenschaften von kompakten Materialien, Dünnschichtsystemen oder Fügeverbindungen für das Langzeitverhalten von Mikrokomponenten [3] eine wichtige Rolle und ihre Messung erfordert ein spezielles Probendesign und den Mikrodimensionen angepaßte Prüftechniken. Keramische Mikroproben mit Querschnittsabmessungen von 100 Mikrometer x 100 Mikrometer werden mit speziell entwickelten Probenhalterungen im Biegeversuch hinsichtlich ihrer mechanischen Eigenschaften untersucht.

Mechanische Eigenschaften von Oberflächen können mit angepaßten Eindruckversuchen [4] gemessen werden, bei denen unter Be- und Entlastung der Verlauf der Prüfkraft und der Eindrucktiefe einer aufgesetzten Diamantspitze ermittelt wird. Aufgrund der komplizierten Verformungsverhältnisse ist die Auswertung der Eindruckexperimente mit aufwendigen Computersimulationen unter Einbeziehung empirisch ermittelter Zusammenhänge verbunden.

2.2 Reibung und Verschleiß in Mikrodimensionen

Die Funktionsfähigkeit beweglicher Mikrokomponenten wird entscheidend durch tribologische Wechselwirkungen an den relativ zueinander gleitenden Festkörperoberflächen und damit durch Reibung und Verschleiß bestimmt. Bei den für die Mikrosystemtechnik relevanten Abmessungen und bewegten Massen sind die Eigenschaften von Oberflächenstrukturen, Adsorbat- und chemischen Reaktionsschichten sowie Kapillar- und Adhäsionskräfte zusätzlich zu Massenkraften von besonderer Bedeutung [5]. Mechanismen wie Adhäsion, Abrasion, Tribochemische Reaktion und Oberflächenermüdung können zu die Lebensdauer begrenzenden, losen Verschleißteilchen, Materialüberträgen, Wärmeentwicklungen und/oder Schwingungen führen.

Da Reibung und Verschleiß keine intrinsischen Materialeigenschaften sind, sondern vom jeweiligen System abhängen, wurde ein Mikrotribometer mit der Fähigkeit zur hochauflösenden, in-situ Beobachtung, Messung und Mikroanalytik entwickelt. Mit diesem neuartigen Instrument, das sowohl Messungen an Luft als auch in der Kammer eines Rasterelektronenmikroskops unter Hochvakuum durchführen kann, wurden mikrotribologische Untersuchungen an der Formgedächtnislegierung NiTi durchgeführt. Insbesondere nickelreiches, superelastisches NiTi wird eingesetzt in der minimal invasiven Chirurgie für miniaturisierte Schneidwerkzeuge und flexible Endoskope. Gerade bei Anwendungen für medizinische Instrumente ist das Verhalten dieses Werkstoffes hinsichtlich Reibung und Verschleiß von beson-

derer Bedeutung, da die Entstehung von nickelhaltigem Abrieb nicht toleriert werden kann.

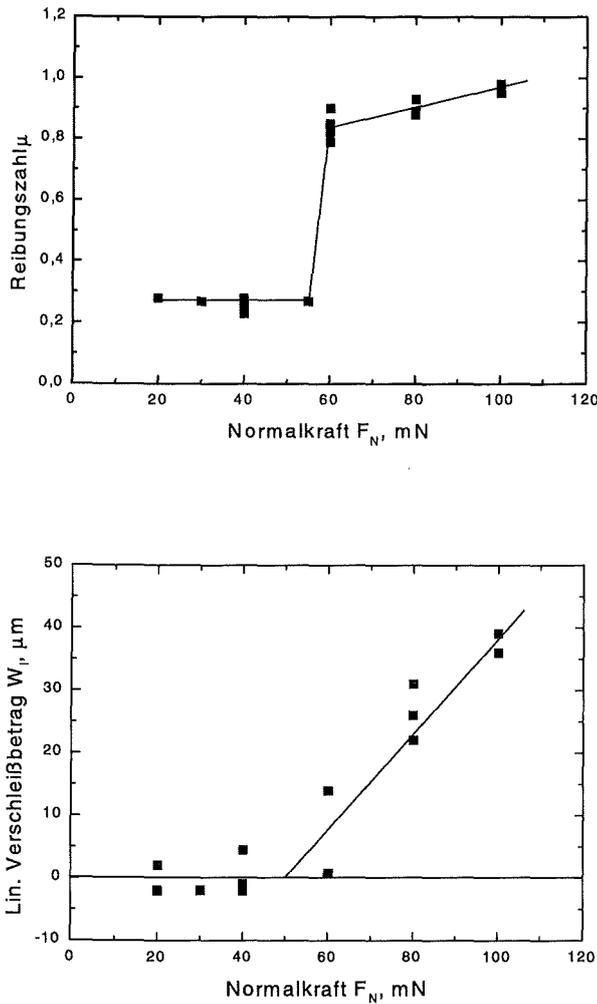


Abb. 3: Reibungszahl (Bild oben) und linearer Verschleißbetrag als Funktion der Normalkraft (Bild unten) von selbstgepaartem NiTi bei einer relativen Luftfeuchte von 50 %.

Das Reibungs- und Verschleißverhalten von selbstgepaartem NiTi (Abb. 3) bei konstanter Gleitgeschwindigkeit und einer relativen Luftfeuchte von 50 % weist einen sprunghaften Anstieg der Reibungszahl von einem niedrigen auf ein hohes Niveau oberhalb einer Normalkraft von etwa 50 mN auf [6]. Gleichzeitig steigt der lineare Verschleißbetrag deutlich an. Weitergehende Untersuchungen zeigten, daß tribooxidative Prozesse das Reibungsverhalten an Luft bei niedrigen Belastungen dominieren während bei hohen Belastungen adhäsive und abrasive Wechselwirkungen in der Kontaktfläche vorherrschen. Aus diesen Ergebnissen können wichtige Schlußfolgerungen hinsichtlich Dimensionierung und Auslegung von Instrumenten für die minimal invasive Chirurgie gezogen werden.

Neuere Entwicklungen auf der Basis der Rastersondenmikroskopie haben Möglichkeiten eröffnet Reibungs- und Verschleißmechanismen auf atomarer Skala zu untersuchen. In Abb. 4 sind Ergebnisse von Untersuchungen mit dem Rasterkraftmikroskop (AFM) an selbstgepaartem Si dargestellt [7]. Dabei wurde eine Si-Spitze (anfänglicher Spitzenradius $< 10 \text{ nm}$) über eine Fläche von $5 \times 5 \mu\text{m}^2$ mit einer Normalkraft von 70 nN bei 50 % relativer Luftfeuchte in 20 aufeinander folgenden Scans rasterartig über die polierte Oberfläche eines Si-Wafers geführt. Anschließend wurde eine den beanspruchten Oberflächenbereich überdeckende Fläche von $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ im Normal- und Parallelmode abgebildet, um mögliche Veränderungen in der Topographie bzw. der Reibungszahl feststellen zu können. In der topographischen Abbildung (oberes Teilbild) sind keine Wechselwirkungsspuren zwischen Si-Spitze und Wafer zu erkennen. Das untere Teilbild dagegen zeigt eine Erhöhung der Reibungszahl μ innerhalb der Wechselwirkungszone von $5 \times 5 \mu\text{m}^2$ um etwa 5 bis 15 %.

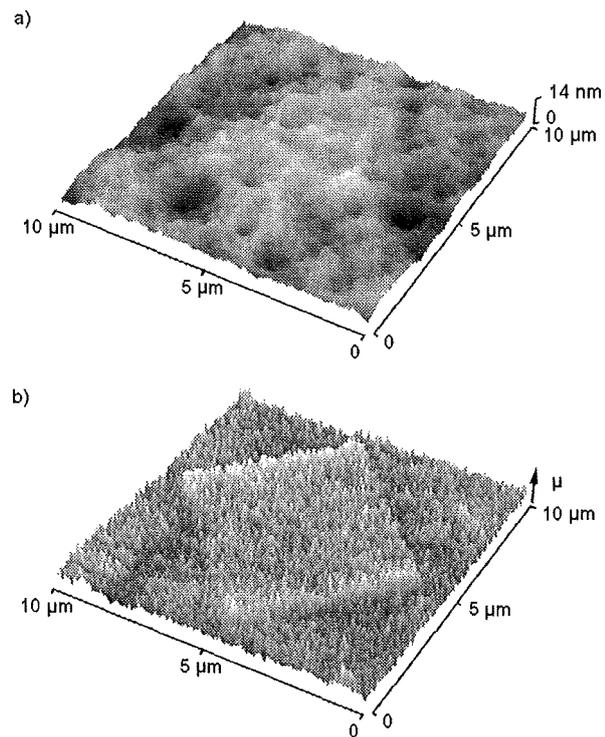


Abb. 4: Oberfläche eines Si-Wafers (100-Orientierung) aufgenommen mit dem AFM: a) Oberflächentopographie, b) im Parallelmode nach 20 überlappenden Scans mit einer Normalkraft von 70 nN an Luft mit einer relativen Feuchte von 50%.

Zum Studium struktureller Oberflächenparameter in Nanodimensionen bieten Methoden der Rastersondenmikroskopie hervorragende Möglichkeiten. Bei Kenntnis realistischer Wechselwirkungspotentiale können molekulardynamische Rechnungen das Verständnis komplexer Kontaktvorgänge an Festkörperoberflächen verbessern.

2.3 Thermophysikalische Eigenschaften

Mikrokomponenten, die thermischen Belastungen ausgesetzt sind, erfordern je nach Anwendung Maßnahmen entweder zur Ableitung der entstandenen Wärme oder auch zur thermischen Isolierung. Da thermophysikalische Eigenschaften, wie die Wärmeleitfähigkeit und die spezifische Wärmekapazität, die räumliche und zeitliche Temperaturverteilung bestimmen, ist die Messung dieser Kennwerte für Design und Optimierung solcher Komponenten erforderlich. Mit photothermischen Methoden lassen sich thermophysikalische Eigenschaften mit einer Ortsauflösung von einigen Mikrometern bestimmen [8]. Das Prinzip dieser Meßtechnik beruht auf der Anregung von sogenannten thermischen Wellen durch Absorption von Laserstrahlung, deren Intensität periodisch moduliert ist, an der Probenoberfläche. Die Stärke und die Ausbreitung dieser thermischen Wellen in das Probeninnere sind charakteristisch für die thermophysikalischen Eigenschaften der untersuchten Mikrokomponente. Die Eindringtiefe der thermischen Wellen in die Probe wird nicht allein bestimmt durch die Wärmeleitfähigkeit, sondern auch durch die Frequenz der Intensitätsmodulation des Lasers. Bei niedrigen Frequenzen ist die Reichweite der thermischen Wellen relativ groß, während sie bei hohen Modulationsfrequenzen auf Bereiche nahe der Oberfläche beschränkt bleibt. In Werkstoffen mit hoher Wärmeleitfähigkeit, wie zum Beispiel Kupfer, Aluminium oder Diamant, kann die Eindringtiefe bei kleinen Modulationsfrequenzen bis zu einigen Millimetern betragen, während sie bei gleicher Frequenz in Gläsern oder Polymerwerkstoffen mit schlechter Wärmeleitfähigkeit auf einige Mikrometer begrenzt ist. Durch das Durchstimmen der Modulationsfrequenz können mit der Meßsonde „thermische Welle“ Tiefenprofile erstellt werden. Da thermische Wellen an Defekten oder Grenzflächen gestreut werden, wobei sich deren Amplitude und Laufzeitverhalten verändert, ist es möglich, mit der entsprechenden Einstellung der Modulationsfrequenz unter die Oberfläche zu sehen und Schichtfehler, wie Delaminationen, Poren oder Einschlüsse, zu erkennen, die sich einer optischen Inspektion (Abb. 5) entziehen würden. Mit dieser Methode lassen sich mit hoher Ortsauflösung sowohl Mikrokomponenten als auch ein- und mehrlagige Dünnschichten untersuchen.

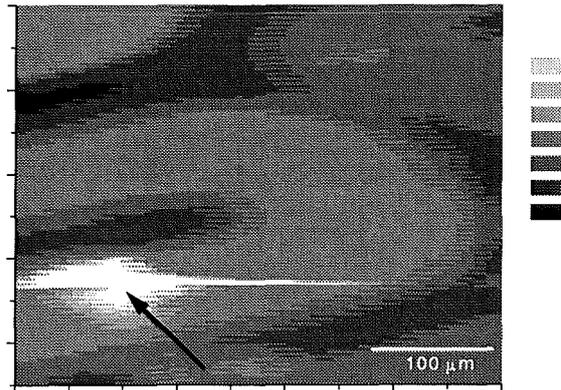


Abb. 5: Photothermische Abbildung einer Leiterbahn auf einem Substrat. Der Pfeil kennzeichnet einen Haftungsfehler, der in einer optischen Inspektion nicht zu erkennen ist.

Die Wärmetransporteigenschaften von Mikrostrukturen und dünnen Schichten werden beeinflusst von Defekten, inneren und äußeren Grenzflächen, Anisotropien und Texturen [9]. In Abb. 6 ist das Verhalten der Wärmeleitfähigkeit in LIGA-Strukturen aus Ni und Cu als Funktion des Gefügeparameters Korngröße dargestellt. Untersucht wurden LIGA-Strukturen mit unterschiedlichen Strukturbreiten im Bereich von 8 – 20 µm und auch nichtstrukturierte Schichten. Die Ergebnisse zeigen, daß in den Strukturen und Filmen

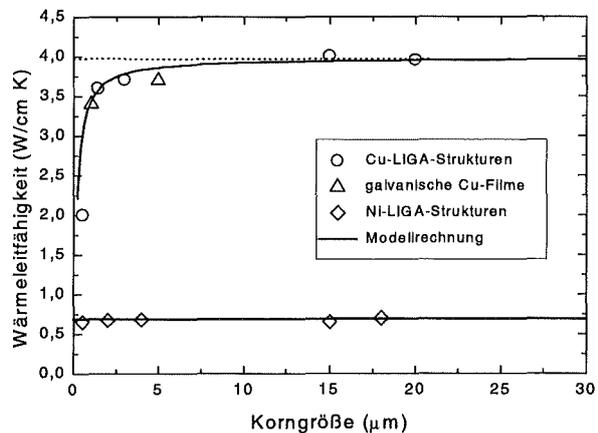


Abb.6: Wärmeleitfähigkeit von LIGA-Strukturen aus Cu bzw. Ni als Funktion der Korngröße. Die durchgezogenen Linien sind Ergebnisse von Modellrechnungen, die das Gefüge der Strukturen bzw. Filme berücksichtigten.

aus Cu die Wärmeleitfähigkeit unterhalb einer Korngröße von etwa 1 µm abnimmt, während in den Ni-Strukturen keine Reduzierung zu beobachten ist. Da die intrinsische Wärmeleitfähigkeit von Cu um mehr als einen Faktor vier größer ist

als in Ni, ist auch die mittlere freie Weglänge der Träger des Wärmetransports entsprechend größer, so daß Streumechanismen an den Korngrenzen einen zusätzlichen Wärmewiderstand hervorrufen.

Untersuchungen von thermisch induzierten Phasenübergängen werden mit dem Verfahren der Differential Scanning Calorimetry (DSC) durchgeführt. Mit dieser Meßmethode läßt sich u. a. die spezifische Wärmekapazität von Werkstoffen als Funktion der Temperatur bestimmen. Das temperaturabhängige Verhalten dieser Meßgröße liefert wichtige Information über Phasentransformationen und die thermische Stabilität von Materialien. Darüber hinaus bestimmt die Wärmekapazität das zeitliche Verhalten von Aufheiz- und Abkühlvorgängen [10] und spielt damit eine wichtige Rolle in der Auslegung von thermisch angetriebenen Aktoren.

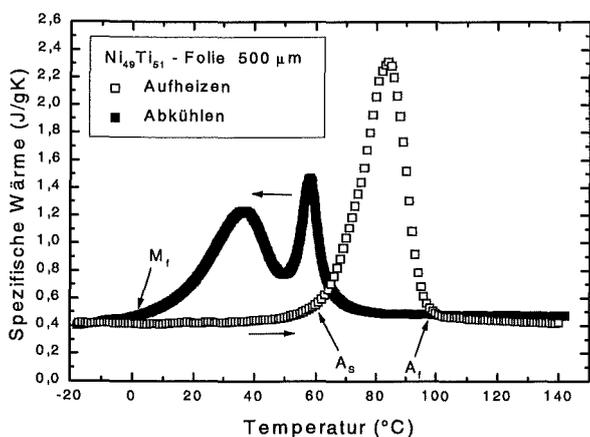


Abb. 7: Spezifische Wärmekapazität der Formgedächtnislegierung NiTi als Funktion der Temperatur. A_s , A_f und M_f bezeichnen charakteristische Temperaturen der Phasenumwandlung.

Das temperaturabhängige Verhalten der spezifischen Wärmekapazität der Formgedächtnislegierung NiTi (Abb. 7) gibt Aufschluß über die Lage der Phasenübergänge von der martensitischen zur austenitischen Modifikation beim Aufheizen bzw. Abkühlen. Dieser Phasenübergang ist verantwortlich für den Formgedächtniseffekt, der bei aktorischen Komponenten aus diesem Material ausgenutzt wird.

2.4 Oberflächen- und Mikrobereichsanalytik

Die Herstellung von Mikrokomponenten und die Interpretation von Eigenschaftsmessungen in Mikrodimensionen benötigt die Mikroanalytik, d. h. Analysen im Nanometerbereich.

In den seltensten Fällen ist die chemische Zusammensetzung eines Mikrobauteils von der Mitte bis an die atomare Oberfläche identisch, weil letztere mit der Umgebung wie, Gase, Flüssigkeiten

oder Festkörper in Wechselwirkung steht. Produkt dieser Wechselwirkung sind Adsorbatschichten, Diffusions- oder Reaktionszonen, deren räumliche Ausdehnung von einigen Atomlagen, z. B. 1 nm bis einige 100 nm reichen können, und von physikalischen Größen wie Druck und Temperatur und der chemischen Aktivität der Reaktionspartner abhängig sind. Entsprechend dem Verhältnis zum Gesamtvolumen beeinflussen diese Schichten bzw. Zonen wesentlich mehr die physikalischen und chemischen Eigenschaften einer Mikrostruktur als bei einer Makrostruktur.

Die hochauflösende Augerelektronenspektrometrie (HR-AES) mit einer Informationstiefe von wenigen Atomlagen (ca. 1 nm) und einer lateralen Auflösung von etwa 20 nm ist eine leistungsfähige Methode zur Bestimmung der chemischen Zusammensetzung mit einer Ortsauflösung bis in den Bereich von wenigen Nanometern. Durch Ionenstrahlbeschuß wird die Oberfläche gleichmäßig abgetragen und durch gleichzeitige Anregung von Augerelektronen können Tiefenprofile von Elementkonzentrationen bis zu einer Tiefe von einigen Mikrometern aufgenommen werden.

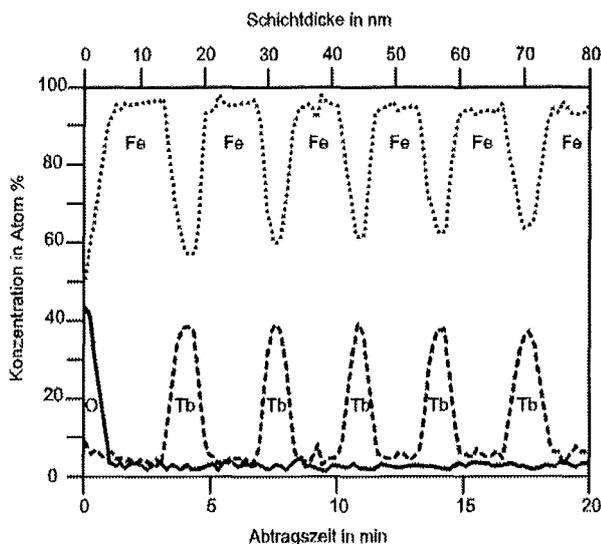


Abb. 8: HR-AES-Tiefenprofil von magnetostriktiven $Tb_{0,4}Fe_{0,6}$ -Fe-Viellagenschichten.

Magnetostriktive oder piezoelektrische Sensoren oder Aktoren und solche mit Formgedächtniseffekt werden aus dünnen Einzel- oder Viellagenschichten, z.B. 100 Lagen à 5 nm aufgebaut. Die Stöchiometrie und die Verunreinigungen prägen die Funktionseigenschaften solcher Mikrostrukturen, und werden deshalb mit der HR-AES ohne aufwendige Probenvorbereitung kontrolliert (Abb. 8).

Aufgrund der Nachweisempfindlichkeit für leichte Elemente können mittels der HR-AES die Tribooxidation und Schichten aus Agglomeraten von

Verschleißpartikeln nach tribologischen Beanspruchungen nachgewiesen werden (Abb. 9).

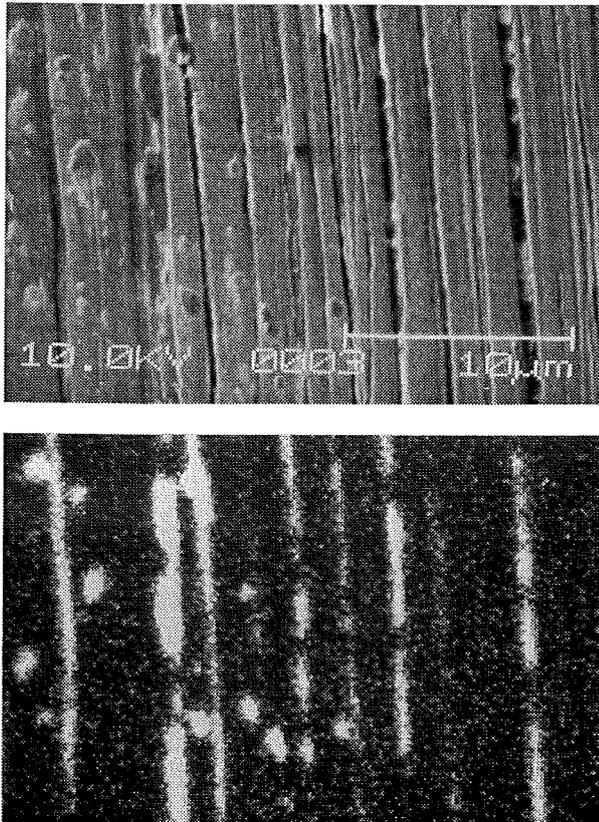


Abb. 9: Sekundärelektronenbild (oben) und Sauerstoffverteilung (unten) einer Reibspur auf Ni nach mikrotribologischem Test.

Gerade beim Aufbau von komplexen Mikrosystemen, wie z. B. von Beschleunigungssensoren, werden Keramik, Metall und Kunststoff schichtweise zusammengesetzt, wobei verschiedenartige Ober- und Grenzflächen entstehen, die während der Herstellung unterschiedlichen chemischen und physikalischen Einflüssen ausgesetzt sind und sich durch Adsorption, Diffusion und Reaktion verändern. Mit der Fähigkeit zur hochauflösenden Untersuchung von inneren und äußeren Grenzflächen ist die HR-AES ein wichtiges Instrument zur mikroanalytischen Kontrolle der Entwicklung und Optimierung der einzelnen Schritte der Herstellungsprozesse.

3. Zusammenfassung

Aufgrund der fortschreitenden Miniaturisierung in der Mikrosystemtechnik lassen sich die üblichen Verfahren der Werkstoffprüfung nicht oder nur sehr selten einsetzen, so daß neue Prüftechniken entwickelt werden müssen. Daher werden leistungsfähige Prüfverfahren eingesetzt, die in der Lage sind, mechanische, tribologische und thermophysikalische Eigenschaften und die chemische Zusammensetzung von Mikrokomponenten

zu bestimmen. Die ermittelten Kennwerte werden zur Überprüfung der Reproduzierbarkeit und Qualität der Herstellungsprozesse verwendet. Sie dienen auch als Basis für Auslegung und Optimierung von Mikrokomponenten.

Literatur:

- [1] Ilzhöfer, A.: „Zugvorrichtung zur Untersuchung mikrostrukturierter Proben“, Dissertation, Universität Karlsruhe, 1998
- [2] Ilzhöfer, A., Schneider, H., Tsakmakis, C. „Tensile testing device for microstructural specimens“, *Microsystem Technologies* 4 (1997) 46 - 50
- [3] Zimmermann, H.: „Irreversible strains in an NiTi-alloy after thermal cycling, *J. Mat. Sci. Lett.* 16 (1997) 82-87
- [4] Huber, N. „Zur Bestimmung von mechanischen Eigenschaften mit dem Eindruckversuch“, Dissertation, Universität Karlsruhe, 1996
- [5] Zum Gahr, K.-H.: „Microtribology“, *Interdisc. Sci. Rev.*, 18 (1993) 259-266
- [6] Kolbe, G., Zum Gahr, K.-H. „Tribologische Untersuchungen an einer NiTi-Formgedächtnislegierung sowie an Ni und Ti unter Variation der Belastung“, erscheint in *Z. f. Metallkunde*, 1998
- [7] Franzka, S., Zum Gahr, K.-H.: „Microtribological studies of unlubricated sliding Si/Si contact in air using AFM/FFM“, *Tribology Letters* 2 (1996) 207- 220
- [8] Rohde, M.: „Mikrostrukturen und Schichtsysteme prüfen“, *Materialprüfung* 38 (1996) 241-245
- [9] Rohde, M.: „Measuring and modelling thermal conductivity in thin films and microstructures“, *High-Temp.-High Press.*, 29 (1997) 171-176
- [10] Rohde, M.: „On the response time behavior of laser micromachined NiTi shape memory actuators, *Sensors & Actuators A61* (1997) 463-468

Herstellung und Einsatz metallischer Mikrostrukturen

Ni-W und Ni-Fe als Werkstoffe für die LIGA-Technik

P. Schloßmacher¹⁾, K. Bade²⁾, W. Bacher²⁾, K. Ehrlich¹⁾, T. Yamasaki³⁾

¹⁾ Institut für Materialforschung I

²⁾ Institut für Mikrostrukturtechnik

³⁾ Dept. of Materials Science and Engineering,
Himeji Institute of Technology, Himeji (Japan)

Zusammenfassung

An zwei Legierungen mit Nickel als Hauptelement werden Weiterentwicklungen der galvanischen Abscheidung in der Mikrostrukturtechnik aufgezeigt. Den Schwerpunkt bilden dabei die mechanischen und strukturellen, sowie für Ni-Fe die magnetischen Eigenschaften der abgeschiedenen Legierungen.

Das System Ni-W befindet sich noch im Entwicklungsstadium, zeigt aber bereits sein Potential als Werkstoff für LIGA-Formeinsätze zur Kunststoffabformung bei erhöhten Temperaturen. Die Ni-Fe-Abscheidung, speziell in der Zusammensetzung des Permalloys mit etwa 20% Fe, stellt hingegen ein bereits sehr gut charakterisiertes und etabliertes Legierungssystem dar, welches Abscheidungen in Mikrostrukturen erlaubt und gegenüber reinem Galvanik-Nickel erheblich verbesserte magnetische und auch mechanische Eigenschaften aufweist.

1. Einleitung

Für den Fortschritt der Mikrosystem- und speziell der LIGA-Technik ist eine stete Erweiterung der Materialpalette erforderlich, um für jede Applikation den optimalen Werkstoff einsetzen zu können [1]. Einige Metalle wie Gold, Nickel und Kupfer sind in der LIGA-Technik als Materialien für Röntgenmasken, für Komponenten wie mikromechanische Sensoren oder Aktoren und für Kunststoffabformwerkzeuge etabliert. Um vor allem mechanische und elektromagnetische Materialeigenschaften gezielt zu beeinflussen, wird in jüngerer Zeit versucht, galvanisch abgeschiedene Legierungen in die Mikrosystemtechnik einzuführen.

Anhand zweier binärer Legierungssysteme auf Ni-Basis, nämlich Ni-W und Ni-Fe, sollen deren spezielle Vorteile gegenüber dem galvanisch abgeschiedenen Elementmetall Ni hinsichtlich einiger prototypischer Eigenschaften vorgestellt werden. So setzt z.B. in einer galvanischen Ni-Schicht die Rekristallisation bereits bei 200°C ein (vgl. auch Abb. 3), gekoppelt mit einem deutlichen Absinken der Härte und somit auch der Festigkeit und ist bei 400°C bereits nach einer Stunde vollständig abgeschlossen. Für Formeinsätze zur Abformung in Kunststoffen wie PEEK oder PSU, welche im Temperaturbereich von 200°C bis 300°C abgeformt werden, scheidet Ni aus. Deswegen wurde versucht, durch Übergang zu galvanisch abscheidbaren Legierungen auf Ni-Basis vor allem bessere mechanische Eigenschaften bei erhöhten Temperaturen zu erhalten. Ein Überblick über die im FZK verwendeten galvanischen Prozesse

unter Berücksichtigung der speziellen Randbedingungen der Mikrostrukturtechnik wird in [2] gegeben.

2. Das System Ni-W

Als ein vielversprechendes Legierungssystem wurde Ni-W ausgewählt, weil es sich neben der angestrebten Festigkeitssteigerung bekanntermaßen auch durch hohe chemische Beständigkeit und gutes Verschleißverhalten auszeichnet [3].

2.1 Galvanische Abscheidung von Ni-W

Ni(II)SO ₄ • 6 H ₂ O	0,06 mol/l
C ₆ H ₅ Na ₃ O ₇ • 2 H ₂ O	0,5 mol/l
Na ₂ WO ₄ • 2 H ₂ O	0,14 mol/l
NH ₄ Cl	0,5 mol/l
NaBr	0,15 mol/l
Badtemperatur	80-85°C
pH-Wert	8,5 – 9,2
Abscheiderate	≈ 60 mg/cm ² *h
kathodische Stromdichte	50 und 200 mA/cm ²

Tab. 1: Elektrolytzusammensetzung und Badparameter für die Abscheidung von Ni -25At.%W

Ausgehend von der Literatur über Elektrolyte zur Abscheidung von Ni-W (siehe z.B. [3]) wurden

ein Elektrolyt entwickelt und die Abscheidebedingungen derart optimiert, daß rißfreie und glänzende Schichten mit sehr guter Haftung auf Kupfersubstraten abgeschieden werden konnten (Tab. 1 und [4,5]). Ziel der Optimierung war vor allem, Schichten mit sehr hohem Wolfram-Gehalt bei vertretbaren Abscheideraten zu erhalten.

2.2 Eigenschaften der Ni-W-Schichten

Die im folgenden dargestellten Eigenschaften beziehen sich allesamt auf Ni-W-Schichten mit 25 At.% W (\approx 51 Gew.% W), welche unter den in Tab. 1 angegebenen Bedingungen abgeschieden wurden. Dabei wurde die Zusammensetzung der Schichten mittels standardloser EDX-Analyse an einem Rasterelektronenmikroskop (REM) geprüft.

Zur Klärung der Struktur wurden die Schichten röntgendiffraktometrisch untersucht. Die Röntgendiffraktogramme verschieden wärmebehandelter Proben sind in Abb. 1 zusammengestellt.

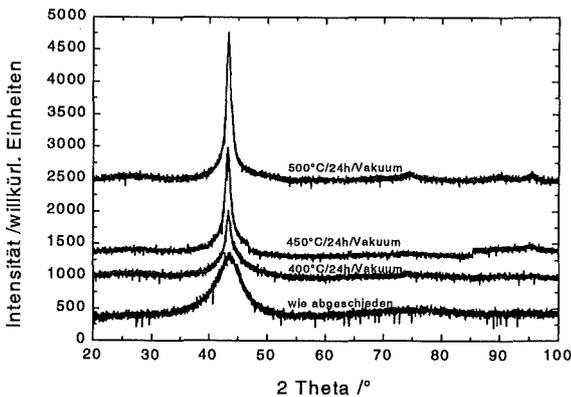


Abb. 1: Röntgendiffraktogramme von verschieden wärmebehandeltem Ni-25At.%W: selbst nach 24 h bei 450°C sind außer der Linie bei etwa $2\theta=42^\circ$ keine anderen erkennbar.

Direkt nach der Abscheidung (d.h. ohne nachfolgende Wärmebehandlung) zeigt das Röntgendiffraktogramm nur eine breite Linie bei etwa $2\theta=42^\circ$. Die abgeschiedenen Ni-W-Schichten sind demnach röntgenamorph. Mit zunehmender Temperatur der Auslagerungsglühung wächst die Intensität und sinkt die Halbwertsbreite dieser Linie. Nach der Glühung bei 500°C für 24 Stunden im Vakuum treten zusätzlich schwache Linien bei $2\theta=75^\circ$ bzw. 95° auf, die sich mit einem kubisch flächenzentriertem (fcc) Gitter (wie beim Ni) erklären lassen.

Die Tatsache, daß im wesentlichen nur eine Hauptlinie (bei $2\theta=42^\circ$) erscheint und stark verbreitert ist, läßt bereits den Schluß auf den Übergang von einem amorphen zu einem nanokristallines Gefüge zu.

In einem Temperaturbereich von 350°C bis 800°C wurden Wärmebehandlungen in Luft bzw.

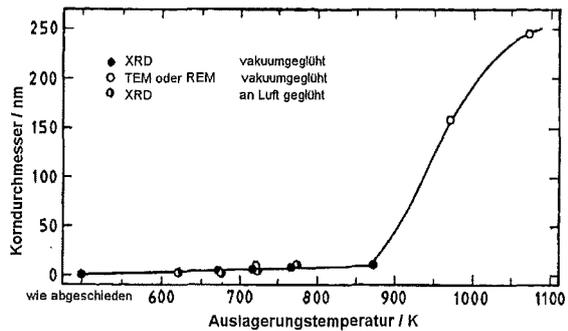


Abb. 2: Aufgetragen ist der mittlere Korndurchmesser als Funktion der Auslagerungstemperatur nach 24 Stunden: bis 600°C (873 K) ist das Gefüge der Ni-25At.%W-Schichten nanokristallin, darüber setzt Kristallwachstum ein.

Vakuum für jeweils 24 Stunden durchgeführt, um das Kristallisationsverhalten und auch die Entwicklung der Härte zu verfolgen. Entweder aus der Linienbreite in den Röntgendiffraktogrammen unter Zuhilfenahme der Scherrer-Formel oder durch elektronenmikroskopische Untersuchungen wurden die Korngrößen bestimmt. Abb. 2 zeigt den Verlauf des mittleren Korndurchmessers über der Auslagerungstemperatur. Unterhalb von 873 K (600°C) liegt ein nanokristallines Gefüge vor. Oberhalb setzt Kristallisation der Schichten ein, welche die Korngröße schnell ansteigen läßt. Die derart ermittelte Kristallisationstemperatur stimmt gut mit einer DSC-Messung (differential scanning calorimetry) überein, in welcher in einem dynamischen Experiment bei einer Aufheizrate von 10 K/min die Kristallisation der amorphen Schichten bei $T=730^\circ\text{C}$ beobachtet wurde.

Nach einem umfangreichen Auslagerungsprogramm wurde die Vickershärte $HV_{0,02}$ aller Zustände gemessen und im Vergleich zu Daten von galvanischem Ni bzw. Literaturdaten galvanischer Ni-P-Schichten als Funktion der Temperatur aufgetragen (Abb. 3).

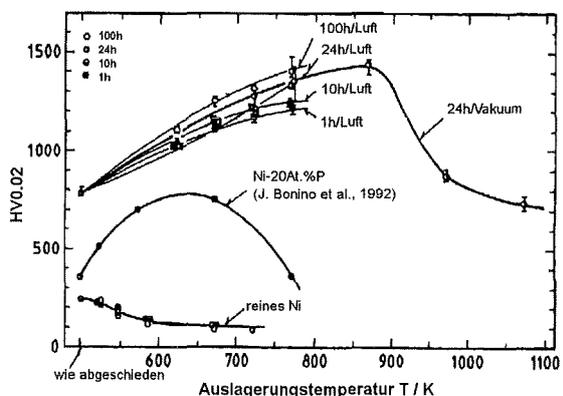


Abb. 3: Vickershärten $HV_{0,02}$ als Funktion der Auslagerungstemperatur für verschiedene galvanische Schichten aus Ni, Ni-P und Ni-25At.%W im Vergleich.

Die recht schnell zu ermittelnde Härte ist dabei ein gutes Maß für die Zugfestigkeit. Man erkennt aus Abb. 3, daß die Ni-25At.%W-Schichten deutlich höhere Vickershärten aufweisen als reine Ni- und auch Ni-P-Schichten. Erstaunlicherweise nimmt die Härte in dem Temperaturbereich bis 873 K zu, obwohl die mittlere Korngröße zwar nur unwesentlich, aber jedenfalls ansteigt. Dies entspricht nicht der bekannten Hall-Petch-Beziehung, nach welcher die Härte mit zunehmender Korngröße abnehmen sollte.

Ein solches Verhalten ist für nanokristalline Legierungen bekannt und unabhängig von der speziellen Herstellungsmethode [5]. Erklärungsversuche für dieses Materialverhalten existieren, jedoch noch kein konsistentes physikalisches Modell.

Die unter den in Tab. 2 angegebenen Bedingungen abgeschiedenen Ni-25At.%W-Schichten zeigen neben dem deutlichen Härtezuwachs allerdings einen sich negativ bemerkbar machenden Duktilitätsverlust: die Schichten erweisen sich als spröde. Um ausschließen zu können, daß dies auf den Einbau von Wolframoxid in die Schichten zurückzuführen ist, wurden Proben mit Augerelektronen- (AES) und winkelaufgelöster Photoelektronenspektroskopie (AR-XPS) untersucht.

Die XPS-Untersuchungen ergeben, daß sich unter einer Oberflächenschicht mit viel Kohlenstoff zunächst eine ca. 1 nm dicke WO_3 -Schicht befindet, darunter jedoch W überwiegend metallisch vorliegt. Die Oxidschicht ließ sich durch verschiedenste Behandlungen wie Abschleifen, Ätzen oder Reinigen im Argonplasma nicht wesentlich gegenüber einer unbehandelten Probe (wie abgeschieden) verringern.

AES wurde an der Oberfläche der Probe und als Tiefenprofil parallel zum Absputtern der Schicht mit Xenon-Ionen durchgeführt. Vor allem die

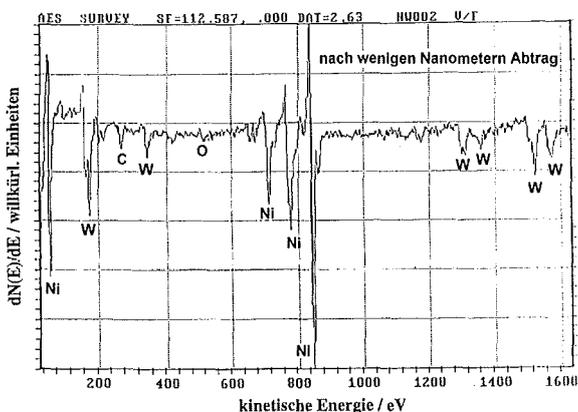


Abb. 4: Differentielles AES-Spektrum einer unbehandelten Ni-25At.%W-Schicht nach Abtrag von wenigen Nanometern durch Xenon-Ionenbeschuß: Sauerstoff- und Kohlenstofflinie sind kaum noch detektierbar.

Tiefenprofile bestätigen die XPS-Resultate. Die an der Schichtoberfläche deutlich erkennbaren Sauerstoff- und Kohlenstoffsignale nehmen in die Schicht hinein schnell ab (s. Abb. 4). Bereits nach wenigen Nanometern Abtrag ist die Sauerstoffkonzentration auf 0,5 At.% abgesunken; dies entspricht der Auflösungsgrenze der verwendeten AES-Apparatur. Die Signale von Ni und W zeigen im Rahmen der Meßgenauigkeit keinerlei Gradienten bis zu einer Sputtertiefe von etwa 5 μm .

Transmissionselektronenmikroskopische (TEM) Untersuchungen an Ni-25At.%W-Schichten bestätigen die bislang vorgestellten Ergebnisse. Im Zustand nach der Abscheidung sind die Schichten amorph mit sehr vereinzelt vorhandenen kleinsten Kristalliten. Nach Glühung bei 450°C für 24 Stunden ist das Gefüge nanokristallin mit Korngrößen bis 15 nm (Abb. 5). Elektronenbeugungsaufnahmen kleinster Bereiche zeigen ein Ringmuster, welches sich als fcc-Gitter identifizieren läßt (Abb. 5). Die mit EDX am TEM bestimmte Zusammensetzung weicht nicht von der am REM bestimmten ab.

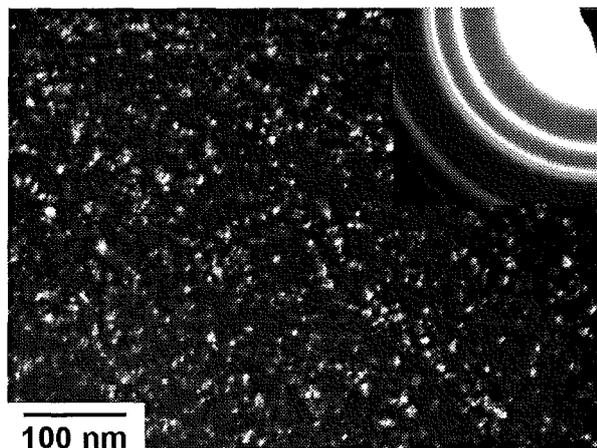


Abb. 5: TEM-Dunkelfeld-Aufnahme einer galvanischen Ni-25At.%W-Schicht nach Auslagerung bei 450°C/24 h/Vakuum: die Übersichtsaufnahme belegt den nanokristallinen Aufbau des Gefüges; rechts oben eingesetzt ein Ausschnitt einer Elektronenbeugungsaufnahme.

In wieweit die bislang vorliegende Sprödigkeit der Schichten auf den Einbau von Wasserstoff zurückzuführen ist, und wie die Duktilität der Schichten weiter erhöht werden kann, ist Gegenstand laufender Arbeiten.

3. Das System Ni-Fe

Mit dem bereits länger untersuchten System Ni-Fe [7] steht speziell in der gewählten Zusammensetzung von Ni:Fe=80:20 (Permalloy) ein magnetischer Werkstoff mit guten magnetischen Eigenschaften zur Verfügung, der sich auch in Mikrostrukturen galvanisch abscheiden läßt. Damit hat man die Möglichkeit, alle Arten magnetischer

Mikrokomponenten wie z.B. Spulen mit weichmagnetischem Kern [8] oder Mikroaktoren für große Kräfte oder Stellwege [9] herzustellen. Andererseits wurde das System Ni-Fe auch gewählt, um grundlegende elektrochemische Charakterisierungen der Legierungsabscheidung vorzunehmen [7].

3.1 Galvanische Abscheidung von Ni-Fe

Die Anforderungen an einen Elektrolyten, der die Abscheidung in Mikrostrukturen mit den für das LIGA-Verfahren typischen, sehr hohen Aspektverhältnissen erlaubt, sind vielfältig. Zum einen ist eine konstante Legierungszusammensetzung über die gesamte Schichtdicke erforderlich. Des Weiteren müssen auch dicke (>100 µm) Schichten spannungsarm und somit gut haftend abgeschieden werden können. Darüber hinaus sollte die Stromausbeute möglichst hoch sein, um eine geringe Wasserstoffmitabscheidung zu erzielen. Wasserstoffgasblasen, die sich in den Mikrostrukturen bilden, können i.a. nicht mehr entweichen und führen zu Porenbildung.

Für die galvanische Permalloy-Abscheidung wurde ein Sulfat-Elektrolyt mit hohem Metallgehalt entwickelt [8]. Zusammensetzung und wichtige Parameter sind in Tab. 2 zusammengestellt.

NiSO ₄	0,77 mol/l
FeSO ₄	0,063 mol/l
Borsäure	0,4 mol/l
Natriumdodecylsulfat	0,005 mol/l
Saccharin	0,004 mol/l
Elektrolyttemperatur	50°C
pH-Wert	2,8
kathodische Stromdichte	5 mA/cm ²

Tab. 2: Elektrolytzusammensetzung und Badparameter für die Abscheidung von Permalloy

Für die Abscheidung in Mikrostrukturen z.B. aus PMMA, die prozeßtechnisch bedingt naßchemisch oxidiertes Titan als Startgrund besitzen, wurde eine Strömungszelle verwendet. Der Mikrostruktur als Kathode stand parallel eine Nickel-Anode (S-depolarisierte Ni-pellets) gegenüber.

3.2 Eigenschaften der Ni-Fe-Schichten

Neben ausführlichen Messungen zur Charakterisierung des Abscheidungsprozesses [7, 8], auf die hier nicht näher eingegangen wird, wurden die mechanischen und magnetischen Eigenschaften gemessen, und die Schichten bzgl. ihrer Zusammensetzung und Struktur analysiert.

Insgesamt wurden Abscheidungen in Mikrostrukturen mit unterschiedlicher Geometrie, Aspektverhältnis und Bedeckungsgrad durchgeführt. Abb. 6 zeigt ein Wabennetz mit typischen Dimensionen.

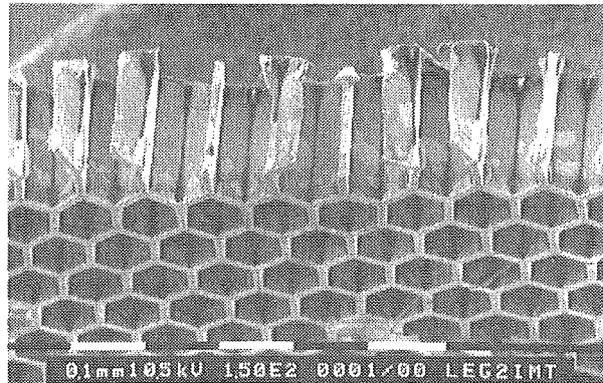


Abb. 6: REM-Aufnahme eines mit 5 mA/cm² abgeschiedenen Wabennetzes aus Permalloy: Höhe 180 µm, Stegbreite 8 µm und Schlüsselweite 80 µm.

An den Bruchkanten der Stege wurde mit energiedispersiver Röntgenanalyse (EDX) im REM die Elementverteilung bestimmt und in Abb. 7a als Anteil in Gewichtsprozent über der Höhe dargestellt. Bei der mit 5 mA/cm² abgeschiedenen Struktur nimmt der Eisengehalt lediglich um zwei Prozentpunkte über die Strukturhöhe von 180 µm zu.

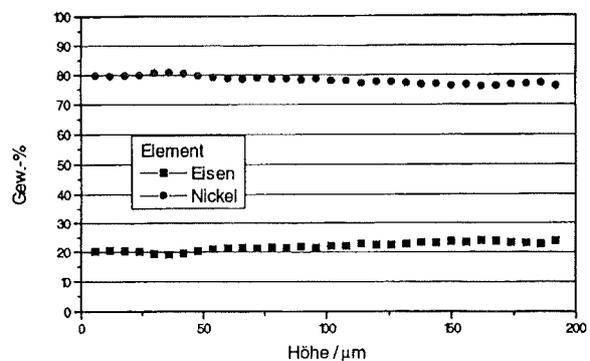


Abb. 7a: Elementverteilung gemessen mit EDX an der Bruchkante eines Wabengitters aus Abb. 6.

Bei einer Gesamtstromdichte von 14 mA/cm² läßt sich bei ansonsten gleich Bedingungen über die Höhe der Wabenstruktur ein nahezu linearer Gradient in der Zusammensetzung einstellen (vgl. Abb. 7b) [7].

Zur Untersuchung der magnetischen Eigenschaften, insbesondere der Permeabilität wurden dünne, nicht strukturierte Proben herangezogen. Bei hochpermeablen Materialien müßte sonst der von der Probengeometrie abhängige Entmagnetisierungsfaktor berücksichtigt werden, der bei

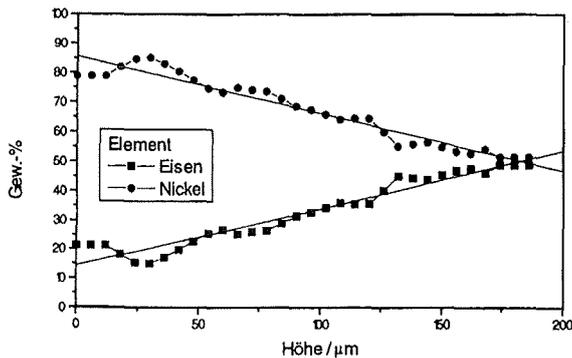


Abb. 7b: Elementverteilung gemessen mit EDX an der Bruchkante des Wabennetzes, das statt bei 5 mA/cm^2 (siehe auch Abb. 6 und 7a) bei 14 mA/cm^2 Stromdichte abgeschieden wurde.

dünnen Schichten (Feld parallel zur Schichtebene) etwa Null ist.

Tab. 3 faßt die magnetischen Kenngrößen der Permalloy-Schichten zusammen und vergleicht sie mit ebenfalls galvanisch aus einem Nickel-sulfamat-Bad abgeschiedenen Ni-Schichten.

magnetische Kenngröße	NiFe	Ni
Sättigungsmagnetisierung M_s	920 G	480 G
Koerzitivfeldstärke H_c	< 2 Oe	80 Oe
relative Permeabilität μ_r	≈ 1.000	15

Tab. 3: Magnetische Kenngrößen von galvanisch abgeschiedenem Permalloy und Nickel

M_s	ungetempert		getempert	
	WR	⊥ WR	WR	⊥ WR
NiFe	940 G	920 G	930 G	920 G
Ni	260 G	480 G	530 G	520 G

Tab. 4: Zusammenstellung der Sättigungsmagnetisierungen M_s in Gauß für galvanisch abgeschiedene Permalloy- und Nickel-Wabenstrukturen (Höhe $90 \mu\text{m}$, Schlüsselweite $80 \mu\text{m}$) jeweils parallel und senkrecht zur Wachstumsrichtung (WR); Temperatur: $600^\circ\text{C}/24 \text{ h/Vakuum}$.

Um eine eventuell vorhandene Wachstumsanisotropie zu erkennen, wurde die Sättigungsmagnetisierung an Wabenprismen sowohl senkrecht als auch parallel zur Wachstumsrichtung (WR) für $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ und Ni gemessen. Zusätzlich wurden Proben einer Wärmebehandlung von 24 Stunden bei 600°C im Vakuum ($p = 10^{-1} \text{ Pa}$) unterzogen. Alle Werte sind in Tab. 4 zusammengestellt.

Innerhalb der Fehlergrenzen ergibt sich für Permalloy kein Hinweis auf eine Anisotropie der Sättigungsmagnetisierung weder vor noch nach der Wärmebehandlung, die außerdem den Betrag von M_s im Gegensatz zum Ni nicht verändert.

Betrachtet man die Struktur der Permalloy-Schichten, erhält man die Erklärung für die isotrope Sättigungsmagnetisierung. Während galvanische Nickelschichten Stengelwachstum aufweisen, sind die NiFe-Schichten nanokristallin mit mittleren Korndurchmessern um 50 nm und einer statistischen Verteilung der Orientierungen.

In der TEM-Dunkelfeldaufnahme der Abb. 10 erscheinen einzelne Körner hell. Die Auswertung der Elektronenbeugung an einer solchen Schicht belegt ein fcc-Gitter, dessen Gitterparameter röntgenographisch zu $0,355 \text{ nm}$ bestimmt wurde und somit einem gegenüber reinem Ni ($a_0 = 0,352 \text{ nm}$) durch den Einbau von Fe aufgeweiteten fcc-Gitter entspricht. Eine Unterscheidung zwischen ungeordnetem fcc-Gitter und der Cu_3Au -artigen Ordnungsstruktur Ni_3Fe ist aufgrund der Nachbarschaft der Elemente Ni und Fe im Periodensystem mit XRD oder Elektronenbeugung nicht möglich.

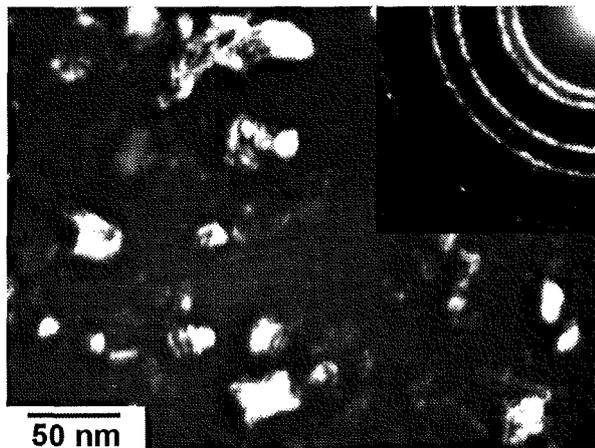


Abb. 8: TEM-Dunkelfeldaufnahme einer galvanischen $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ -Schicht: eine bestimmte Schar von Körnern gleicher Orientierung erscheint hell; rechts oben eingesetzt ein Ausschnitt einer Elektronenbeugungsaufnahme.

Mechanische Kenngröße	NiFe	Ni
E-Modul [GPa]	169,1	214
Zugfestigkeit [MPa]	1865	400
Bruchdehnung [%]	3.9	> 10

Tab. 5: Mechanische Kenngrößen für galvanisch abgeschiedenes NiFe im Vergleich zu Ni

Für mechanische Tests wurden Zugproben (gemäß DIN 50125) aus $200\text{-}300 \mu\text{m}$ dicken Schichten mit einer Gesamtlänge von 70 mm und einer

Breite von 10 mm durch Drahterodieren hergestellt. Durch diese Geometrie steht die Zugachse senkrecht zur Wachstumsrichtung. Tab. 5 faßt die allesamt bei Raumtemperatur ermittelten mechanischen Kennwerte zusammen, wiederum im Vergleich zu galvanischem Nickel. Auffällig ist, daß Permalloy eine wesentlich höhere Zugfestigkeit als Ni besitzt bei allerdings verminderter Duktilität.

4. Zusammenfassung

Zwei galvanisch abscheidbare binäre Nickellegierungen, die wegen ihrer besonderen mechanischen bzw. magnetischen Eigenschaften für die Mikrosystemtechnik von Interesse sind, wurden hergestellt und charakterisiert.

Im System Ni-W konnte die Abscheidung von Schichten mit hohem W-Gehalt (> 20At.%) etabliert werden. Die Festigkeitseigenschaften auch nach Auslagerungen bis 600°C sind sehr vielversprechend für die Anwendung als Werkstoff für Abformwerkzeuge (Formeinsätze) für die Abformung von Hochtemperaturkunststoffen z.B. in der LIGA-Technik. Eine Ursache für die besondere mechanische Festigkeit ist im nanokristallinen Aufbau der Schichten zu finden. Die Duktilität der Schichten muß allerdings noch verbessert werden.

Für das Legierungssystem Ni-Fe ist die galvanische Abscheidung auch in Mikrostrukturen hinein entwickelt. Wenn durch sorgfältige Kontrolle der elektrochemischen Parameter und Stofftransportgrößen während der Abscheidung die homogene Zusammensetzung der Legierung über die gesamte Schichthöhe auch in Mikrostrukturen gewährleistet ist, ergeben sich im Vergleich zu galvanischen Ni-Schichten erheblich verbesserte magnetische und auch mechanische Eigenschaften, sieht man von der geringeren Duktilität einmal ab.

Danksagung

Wir bedanken uns für die TEM-Arbeiten an NiFe bei Herrn T. Stober (IMF I). Die sehr umfangreichen XPS- bzw. AES-Untersuchungen an NiW wurden durchgeführt von den Herren M. Regier und Dr. J. Halbritter bzw. E. Nold (alle IMF I), wofür wir sehr herzlich danken.

Literatur:

[1] Ehrfeld, W., Hessel, V., Löwe, H., Schulz, Ch., Weber, L.: „Materials of LIGA technology“, Proc. of Micro Materials Conference (Micro Mat '97), 16.-18. April 1997, Berlin, B. Michel und T. Winkler (Hrsg.) (ddp goldenbogen, Dresden 1997), 112-125

- [2] Bacher, W., Bade, K., Leyendecker, K., Menz, W., Stark, W., Thommes, A.: „Electrodeposition of Microstructures: An important process in Microsystem Technology“, in: *Electrochemical Technology: Innovation and New developments*, N. Masuko, T. Osaka und Y. Ito (Hrsg.), (Kodansha, Tokio, 1996), 159-189
- [3] Wagramjan, A.T.: „Legierungen des Wolframs und Molybdäns mit Metallen der Eisengruppe“, in: *Handbuch der Galvanotechnik*, Band II, H.W. Dettner und J. Elze (Hrsg.), (Carl Hanser, München, 1966), 551-560
- [4] Yamasaki, T., Schloßmacher, P., Ehrlich, K., Ogino, Y.: „Formation of Amorphous Electrodeposited Ni-W Alloys and Their Nanocrystallization“, Proc. des NATO ASI-Workshops on Nanostructured Materials: Science and Technology, 11.-21. August 1997, St. Petersburg, eingereicht für den Sonderband der Zeitschrift *Nanostructured Materials*
- [5] Yamasaki, T., Schneider, W., Schloßmacher, P., Ehrlich, K.: „Structure and Mechanical Properties of Amorphous Electrodeposited Ni-W Alloys after Heat Treatments“, Proc. of Micro Materials Conference (Micro Mat '97), 16.-18. April 1997, Berlin, B. Michel und T. Winkler (Hrsg.) (ddp goldenbogen, Dresden 1997), 654-657
- [6] Siegel, R.W., Fougere, G.E.: "Mechanical Properties of Nanophase Materials", *Nanostructured Materials*, Vol. 6 (1996), 205-216
- [7] Thommes, A., Stark, W., Bacher, W.: „Die galvanische Abscheidung von Eisen-Nickel in LIGA-Mikrostrukturen“, Forschungszentrum Karlsruhe, Wissenschaftliche Berichte, FZKA 5586, April 1995
- [8] Thommes, A., Bacher, W., Leyendecker, K., Stark, W., Liebscher, H., Jakob, Ch.: "LIGA-Microstructures from NiFe Alloy: Preparation by Electroforming and their Magnetic Properties", Proc. Meeting of the Electrochem. Soc. (New Orleans, USA, 1993), Vol 94-6, 89-102
- [9] Rogge, B., Schulz, J., Mohr, J., Thommes, A.: „Magnetic microactuators fabricated by the LIGA-technique for large displacements or large forces“, Proceedings of 5th Intern. Conf. on New Actuators (ACTUATOR 96), 26.-28. Juni 1996, Bremen, H. Borgmann (Hrsg.) (AXON Technologie Consult GmbH, Bremen, 1996), 112-115

Metallische Abformung von Kunststoffmikrostrukturen

A. Thies, G. Schanz, E. Walch, J. Konys und J.H. Haußelt

Institut für Materialforschung III

Zusammenfassung

In diesem Bericht wird der Stand der Entwicklungsarbeiten zur Herstellung von Metallmikrostrukturen über das metallische Abformen von verlorenen Kunststoffmikrostrukturen dargestellt. Abhängig vom Design des Produktes und seinen Aspektverhältnissen werden verschiedene Produktionswege aufgezeigt. Mikrostrukturen auf einer Basisplatte (z.B. Formeinsätze) können mittels Kunststoffspritzguss, Startmetallisieren mittels Sputtern und außenstromloser oder galvanischer Metallabscheidung hergestellt werden. Ein erfolgversprechender Entwicklungsweg zur Produktion einzelner Strukturen über Clusterstartmetallisierung des Kunststoffes und außenstromlose Abformung wurde aufgezeigt falls es gelingt, die noch zu hohen inneren Spannungen in den außenstromlos abgeschiedenen Schichten durch Optimierung der Badzusammensetzung und der Abscheideparameter zu reduzieren.

1. Einleitung

Für das Herstellen von Mikrobauanteilen mit vielfältigen Strukturkonturen und hohen Aspektverhältnissen sind das LIGA-Verfahren und das mikromechanische Strukturieren zu unverzichtbaren Fertigungsverfahren geworden. Dies gilt besonders für das Herstellen einer Urform bzw. eines Formwerkzeuges. Darüber hinaus können die beiden Fertigungsverfahren auch zur direkten Serienproduktion von Mikrobauanteilen aus Kunststoff oder Metall eingesetzt werden.

Andererseits sind markteingeführte Verfahren zur Abformung von Kunststoffen wie das Prägen und das Spritzgießen bereits für die Serienfertigung von mikrostrukturierten Bauteilen erfolgreich eingeführt worden. Über den aktuellen Stand entsprechender Entwicklungen in den Formgebungsverfahren für Kunststoffe wird ebenso separat berichtet (Ruprecht et al., dieser Band) wie über Arbeiten zur Fertigung mikrostrukturierter Keramikbauteile (Ritzhaupt et al., dieser Band).

Im folgenden werden Entwicklungsarbeiten zur künftigen Serienfertigung metallischer Mikrostrukturbauteile geschildert. Das verfolgte Fertigungsprinzip baut auf dem Spritzguss mikrostrukturierter Kunststoffteile und deren Nutzung als verlorene Formen für die Herstellung metallischer Bauteile auf. Forschungsziel ist die Anwendung und Anpassung galvanischer und chemischer Prozesse auf die besonderen Anforderungen, die mit den kleinen Abmessungen und den hohen Aspektverhältnissen der mikrostrukturierten Produkte verknüpft sind. Im Vergleich wird dargelegt, welches Anwendungs- und Entwicklungspotential außenstromlose Prozesse als Ergänzung zu galvanischen Prozessen bieten können.

2. Verfahrensüberblick

2.1 Spritzgießen von Kunststoffmikrostrukturen

Mit diesem kostengünstigen und markteingeführten Verfahren können mikrostrukturierte Kunststoffbauteile in grosser Stückzahl mit geringen Taktzeiten hergestellt werden [1] [2]. Als Werkstoffe können neben Polymethylmethacrylat (PMMA), für das umfangreiche Erfahrung vorliegt, viele thermoplastische Kunststoffe wie Polyamid (PA), Polyoxymethylen (POM), Polysulfonether (PSU) und Polyetheretherketon (PEEK) eingesetzt werden. Die Verwendung leitfähiger Füllstoffe wurde am Beispiel von Leitruszusätzen zu PA und POM erprobt [3a][3b]. Für die Fertigung verlorder Formen eignet sich PMMA besonders gut, weil es sich durch Auflösung in Aceton problemlos und selektiv vom metallischen Produkt entfernen lässt.

2.2 Oberflächenvorbehandlung

In der klassischen Galvanik zur Kunststoffoberflächenveredlung wird zur Erhöhung der Haftfestigkeit die Substratoberfläche aufgeraut.

Bei einer Abformung hingegen wird die Metallschicht, die unmittelbar an die Kunststoffoberfläche angrenzt, nach dem Auflösen der verlorenen Kunststoffform zur Oberfläche des metallischen Produktes. Damit wird die Qualität der Oberflächenvorbehandlung - neben der Oberflächengüte der spritzgegossenen verlorenen Form - zu dem entscheidendem Schritt für die Qualität der Oberfläche der Mikrostruktur.

Abhängig vom einzusetzenden Verfahren (Kapitel 2.3) für den Aufbau der Metallstruktur müssen unterschiedliche Oberflächenvorbereitungsverfahren eingesetzt werden. Einzelne oder in Kombination dienen sie der Reinigung der Oberfläche, der Haftvermittlung, der Erzeugung einer Startschicht oder einer leitfähigen Oberfläche.

Zur Reinigung der Oberfläche wurde der Einsatz naßchemischer und physikalischer Verfahren untersucht, die auch zur Haftvermittlung beitragen können.

Zum Erzeugen einer leitfähigen Galvanikstartschicht bzw. der für die außenstromlose Abscheidung erforderlichen Bekeimung wurden folgende Verfahren untersucht:

- naßchemische Sensibilisierung
- Sputterverfahren
- Clusterbeschichtung

2.3 Galvanische und stromlose Verfahren

Bei den galvanischen Verfahren wird das zu beschichtende bzw. abzuformende Werkstück als Kathode geschaltet, in eine Metallsalzlösung des abzuscheidenden Metalles getaucht und das Metall mittels einer Stromquelle abgeschieden. Die Arbeiten wurden am Modellsystem eines für die LIGA-Technik optimierten Nickelbades [4] sowie an einem Kupferbad durchgeführt, sind aber prinzipiell auf andere galvanische Bäder übertragbar. Die Dickenverteilung des abgeschiedenen Metalles hängt von der Stromdichte und ihrer Verteilung ab. Die Geometrie der abzuformenden Mikrostruktur bestimmt die Verteilung des elektrischen Feldes. Die Zusammensetzung des Bades bestimmt Stofftransportvorgänge und Kinetik des Ladungsdurchtrittes an der Phasengrenze.

Bei den stromlosen Verfahren wird ein metallischer Niederschlag durch Reduktion eines Metallsalzes mittels eines Reduktionsmittels erreicht, das dem Elektrolyten beigegeben wird. Damit kann ohne äussere Stromquelle gearbeitet werden und die Schichtdickenverteilung des abgeschiedenen Metalles oder der Legierung ist nicht durch eine Feldverteilung beeinflusst.

3. Ergebnisse

Im folgenden sollen die Ergebnisse, die durch eine Kombination der unterschiedlichen Startmetallisierungstechniken und Metallabscheidungsverfahren erzielt worden sind, vorgestellt und diskutiert werden.

3.1 Russgefüllte Struktur / Galvanik

Als Sonderfall kann das metallische Abformen leitfähig spritzgegossener Mikrostrukturen betrachtet werden. In diesem Fall wird bereits der Spritzgussmasse eine entsprechende Menge einer leitenden Substanz, z. B. eines feinen Metallpulvers oder Leittruss, zugesetzt. Durch den Spritzguss wird eine leitende, verlorene Kunststoffform erzeugt, die in einem Galvanikbad direkt abgeformt werden kann.

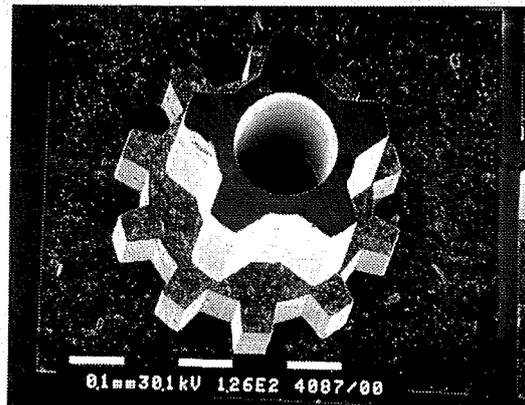


Abb. 1 Gestuftes Liga - Zahnrad, direkt abgeformt von einer leittrussgefüllten, verlorenen PA 12 Kunststoffform

Abb. 1 zeigt ein gestuftes Liga – Zahnrad auf einer metallischen Grundplatte, das direkt aus einer leittrussgefüllten, verlorenen PA 12 Kunststoffform in einem Nickelsulfamatelektrolyten mit 20 mA cm^{-2} abgeformt wurde. Der Durchmesser des Zahnrades beträgt ca. $500 \mu\text{m}$, die Gesamthöhe $800 \mu\text{m}$. Kleine Strukturdetails sind im $10 \mu\text{m}$ Bereich.

Die Grenzen des Verfahrens werden im Kapitel 3.2 behandelt.

3.2 Sputtern / Galvanik

Ein Beispiel für eine massive Mikrostruktur, die durch Startmetallisierung mittels Sputtern hergestellt wurde, zeigt Abb.2. Es handelt sich um eine metallische Teststruktur für ein Ultraschallarray, z.B. für den Einsatz in der Material- oder Medizintechnik. Die Höhe der einzelnen Säulen beträgt $550 \mu\text{m}$, die Fläche $120 \times 120 \mu\text{m}^2$. Insgesamt sind 70×70 Säulen vorhanden. Die Startschicht wurde aufgebracht durch Sputtern einer ca. 100 nm starken Goldschicht bei einem Argondruck von $5 \times 10^{-3} \text{ mbar}$ und einer elektrischen Leistung von 50 W . Bei diesem Verfahren ist besonders auf eine kleine Sputterrate zu achten, da durch die Kondensationswärme des Goldes ein beträchtlicher Wärmeeintrag in die Mikrostruktur erfolgt, der ausschliesslich durch Wärmeleitung abgeführt werden kann. Rechnerisch

ergibt sich bei hohen Sputterleistungen und einer Dicke der Goldschicht von 100 nm für eine Kunststoffstruktur mit einer Dicke von 100 μm bereits eine Temperaturerhöhung von 15 $^{\circ}\text{C}$, bei 10 μm Substratdicke errechnen sich 150 $^{\circ}\text{C}$. Diese Temperaturerhöhung kann an dünnen Substraten mittels Thermoelementen mit kleiner eigener Wärmekapazität experimentell beobachtet werden. Um z.B. am PMMA die Temperatur unterhalb der prozessüblichen 50 $^{\circ}\text{C}$ zu halten und ein Verziehen der Strukturen zu vermeiden, muss die Sputterrate auf Werte um 10 nm min^{-1} beschränkt werden.

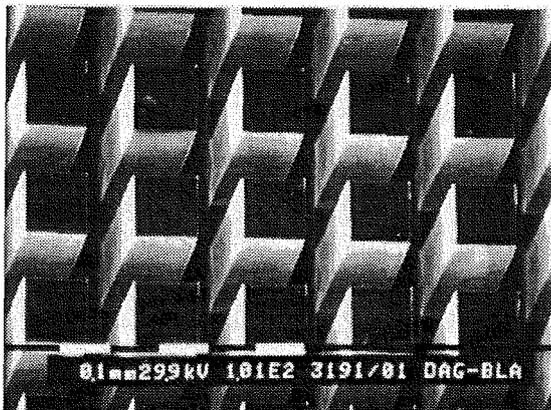


Abb. 2 Teststruktur für ein Ultraschallarray, das durch zweimaliges Abformen eines Arrays aus Kunststoff hergestellt wurde. Durch Aufputtern einer 50 nm starken Goldstarschicht, gefolgt von Kupfergalvanik, wurde zunächst ein Negativ hergestellt. Dieses wurde nach Auflösen des Kunststoffes in einem Nickelsulfamatbad zum Werkzeug invertiert.

Die galvanische Abformung von leitenden Kunststoffmikrostrukturen und durch Sputtern leitfähig gemachten Mikrostrukturen unterliegt einer Begrenzung in der Strukturtiefe bzw. dem Aspektverhältnis. Die meisten Mikrostrukturen können mit Sacklöchern verglichen werden. Eine homogene Leitfähigkeit verursacht einen gleichmässigen Start der Galvanik an allen Flächen der Mikrostruktur, an denen ein ausreichend hohes elektrisches Feld im Elektrolyten den Ladungstransfer an der Oberfläche ermöglicht. In systematischen Untersuchungen an schlitzförmigen Modellmikrostrukturen aus Kupfer wurde beobachtet, dass bei hohen Aspektverhältnissen (>10) am Grund des Schlitzes keine Metallabscheidung stattfindet. Darüberhinaus ist der Stofftransport in die Struktur begrenzt, so dass mit kleinen Stromdichten und hohen Metallsalzkonzentrationen gearbeitet werden muss.

Die Feldverteilung führt jedoch auch dann zum vorzeitigen Zuwachsen der Mündung des Formteiles und zu einem flüssigkeitsgefüllten Hohlraum in der Mikrostruktur, der die mechanische Stabilität beeinträchtigen kann. Dieses Problem beschränkt den Einsatz der galvanischen Verfahren auf Aspektverhältnisse bis ca. 5-10.

Da bei einheitlicher Oberflächenleitfähigkeit die Metallabscheidung auch an den Stirnflächen der verlorenen Formen startet, entsteht stets auch eine durchgehende Metallplatte, die die metallischen Mikrostrukturen fest miteinander verbindet. Daher ist dieses Verfahren besonders zum Kopieren von Formeinsätzen mit nicht zu grossen Aspektverhältnissen gut geeignet.

Bei der Galvanik als Teilschritt des LIGA-Verfahrens treten die genannten Probleme nicht auf, da von einem leitenden Strukturgrund ausgehend eine Auffüllung der ansonsten nichtleitenden Struktur problemlos möglich ist.

3.3 Clustermetallisierung / Galvanik

Im Gegensatz zu Sputtertechniken ist es mit Hilfe von Aufdampfmethoden und, wie gezeigt wird, mit der Clusterbeschichtung möglich, gerichtet und damit selektiv Flächen senkrecht zum Strahlenbündel zu beschichten.

In Abb. 3a ist das Verfahrensschema zur Clustermetallisierung, gefolgt von galvanischer Auffüllung mit Metall, gezeigt.

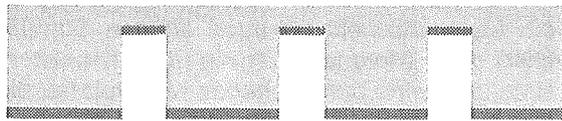
In einer Clusterquelle wird ein Metall mit einem hohen Dampfdruck (z.B. Ag) unter einer Argonatmosphäre verdampft. Aus einer kleinen Öffnung tritt ein Argon/Metaldampfstrahl in ein Vakuum aus, wodurch das Metall zu Clustern kondensiert. Durch zwei Blenden wird die Strahlaufweitung auf einen Öffnungswinkel von 0.01° begrenzt. Die bestrahlbare Fläche beträgt max. $9 \times 9 \text{ cm}^2$ [5].

Mit diesem Verfahren war es möglich, 30 nm Silber am Boden und an der Front einer Kunststoffmikrostruktur abzuscheiden, ohne die Mantelflächen zu bedecken. Durch selektives Kontaktieren der zusammenhängenden Strukturböden gelang es, die galvanische Abscheidung am Strukturboden beginnen zu lassen, die Strukturen bis zum Kontakt der Frontflächen gleichmässig aufzufüllen und erst dann als zusammenhängende Schicht weiterwachsen zu lassen. Auf diese Weise bilden sich keine Wachstumslinien aus [6].

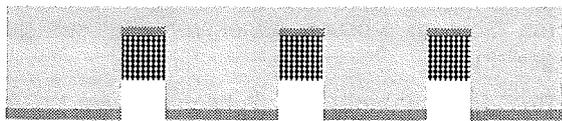
Abb. 3 b) zeigt den Querschliff einer mittels dieser Technik hergestellten Struktur. Hohlräume fehlen und die Nickelschicht zeigt eine ebene Front ohne Wachstumslinien. Damit ist

gezeigt, dass dieses Verfahren prinzipiell erfolgreich eingesetzt werden kann und ein hohes Entwicklungspotential besitzt.

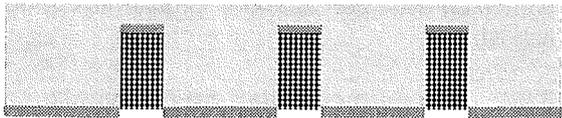
Eine Anwendungsgrenze des Verfahrens ist dann zu sehen, wenn isolierte, nicht zusammenhängende Strukturinseln aufgefüllt werden sollen. Dies ist mit einem galvanischen Verfahren nicht möglich.



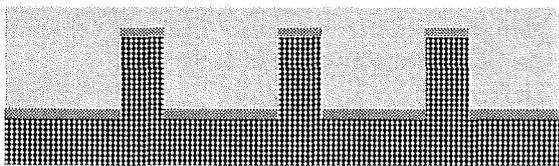
Cluster Startschicht (Ag, 30 nm)



Start der Abscheidung



Oberflächenkontakt



gleichmäßiges Schichtwachstum

Abb. 3 a) Verfahrensschema zur Clustermetallisierung und zur galvanischen Auffüllung einer Kunststoff-Mikrostruktur

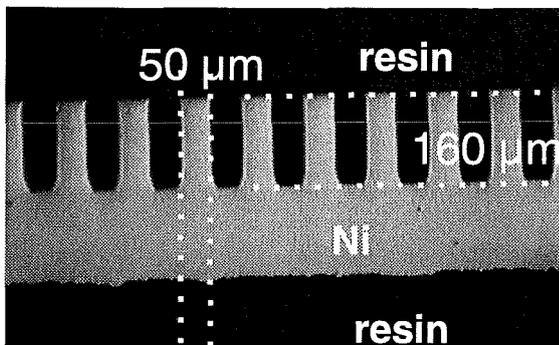


Abb. 3 b) Querschliff einer mittels Clusterbeschichtung und Galvanik hergestellten Struktur. Hohlräume fehlen und die Nickelschicht zeigt eine ebene Front ohne Wachstumslinien.

3.4 Homogene Bekeimung / Stromlose Abscheidung

Untersuchungen an Modellstrukturen haben gezeigt, dass die Schichtdickenverteilung stromlos abgeschiedener Nickel-Phosphor-Schichten auch bei höheren Aspektverhältnissen von bis zu 1:100 wesentlich homogener ist als die der galvanischen Abscheidung [7]. Während bei der galvanischen Abscheidung mit einem LIGA-Elektrolyten bei diesem Aspektverhältnis keine Abscheidung am Boden einer allseitig leitenden Teststruktur beobachtet wird, gelingt es mit der außenstromlosen Abscheidung, einen gleichmässigen Start der Abscheidung zu verwirklichen.

Die prinzipiellen, klassischen Vorbehandlungsschritte zum außenstromlosen Metallisieren von Kunststoffen bestehen aus [8]:

- Reinigen
- Anquellen
- Ätzen
- Polarisieren
- sowie Bekeimen.

Da es sich hierbei um naßchemische Schritte handelt und Mikrostrukturen, wie dargestellt, Sacklöcher sind, ist das Einbringen und Benetzen sowie das rückstandsfreie Entfernen der Chemikalien ein sehr schwieriges Unterfangen. Ein weiteres Problem ist das starke Aufrauhern und der grosse Ätzabtrag am Kunststoff bei den üblichen naßchemischen Verfahren. Nach dem Ätzen wurde eine Oberflächenrauigkeit an dem verwendeten PMMA von einigen Mikrometern ermittelt.

Zur Überwindung dieser Schwierigkeiten wurde ein neues Verfahren entwickelt. Die naßchemischen Schritte wurden durch eine Plasmavorbehandlung zur Reinigung und Konditionierung der Kunststoffoberfläche ersetzt. Dieses Verfahren bietet folgende Vorteile:

- gute Spaltgängigkeit (Gas bzw. Plasma)
- keine auszuspüelenden Produkte
- schonender als Ätzen
- keine flüssigen Abfälle

Der Einfluss der Plasmavorbehandlung auf PMMA ist in Tabelle 1 zusammengestellt. Durch Optimierung der Plasmaparameter gelingt es, bei vernachlässigbarem Materialabtrag und vernachlässigbarer Steigerung der Rauigkeit eine deutlich bessere Haftung zu erreichen [9][10].

Messgrösse (Methode)	Unbehandelt	plasmabehandelt
Rauhigkeit (AFM) (contact mode)	20 x 20 μm^2 : 12 nm	20 x 20 μm^2 : 14 nm
Oberflächenspannung (Kontaktwinkel)	gesamt : 39 mN/m dispers : 73 % polar : 27 %	gesamt : 44 mN/m dispers : 28 % polar : 72 %
Massenverlust (Wägen)	----	Vakuum : 24 $\mu\text{g cm}^{-2}\text{h}^{-1}$ Plasma : 100 $\mu\text{g cm}^{-2}\text{h}^{-1}$
Zusammensetzung (ESCA)	C / O 78 : 22 C _{all} : C-OH : C=O 1 : 0.34 : 0.22	C : O : N 78 : 19 : 3 C _{all} : C-OH : C=O 1 : 0.53 : 0.25

Tabelle 1 : Einfluss der Plasmavorbehandlung auf die Oberfläche von PMMA

Unmittelbar im Anschluss an den Konditionierungsprozess wird zur Optimierung der Hafteigenschaften eine dünne Kupferschicht aufgesputtert. In orientierenden Experimenten mit verschiedenen Metallen (Au, Pd, Pt, Cr, Cu, Ni, NiP) ergab eine 100 – 200 nm dicke Kupferzwischen-schicht die besten Hafteigenschaften für die anschliessend abgeschiedene Nickel-Phosphor-Schicht.

Während die so erzielte Haftung zum galvanischen Abscheiden einer beliebig dicken Nickelschicht ausreicht, ist es bisher nicht gelungen, dicke (einige 100 μm) NiP – Schichten haftfest aufzuwachsen zu lassen. Das Auftreten innerer Spannungen in außenstromlos abgeschiedenen Schichten ist ein bekanntes Problem, das durch Optimieren der Badzusammensetzung und der Abscheideparameter gelöst werden muss.

3.5 Clustermetallisierung / Stromlose Abscheidung

Für das Verfahren der Clustermetallisierung lassen sich bisher nur Metalle mit einem hohen Dampfdruck einsetzen. Die bisher aufgebrauchten Silberschichten von ca. 30 nm lassen sich stromlos nicht direkt verstärken. Mit Hilfe eines Palladium - Zementationsprozesses gelingt es jedoch, die für eine stromlose Abscheidung nötige autokatalytische Oberfläche zu schaffen und eine außenstromlose Nickel – Phosphor - Abscheidung zu starten. Wie jedoch im Abschnitt 3.4 diskutiert, besitzt dieser Werkstoff zu hohe innere Spannungen, um die nötige Schichtdicke ohne Rissbildung bzw. Ablösung aufzubauen.

4. Zusammenfassung und Diskussion

Für die Herstellung metallischer Mikrostrukturen über den Spritzguss von Kunststoffmikrostrukturen, gefolgt von galvanischer oder stromloser Abformung in Metall, befindet sich ein ganzes Spektrum von Verfahrensvarianten für eine kostengünstige und serientaugliche Fertigung in Entwicklung. Dies stellt eine wichtige Ergänzung zur direkten Abformung von Resiststrukturen, die mittels lithografischer Verfahren hergestellt wurden, dar. Alle spritzgiessbaren Mikrostrukturen sind prinzipiell auf diesem Weg abformbar. Abhängig vom Design des Produktes (Aspektverhältnis, verbundene oder isolierte Strukturen) sind verschiedene Varianten des Aufbringens einer Startschicht und des Abformverfahrens geeignet :

a) Sputtern /Galvanik

Zusammenhängende Strukturen auf einer Basisplatte (z.B. Formeinsätze) mit geringen Aspektverhältnissen (< 10) sind über Besputtern oder Bedampfen einer nichtleitenden Kunststoffmikrostruktur, gefolgt von galvanischer Abformung, herstellbar.

b) Sputtern / stromlose Abscheidung

Zusammenhängende Strukturen aus Metall mit höheren Aspektverhältnissen können durch Startmetallisierung mittels Sputtern oder Bedampfen, gefolgt von stromloser Abformung, hergestellt werden, da bei diesem Verfahren keine Bildung flüssigkeitsgefüllter Hohlräume stattfindet. Entwicklungsbedarf besteht derzeit hinsichtlich der Auffüllung bei hohen

Aspektverhältnissen und der Vermeidung von Schichteigenheiten.

c) Clustern / Galvanik

Mittels einer Startmetallisierung durch Clusterstrahlen und galvanischer Abformung lassen sich zusammenhängende Strukturen wie unter a) aber mit beliebigen Aspektverhältnissen herstellen, ohne dass ihre Eigenschaften durch flüssigkeitsgefüllte Hohlräume beeinträchtigt werden.

d) Clustern / stromlose Abscheidung

Isolierte (einzeln stehende) Mikrostrukturen, können, wie prinzipiell nachgewiesen, durch Clusterstartmetallisierung und außenstromlose Abformung hergestellt werden. Dies scheitert momentan noch an den zu hohen inneren Spannungen in den abgeschiedenen Legierungsschichten (NiP), die zu einem Abplatzen der Schicht von der verlorenen Form im Herstellungsprozess führt und durch Weiterentwicklung der außenstromlosen Bäder bezüglich innerer Spannungen gelöst werden muss.

Diese Methode bietet damit das höchste Entwicklungspotential zur direkten, preiswerten Herstellung einzelner oder zusammenhängender Mikrostrukturen auf dem Wege der Abformung verlorener Kunststoffmikrostrukturen.

Literatur

- [1] W. Bacher, G. Linder, R. Ruprecht, Große Stückzahlen; Maschinenmarkt 99 (1993), S. 40-43 Mikrosysteme; Maschinenmarkt 100 (1994), S. 34-39.
- [2] R. Ruprecht et. al., Various Methods for Manufacturing of Threedimensional Metal Microstructures, Transducers '97, Chicago 1997
- [3a] V. Piötter et al., Verfahren zur Herstellung von LIGA Metallmikrostrukturen durch Galvanoformung in verlorene Kunststoffformen, in: Jahrbuch Oberflächentechnik, 1996, Hüthig-Verlag, Heidelberg
- [3b] V. Piötter, J. Haußelt, J. Konys, R. Ruprecht: Injection molding of filled and unfilled thermoplastics, Micro System Technologies '96, Potsdam (96), S. 193
- [4] W. Bacher et al., Electrodeposition of Microstructures: Electrochemical Technologies, Kodansha Limited, Tokyo 1996, S. 159
- [5] P. Gatz, O.F. Hagen: Cluster beams for the metallization of microstructured surfaces, Applied Surface Science 91(1995) S. 169-174
- [6] A. Thies, O.F. Hagen: A new method for the mass production of metallic microstructures?, Microsystem Technology 26 (1998).
- [7] A. Thies, G. Schanz, E. Walch, J. Konys: Chemical deposition of metals for the formation of microstructures: an alternative method to galvanofarming?, Electrochimica Acta 42 (1997) S. 3033-3040
- [8] W. Riedel, Funktionelle chemische Vernickelung, Eugen G. Leuze Verlag, Saulgau/Württ.
- [9] A. Thies, J. Konys, J.H. Haußelt : Metallische Abformung von Kunststoffmikrostrukturen, DGO Jahrestagung 1997 in Lübeck
- [10] G. Schanz, A. Thies, E. Walch, J. Konys: Galvanische und stromlose Abscheidung für die Mikrosystemtechnik, DGM Hauptversammlung 1997, 20-23. Mai 1997, Braunschweig

Mikroaktoren aus Formgedächtnislegierungen

M. Kohl und K.D. Skrobanek
Institut für Mikrostrukturtechnik

Zusammenfassung

Zwei Aktorkonzepte mit hohem Arbeitsvermögen werden vorgestellt, deren Antriebe aus gestalptimierten, mikrostrukturierten Formgedächtnisfolien bestehen. Beim ersten Aktorkonzept handelt es sich um Linearaktoren, die von gefalteten Federelementen aus NiTiCu der Größe $3 \times 3 \times 0.1 \text{ mm}^3$ angetrieben werden. Die erzielbaren maximalen Stellwege liegen bei $570 \text{ }\mu\text{m}$, die maximalen Stellkräfte bei 110 mN . Maximale Stellzeiten betragen ca. 1.5 s , sie können aber unter Ausnutzung einer partiellen Phasenumwandlung bei reduziertem Stellweg von $20 \text{ }\mu\text{m}$ auf 50 ms verkürzt werden. Beim zweiten Aktorkonzept handelt es sich um Mikroventile mit NiTi-Biegeelementen ähnlicher Abmessungen. Die maximalen Durchflüsse liegen bei 1600 sccm , die maximalen Drücke bei 4.5 bar . Diese vielversprechenden Spezifikationen werden durch Gestalptoptimierung der Antriebsdesigns und durch Herstellung in Hybridtechnologie erzielt, wodurch eine separate Bearbeitung und Konditionierung des Formgedächtnisantriebs und dadurch eine hohe Flexibilität ermöglicht wird.

1. Einleitung

Zur Erzeugung von Kräften und Bewegungen in Mikrosystemen werden geeignete Aktorkonzepte benötigt. Die Entwicklung von Mikroaktoren erfolgt derzeit im wesentlichen in zwei Ansätzen. Einen Entwicklungsschwerpunkt bildet die innovative Umsetzung konventioneller, in Makrodimensionen bewährter Aktorprinzipien durch Nutzung von Mikrotechnologien. Einen zweiten Schwerpunkt stellt die Nutzung sogenannter neuer Aktorprinzipien dar [1], die in Mikrodimensionen aufgrund vorteilhafter Skalierungseigenschaften vielversprechende Anwendungsmöglichkeiten besitzen.

Zu den neuen Aktorprinzipien zählt der Formgedächtniseffekt, der sich neben Aktorfunktionen auch für Temperatursensor- und strukturelle Funktionen nutzen läßt und daher kompakte Bauformen mit hoher Miniaturisierbarkeit ermöglicht. Formgedächtnislegierungen (FGL) sind elektrisch mit niedrigen Spannungen ansteuerbar und erlauben die Erzeugung hoher Kräfte und großer Stellwege in eng begrenzten Räumen [2-7]. Die Entwicklung von FGL-Mikroaktoren setzt die Verfügbarkeit geeigneter FGL-Materialien voraus. Daher werden derzeit im Rahmen einer externen Kooperation FGL-Folien durch Kaltwalzen schmelzmetallurgisch hergestellter Ausgangsmaterialien entwickelt [5]. Darüber hinaus werden im Forschungszentrum FGL-Dünnschichten durch Sputter-Verfahren hergestellt [8]. Kaltgewalzte FGL-Folien mit Materialstärken zwischen 30 und $100 \text{ }\mu\text{m}$ eignen sich insbesondere zur Herstellung von Mikroaktoren hoher Ausgangsarbeit mit Abmessungen im Millimeterbereich [4,6,7].

Die optimale Nutzung des FGL-Effekts erfordert Designs mit homogenem Spannungsprofil. Die bei gegebener Belastung auftretenden mechanischen Spannungen müssen ausreichend groß sein, um ein hohes Arbeitsvermögen zu erzielen, bestimmte materialabhängige Obergrenzen dürfen aber nicht überschritten werden, um Ermüdungseffekte zu vermeiden. Diese Anforderungen wurden in zwei Antriebsdesigns umgesetzt: in FGL-Planarfedern für in der Substratebene bewegliche Linearaktoren und in FGL-Biegeelemente zur Auslenkung einer Membran senkrecht zur Substratebene in Mikroventilen. In diesem Beitrag werden beide Mikroaktoren vorgestellt und ihre Eigenschaften beschrieben.

2. Linearaktoren

Das Funktionsprinzip der Linearaktoren ist in Abb.1 schematisch dargestellt. Die Aktoren bestehen aus einem FGL-Antrieb und einem Rückstellelement. Beide sind an ihren entgegengesetzten Enden in einem vorgespannten Zustand auf einem Substrat fixiert. Als Rückstellelement wird entweder eine passive Feder oder ein zweiter FGL-Antrieb mit entgegengesetzter Antriebsrichtung (Antagonist) verwendet. Im unbeheizten martensitischen oder rhomboedrigen Zustand sind insbesondere die mäanderförmigen Biegestrukturen des FGL-Antriebs aufgrund der Vorspannung aus ihrer Ausgangslage ausgelenkt. Bei Erwärmung über die Phasentransformationstemperatur in den austenitischen Zustand, nehmen die Biegestrukturen aufgrund des FG-Effekts ihre ursprüngliche unausgelenkte Gestalt an. Dies

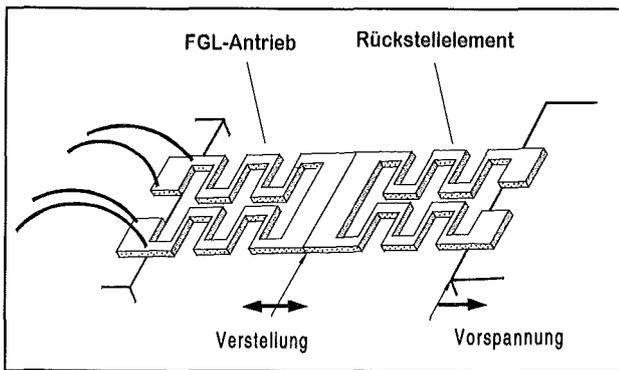


Abb. 1: Funktionsprinzip der FGL-Linearaktoren

führt zu einer Linearbewegung der Aktormitte, wobei die Auslenkung des Rückstellelements zunimmt. Dieser Vorgang kann durch Abkühlung des FGL-Antriebs in den martensitischen Zustand und, bei Verwendung eines Antagonisten, durch zusätzliche Ansteuerung des Rückstellelements wieder umgekehrt werden.

2.1 Design und Herstellung

Maximale Stellwege sind durch materialabhängige Obergrenzen der bei Belastung auftretenden mechanischen Spannungen und Dehnungen festgelegt. Bei den hier verwendeten Materialien aus NiTiCu können Ermüdungseffekte unterhalb maximaler Dehnungen von 1.5% vernachlässigt werden. Bei parallel verlaufenden Biegeelementen wird diese Obergrenze allerdings bereits bei relativ kleinen Auslenkungen erreicht, da mechanische Spannungsüberhöhungen lokal in der Nähe ihrer Aufhängung auftreten.

Dies wird in Abb. 2(a) deutlich, die einen typischen Verlauf der von-Mises-Spannung in einem parallel verlaufenden Biegeelement zeigt. Dabei sind unterschiedliche Spannungsintensitäten durch verschiedene Graustufen zwischen schwarz (keine Spannung) und weiß (Maximalspannung) angegeben. Spannungs- und Dehnungsprofile wurden durch Simulationsrechnungen mit der finiten Elemente-Methode ermittelt. Aufgrund der lokalen Spannungsüberhöhung wird der FG-Effekt nur in einem kleinen Volumen des FGL-Antriebs ausgenutzt, wodurch die erzielbare Ausgangsarbeit relativ niedrig bleibt. Aus diesem Grund sind parallel verlaufende Biegeelemente als Antriebe für FGL-Linearaktoren nicht attraktiv. Daher wurde die Geometrie des Bauteils so optimiert, daß homogene Spannungsprofile bei gegebener Belastung der Bauteile vorliegen.

Als Optimierungsverfahren wurde das im Forschungszentrum entwickelte CAO (Computer Aided Optimisation) Verfahren verwendet [9], das mittlerweile als käufliches Werkzeug erhältlich ist. Das Ergebnis einer derartigen Optimierung ist in Abb. 2(b) dargestellt. Bei optimierter Geometrie

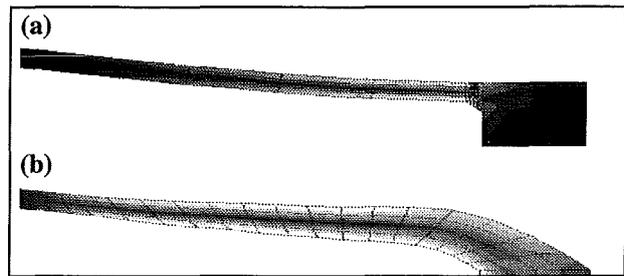


Abb. 2: Berechnete von-Mises-Spannung in einem parallel verlaufenden Biegeelement (a) und in einem optimierten Biegeelement (b). Schwarze Regionen bedeuten keine Spannung, weiße Regionen maximale Spannung.

sind die Maximalspannungen um über einen Faktor 6 reduziert. Bei gegebener Spannungsobergrenze erlaubt dies eine Erhöhung des Arbeitsvermögens der FGL-Antriebe in der gleichen Größenordnung [4].

In Abb. 3 ist ein gestaltoptimierter FGL Antrieb aus NiTiCu (5 at% Cu) bestehend aus zwei vierfach-gefalteten Biegeelementen dargestellt. Die Abmessungen sind $4 \times 2 \times 0.1 \text{ mm}^3$. Die minimale Stegbreite beträgt $50 \mu\text{m}$. Die Herstellung erfolgte durch Laserschneiden einer kaltgewalzten NiTiCu-Folie von 0.1 mm Dicke. Passive Federelemente bestehend aus zwei achtfach-gefalteten Biegeelementen wurden mit der gleichen optimierten Gestalt ausgelegt. Als Material wurde superelastisches NiTi der Dicke $100 \mu\text{m}$ verwendet, das ebenfalls durch Laserschneiden mikrostrukturiert wurde.

Im NiTiCu-Bauelement wurde der Ein-Weg-Effekt durch eine Wärmebehandlung bei 530°C eingestellt. Die mikrostrukturierten Bauteile wurden nachfolgend durch ein Klebverfahren miteinander verbunden, wobei im Fall antagonistischer Rückstellung ein thermischer Isolator zwischen den Bauteilen integriert wurde.

Nachfolgend wurden die einander gegenüberliegenden Endflächen auf einem Substrat nach vorheriger Vorspannung der Biegeelemente fixiert. Elektrische Kontakte wurden durch das Wedge-Wedge-Bondverfahren realisiert.

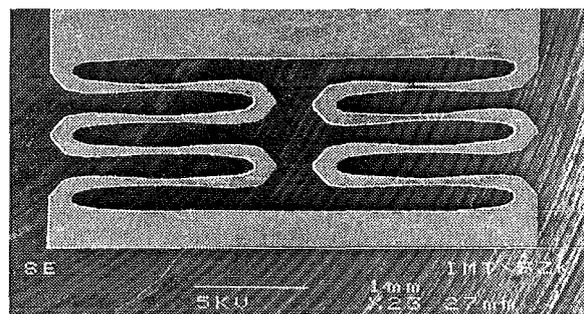


Abb. 3: Gestaltoptimierter FGL Antrieb

2.2 Stationäre Eigenschaften

Stellweg- und Widerstandskennlinien wurden durch Zyklieren der elektrischen Heizleistung gemessen. Dabei wurde die Heizleistung schrittweise verändert und die Messung erst nach ausreichender Wartezeit durchgeführt, um stationäre Bedingungen zu ermöglichen. Auslenkungen der Bauteile wurden optisch mit einem Videomikroskop detektiert. Elektrische Widerstandskennlinien wurden gleichzeitig mit der Vier-Punkt-Methode gemessen.

Abb. 4 zeigt Stellweg- und Widerstandskennlinien eines Linearaktors mit passiver Rückstellfeder für zwei unterschiedliche Vorspannungszustände, die zu maximalen Auslenkungen des FGL-Antriebs von 300 und 600 μm führen. Bei Raumtemperatur werden große Auslenkungen, bei Heizleistungen oberhalb 80 mW kleine Auslenkungen gemessen. Zwischen beiden Zuständen wird eine Phasentransformation beobachtet mit einer typischen Hysterese von 10 mW, die einer Temperaturhysterese von ca. 20 K entspricht. Oberhalb 160 mW befinden sich alle Bereiche oberhalb der austenitischen Übergangstemperatur von ca. 100 $^{\circ}\text{C}$.

Aus Simulationsrechnungen folgt, daß bei einer Auslenkung von 600 μm die maximale Dehnung im martensitischen Zustand des FGL-Antriebs 1.3% beträgt. In diesem Fall ist die Maximalspannung 55 MPa. Im austenitischen Zustand reduziert sich das Dehnungsmaximum auf 0.43%. Gleichzeitig nimmt die maximale Spannung aufgrund der ansteigenden Kraft der Rückstellfeder auf 230 MPa zu. Aufgrund dieser Spannungszunahme erfolgt eine vollständige Phasenumwandlung in den austenitischen Zustand erst bei einer Heizleistung über 160 mW.

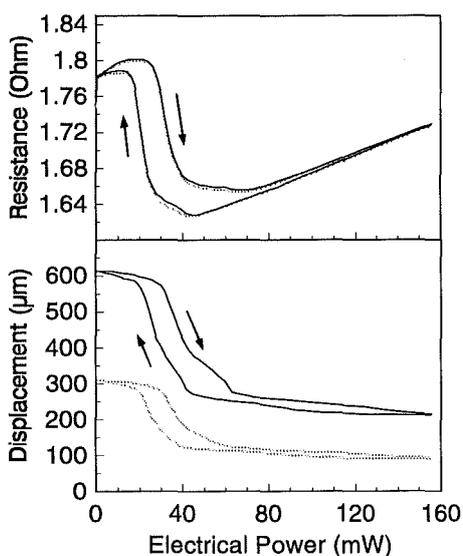


Abb. 4: Stellweg- und Widerstandskennlinien eines Linearaktors mit passiver Rückstellfeder

Aus der maximalen und minimalen Auslenkung bei 1.3% maximaler Dehnung ergibt sich ein Aktorhub von 390 μm , wobei die Kraft zwischen FGL-Antrieb und Gegenfeder in Abhängigkeit von der Auslenkung linear zwischen 24 und 110 mN variiert. Bei Linearaktoren mit antagonistischem Rückstellelement werden bei gleicher Maximaldehnung noch größere Aktorhübe von 570 μm erreicht [6]. Die erzielten Ergebnisse sind für beide Rückstellmechanismen in Tabelle 1 zusammengestellt.

Rückstellmechanismus	ϵ_{max}	Aktorhub (μm)	F_{max} (mN)	F_{min} (mN)
Feder	1.3%	390	110	24
Feder	0.65%	210	55	12
Antagonist	1.3%	570	24	24
Antagonist	0.6%	250	12	12

Tab. 1: Spezifikationen der Linearantriebe

2.3 Dynamische Eigenschaften

Die Dynamik der Aktorbewegung hängt wesentlich vom zeitlichen Verlauf der Heizsignale ab. Bislang wurden zeitabhängige Untersuchungen mit rechteckigen Heizpulsen mit variabler Pulsdauer und -höhe durchgeführt. Die zur Phasenumwandlung erforderlichen Heizzeiten τ_h wurden anhand des in zeitaufgelösten elektrischen Widerstandskurven auftretenden Widerstandsminimums bestimmt. Dort erreichen die Linearaktoren ca. 90% ihrer Maximalauslenkung. Mit zunehmender Heizleistung P_{el} nimmt τ_h indirekt proportional ab. Um eine Überhitzung der FGL-Antriebe über 250 $^{\circ}\text{C}$ zu vermeiden, wurde eine maximale Heizleistung von 200 mW nicht überschritten. Bei 190 mW beträgt die Heizzeit τ_h ca. 300 ms.

Die Rückbewegung der FGL-Antriebe beim Abkühlen wurde optisch in einer Transmissionsanordnung untersucht, da die Meßgenauigkeit der Widerstandsmessungen bei niedrigen Strömen zu gering ist. Dazu wurde ein optischer Strahlunterbrecher in der Aktormitte integriert, siehe Abb. 5. Über dem Aktor wurden zwei einander gegenüberliegende Glasfasern relativ zum Strahlunterbrecher positioniert, um Stellwegabhängige Transmissionsmessungen durchführen zu können.

Abb. 6 zeigt einen typischen Verlauf eines zeitaufgelösten optischen Transmissionsignals. Dabei sind nur die ersten 50 μm des Stellweges bedingt durch den Kerndurchmesser der verwendeten Glasfaser aufgelöst. Die Zeitdifferenz zwischen dem Ende des Heizsignals und dem Zeitpunkt, bei dem der Linearaktor in seine Ausgangsstellung zurückgekehrt ist, gibt die Kühlzeit an. Bei einer Heizleistung von 190 mW und einem Steuersignal der Dauer τ_{act} von 300 ms, beträgt die Kühlzeit τ_c ca. 1.5 s.

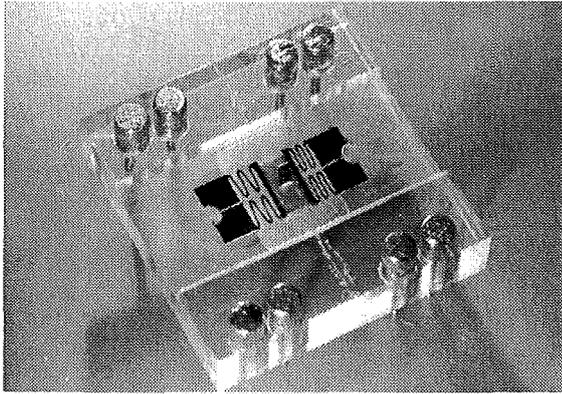


Abb. 5: FGL-Linearantrieb mit integriertem optischem Strahlunterbrecher

Diese vergleichsweise lange Zeit wird nur bei vollständiger Phasenumwandlung benötigt. In vielen Fällen genügen jedoch auch partielle Phasentransformationen, bei denen nur Bruchteile des gesamten Stellweges ausgenutzt werden. Ein Beispiel zeigt Abb. 7 für einen Linearaktor mit antagonistischem Rückstellmechanismus. Bei dieser Aktorvariante sind die Schaltzeiten τ_{sw} in beide Richtungen jeweils von der Aufheizung des FGL-Antriebs, bzw. seines Antagonisten festgelegt. Das Kühlverhalten der beiden Antriebe bestimmt dabei den maximal möglichen Aktorhub bei gegebener Frequenz des Heizsignals. Im dargestellten Beispiel beträgt die Frequenz des Heizsignals 4.2 Hz und die Schaltzeit 50 ms bei reduziertem Aktorhub von ca. 20 μm .

3. Mikroventile

Der schematische Aufbau der Mikroventile ist in Abb. 8 dargestellt. In diesem Fall wird ein FGL-Mikroantrieb zur Kontrolle der Auslenkung einer Membran verwendet. Die Membran befindet sich oberhalb einer Ventilkammer mit integriertem Ventilsitz und kann die dort befindliche Durchlaßöffnung je nach Wölbung freigeben oder verschließen. Das Antriebsdesign besteht aus radial angeordneten FGL-Doppelbiegeelementen

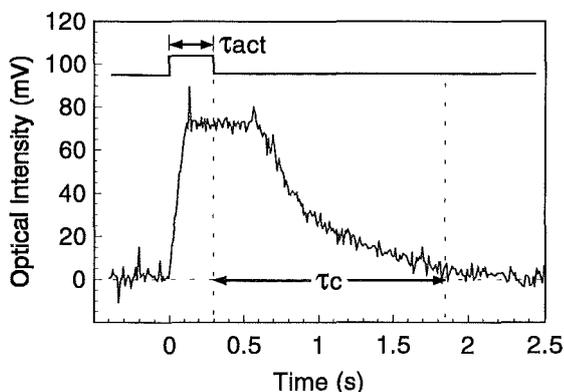


Abb. 6: Zeitaufgelöstes Transmissionsignal

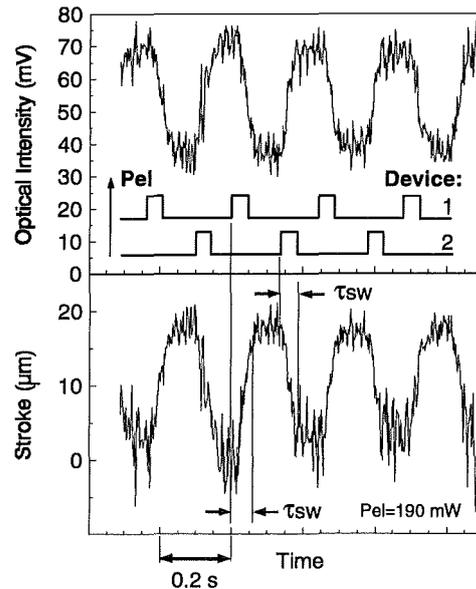


Abb. 7: Schaltverhalten eines Linearaktor mit antagonistischem Rückstellmechanismus

mit Stellrichtung senkrecht zur Substratebene. Im unbeheizten martensitischen oder rhomboedrischen Zustand lassen sich die Biegeelemente leicht auslenken, so daß sich die Membran bei Anlegen einer Druckdifferenz zwischen den Anschlüssen A und B auswölben kann. Das Ventil befindet sich ohne Leistungszufuhr dann im normal geöffneten Zustand. Durch Beheizen des FGL-Antriebs in den austenitischen Zustand nehmen die Biegeelemente aufgrund des FG-Effekts ihre ursprüngliche planare Gestalt an und pressen die Membran auf den Ventilsitz. Die maximale Druckdifferenz, bis zu der ein Verschließen der Ventilöffnung möglich ist, wird durch die Biegekraft der FGL-Elemente bestimmt und läßt sich durch mechanische Vorspannung mit Hilfe einer Distanzscheibe geeigneter Dicke einstellen. Die bei Druckbeaufschlagung in der unteren Kammer auf die Membran wirkenden Kräfte

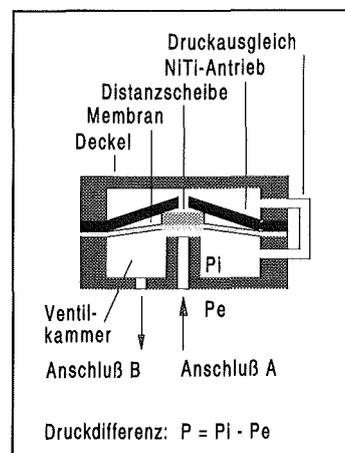


Abb. 8: Schematische Aufbau der Mikroventile

können durch Verwendung einer zweiten oberhalb der Membran befindlichen Kammer kompensiert werden. Mit diesem Konzept kann der Einsatz der Ventile auf einen höheren Druckbereich ausgedehnt werden.

3.1 Design und Herstellung

Zur Erzeugung maximaler Biegekräfte und zur Minimierung von Ermüdungseffekten muß die Gestalt der Biegeelemente, wie im Fall der Linearantriebe, derart optimiert werden, daß homogene Spannungsprofile bei gegebener Belastung der Bauteile vorliegen. Die Optimierung erfolgte in diesem Fall durch analytische Simulationsrechnungen [7]. In Abb. 9 sind typische Verläufe der Biegeelement-Breiten und zugehöriger maximaler Randspannungen vor und nach der Optimierung des Breitenprofils dargestellt. Die Belastung der Biegeelemente, die durch die Membran übertragen wird, setzt sich dabei aus dem Beitrag einer Streckenlast entlang der Biegeelemente und einer Einzellast an deren Spitze zusammen. Auch hier kann die Maximalspannung durch Gestaltoptimierung um mehr als einen Faktor 5 gesenkt werden. Bei Betrieb an der Belastungsgrenze im martensitischen Zustand von 60 MPa, kann so eine Erhöhung des Arbeitsvermögens der FGL-Ventilantriebe um einen Faktor 15 im Vergleich zu unoptimierten Antrieben erzielt werden [7].

Die FGL-Antriebe wurden durch Lasermikrostrukturierung kaltgewalzter Folien aus NiTi mit 0.1 mm Dicke gefertigt. Die Herstellung der Mikroventile erfolgte wie im Fall der Linearantriebe hybrid mit Hilfe von Aufbau- und Verbindungstechniken, wobei die Einzelelemente zum Teil bereits in Parallelfertigung hergestellt

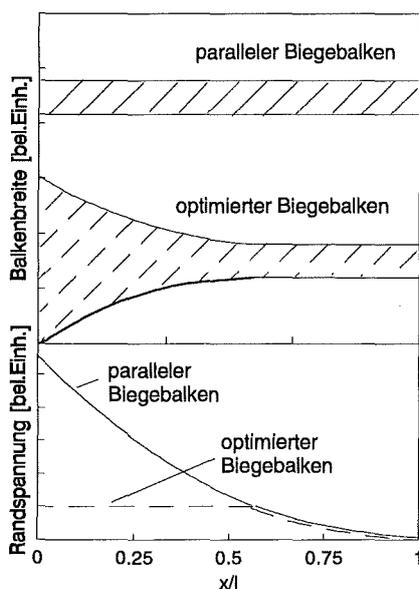


Abb. 9: Breitenprofile und zugehörige Verläufe der Randspannung

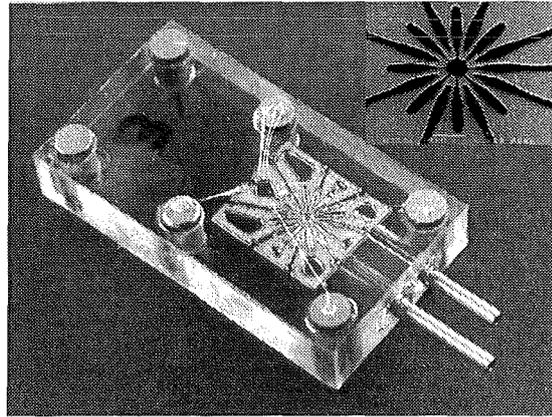


Abb. 10: FGL-Mikroventil ohne Deckel und FGL-Antrieb (oberer Ausschnitt)

wurden. Abb. 10 zeigt einen Ventil-Prototypen ohne Deckel. Im oberen Ausschnitt ist darüber hinaus eine Aufsicht des FGL-Antriebs abgebildet. Die Länge der Biegeelemente beträgt hier 1.5 mm, die minimale Breite 0.1 mm. Die Ventilkammer besitzt einen Durchmesser von 4 mm, der Durchmesser der Ventilöffnung beträgt 0.5 mm.

3.2 Stationäre Eigenschaften

Der druckabhängige Verlauf des Gasdurchflusses eines FGL-Mikroventils ist in Abb. 11 dargestellt. Zum Schließen des Ventils wird eine druckabhängige elektrische Leistung von maximal 180 mW benötigt. Die Druckabhängigkeit der Heizleistung ergibt sich aus der druckabhängigen konvektiven Kühlung durch den Gasstrom durch das Ventil im geöffneten Zustand. Die zur Aufrechterhaltung des geschlossenen Zustands erforderliche Heizleistung ist dagegen, aufgrund der Abwesenheit konvektiver Kühlung, druckunabhängig und mit ca. 75 mW deutlich kleiner. Die beobachtete Hysterese spiegelt folglich nicht das Umwandlungsverhalten des FGL-Antriebs wider, sondern läßt sich auf unterschiedliche Kühlleistungen im geschlossenen und geöffneten

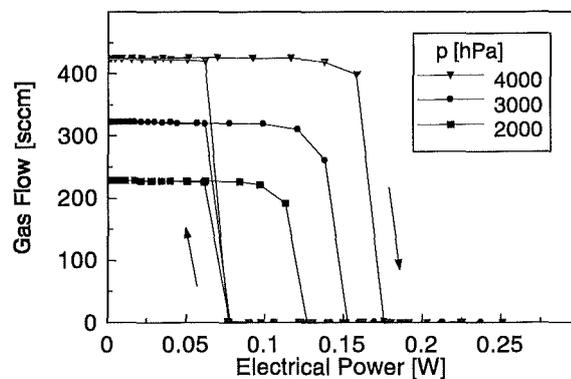


Abb. 11: Gasdurchfluß eines FGL-Mikroventils als Funktion des Drucks

Zustand des Ventils zurückführen. Die maximale Spannungsbelastung des FGL-Antriebs von 60 MPa wird hier bei einer Druckdifferenz von ca. 4.5 bar überschritten. Die maximale Druckbelastung kann jedoch durch entsprechende Auslegung von Ventilsitz und FGL-Antrieb ohne Änderung der Gesamtabmessungen auf mindestens das vierfache gesteigert werden. Die wichtigsten Spezifikationen des untersuchten Mikroventils sind in Tabelle 2 zusammengestellt.

Medium: Gas
Funktion: Im Normalzustand geöffnet
Durchmesser der Ventilkammer: 4 mm
Steuerleistung: < 250 mW
Lebensdauer > 100.000 Zyklen
Mindestleistung für geschlossenen Zustand: 75 mW
Schließzeit: 0.5 - 1 s
Maximaler Fluß: 1600 Standard ccm
Maximale Druckdifferenz: 4500 hPa

Tab. 2: Spezifikationen eines Mikroventils

3.3 Dynamische Eigenschaften

Das dynamische Schließverhalten der Mikroventile wird im wesentlichen vom zeitlichen Verlauf der Heizsignale und von der konvektiven Kühlung durch den Gasstrom im Ventil bestimmt, die dem Heizvorgang entgegenwirkt. Hohe Drücke und Gasströme führen daher zu vergleichsweise langen Schließzeiten. Bei maximaler Heizleistung von 450 mW und einem Durchfluß von 400 sccm beträgt die Schließzeit ca. 0.5 s. Bei Erhöhung des Durchflusses auf 1200 sccm verdoppelt sich die Schließzeit.

Die Öffnungszeiten werden durch den anliegenden Druck weniger stark beeinflusst, da konvektive Kühlung erst nach Öffnen des Ventils einsetzt. Die Öffnungszeiten sinken mit zunehmendem Differenzdruck und variieren zwischen 1 und 2 s.

4. Ausblick

Die vielversprechenden Spezifikationen der hier vorgestellten FGL-Mikroaktoren lassen sich im wesentlichen auf zwei innovative Konzepte zurückführen: (1) Gestaltoptimierte FGL-Mikroantriebe mit homogener Spannungsverteilung erlauben eine optimale Nutzung des FG-Effekts. (2) Die Fertigung in Hybridtechnologie garantiert die notwendige Flexibilität bei der Konditionierung der FGL Materialeigenschaften ohne Beeinträchtigung der Funktionalität anderer Mikroaktorkomponenten. Da die Mikroaktoren aus einer geringen Zahl an Einzelbauteilen gefertigt werden können, bleibt der dazu erforderliche Aufwand gering. Die Einzelbauteile selbst können kostengünstig parallel hergestellt werden.

Aussichtsreiche Anwendungen werden insbesondere in den Bereichen Mikrooptik, Mikrofluidik und Robotik gesehen. Die FGL-Linearantriebe eignen sich hier als Schalt- oder Positionierelemente. Der Einsatzbereich der Mikroventile liegt insbesondere bei hohen Drücken, wobei die Zuverlässigkeit des Öffnens und Schließens im Vordergrund steht und Stellzeiten bei 0.1-2 s liegen. Eine weitere wichtige Anwendung sind FGL-Mikrogreifer, da komplexe Bewegungen ohne mechanisch bewegliche Teile realisierbar sind.

Danksagung

Wir danken den Herrn A. Schüßler, W. Pfleging und H. Besser (IMFI) für die tatkräftige Unterstützung bei der Lasermikrostrukturierung der FGL-Folien.

Literatur:

- [1] D.J. Jendritza: „Technischer Einsatz Neuer Aktoren“, Expert-Verlag (1995).
- [2] M. Kohl, E. Quandt, A. Schüßler, R. Trapp and D.M. Allen: „Characterization of NiTi shape memory microdevices produced by microstructuring of etched sheets or sputter deposited films“, *Actuator 94*, Bremen, Germany, (1994), 317-320.
- [3] M. Kohl, K.D. Skrobanek, E. Quandt, P. Schloßmacher, A. Schüßler and D.M. Allen: „Development of Microactuators Based on the Shape Memory Effect“, *Journal de Physique IV C8*, (1995) 1187-1192.
- [4] M. Kohl, K.D. Skrobanek, A. Schüßler, M. Teschner and S. Miyazaki: „Stress-optimized integrated linear actuators with shape memory effect“, *Actuator 96*, Bremen, Germany, (1996), 367-369.
- [5] K. Kitamura, S. Miyazaki, M. Kohl, „Anisotropy of shape memory behavior of rolled Ti-Ni thin plates“, *ibid.*, 401-404.
- [6] M. Kohl and K.D. Skrobanek, „Linear microactuators based on the shape memory effect“, *Transducers 97*, Chicago, USA (1997), 785-788.
- [7] K.D. Skrobanek, M. Kohl and S. Miyazaki: „Stress-optimized shape memory microvalves“, *MEMS 97*, Nagoya, Japan, IEEE Catalog No.97CH36021, (1997) 256-261.
- [8] J. Betz, F. Gugenberger, H. Holleck, A. Ludwig, E. Quandt, K. Seemann, B. Winzek: „Sensoren und Aktoren aus Dünnschichtverbundwerkstoffen mit Funktionseigenschaften (Magnetostriktion, Formgedächtnis- und Bimetalleffekt)“, dieser Tagungsband.
- [9] C. Mattheck and S. Burkhardt: „A new method of structural shape optimization based on biological growth“, *Int. J. Fatigue*, Vol. 12, (1990) 185-190.

Katalysatorsysteme für Mikrostrukturreaktoren

M. Fichtner, T. Ludwig, R. Wunsch und K. Schubert

Hauptabteilung Versuchstechnik

Zusammenfassung

Der Einsatz von Mikrostrukturreaktoren kann für die chemische Produktion Vorteile mit sich bringen. Neben einer erhöhten Betriebssicherheit und der Möglichkeit einer schnelleren Prozessentwicklung können in vielen Fällen auch höhere Produktausbeuten möglich sein. Um dieses Ziel zu erreichen, kann es erforderlich sein, den Mikrostrukturreaktor an den Innenwänden mit einem Katalysatorsystem auszustatten. Der vorliegende Beitrag befaßt sich mit der Entwicklung mikrostrukturverträglicher Katalysatorsysteme. Es werden Lösungsansätze und erste Entwicklungsergebnisse vorgestellt. Anhand dreier Anwendungsbeispiele wird das Potential der Mikroverfahrenstechnik bei chemischen Anwendungen verdeutlicht.

1 Einleitung

Eines der wesentlichen Entwicklungsziele in der chemischen Industrie sind optimierte Herstellungsprozesse, bei denen das gewünschte Produkt mit einer erhöhten Ausbeute hergestellt werden kann. Gelingt dies, so ergeben sich wirtschaftliche Vorteile durch die größere Produktionsrate an nutzbringendem Produkt. Zusätzlich werden die Kosten gesenkt durch den reduzierten Aufwand für die Abtrennung der Reinsubstanz sowie die verringerten Abfall- bzw. Recyclingströme.

Die vom Forschungszentrum entwickelten Mikrostrukturreaktoren, über die in einem weiteren Beitrag zu diesem Statuskolloquium berichtet wird, bringen zum Erreichen dieser Ziele eine Reihe von Vorteilen mit sich [1]. Diese haben in einigen Anwendungsfällen bereits zu teilweise erheblichen Verbesserungen bei der Produktausbeute geführt. So zeigte sich, daß bereits die Möglichkeit einer genauen Temperaturkontrolle gute Verbesserungschancen bietet. In vielen Fällen wird jedoch diese Eigenschaft alleine nicht ausreichen, die in der Regel über Jahre optimierten Herstellungsprozesse weiter zu verbessern. Wie in der herkömmlichen Reaktionstechnik sind auch in der Mikroverfahrenstechnik maßgeschneiderte Katalysatorsysteme notwendig, um hohe Selektivitäten und Umsetzungsgeschwindigkeiten zu erreichen.

Der folgende Beitrag befaßt sich mit den Vorteilen der Mikrostrukturreaktoren bei heterogen katalysierten Prozessen, mit der Herstellung und den Eigenschaften von mikrostrukturverträglichen Katalysatorsystemen und mit den in Zusammenarbeit mit externen Partnern an Mikrostrukturreaktoren durchgeführten experimentellen Untersuchungen.

2 Vorteile von Mikrostrukturreaktoren

Eines der wesentlichen Merkmale von Mikrostrukturreaktoren ist deren fluidische Führung in Mikrokanälen mit Durchmessern typischerweise in der Größenordnung von etwa 100 µm. Bei diesen Dimensionen wird die radiale Diffusion zum gleichwertigen oder dominierenden Transportvorgang gegenüber der Konvektion. Dies hat einen erheblichen Einfluß auf die Wärme- und Stoffübertragungscharakteristik dieser Bauteile.

Erhöhte Wärmeübertragung: Die hervorragenden Wärmeübertragungseigenschaften der mikrostrukturierten Wärmeübertrager sind bekannt. So können Wärmedurchgangskoeffizienten von über 25000 W/m²·K erreicht werden, wenn Wasser als Fluid verwendet wird [2]. Dieser Wert liegt um mehr als eine Größenordnung über dem konventioneller Wärmeübertrager und wird hauptsächlich durch die hohen Wärmeübergangszahlen an den Wänden der Mikrokanäle verursacht. Durch die effektive Wärmeübertragung kann auch bei Reaktionen mit starker Wärmetönung die Reaktionstemperatur im Katalysatorbett gut kontrolliert werden, so daß höhere Produktausbeuten möglich sind. Weiter können lokale Überhitzungen des Katalysators vermieden werden, die zu Ausbeuteverschlechterungen führen.

Erhöhter Stoffübergang: In gleicher Weise wie der Wärmeübergang wird auch der Stoffübergang zur Reaktorwand durch die Geometrie der Mikrostrukturkanäle positiv beeinflusst. Dies ist von Bedeutung, wenn im Reaktor schnelle, heterogen katalysierte Wandreaktionen gefahren werden sollen.

Die Zusammenhänge lassen sich vereinfacht mit Hilfe der dimensionslosen SHERWOOD-Kennzahl (Sh) verdeutlichen [3]:

$$Sh = \frac{\beta \cdot d_h}{D}$$

mit

β : Stoffübergangskoeffizient; d_h : hydrodynamischer Kanaldurchmesser; D : Diffusionskoeffizient

Für typische Strömungsgeschwindigkeiten in den Mikrokanälen und bei gleichzeitiger hydrodynamischer und thermischer Ausbildung der Kanalströmung nimmt Sh einen konstanten Wert von $Sh = 3,66$ an. Es gilt dann

$$\beta = 3,66 \cdot \frac{D}{d_h}$$

Mit diesem Zusammenhang wird deutlich, wie sich der Stoffübergang z. B. zur reaktiven Reaktorwand über die Dimensionierung der Kanalquerschnitte steuern läßt.

Der Vergleich eines Mikrostrukturreaktors mit Kanaldurchmessern um $100 \mu\text{m}$ mit einem Monolithreaktor mit Kanaldurchmessern von ca. $1,5 \text{ mm}$ (typischer Automobil-Abgaskatalysator) ergibt, daß der Stoffübergangskoeffizient beim Mikrostrukturreaktor etwa um den Faktor 15 über dem des Monolithen liegt.

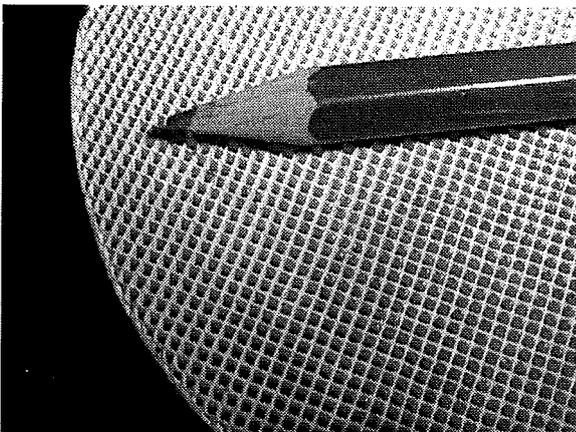


Abb. 1: Stirnseite eines Automobil-Abgaskatalysators mit Kanaldurchmessern im Millimeterbereich.

Erhöhte Betriebssicherheit

Bei den üblichen Schüttbettkatalysatoren kann es bei stark exothermen Reaktionen infolge unzureichender Wärmeabfuhr zu lokalen Überhitzungen (sogenannten "hot spots") kommen, die sich im schlimmsten Falle aufschaukeln und zu einer Zerstörung des Reaktors führen können. Dieses „Durchgehen“ des Reaktors kann bei Mikrostrukturreaktoren durch die hohe spezifische Wärmeabfuhr vermieden werden. Selbst bei einem Totalausfall der Kühlung können

größere Schäden durch die hohe Druckfestigkeit (vgl. [1]), die flammensperrenden Eigenschaften der Mikrokanäle und dem geringen „hold-up“ des Reaktors vermieden werden. Wie in Kapitel 6 gezeigt wird, können mit Mikrostrukturreaktoren auch explosive Gasgemische kontrolliert zur Reaktion gebracht werden.

3 Heterogenkatalysatoren in der chemischen Technik

Technische Katalysatoren werden üblicherweise durch die folgenden Eigenschaften charakterisiert [4]:

Aktivität: Ziel ist ein hoher Umsatzgrad pro eingesetzter Katalysatormenge.

Selektivität: Ziel ist eine möglichst große Menge an gewünschtem Produkt, bezogen auf die eingesetzte Menge an Ausgangsstoff.

Stabilität: Ziel ist ein langzeitstabiler Katalysator mit einer hohen Resistenz gegenüber chemischen, thermischen und mechanischen Einflüssen.

Form: Abhängig vom Anwendungsfall wird versucht, den Katalysator in eine geometrische Form zu bringen, die den Bedürfnissen des Reaktionssystems möglichst angepaßt ist.

Katalysatoren wie z. B. Zeolithe verfügen über eine sehr große spezifische Oberfläche, mit der hohe Umsatzgrade möglich sind. Durch ihre spezielle Zusammensetzung sind jedoch oft Restriktionen vorhanden, was die äußere Form des Katalysators angeht. So werden die in der Regel keramischen Trägermaterialien meistens in Form von Pellets hergestellt, welche mechanisch ausreichend stabil sind und als Schüttgut eingesetzt werden können.

Nachteilig können bei dieser Vorgehensweise der hohe Druckverlust im Schüttbett, die langen Diffusionswege im Katalysatorkorn und im Fluidvolumen sowie die unbefriedigende Temperaturkontrolle am Ort der Reaktion sein. Besonders bei Reaktionen mit starker Wärmetönung treten sowohl entlang des Schüttbetts als auch im einzelnen Katalysatorkorn starke Temperaturunterschiede auf. Der Effekt auf die Umsetzung des Reaktionsgemischs wird deutlich, wenn man für die Abhängigkeit der Reaktionsgeschwindigkeit einen einfachen ARRHENIUS'schen Ansatz verwendet. Demnach verdoppelt sich die Reaktionsgeschwindigkeit, wenn sich die Temperatur nur um 10 K erhöht.

Dadurch und wegen der breiten Verweilzeitverteilung infolge der langen Diffusionswege und den Randgängigkeiten des Schüttbetts treten Einbußen bei der Ausbeute und Selektivität am gewünschten Produkt auf.

4 Anforderungen an Heterogenkatalysatoren für Mikrostrukturreaktoren

In Bezug auf ihre Eigenschaften werden an mikrostrukturverträgliche Heterogenkatalysatoren die gleichen Anforderungen wie an konventionelle Katalysatoren gestellt. Bedingt durch die speziellen räumlichen Gegebenheiten in den Mikrokanälen, müssen Katalysatoren für Mikrostrukturreaktoren zusätzlich der folgenden Anforderung genügen:

Der Reaktor kann entweder vollständig aus dem katalytisch aktivem Material aufgebaut werden oder der Katalysator muß als dünne Schicht auf die inneren Kanalwände, dem Trägermaterial, aufgebracht werden. Haftfestigkeit und mechanische Stabilität dieser Schicht, auch bei Temperaturwechseln, sind entscheidend für die Nutzungsdauer des Gesamtsystems. Sollten sich Teile dieser Wandmaterialien ablösen, kann es aufgrund der geringen Kanaldimensionen zu Verstopfungen im Reaktor kommen.

Die Vorteile dieser Kombination aus Mikrokanal und Wandkatalysator liegen im erhöhten Stoffübergang, in der effektiven Temperaturkontrolle am Ort der Reaktion und der definierten Verweilzeitverteilung im Gesamtsystem. Nachteilig ist die generelle Partikelanfälligkeit der Mikroreaktoren, weshalb die verwendeten Fluide durch Filter gereinigt werden müssen.

5 Lösungsansätze

5.1 Vollkatalysatoren

Durch die Miniaturisierung der Reaktionskanäle ist die spezifische Oberfläche eines Mikrostrukturreaktors mit glatten Kanalwänden mit ca. $15000 \text{ m}^2/\text{m}^3$ bereits sehr hoch [2]. Sie liegt damit etwa um eine Größenordnung über der eines Monolithreaktors.

Eine Reihe von Reaktionen verläuft mit Umsetzungsraten, die so hoch sind, daß die Anzahl der aktiven Zentren einer glatten Katalysatoroberfläche ausreicht, um einen ausreichend hohen Gesamtumsatz der Reaktion im vorgegebenen Reaktorvolumen zu ermöglichen. In diesem Falle ist es nicht notwendig, durch eine meso- oder mikroporöse Trägerstruktur eine zusätzliche Vergrößerung der inneren Oberfläche des Reaktors zu schaffen. Vielmehr kann der Mikrostrukturreaktor direkt aus dem katalytischen Vollmaterial aufgebaut werden. Aufgrund des geringen Eigenvolumens werden selbst beim Einsatz von Edelmetallen die Gesamtkosten des Reaktors nur in wenigen Fällen von den Materialkosten dominiert.

So wurden für Anwendungen in der chemischen

Industrie katalytische Mikrostrukturreaktoren aus mikrostrukturiertem Silber hergestellt (siehe [5] und Kapitel 6.1). Ein Reaktor aus Rhodium wird derzeit im Rahmen eines BMBF-Projektes entwickelt.

5.2 Trägerkatalysatoren

Neben dem Konzept des Vollkatalysators lassen sich auch Trägerkatalysatoren in Mikrostrukturreaktoren realisieren. Hierzu ist es notwendig, den Träger, welcher durch die Wandungen der Kanäle des Mikrostrukturreaktors gebildet wird, mit einer katalytisch aktiven Schicht zu versehen.

5.2.1 Glatte Reaktorbeschichtungen

Werden nur „wenige“ aktive Zentren eines Edelmetalles aufgrund hoher Oberflächenreaktionsgeschwindigkeiten benötigt, kann die Aktivkomponente auch als dünne und geschlossene Schicht auf die Reaktorwänden aufgebracht werden. Dies kann beispielsweise durch Sputtern oder elektrolytische Abscheidung bewerkstelligt werden. Letztere stellt besonders dann eine einfache und kostengünstige Alternative dar, wenn es gelingt, die Abscheidung des Edelmetalls stromlos durchzuführen.

Bei jeder dieser dünnen Schichten ist zu berücksichtigen, daß das Edelmetall eine gewisse Mobilität besitzt und in das Trägermetall eindiffundieren kann. Beim Betrieb des Reaktors kann sich dann durch Legierungsbildung und Eindiffundieren des Edelmetalls in das Trägermaterial die Anzahl aktiven Katalysatorplätze soweit verringern, daß die Funktionalität des Reaktors nicht mehr gewährleistet ist. Es müssen deshalb Vorsorgemaßnahmen getroffen werden. So muß entweder, wie bei den Automobil-Abgaskatalysatoren, eine Diffusionsbarriere zwischen Träger und Katalysator vorgesehen werden, oder es muß die Katalysatorschicht ausreichend dick aufgebracht und der Reaktor bei niedrigen Temperaturen betrieben werden, um störende Festkörperdiffusion zu vermeiden.

5.2.2 Chemische Gasphasenabscheidung (CVD)

Für die nachträgliche katalytische Beschichtung eines Mikrostrukturreaktors wurden mit chemischer Abscheidung des Katalysatorträgers aus gasförmigen Vorläufersubstanzen (CVD) erste Erfolge erzielt. So wurde in Zusammenarbeit mit der Universität Frankfurt ein katalytischer Mikrostrukturreaktor entwickelt, dessen Mikrokanäle mit einer porösen Al_2O_3 -Beschichtung als Katalysatorträger ausgestattet ist. Die Abscheidung wurde bei Atmosphärendruck in der Reaktionspassage eines geheizten Kreuzstrom-

Mikrostrukturreaktors aus Edelstahl durchgeführt [6]. Durch den relativ hohen Arbeitsdruck wird eine homogene Gasreaktion initiiert, bei der sich primäre Aluminiumoxid-Partikel bilden. Noch im Wachstumsstadium gelangen diese zur heißen Reaktorwand und werden durch die dort stattfindenden Abscheidungsprozesse auf der Unterlage verankert. Auf diese Weise erhält man eine poröse Trägerschicht, die im vorliegenden Fall aus agglomerierten Al_2O_3 -Kugeln mit Durchmessern von etwa 1 μm besteht (siehe Abb. 2).

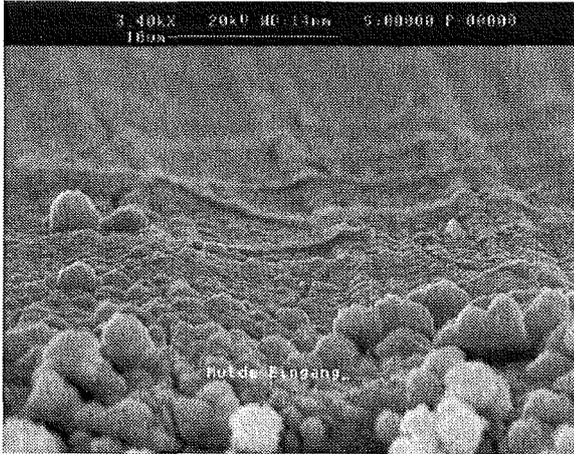


Abb. 2: REM-Aufnahme eines mit CVD beschichteten Mikrostrukturreaktor-Folienplättchens aus Edelstahl [7].

Die katalytische Aktivkomponente wurde durch Naßimprägnieren der Trägerschicht mit einer wäßrigen Lösung von 0,2 mM H_2PtCl_6 und anschließender thermischer Behandlung bei 570 °C in Luft aufgebracht. Der so präparierte Mikrostrukturreaktor erwies sich als sicher und geeignet, um die katalytische Verbrennung eines explosiven H_2 / O_2 -Gemisches gefahrlos durchzuführen (siehe Kap. 6.1).

5.2.3 Eloxierte Schichten

Für die Herstellung einer mesoporösen Trägerschicht bietet sich das ELOXAL-Verfahren an, bei dem eine Aluminiumoberfläche durch anodische Oxidation in einem korrosiven Elektrolyt in eine mesoporöse Aluminiumoxidschicht umgewandelt wird [10] [12]. Diese Schichten besitzen sehr gute Hafteigenschaften auf der Unterlage und sind mit einem einheitlichen Porensystem ausgestattet [8].

Derart maßgeschneiderte Porensysteme können z. B. durch Naßimprägnieren mit einer katalytischen Aktivkomponente versehen werden. Ein mit Hilfe dieser Methode hergestellter katalytischer Mikrostrukturreaktor wurde in Zusammenarbeit mit der TU Chemnitz entwickelt und erfolgreich für die partielle

Hydrierung eines zyklischen Triens zum Monoen eingesetzt (siehe Kapitel 6.2 und [10] [12]).

Aufbauend auf diesen Arbeiten wurde im Forschungszentrum mit der Untersuchung der verschiedenen Einflußgrößen des Herstellungsprozesses auf die Eigenschaften des Porensystems begonnen. Hierzu wurden glatte und mikrostrukturierte Aluminium-Folien (Reinheit 99 %) in verdünnten Lösungen von Oxal- und Schwefelsäure bei verschiedenen Temperaturen und Anodisierungsspannungen unterschiedlich lange behandelt. Die so erzeugten Proben wurden nach einer Reinigung in H_2O vier Stunden bei 450 °C in Luft kalziniert, um das Porensystem zu stabilisieren. Die Porensysteme wurden anschließend in einem Physisorptions-Meßgerät mit Kr- und N_2 -Adsorption auf Eigenschaften wie BET-Oberfläche und Porenradienverteilung untersucht.

Durch Variation der Badparameter, der Anodisierungsspannung und -dauer ließen sich Eigenschaften wie Schichtdicke, Porosität, Porendurchmesser und -länge innerhalb gewisser Grenzen einstellen. Für die mit Oxalsäure als Elektrolyt hergestellten Proben wurde ein konstantes Schichtdickenwachstum über die verwendeten Anodisierungszeiten nachgewiesen. Die Wachstumsgeschwindigkeit betrug 90 nm/min bei 50 V Anodisierungsspannung und einer Badtemperatur von 12 °C.

In Abbildung 3 ist der Zusammenhang dargestellt zwischen der Anodisierungszeit und dem Faktor der Oberflächenvergrößerung, die durch die anodische Oxidation erreicht wird. Als Oberflächenvergrößerungsfaktor wird hier die gemessene BET-Oberfläche der Schicht relativ zur geometrischen Oberfläche der Metallfolie vor dem Eloxieren bezeichnet. Der lineare Anstieg der Oberfläche mit der Schichtdicke kann durch ein im wesentlichen einheitliches Porensystem mit offenen, durchgängigen Poren erklärt werden.

Für die Bestimmung der Porenradienverteilungen der einzelnen Proben wurden Ad- und Desorptionsisothermen mit N_2 aufgenommen und die Verteilung der differentiellen Porenvolumina nach der Methode von Barrett, Joyner und Halenda (BJH) [9] in Abhängigkeit vom Porendurchmesser berechnet (siehe Abb. 4). Die Poren können im Modell als zylinderförmig behandelt werden, wobei ihre Länge der Schichtdicke des Oxids entspricht [10]. Wie in Abbildung 5 dargestellt, ist eine Zunahme des mittleren Porendurchmessers der Mesoporen zu längeren Anodisierungszeiten hin festzustellen. Der Anstieg der Porendurchmesser kann mit dem korrosiven Einfluß des Elektrolyts erklärt werden, der eine Aufweitung der Poren verursacht.

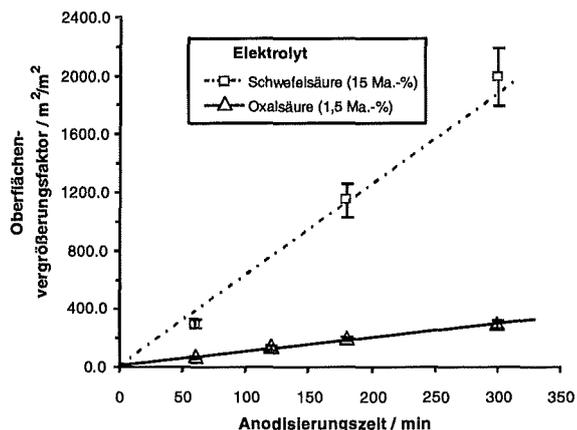


Abb. 3: Abhängigkeit des Oberflächenvergrößerungsfaktors von der Anodisierungszeit beim Eloxieren von Aluminium. Die Proben wurden in den angegebenen Elektrolyten mit einer Bildungsspannung von 50 V (Oxalsäure) und 12 V (Schwefelsäure) bei 12 °C Badtemperatur hergestellt.

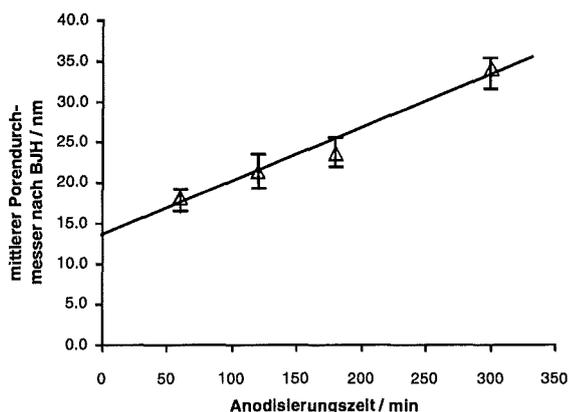


Abb. 5: Mittlerer Porendurchmesser der Mesoporen nach der BJH-Methode in Abhängigkeit von der Anodisierungszeit.

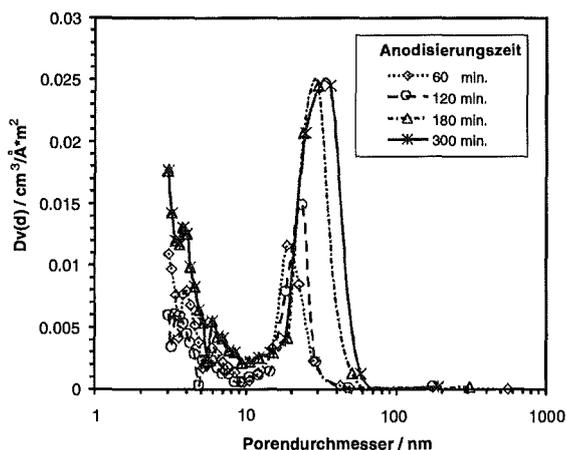


Abb. 4: Differentielle Porenvolumina in Abhängigkeit vom Porendurchmesser für verschiedene Anodisierungszeiten bei Oxalsäure als Elektrolyt. Sonstige Parameter der Probenherstellung siehe Abb. 3.

5.2.4 Sol-Gel-Technik

Als weitere Methode zur Aufbringung von oberflächenvergrößernden Schichten eignet sich die Sol/Gel-Technik. Diese läßt sich ganz allgemein als Synthesemöglichkeit eines Feststoffes beschreiben, bei der von flüssigen oder gelösten Edukten ausgegangen wird. Der Reaktionsweg führt dabei von einer molekulardispersen Lösung der Edukte über Hydrolyse- und Kondensationsreaktionen zunächst zu einem makromolekularen Sol und schließlich zum Gel, das durch Alterung verfestigt und durch Trocknung zum Feststoff umgewandelt wird. Bei der Anpassung der Sol/Gel-Technik an die Erfordernisse der Katalysatorbeschichtung sind als wichtigste Zielgrößen neben Porosität und spezifischer Oberfläche eine geeignete Handhabung und eine realistische Stockzeit zu berücksichtigen. Entscheidend ist in diesem Sinne die relative und stoffliche Zusammensetzung der quartären Reaktionsmischung, welche aus dem gelösten Edukt, dem Lösungsmittel, dem Hydrolysekatalysator und Wasser besteht.

Einen wesentlichen Einfluß üben die Art und die Menge des zugesetzten Lösungsmittels aus. Lösungsmittel können primär als "indifferent" oder "aktiv" charakterisiert werden, je nachdem, ob sie die chemischen Reaktionen aufgrund ihrer physikalischen Eigenschaften beeinflussen oder aber selbst als Reaktanden in Erscheinung treten. Als "aktive" Lösungsmittel nehmen Alkohole eine Sonderstellung ein, da sie mit den vorhandenen Kieselsäuren Ester bilden können und daher direkt in die strukturbildenden Hydrolyse- und Kondensationsprozesse eingreifen. Die Natur des Alkohols sowie dessen relativer Anteil am Reaktionsgemisch haben somit einen signifikanten Einfluß auf die Porosität und die spezifische Oberfläche der Beschichtung. So erhält man unter Verwendung von Triethylenglykolethylether als Lösungsmittel

und einer Schichtdicke von 15 μm einen Oberflächenvergrößerungsfaktor von 350 m^2/m^2 pro μm Dicke, welcher vorzugsweise aus Poren mit einem Durchmesser von 20 bis 200 nm resultiert und beim Einsatz von Ethylenglykol 900 m^2/m^2 pro μm Dicke mit Porenradien im Bereich von 4 bis 20 nm [11].

Ebenso kann dem quartären Reaktionsgemisch ein wasserlösliches, organisches Polymer (Polyethylenglykol) zugegeben werden. Parallel zur Gelierung tritt eine Phasentrennung ein, in deren Verlauf eine Struktur durchschritten wird, die aus zwei dreidimensionalen verwobenen, kontinuierlichen Phasen aufgebaut ist. Durch die Gelierung wird diese Struktur fixiert und eine makroskopische Entmischung verhindert. Die feste silikatische Gelphase ist dann von einer kontinuierlichen Flüssigphase durchzogen, die das beigemischte Polymer enthält und mit verdünnter Säure entfernt werden kann. Nach dem Trocknen erhält man eine Schicht mit durchgängiger Porenverbundstruktur. Der Oberflächenvergrößerungsfaktor kann bis zu 700 m^2/m^2 pro μm Schichtdicke betragen und die Porenradien liegen bei solch hergestellten Beschichtungen zwischen 200 und 10000 nm.

Noch nicht zufriedenstellend gelöst ist das Haftungsproblem der dünnen keramischen Gelschichten auf metallischen Unterlagen (siehe Abb. 6). Hier sind weitere Arbeiten nötig, um ein langzeitstabiles Trägersystem zu erzeugen.

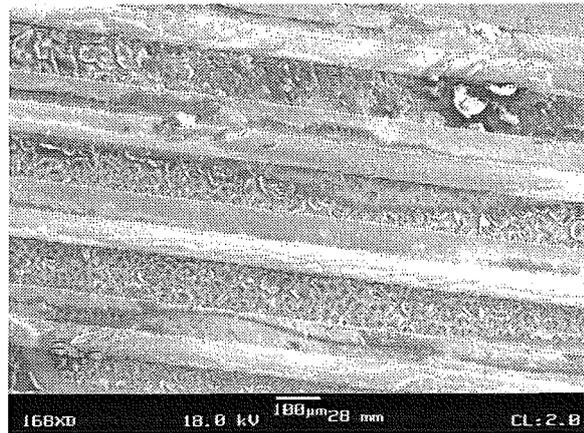


Abb. 6: Mikrostrukturierte Edelstahlfolie mit gefällttem Aluminiumoxid als Beschichtung. Die Aufnahme zeigt Bereiche mit unterschiedlicher Haftung der aufgetragenen Schicht [7].

5.2.5 Vergleich

In Tabelle 1 wurden die drei vorgestellten Methoden zur Herstellung mikrostrukturverträglicher Katalysatorträger miteinander verglichen. Während Eloxalverfahren und CVD gute Perspektiven bieten, steht der Erfolg bei den Sol-Gel-Schichten noch aus. Allerdings bieten sich hier die breitesten Variationsmöglichkeiten des Porensystems, wenn das Haftungsproblem auf der Unterlage gelöst ist.

Tabelle 1: Eigenschaften dünner Schichten von Katalysatorträgern für Mikrostrukturreaktoren.

	ELOXAL-Verfahren	CVD	Sol-Gel
Porendurchmesser [nm]	10 - 40, nahezu einheitlich, je nach Prozessparameter	Makroporen	Bereiche bis zu 10000 nm einstellbar
Oberflächenvergrößerungsfaktor pro μm Schichtdicke	10 - 100	etwa 10	bis 900, je nach Verfahren
Haftung auf Unterlage	sehr gut	gut	teilweise instabil
Aufbringen der Beschichtung	vor dem Zusammenbau des Reaktors	nach dem Zusammenbau des Reaktors	vor (evtl. auch nach) dem Zusammenbau des Reaktors

6 Anwendungen

6.1 Mikrostrukturreaktor für die katalytische Verbrennung von explosiven H_2 / O_2 -Gemischen

Für die kontrollierte Verbrennung explosiver Wasserstoff-Sauerstoffgemische zu Wasser wurde in Zusammenarbeit mit der Universität Frankfurt ein katalytischer Mikrostrukturreaktor entwickelt [1] [6]. Dazu wurde ein bereits mit Anschlüssen versehener Kreuzstromreaktor aus Edelstahl nachträglich mit CVD beschichtet und mit Platin als Aktivkomponente imprägniert (siehe dazu Kap. 5.2.2).

Für die Versuche wurden einem konstanten Stickstoffstrom verschiedene Mischungen von H_2 und O_2 zugeführt und über den Katalysator in den Mikrokanälen geleitet. Die entstehende Reaktionswärme wurde über die zweite Kanalpassage des Mikroreaktors mit Stickstoff als Wärmeübertragungsmedium abgeführt. Die Ergebnisse zeigen, daß die Temperatur sowohl des Reaktionsgemischs als auch des Wärmeübertragermediums gut durch den Anteil des reaktiven Gemischs im Volumenstrom kontrolliert werden kann.

Bei den Versuchen betrug die Temperaturerhöhung des Kühlmediums bis zu $200\text{ }^\circ\text{C}$, die maximal übertragene Wärme 150 W . Weitere Versuche mit Wasser als Wärmeübertragermedium lassen deutlich höhere Wärmemengen erwarten.

6.2 Mikrostrukturreaktor für die partielle Hydrierung von Cyclododecatrien zu Cyclododecen

Für die selektive Hydrierung von Cyclododecatrien (CDT) zum Cyclododecen (CDE), einem Ausgangsprodukt für die Nylonherstellung, wurde zusammen mit der TU Chemnitz ein Mikrostrukturreaktor aus Aluminium mit einem maßgeschneiderten Porensystem auf der Basis von Eloxalschichten mit Palladium als Aktivkomponente entwickelt [1] [10] [12].

Bei den in Chemnitz durchgeführten Versuchen erwies sich die Kontrolle des Stofftransports zu und in den Poren als entscheidende Größe, um hohe Ausbeuten an CDE zu erzielen. Durch geeignete Kombination von Porendurchmesser und -länge konnte die Verweilzeit der Reaktanden in den katalytisch aktiven Bereichen des Reaktors definiert eingestellt werden. Das ist in diesem Falle von besonderer Bedeutung, da kürzere Wechselwirkungszeiten mit dem Katalysator zu einer unvollständigen Hydrierung zum

Dien (CDD) und eine längere Wechselwirkung zur Totalhydrierung zum Cyclodecan (CDA) führen.

Wie in Abb. 7 dargestellt, ist die reguläre Porenstruktur nur teilweise für die Ausbeutenerhöhung verantwortlich. Die Gegenüberstellung der CDE-Ausbeuten für verschiedene äußere Formen des Katalysatorbetts macht deutlich, daß mit dem regelmäßigen Bett des Mikrostrukturreaktors die besten Ergebnisse erzielt werden.

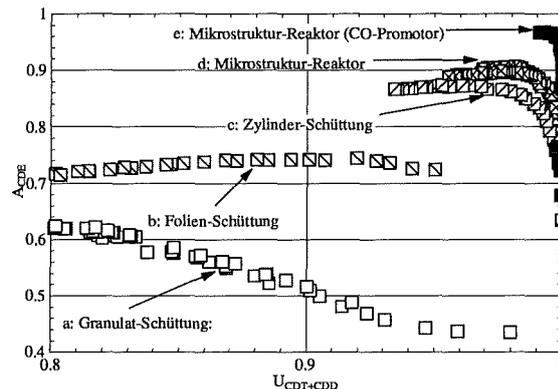


Abb. 7: Ausbeute an CDE in Abhängigkeit des Umsatzes von CDT und CDD für verschiedene Formen des Katalysatorbetts [12].

6.3 Selektive Oxidation eines aliphatischen Alkohols zum Aldehyd

Ein vom Forschungszentrum hergestellter Mikrostrukturreaktor aus Vollsilber wurde im Forschungslabor der Firma BASF für die Selektive Oxidation eines aliphatischen Alkohols zum entsprechenden Aldehyd eingesetzt. Die erzielbare Ausbeute der Zielsubstanz hängt dabei unter anderem von einer genauen Kontrolle der Reaktionstemperatur ab. Durch die sehr guten Wärmeübertragungseigenschaften des Mikrostrukturreaktors, der in Kreuzstrombauweise ausgeführt wurde, konnte die Selektivität des Prozesses von 85% in einem konventionellen Produktionsreaktor auf 96% im Mikrostrukturreaktor erhöht werden [1], [5].

Literatur:

- [1] K. Schubert, Entwicklung von Mikrostrukturapparaten für Anwendungen in der thermischen und chemischen Verfahrenstechnik, Beitrag zum 3. Statuskolloquium des PMT, 2. - 3. April, 1998
- [2] K. Schubert, W. Bier, J. Brandner, M. Fichtner, C. Franz, G. Linder, Realization and testing of microstructure reactors, micro heat exchangers and micromixers for industrial applications in chemical engineering, Proceedings, 2nd International Conference on Microreaction Technology, 8.-12. März, 1998, New Orleans
- [3] VDI-Wärmeatlas, 7. Auflage, VDI-Verlag, 1994
- [4] J. Hagen, Technische Katalyse, VCH, Weinheim, 1996
- [5] O. Wörz, K.-P. Jäckel, Th. Richter, A. Wolf, Microreactors, a New Efficient Tool for Optimum Reactor Design, 2nd International Conference on Microreaction Technology; Proceedings, New Orleans, 8.-12. März 1998
- [6] U. Hagendorf, M. Janicke, F. Schüth, K. Schubert and M. Fichtner, A Pt/Al₂O₃ Coated Microstructured Reactor/Heat Exchanger for the Controlled H₂/O₂-Reaction in the Explosion Regime, 2nd International Conference on Microreaction Technology; Proceedings, New Orleans, 8.-12. März 1998
- [7] U. Hagendorf, Zur Kontrolle der Knallgasreaktion in Mikroreaktoren, Diplomarbeit, Universität Frankfurt, 1997
- [8] F. Keller, M.S. Hunter, D.L. Robinson, Structural features of oxide coatings on aluminum, J. Electrochim. Soc. 100, 1953, 411-419
- [9] E.P. Barrett, L.G. Joyner, P.P. Halenda, J. Amer. Chem. Soc., 73, 1951, 373
- [10] G. Wießmeier, K. Schubert, D. Hönicke, Monolithic Microreactors Possessing Regular Pore Systems for the Successful Performance of Heterogeneously Catalysed Reactions, Proc. 1st Intern. Conference on Microreaction Technology, Springer, 1997, 20-26
- [11] R. Wunsch, Entwicklung eines Katalysator-Reduktionsmittel-Systems zur NO_x-Minderung in Abgasen von Dieselmotoren, Dissertation, Universität Karlsruhe, 1996
- [12] *G. Wießmeier, Monolithische Mikrostruktur-Reaktoren mit Mikroströmungskanälen und regelmäßigen Mesoporensystemen für selektive, heterogen katalysierte Gasphasenreaktionen, Dissertation, Universität Karlsruhe (TH), 1996*

Systemtechniken

Designoptimierung für Mikrosysteme

H. Eggert, H. Guth, W. Jakob, S. Meinzer, I. Sieber, W. Süß

Institut für Angewandte Informatik

Zusammenfassung

Eine Herstellung von Labormustern ist in der Mikrosensorik und -aktorik mit einem erheblichen materiellen und zeitlichen Aufwand verbunden und läßt sich daher nicht in beliebigen Varianten durchführen. Daher müssen, ähnlich wie in der Mikroelektronik, verstärkt rechnergestützte Entwurfstechniken eingesetzt werden.

Ein Entwurf einzelner Komponenten eines Mikrosensors oder -aktors kann mit genügend hoher Güte mit FEM-Modellen durchgeführt werden. Erfahrungsgemäß werden die durch die Simulationen gewonnenen Ergebnisse durch spätere meßtechnische Überprüfungen am Labormuster bestätigt.

Auf der Systemebene müssen jedoch aufgrund der zu hohen Komplexität von FEM-Modellen (viele Netzknoten, hohe Rechenzeiten) analytisch ermittelte Modelle eingesetzt werden.

Weil bereits bei wenigen Systemgrößen eines Mikrosystems die Komplexität des Suchraums solcher analytischen Modelle sehr groß wird, führen manuell gesteuerte Simulationen für nur einige Designvarianten in der Regel nicht zu einem optimalen Systemdesign.

Eine teilautomatisierte Designoptimierung kann dadurch erreicht werden, daß an Stelle des Menschen ein Werkzeug eingesetzt wird, das die Untersuchung des Parameterraumes der Systemparameter übernimmt. Die Tätigkeit des Menschen reduziert sich dabei auf die Vorgabe einer Bewertung (Beschreibung der Qualitätsziele und Prioritäten). Das Werkzeug steuert dann die Suche in den Teil des Parameterraumes, in dem optimale Designvarianten zu finden sind.

Die teilautomatisierte Designoptimierung ist unabhängig vom Modelltyp, da zwischen Simulator und Optimierungswerkzeug nur Werte formaler Parameter ausgetauscht werden.

An einem Beispiel zur Designoptimierung werden Konvergenzsicherheit eines traditionellen numerischen Verfahrens mit einem heuristischen Suchverfahren verglichen.

1. Einleitung

In Technik und Physik entwickelt man von komplexen Objekten zunächst Modelle, mit deren Hilfe man dann ein System von Gesetzmäßigkeiten aufbaut, z.B. in Form mathematischer Gleichungen. Ein Modell wird als korrekt bewertet, wenn die sich daraus ergebenden Schlußfolgerungen (z. B. Simulationsergebnisse) mit den in der Natur zu beobachtenden Erscheinungen (z. B. Meßergebnisse) übereinstimmen.

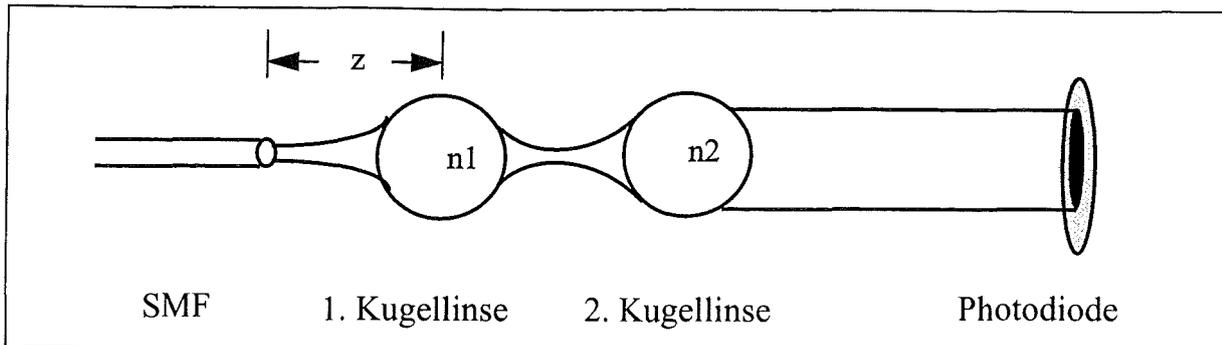
Bei der Entwicklung von Mikrosensorik und -aktorik muß diese Vorgehensweise gewählt werden, weil solche Mikrosysteme aufgrund der von ihnen geforderten hohen Funktionalität auf kleinstem Raum (Chipgröße) sowie der aufwendigen Herstellungsverfahren sehr komplex sind. Daher sollten vor der Herstellung zunächst Simulationsmodelle entwickelt werden, deren Simulationsergebnisse eine Basis für die Herstellung eines Labormusters bilden können.

Messungen an den Labormustern liefern wiederum Vergleichsdaten, die eine Validation von Modell und Labormuster ermöglichen.

Ein Systementwurf auf der physikalischen Ebene mit FEM-Simulationsmodellen ist aufgrund einer sehr schnell steigenden Modellkomplexität und der daraus resultierenden langen Simulationszeiten in der Regel nur für Systemkomponenten durchführbar. Eine komponentenverbindende höhere Modellabstraktion läßt sich aber mit analytischen Modellen beschreiben, welche mit einem Schaltkreissimulator zu wesentlich niedrigeren Rechenzeiten führen. Diese analytischen Modelle lassen sich unter Verwendung eines geeigneten Suchverfahrens zur Verbesserung ihrer Güte sowohl an FEM-Komponentenmodelle adaptieren, als auch zu Systemmodellen zusammensetzen und dann durch Vorgabe von Optimierungszielen verbessern [1].

Unser Suchverfahren läßt sich auch für andere Designaufgaben wie z.B. aus dem Bereich der Optik verwenden. Ein Beispiel dazu folgt im nächsten Kapitel.

Die erwähnten Verfahren werden durch die am Institut für Angewandte Informatik des Forschungszentrums Karlsruhe entwickelte offene Werkzeug-



Linsenabstand:		[80...1400 μ m]
Ausleuchtung:	$\frac{\text{Strahlweite am Ort der Photodiode}}{\text{Durchmesser der Photodiode}}$	[80...100%]
Stabilität:	$\frac{\text{min Strahlweite an der Photodiode}}{\text{max Strahlweite an der Photodiode}}$	[>90%]
Waist-Position:	Position der kollimierten Strahltaile	[4000...4600 μ m]

Bild 1: Aufbauskeizze des Kollimationssystems aus Single-Mode-Faser (SMF), zwei Kugellinsen und einer Photodiode. Im oberen Teil des Bildes sind die Optimierungsparameter n_1 , n_2 und z dargestellt, im unteren Teil des Bildes die Bewertungskriterien Linsenabstand, Ausleuchtung, Stabilität und Waist-Position.

umgebung **SIMOT** (SIMulation and Optimization Tool Environment) unterstützt [2].

2. Optimierung eines mikrooptischen Kollimationssystems

Für viele mikrooptische Anwendungen ist es notwendig, die Abstrahlcharakteristik der Quellen (i.a. Laser oder Lichtfasern) zu verändern, das heißt, sie zu kollimieren oder zu fokussieren [3]. Dazu dienen mikrooptische Linsen oder Kombinationen verschiedener Linsen. Das hier beschriebene System benützt zwei Kugellinsen, um die Abstrahlung einer Single-Mode-Faser (SMF) zu kollimieren und die kollimierte Strahltaile auf eine Photodiode abzubilden (Bild 1).

Im Idealfall der geometrischen Optik kann unter bestimmten Bedingungen zu jeder Kugellinse mit bestimmter Brennweite eine zweite Kugellinse gefunden werden, so daß eine beliebige Abstrahlung erzeugt werden kann. Abweichend von diesem Idealfall sollen nun aber auch Toleranzeffekte, die durch das Einfügen der optischen Elemente in bereits vorgefertigte LIGA-Strukturen [4] entstehen, berücksichtigt werden (Bild 2).

Diese Einfügetoleranzen haben Auswirkungen auf die Strahlweite am Ort der Photodiode und auf die

Lage der Strahltaile. Es soll nun ein Kollimationssystem bestimmt werden, das möglichst unempfindlich gegenüber den erwarteten Einfügeungenauigkeiten der einzelnen Elemente ist.

Die Systemparameter, die bei den einzelnen Optimierungsberechnungen variiert werden können, sind die Brechungsindices der beiden Kugellinsen (n_1 und n_2) und der Abstand der Faser, die das Licht in das System einspeist, zu der ersten Kugellinse (z). Als Optimierungsparameter werden Ausleuchtung, Stabilität, Strahltaillenposition und Linsenabstand definiert.

Beschreibung der Optimierungsparameter:

- Ausleuchtung: die Ausleuchtung wird als Quotient aus der maximalen Strahlweite an der Position der Photodiode und dem Durchmesser des photosensitiven Bereichs der Photodi-

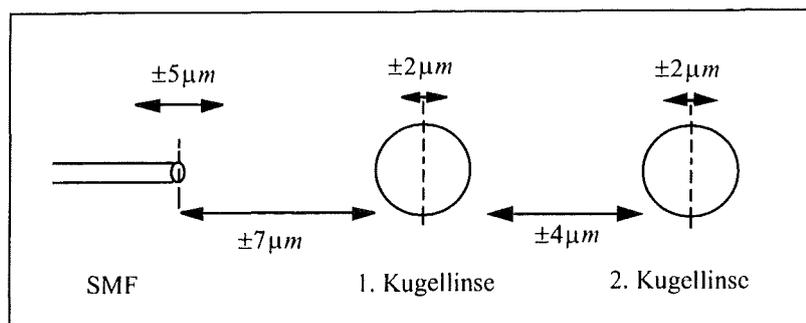


Bild 2: Darstellung der Einfügetoleranzen (2D-Fall)

ode definiert. Als Optimierungsziel bezüglich der Ausleuchtung wird der Wert 0.9 gewählt, um bei lateralem Strahlversatz eine Überstrahlung der Photodiode zu verhindern .

- Stabilität: die Stabilität wird als der Quotient aus minimaler und maximaler Strahlweite in Abhängigkeit von den Toleranzeffekten definiert. Das Optimierungsziel bezüglich der Stabilität besteht darin, einen Wert nahe bei 1 zu finden, um so Schwankungen der Ausleuchtung der Photodiode in Abhängigkeit von Toleranzeffekten gering zu halten.
- Strahltaillenposition: der optimale Wert für diesen Parameter liegt bei $4300 \mu\text{m}$. Dies entspricht dem Abstand der zweiten Kugellinse zu der Photodiode. Dieses Optimierungskriterium sorgt dafür, daß die kollimierte Strahltaille auf die Photodiode abgebildet wird.
- Linsenabstand: das Kriterium Linsenabstand wurde eingeführt, um eine Grenze für die Ausdehnung des Gesamtsystems festzulegen. Die angestrebten Werte sollen im Bereich zwischen $80 \mu\text{m}$ und $1400 \mu\text{m}$ liegen.

3. Die Konzepte der Optimierung

Die zur automatischen Durchführung einer Optimierung verwendeten Verfahren können in zwei Klassen unterteilt werden:

- Traditionelle numerische Verfahren
- Heuristische Suchverfahren

Diese Verfahren oder besser Optimierungsalgorithmen können allgemein nach den folgenden Kriterien beurteilt werden:

- Konvergenzsicherheit (Maß für die Wahrscheinlichkeit, eine genügend gute Lösung zu finden),
- Konvergenzgeschwindigkeit (Maß für die benötigte Zeit zur Lösung einer Optimierungsaufgabe),
- Randbedingungen (Bedingungen, die das Verfahren an die Optimierungsaufgabe stellt).

An den in Bild 3 dargestellten beiden Typen möglicher Optimierungsfunktionen in Abhängigkeit von einem Kennwert kann beispielsweise die unterschiedliche Konvergenzsicherheit der traditionellen und der heuristischen Optimierungsverfahren aufgezeigt werden.

Diese beiden Funktionstypen können insbesondere auch bei der Optimierung von Mikrosystemen auftreten. In der Regel weisen Optimierungsfunktionen neben einem Optimum viele Suboptima auf

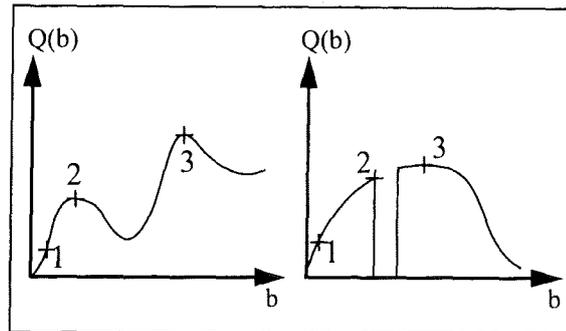


Bild 3: Zwei Typen möglicher Optimierungsfunktionen

(multimodale Funktion, siehe Bild 3 linkes Schaubild). Restriktionen im Suchraum und Eigenschaften des Systems können zu Unstetigkeiten im Lösungsraum führen (Bild 3 rechtes Schaubild).

Traditionelle Verfahren, wie z. B. das Gradientenverfahren finden nur lokale Optima (s. Schaubilder, Punkt 2), wenn sie beispielsweise von Lösung 1 (s. Schaubilder, Punkt 1) ausgehen. Der Einsatz geeigneter heuristischer Suchverfahren hingegen verspricht mit einer sehr hohen Wahrscheinlichkeit das Auffinden des globalen Optimums (s. Schaubilder Punkt 3). Die Konvergenzsicherheit ist somit gerade in den beiden typischen Beispielen bei unserem heuristischen Verfahren höher gegenüber den traditionellen numerischen Verfahren, was in Kapitel 4 durch einen Vergleich gezeigt wird.

Traditionelle numerische Verfahren:

Ein traditionelles numerisches Verfahren ist das iterative Gradientenverfahren. Gradientenverfahren benutzen bei der Optimierung gegebener Probleme den lokalen Gradienten einer Funktion, um so das Optimum der Funktion zu finden. Diese Suchverfahren sind nach ihrem Prinzip deterministische Verfahren, die sukzessive Ergebnisse erzeugen, die jeweils nur auf dem vorhergehenden Ergebnis basieren. Es gibt für diese Verfahren die folgenden Einschränkungen:

- Das Problem, das optimiert werden soll, muß stetig sein. Das bedeutet, Ableitungen der Funktion, die den Suchraum darstellt, müssen existieren.
- Gradientenverfahren finden nur das lokale Optimum in der Nachbarschaft des momentanen Punktes. Das globale Bild des Suchraumes bleibt verborgen.

Indem man den Ansatz einer zufälligen Suche mit dem Gradientenverfahren kombiniert, hat man die Möglichkeit, den Suchraum mit unterschiedlichen, zufällig gewählten Anfangsbedingungen zu durch-

suchen. Auch mit Hilfe dieses Ansatzes hat man keine Garantie, wirklich das globale Optimum zu finden, man kann aber mindestens eine Aussage über die Existenz oder Nicht-Existenz von Suboptima machen.

Heuristische Suchverfahren:

Die in SIMOT eingesetzten Werkzeuge GAMA und GADO [5] basieren auf heuristischen Verfahren und werden am Forschungszentrum Karlsruhe seit 1988 entwickelt. Die Werkzeuge sind Bestandteile der Anwendungs- und Experimentierumgebung GLEAM/AE und basieren auf dem evolutionären Algorithmus **GLEAM** (Genetic LEarning Algorithm and Method) [6]. Diesem Algorithmus liegen sowohl die genetischen Algorithmen, die J. Holland durch sein Studium adaptiver Systeme begründet hat [7], als auch die Evolutionsstrategien, deren Begründer I. Rechenberg [8] und H. P. Schwefel [9] waren, zugrunde.

Ein *evolutionärer Prozeß* ist beispielsweise die stammesgeschichtliche Entwicklung der Lebewesen von niederen zu höheren Formen. Dieser Entwicklungsprozeß beruht auf *genetischen* und *evolutionären* Mechanismen, wodurch sich die Eigenschaften der Lebewesen verändern. Bei der formalen Beschreibung dieser Entwicklungsvorgänge werden die Lebewesen als *Individuen* bezeichnet. Die Gesamtheit der Individuen einer Art in einem bestimmten geographischen Raum wird eine *Population* genannt. Genetische Vorgänge wie *Mutation* und *Rekombination* tragen zur Veränderung der Individuen bei. Bei einer Mutation erfolgt eine spontane Veränderung im Erbmateriale. Als Rekombination wird die Neukombination von Erbfaktoren bezeichnet, d.h. der Austausch von Erbfaktoren zweier Individuen. Dabei entstehen neue Nachkommen. Die Nachkommen unterliegen einem *Selektionsprozeß*, wobei Nachkommen mit höherer Güte eine größere Chance besitzen, wiederum Nachkommen zu zeugen und somit ihre Erbanlagen an die nächste Generation weiterzugeben. *Evolutionäre Algorithmen* sind eine Abstraktion dieser grundlegenden evolutionären Prinzipien.

Bei den *genetischen Algorithmen* entspricht ein Individuum einer Designvarianten, d.h. alle relevanten Merkmale eines Systems (Systemparameter)

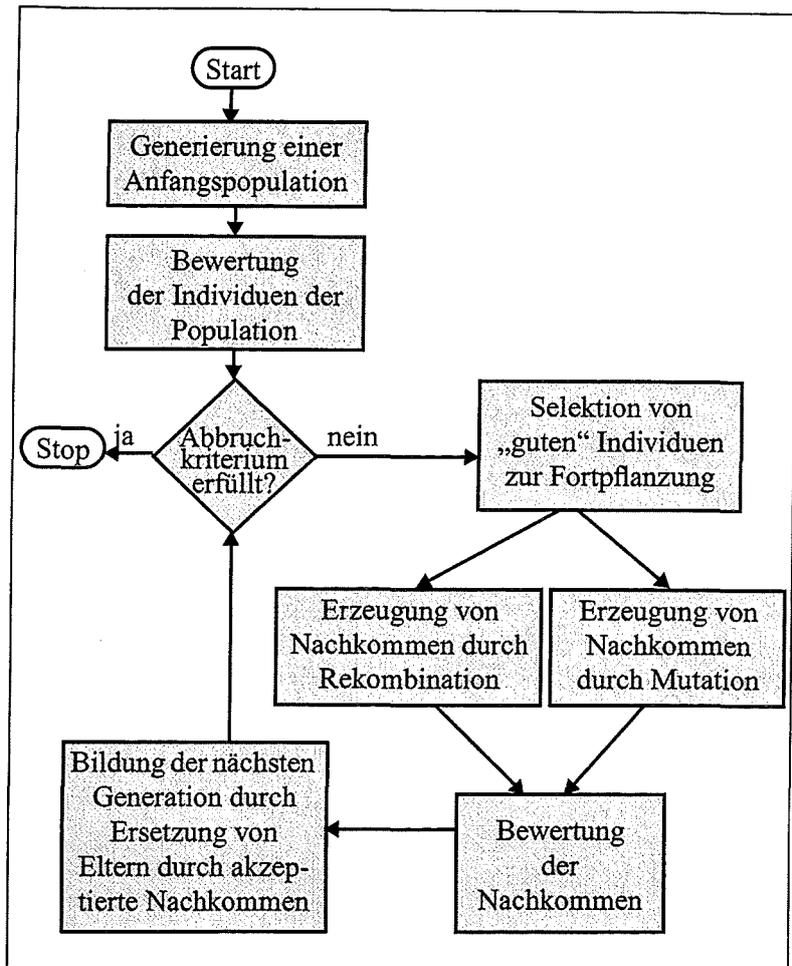


Bild 4: Ablaufschema des evolutionären Verfahrens GLEAM

werden in diesem Individuum mit einer bestimmten Datenstruktur beschrieben. Bei einer Mutation wird beispielsweise durch einen Zufallsgenerator ein Merkmal verändert. Bei einer Rekombination findet der Austausch einiger Merkmale (Daten) zweier Individuen statt. Durch die Selektion geben Individuen mit guten Eigenschaften diese mit einer höheren Wahrscheinlichkeit an die Nachkommen weiter. So kann die Güte der Individuen von Generation zu Generation ansteigen.

Auch bei den *Evolutionsstrategien* wird von einer Population von Individuen ausgegangen. Ein Individuum enthält aber neben den Designeigenschaften zusätzliche Informationen über die sogenannten Mutationsschrittweiten, die als Strategieparameter wirksam sind. Die Mutationsschrittweiten spezifizieren die Standardabweichung einer normalverteilten Zufallsvariablen mit dem Erwartungswert Null, so daß die Wahrscheinlichkeit kleiner Änderungen größer ist. Eine Rekombination zweier Elternteile kann entweder bei den Designeigenschaften durch zufällige Mischung einiger Elternteilstücke oder aber bei den Mutationsschrittweiten,

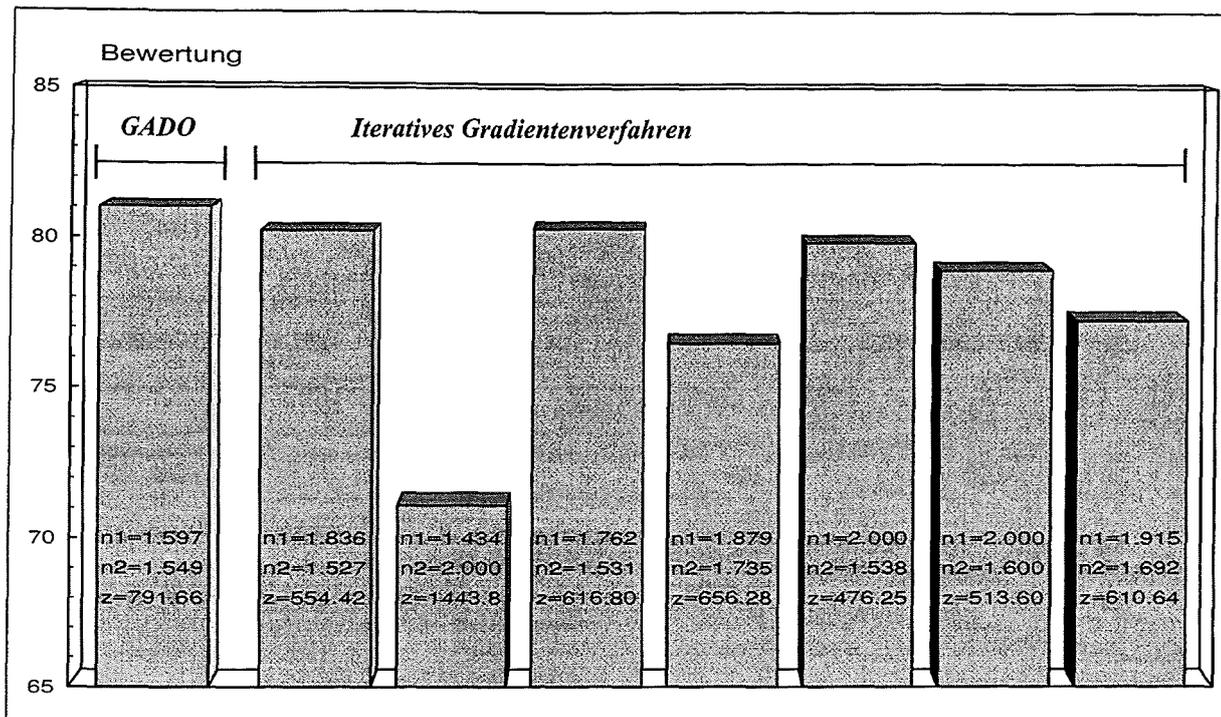


Bild 5: Optimierungsergebnisse von GADO und iterativem Gradientenverfahren im Vergleich. n_1 und n_2 stellen dabei den Brechnungsindex der jeweiligen Kugellinsen dar und z steht für den Abstand der Faser zur ersten Kugellinse. Der Bewertung liegt ein vom Benutzer definiertes Maß zugrunde.

z.B. durch Mittelwertbildung der beiden Elternteilstücke gebildet werden. Bei der anschließenden Selektion werden die besten Individuen entweder aus der Eltern-/Nachkommen-Generation oder nur aus der Nachkommengeneration ausgewählt.

Die evolutionären Algorithmen sind allgemeine Planungs- und Optimierungsverfahren und ihr Einsatz ist dann von Vorteil, wenn sehr viele Parameter zu verarbeiten sind, lokale Optima und eventuell zusätzliche Restriktionen und Unstetigkeiten vorliegen. Gerade bei einer nichtlinearen, multimodalen und diskontinuierlichen Optimierungsfunktion können traditionelle Verfahren an ihre Grenzen stoßen (s. oben). Der Einsatz evolutionärer Algorithmen ist insbesondere dann sehr sinnvoll, wenn über das konkrete Problem (Bewertungsraum) kein Vorwissen vorhanden ist. Verfügbares Vorwissen kann jedoch eingebracht werden, was zu einer Reduzierung der Optimierungszeit führt. Evolutionäre Algorithmen hingegen stellen an den Bewertungsraum (Optimierungsfunktion, Gütekriterium) keine Forderungen wie Stetigkeit oder Differenzierbarkeit. Diese Eigenschaften der evolutionären Algorithmen können sich als Vorteile gegenüber traditionellen Optimierungsverfahren erweisen, da traditionelle Verfahren wie z.B. das Gradientenverfahren mathematische Kenntnisse über das Optimierungsproblem voraussetzen.

Evolutionäre Algorithmen gehen im Gegensatz zu den traditionellen Verfahren nicht nur von einer Lösung aus, sondern von einer ganzen Population, die mehrere Individuen (Lösungen) enthält. Auch können, wie in der biologischen Entwicklung, mehrere Teilpopulationen zur gleichen Zeit existieren. In diesem Fall geht die Suche von verschiedenen im Suchraum liegenden Punkten aus. Das Ergebnis der Suche ist dann auch nicht nur eine Lösung, sondern besteht aus mehreren Lösungen, deren Anzahl vorgegeben werden kann. Diese Lösungen können sich in etwa an derselben Stelle im Suchraum befinden, falls ein globales Optimum existiert, das sich in der Güte sehr von den eventuell vorliegenden lokalen Optima unterscheidet. Liegen aber mehrere lokale Optima ähnlicher Güte vor, so können die Lösungen im Suchraum um diese Optima verstreut sein.

Die Vorgehensweise in GLEAM kann in zwei Schritte untergliedert werden (siehe auch Bild 4):

- Initialisierung und Bewertung der Startpopulation
- Erzeugen neuer Folgegenerationen unter Anwendung evolutionärer Mechanismen (Mutation, Selektion, Rekombination...).

Der zweite Schritt wird solange ausgeführt, bis ein vom Benutzer definiertes Abbruchkriterium erreicht wird.

Die hohe Simulationsanzahl, die bei diesem heuristischen Suchverfahren jedoch notwendig ist, ließ bisher dieses Verfahren gegenüber anderen Optimierungsverfahren aufgrund der geringen Konvergenzgeschwindigkeit in den Hintergrund treten. Durch eine Parallelisierung, d.h. durch Ausnutzung mehrerer Rechner in einem Rechnernetz, kann die Optimierungszeit jedoch drastisch reduziert werden. Auch die voranschreitende Leistungssteigerung der Rechner führt zu sinkenden Optimierungszeiten und damit zum Einsatz dieser Verfahren.

Die hohe Konvergenzsicherheit, die diese Verfahren jedoch aufweisen, da sie nicht nur von einer, sondern von mehreren Lösungen ausgehen, spricht für den Einsatz dieser Verfahren gerade auch bei Problemen, bei denen traditionelle Verfahren an ihre Grenzen stoßen. Am Beispiel des „Asymmetric Traveling Salesman Problem“ sind hierzu genauere Untersuchungen durchgeführt worden [10].

4. Ergebnisse

Bild 5 zeigt das Ergebnis des verwendeten evolutionären Verfahrens GADO im Vergleich zu den Ergebnissen des angewandten iterativen Gradientenverfahrens. Während mit GADO ein optimales Ergebnis gefunden wurde, weichen die mit dem Gradientenverfahren bestimmten optimalen Werte deutlich voneinander ab. Das Ergebnis von GADO stellt (mit hoher Wahrscheinlichkeit) das globale Optimum der Optimierungsfunktion dar. Das iterative Gradientenverfahren findet dagegen aufgrund der Multimodalität der Optimierungsfunktion in Abhängigkeit der Startwerte verschiedene lokale Optima.

Da es, wie unter Abschnitt 2 beschrieben, im Idealfall beliebig viele Konfigurationen gibt, die die erwünschte Kollimation erreichen, gibt es beliebig viele Suboptima oder bildhaft ausgedrückt befinden sich im Meer des Suchraumes beliebig viele Inseln. Eine Optimierungsmethode, wie das Iterative Gradientenverfahren, das nur die direkte Umgebung des jeweils betrachteten Punktes für seine Berechnungen berücksichtigt, kann bei solch einer multimodalen Optimierungsfunktion nur lokale Optima liefern.

Um das globale Optimum zu finden, müssen hier Methoden angewendet werden, die multimodale Suchräume behandeln können, wie zum Beispiel evolutionäre Algorithmen.

5. Ausblick

Die vergleichsweise hohe Anzahl an Simulationen (einige 10 000), die für evolutionäre Algorithmen

derzeit noch benötigt werden, limitieren die Einsatzmöglichkeiten dieses ansonsten recht viel versprechenden Verfahrens. Daher sind derzeit Modifikationen in Vorbereitung und im Test, die eine Reduzierung der Simulationen bei gleichzeitiger Bewahrung der Konvergenzsicherheit zum Ziel haben. Außerdem wird SIMOT ständig entsprechend den Anwendungen um weitere Simulatoren erweitert.

6. Literatur

- [1] H. Eggert, H. Guth, W. Jakob, S. Meinzer, I. Sieber, W. Süß; *Designoptimierung für Mikrosysteme (Verbundprojekt DEMIS)*; 6. Workshop „Methoden und Werkzeuge zum Entwurf von Mikrosystemen“, 4.-5. Dezember 1997, Paderborn, S. 3-10
- [2] S. Meinzer, A. Quinte, M. Gorges-Schleuter, W. Jakob, W. Süß, H. Eggert; *Simulation and Design Optimization of Microsystems Based on Standard Analog Simulators and Adaptive Search Techniques*; Proceedings of SIG-VHDL Spring'96 Working Conference, Dresden, 1996, S. 169-180
- [3] D. C. O'Shea; *Elements of Modern Optical Design*; Wiley 1985
- [4] W. Ehrfeld, E. W. Becker; *Das LIGA-Verfahren zur Herstellung von Mikrostrukturkörpern mit großem Aspektverhältnis und großer Strukturhöhe*; KfK-Nachrichten (1987), 4, S. 167-179
- [5] W. Jakob, S. Meinzer, A. Quinte, W. Süß, M. Gorges-Schleuter, H. Eggert; *Partial Automated Design Optimization Based on Adaptive Search Techniques*; Proceedings of ACEDC'96, PEDC, University of Plymouth, 1996
- [6] C. Blume; *GLEAM - A System for Simulated Intuitive Learning*; Proc. of the 1st Int. Workshop on Parallel Problem Solving from Nature, Dortmund 1990
- [7] J. H. Holland; *Adaption in Natural and Artificial Systems*; University of Michigan press, Ann Arbor 1975
- [8] I. Rechenberg; *Evolutionsstrategie - Optimierung technischer Systeme nach Prinzipien der biologischen Evolution*; Frommann-Verlag, 1973
- [9] H. P. Schwefel; *Numerical Optimization of Computer Models*; Wiley 1981
- [10] M. Gorges-Schleuter; *On the power of evolutionary optimization at the example of ATSP and large TSP Problems*; European Conference on Artificial Life, Brighton, July 1997

Der Neuro-Chip SAND und seine Anwendungen

H. Gemmeke, W. Eppler, T. Fischer, R. Stotzka

Hauptabteilung Prozeßdatenverarbeitung und Elektronik

Zusammenfassung

Viele Aufgabenstellungen, nicht nur in der Mikrosystemtechnik, erfordern an die Anwendungen leicht anpaßbare Übertragungsfunktionen. Oft ist ein genaues Modell der Sensoren nicht vorhanden. Neuronale Netze lernen die Übertragungs- und Auswertefunktionen aus den aktuellen Daten und sind daher hervorragend für solche Anwendungen geeignet. Zum anderen wird vom Mikrosystem die Identifikation spezifischer Muster, z.B. von Gerüchen, Bildern oder charakteristischen spektralen Verteilungen erwartet. Auch hier können Neuronale Netze sehr vorteilhaft eingesetzt werden.

Abhängig von der Aufgabenstellung, z.B. bei den im IFIA des FZK entwickelten künstlichen Nasen, sind flexible Softwarelösungen mit Mikrocontrollern als Demonstratoren aufgebaut und zur Anwendungsreife gebracht worden.

Elektronische Systeme, z.B. zur Identifikation charakteristischer spektraler Verteilungen in optischen Mikrospektrometern oder zur Vorhersage von Ozonwerten aus Wetterdaten, erfordern eine höhere Rechenleistung. Diese Anforderungen führten zur Entwicklung des Neuro-Chips SAND. Der Aufbau und die Leistungsfähigkeit des SAND-Chips werden hier dargestellt.

Als erste konkrete Anwendung hat sich die Suche von Mikrokalzifikationen in der Mammographie ergeben. Weitere Anwendungen in der Bildverarbeitung, wie Erkennung von Blindgängereinschlägen in Aufklärungsaufnahmen von Deutschland aus dem zweiten Weltkrieg, online Cluster-Erkennung für das KASCADE Experiment, Mustererkennung in der Reißprüfung von Pipelines, sowie Charakterisierung von spektralen Verteilungen im Mikrospektrometer werden untersucht.

1. Einleitung

Die Mikrosystemtechnik benötigt eine intelligente und preiswerte Auswertung der von Sensoren und Meßgeräten stammenden Daten. Gleichzeitig soll das gesamte System in einem Gehäuse mit geringer Baugröße untergebracht sein. Diese Vorgaben sind nicht immer miteinander vereinbar, so daß im allgemeinen ein Kompromiß eingegangen werden muß. Besonders bei der Auswertung von Sensorfeldern, wie sie von der Hauptabteilung Prozeßdatenverarbeitung und Elektronik (HPE) im Anwendungsfeld "künstliche Nasen" bearbeitet wird, sind komplexe Auswerteverfahren mit hohen Anforderungen an die unterstützende Hardware erforderlich. Eine hohe Rechenleistung ist mit einem Gerät der Baugröße einer Zigarettenschachtel schwer in Einklang zu bringen. Zeitaufwendige Algorithmen wie Hauptachsentransformation oder Klassifikation nicht-orthogonaler mehrdimensionaler Gebilde (siehe Abb.1) brauchen entweder Zeit für ihre Bearbeitung oder werden soweit parallelisiert, daß sie auf mehreren Prozessoren gleichzeitig ablaufen können. Andererseits erfordert eine halbwegs intelligente Auswertung gewisse Adaptionen an sich ändernde Umweltbedingungen (Varianzen beim Herstellungsprozeß von Sensoren, Alterung von Sensoren, Ausfall von Meßköpfen), welche mit den

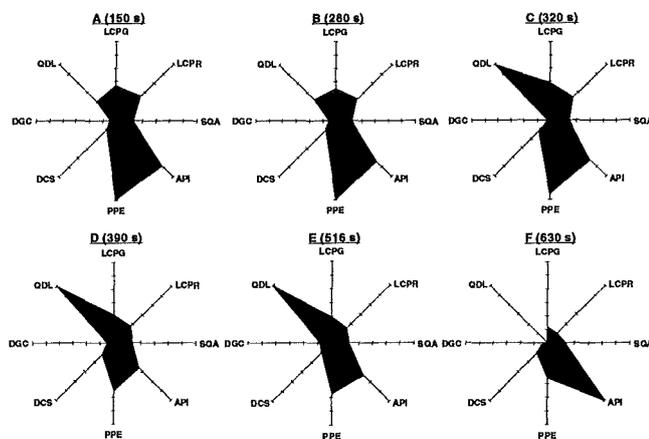


Abb. 1: Charakteristische Signalmuster verschiedener Analyten als Netzdiagramme aufgetragen unter der Bedingung, daß keine Störeinflüsse interferierender Gase wirksam sind. Bei extremen Mischungen ist die Unterscheidbarkeit äußerst schwierig, da die Muster zueinander nicht orthogonal sind (aus [1]).

altbewährten Verfahren nur unvollständig in den Griff zu bekommen sind.

Deshalb werden bei HPE schon seit einiger Zeit in den verschiedenartigsten Anwendungen Neuronale Netze eingesetzt. Für einige davon ist es erforderlich, zusätzliche Hardware zur Erhöhung

der Verarbeitungsleistung zu verwenden. Neuronale Netze haben den Vorteil, daß sie bei einer einfachen und homogenen Struktur komplexe, nicht-lineare Probleme unterschiedlichster Art lösen können (siehe Kapitel 2). Gleichzeitig bieten sie aufgrund ihrer massiv parallelen Arbeitsweise eine sehr einfache Möglichkeit, ihre Verarbeitung auf parallelen Prozessoren ablaufen zu lassen, ohne daß sich der Anwender darum kümmern muß. Es ist mit verschiedenen Methoden möglich, den Berechnungsaufwand bei der Ausführung eines Neuronalen Netzes zu reduzieren. So kann die nichtlineare Übertragungsfunktion eines Neurons in Form einer Tabelle abgespeichert werden. Bei manchen Anwendungen führen solche und ähnliche Maßnahmen zu keinen nennenswerten Verbesserungen. Sollen sie beschleunigt werden, hilft nur noch eine Hardware-Lösung.

Das bedeutet, daß auf irgend eine Weise Neuronale Netze auf einer geeigneten Hardware realisiert werden. Dafür gibt es grundsätzlich vier Lösungswege. Bei Anwendungen mit gemäßigt schnellen Antwortzeiten reichen teilweise Mikrocontroller, oder in aufwendigeren Realisierungen, digitale Signalprozessoren aus. Hierbei wird das Neuronale Netz seriell abgearbeitet. Ein zweiter Lösungsweg besteht in der Verwendung seriell-paralleler Prozessoren, wie sie beispielsweise vom Stuttgarter Institut für Mikroelektronik (IMS) angeboten werden [2,3]. Sie haben den Vorteil, daß sie viele Neuronen parallel simulieren können, sind aber unflexibel, was die Größe und Struktur Neuronaler Netze angeht. Vor der Chip-Fertigung muß schon die Applikation geklärt sein. Durch die bit-serielle Struktur solcher Chips bedingt lassen sich auch lediglich mittlere Rechengeschwindigkeiten erzielen. Sehr viel höhere Leistungen lassen sich mit analogen Chips erzielen, die aber bisher diesen Vorteil mit einer sehr geringen Genauigkeit erkaufen, so daß viele Anwendungen ausscheiden [4]. Die letzte der vier Lösungsmöglichkeiten besteht aus einem rein parallelen Neuro-Prozessor mit einer sehr flexiblen Struktur und hoher Verarbeitungsgeschwindigkeit, da mehrere parallel arbeitende Recheneinheiten vorhanden sind [5]. In Kapitel 3 wird ein solcher Neuro-Chip (SAND - simply applicable neural device) vorgestellt.

HPE hat alle vier Möglichkeiten untersucht. Zu den seriellen und den analogen Neuro-Chips existieren Entwicklungsboards (von IMS und INTEL), mit deren Hilfe Aufwand und Leistung von Applikationen realistisch abgeschätzt werden können. In der das Statuskolloquium begleitenden Ausstellung wird die Mikrocontroller-Lösung im Zusammenhang mit dem gasanalytischen Sensorsystem SAGAS gezeigt. Ebenso ist ein Board mit vier der parallelen Neuro-Chips SAND

zu sehen, das die Rechenleistung bei der Früherkennung von Brustkrebs enorm beschleunigt. Die dabei verwendeten Neuronalen Netze werden nicht wie konventionelle Mikroprozessoren programmiert, sondern "lernen" aus vorgegebenen Beispielen.

2. Neuronale Netze

Ein neuronales Netz besteht aus einer Menge von Funktionseinheiten (Neuronen genannt), die über variable Verbindungsgewichte miteinander verknüpft sind. Ein künstliches Neuron (siehe Abb.2) erhält Aktivitäten anderer Neuronen als Eingabe, die unterschiedlich gewichtet einfach aufsummiert an den Ausgang des Neurons weitergegeben werden. Zumeist hält eine nichtlineare Ausgangsfunktion die Ausgangsaktivitäten in gewissen Schranken. Überlicherweise sind die Neuronen in Schichten angeordnet, wobei nur die benachbarten Schichten miteinander verbunden sind. Anfänglich sind die Gewichte zufällig initialisiert. Im Verlauf eines Trainingsvorgangs mit vielen Beispieldaten entwickelt das neuronale Netz eine interne Struktur, die das Netz zu einer bestimmten Funktion oder Klassifikation befähigt. Von den vielen verschiedenen Netztypen können mit dem SAND-Neuro-Prozessor die drei gängigsten Varianten verwendet werden.

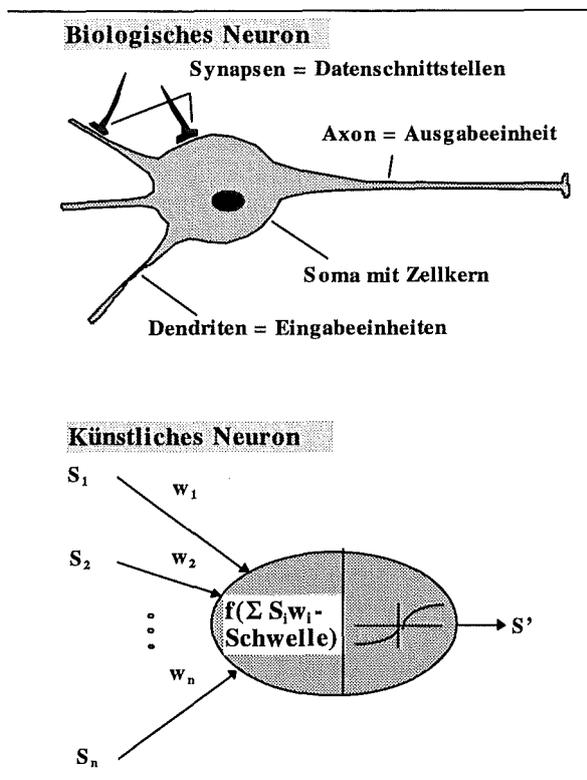


Abb.2 : Biologisches bzw. künstliches Neuron

Feedforward-Netze besitzen die Eigenschaft, daß Neuronen schichtweise angeordnet werden. Ver-

bindungen gibt es nur zwischen benachbarten Schichten, nicht jedoch innerhalb einer Schicht. Da keine Rückkopplungen zulässig sind, entsteht ein vorwärtsgerichteter Informationsfluß von den Eingabeneuronen zu den Ausgabeneuronen. Die sich hieraus ergebende regelmäßige Struktur eignet sich für die Implementierung in Hardware.

3. Architektur des SAND Chips

Abb.3 zeigt die Architektur des Neuro-Chips SAND, bestehend aus vier parallelen Prozessor-Einheiten (PE). Die Aktivitäten werden über Register von PE zu PE weitergereicht, so daß eine 2-dimensionale Struktur (systolisches Array) entsteht. Die in der Abb.3 gezeigte Recheneinheit führt die für die Vektormultiplikation notwendige Multiplikation und Additionen aus. Durch die Akkumulation wächst die Wortbreite auf 40 bit an. Um mit den externen Speichern (16 bit) und dem Datenformat am Eingang des Chips (16 bit) kompatibel zu sein, muß aus diesen 40 bit eine 16 bit Darstellung gewonnen werden. Diese Aufgabe übernimmt ein weiteres Modul.

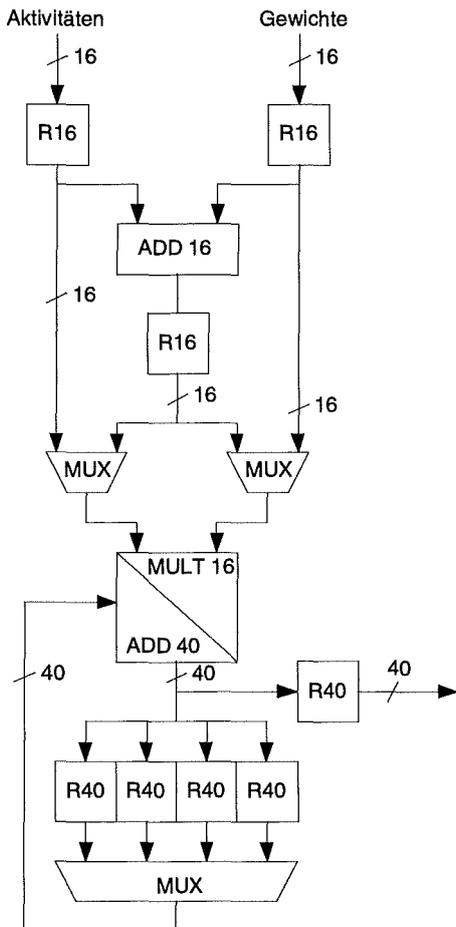


Abb.3: Zentraleinheit von SAND/1

Das Kernstück eines Prozessor-Elementes ist die ALU, die sämtliche arithmetische Operationen

ausführt. Die Matrix/Matrix-Multiplikation kann in einzelne Vektor/Vektor-Multiplikationen zerlegt werden. Hierfür werden je ein Multiplizierer und ein Addierer benötigt. Da vier Mustersätze gleichzeitig verarbeitet werden, ist es notwendig, für jeden Mustersatz ein separates Akkumulationsregister vorzusehen. Diese Register haben eine Breite von 40 bit.

Für manche Netze, die im folgenden noch genauer betrachtet werden, werden zusätzliche Komponenten benötigt, die eine Berechnung der euklidischen Distanz zweier Vektoren ermöglichen. An dieser Stelle sei lediglich erwähnt, daß hierfür ein zusätzlicher 16 bit Addierer vorgesehen wird, der für diese Netze zugeschaltet werden kann. Zusammen mit den anderen Komponenten (Multiplizierer / Addierer) befindet sich dieser Addierer in einer Pipeline.

Zur Beschleunigung neuronaler Simulationen wurde ein PCI-Board entwickelt (Abb.4), das Platz für 4 SAND/1 Neurochips bietet [6].

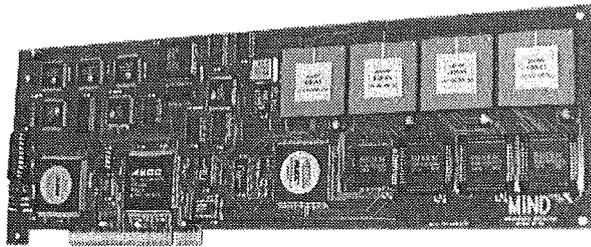


Abb.4 PCI Neuro-Board NeuroLution

Das SAND/1 PCI-Board wurde mit dem Ziel entwickelt, eine preiswerte und leistungsfähige Unterstützung für die Simulation neuronaler Anwendungen zu schaffen. Mit einem geringen Aufwand an zusätzlicher Peripherie erreicht das vollbestückte SAND/1 PCI-Board eine Leistung von 800 MOPS bei 50 MHz. Die hohe Transferleistung des PCI-Busses wird genutzt, um eine hohe Datentransferrate zum bzw. vom Board zu gewährleisten. Durch die Entkopplung des Datentransfers vom eigentlichen Prozeß auf dem Board mittels eines FIFO können während eines Arbeitszyklus Daten an das Board gesendet, bzw. von diesem empfangen werden. Der Benutzer des SAND/1 PCI-Boards muß keinerlei Kenntnisse über die Hardware-Struktur des Boards und der SAND/1 Chips haben.

4. Anwendungen von SAND

Eine Anwendung der vorgestellten Neuro-Architektur, die hohe Rechenleistungen erfordert, ist die Vorhersage von Ozonwerten. Dieser Luftschadstoff entsteht in den Sommermonaten vor allem durch hohe Sonneneinstrahlung in der un-

teren Troposphäre und kann bei hohen Konzentrationen zu gesundheitlichen Schädigungen führen. Es sind äußerst komplexe Vorgänge, die zur Ozonbildung führen. Eine Modellierung ist daher sehr schwierig. Zahlreiche wissenschaftliche Arbeiten setzen sich derzeit mit geeigneten Transport- bzw. Ausbreitungsmodellen sowie mit komplexen Modellen der Luftchemie auseinander. Dazu wird über das Vorhersagegebiet ein Gitter gelegt, an dessen Gitterpunkten jeweils das komplette Chemiemodell (zwischen 10 und 100 Differentialgleichungen) berechnet wird. Solche Modellrechnungen erfordern jedoch zur Zeit noch teure Hochleistungsrechner. Deshalb entstand bei einer in solchen Anwendungen tätigen Firma¹ die Idee, Neuronale Netze einzusetzen, da sie sich bisher in Bereichen wie Zeitreihenprognose, adaptive Regelung, Klassifikation und Mustererkennung bewährt haben. HPE erhielt den Auftrag, dafür einen speziellen Neuro-Chip zu entwickeln.

Bei HPE wird eine Hardwarebeschleunigung unter anderem für Analysesysteme, die sich mit der Auswertung von geruchsspezifischen Sensoren beschäftigen, benötigt. In einem Fall beruhen die Sensoren auf dem Prinzip der Oberflächenwellen (SAW - surface acoustic waves), in einer anderen Applikation wird ein Widerstandsfeld von 40 geruchssensitiven Widerständen dazu benutzt, für jedes Gas einen charakteristischen Vektor zu erzeugen. In einem anderen Projekt werden Ultraschalldaten zur Messung von Rissen in Pipelines aufgenommen. Die Auswertung der Daten kann bisher nur nach der Messung offline erfolgen, da sie mit ihren Mustererkennungsalgorithmen sehr komplex und rechenintensiv ist. Es wird versucht, wenigstens einige Teile der Algorithmen online zu bearbeiten, um eine bessere Datenreduktion zu erzielen. In einem physikalischen Versuch wird der Chip bei Triggerexperimenten eingesetzt, wo extrem kurze Antwortzeiten nötig sind. Bei γ -Shower-Experimenten ist die Untersuchung des Bereichs zwischen 10 und 300 GeV von großem Interesse. Es erfordert neue Experimentiertechniken und "intelligente" Methoden der Datenanalyse. Die erwartete Triggerrate eines Hochenergie-Projektes (MAGIC) kann erheblich verringert werden, wenn neuronale Hardware-Trigger verwendet werden. Der Trigger filtert die Hintergrundstrahlung verlässlich aus, was bislang nur offline möglich war. Die Rechenleistung des entwickelten Neuro-Chips reicht für diese Aufgabe aus, da die erwartete Entscheidungszeit 20 Mikrosekunden nicht überschreitet.

¹ DATAFACTORY, Leipzig

5. Anwendung von SAND in der Mammographie

Eine Anwendung, auf die im folgenden detaillierter eingegangen wird, ist die Früherkennung von Brustkrebs. In der Bundesrepublik Deutschland ist jede elfte Frau von Brustkrebs bedroht, in den USA ist es sogar jede achte Frau. In Vorsorgeuntersuchungen kann in einem sehr frühen Stadium die Bildung von Geschwülsten festgestellt und wirksam behandelt werden. Anzeichen für spätere Geschwülste können kleinste Mikroverkalkungen (50 - 200 μm Durchmesser) sein, die geübte Ärzte auf Röntgenbildern erkennen können. Sie sind aufgrund ihrer Größe und überlagerten Strukturen oft nur sehr schwer zu erkennen und werden im klinischen Alltag manchmal übersehen, so daß Radiologen standardmäßig Röntgenfilm-Mammogramme unter einer 4-fachen Vergrößerung untersuchen [7,8]. Es konnte gezeigt werden [9], daß die Anzahl „übersehener“ Mikroverkalkungen bzw. die Anzahl der Fehldiagnosen deutlich sinkt, wenn unabhängig von der ersten Begutachtung der Mammogramme ein zweiter Experte hinzugezogen wird. Ziel der automatischen Auswertung von Röntgenfilm-Mammogrammen ist der Aufbau einer kostengünstigen computergestützten Diagnosestation, welche dem Radiologen eine "zweite Diagnose" im klinischen Einsatz zur Verfügung stellt. Damit wird die Sicherheit der Diagnosen gesteigert und die Kosten der Brustkrebs-Vorsorgeuntersuchungen deutlich verringert [10].

Die Röntgenbilder werden über einen Durchlicht-Scanner eingelesen. Durch bildverarbeitende Methoden unter Benutzung von Filteralgorithmen werden wichtige Merkmale der Röntgenbilder verstärkt und mit geeigneten Visualisierungstechniken dem Arzt auf einem Bildschirm präsentiert.

Der damit verbundene Aufwand an rechenintensiven Bildverarbeitungsalgorithmen macht aufgrund der hohen Auflösungen der Bilder eine Hardware-Beschleunigung nötig. Um die Detektion der Mikroverkalkungen für den klinischen Einsatz ausreichend schnell und trotzdem noch kostengünstig durchführen zu können, sollen die Bildfilterungen mit dem Neuro-Board NeuroLution mindestens um den Faktor 30 gegenüber einem heutigen PC beschleunigt werden.

Bei dieser Anwendung kann die vielseitige Verwendung Neuronaler Netze ausgenutzt werden [11]. So ist es möglich, das verwendete Filterverfahren mit Tiefpaß, Differenz- und Schwellwertfilter in einem Neuronalen Netz zu implementieren. Der Vorteil liegt dann in der parallelen Verarbeitung des Algorithmus und damit in der Verwendung der SAND-Technologie. Für die Bestimmung der Verbindungsgewichte des Neuronalen Netze ist keine Trainingsphase erforder-

lich, da sich die Gewichtswerte aus Filtermatrizen ergeben und vom Entwickler festgesetzt werden. Die Übertragungsfunktion eines Neurons ist im allgemeinen zwar nicht-linear, kann aber auch - besonders in den Ausgangsschichten von mehrstufigen Netzen - linear sein. Wenn man von solchen linearen Neuronen ausgeht, findet man besonders in der Mustererkennung gebräuchliche Konzepte und Methoden, die auf ähnlichen Berechnungen basieren. Beispiele sind die Faltung und die Korrelation von Funktionen, FIR-Filter und die schnelle Fouriertransformation (FFT). Tabelle 1 zeigt ihre Ähnlichkeit zu der bekannten Neuronengleichung.

Methode	Berechnung
Neuron	$g(x) = f(\sum_j w_{ij} x_j - \theta_i)$
Faltung	$g(x, y) = h(x, y) * f(x, y)$ $= \sum_{m, n} h(m, n) f(x - m, y - n)$
Korrelation	$g(x, y) = h(x, y) \circ f(x, y)$ $= \sum_{m, n} h^*(m, n) f(x + m, y + n)$
FIR-Filter	$g(x) = \sum_k c(k) f(x - k)$
FFT	$F(u) = \frac{1}{N} \sum f(x) W_N^{ux}$, mit $W_N^{ux} = e^{-j2\pi ux/N}$

Tab. 1: Auswertemethoden, die durch Matrix-Matrix-Multiplikationen wie Neuronale Netze berechnet werden können

Alle diese Funktionen sind linear und können auf eine Matrixmultiplikation reduziert werden. Dies trifft insbesondere auf die Faltung zu, die für verschiedene Filterfunktionen verwendet wird. Bei der Detektion von Mikroverkalkungen in der Mammographie wird auf einer unteren Stufe eine Kombination von Binomial- und Hochpaßfilter verwendet. Folgende Filtermatrix wird verwendet (Tabelle 2):

-1	-4	-6	-4	-1
-4	16	24	16	-4
-6	24	36	24	-6
-4	16	24	16	-4
-1	-4	-6	-4	-1

Tab. 2: Binomial-/Hochpaßfilter-Matrix

Diese Matrix b wird mit dem Originalbild f (erstes Bild in Abb.5) gefaltet. Das Ergebnis $g=b*f$ wird

im zweiten Bild von Abb.5 gezeigt. Ein weiteres Filter ist ein glättendes Tiefpaßfilter s , das hohe Amplituden etwas abschwächt. Es wird ebenfalls auf das Originalbild angewandt. Das Ergebnis dieses Filters $l=s*f$ wird für ein Differenzbild $d=g-l$ verwendet, das signifikante Stellen im Bild hervorhebt. Eine weitere Schwellwertoperation produziert das Binärbild $h=f(d)$, das im letzten Bild von Abb.5 gezeigt wird. Der ganze Prozeß kann durch ein Neuronales Netz berechnet werden mit der Topologie aus Abb.5. Das erste verdeckte Neuron repräsentiert die Filterfunktion $b*f$, das zweite verdeckte Neuron steht für das Filter $s*f$. In der Ausgangsschicht wird die Differenz beider Filter berechnet, wobei die Schwellwertoperation leicht durch den Bias θ und die nicht-lineare Übertragungsfunktion des Ausgangsneurons implementiert werden kann. Damit läßt sich in natürlicher Weise die Filterfunktion im SAND-Chip hoch beschleunigt ausführen.

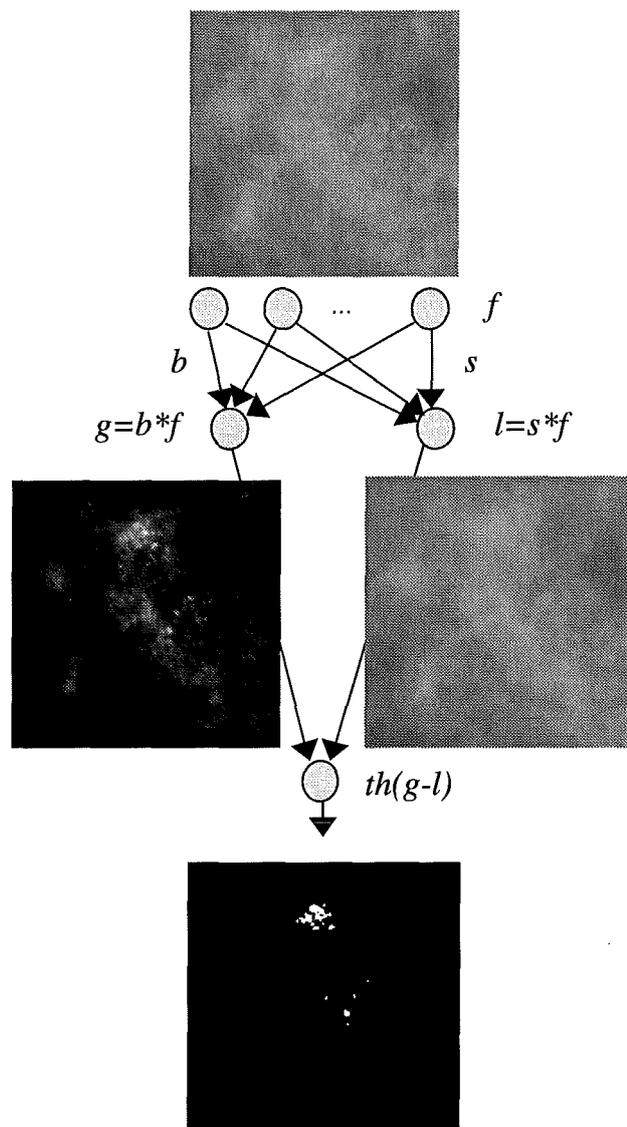


Abb.5: Beispiel für eine Filterimplementierung in einem Neuronales Netz

6. Leistungsvergleich

Der SAND Neuro-Chip wurde in einem 0.8µm CMOS Prozeß gefertigt, wobei die Sea-of-gates Technologie verwendet wurde. Die Komplexität des Chips entspricht etwa 50 000 Gatteräquivalenten. Der Chip ist in einem PGA-Gehäuse mit 144 Pins untergebracht. Die maximale Leistung eines einzelnen SAND-Chips ist 200 MCPS (Mega Connections Per Second) bzw. 600 MOPS (Mega Operations Per Second). Ein Board mit vier SAND-Chips erreicht daher eine Spitzenleistung von maximal 2.4 Giga Operationen pro Sekunde. Im folgenden ist ein Vergleich zu dem gängigen Pentium-Prozessor mit 166 MHz gezeigt.

	Pentium	MMX	1 SAND	4 SAND
MCPS	14,2*	43,3*	194	696
speed up	1	3	13,7/4,5	49/16/3,6

* based on data provided by INTEL on www.intel.com (september 1997)

Tab. 3: Leistungsvergleich SAND vs. Pentium-MMX für ein Netz mit 155 Eingangsneuronen, zwei verdeckten Schichten zu 184 bzw. 165 Neuronen und einer Ausgangsschicht mit 16 Neuronen

In Abb.6 kann die Leistung von einem bis vier SAND-Chips in Abhängigkeit von der Zahl der Eingangsneuronen betrachtet werden. Man sieht, daß die maximale Leistung stark von der Größe des Neuronalen Netzes abhängig ist.

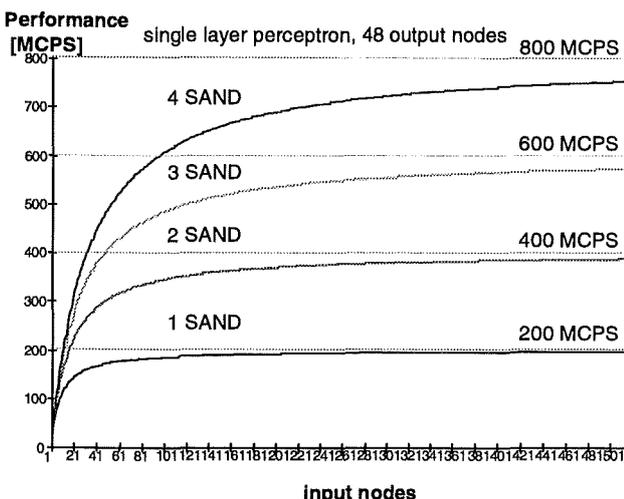


Abb.6 Leistung eines einschichtigen Neuronalen Netzes mit 48 Ausgangsneuronen abhängig von der Zahl der Eingangsneuronen und Anzahl der SAND-Chips

Die Leistungsdaten des SAND-Chips und des Neuro-Boards NeuroLution der Firma Datafactory können unter der Adresse <http://fuzzy.fzk.de> im WWW nachgesehen werden.

7. Literatur

- [1] Rapp, M., et al: „Gasanalytik mit akustischen Oberflächenwellen“, Wissenschaftliche Berichte des FZK, FZKA 5670, Nov 1995, S. 93 - 99
- [2] Neusser, S., et al., Digital neural hardware for control applications, Proceeding of 14th IMAC World Congress, 1994
- [3] Fischer, T., Gemmeke, H., Eppler, W., Menchikov, S., S.Neusser: „Novel digital hardware for trigger applications in particle physics“ in Proc. of 2nd Workshop on Electronics for LHC Experiments, Balatonfüred, Hungary 1996
- [4] Lindsey, C.S., and Denby, B.: „A study of the Intel ETANN VLSI Neural Network for an Electron Isolation Trigger“, 1992, internal CDF Note - CDF/DOC/CDF/Public/1850
- [5] Eppler, W., Fischer, T., Gemmeke, H., Becher, T., Kock, G., „High Speed Neural Network Chip on PCI-Board, MicroNeuro '97, Dresden
- [6] Becher, T., Eppler, W., Fischer, T., Gemmeke, H., Kock, G., „The MiND-project: building, applying and speeding-up neural networks using the SAND-neuroprocessor“, Proceedings of EUFIT '97 (ed. H J Zimmermann), Aachen, Germany
- [7] Lanyi M: Diagnostik und Differentialdiagnostik der Mammaverkalkungen. Springer, Berlin-Heidelberg-New York-Tokyo (1986)
- [8] Sigfusson B F, Anderson I, Aspegren K, Janzon L, Linell F, Ljungberg O: Clustered breast calcifications. Acta Radiol 24 (1983) pp. 273
- [9] Nishikawa R M, et al.: Automated classification of breast lesions on digital mammograms. Proc. Computer Assisted Radiology and Surgery, Berlin (1997)
- [10] Stotzka R.:Automatisches Tumorklassifikationssystem für mikroskopische Gewebeschnitte: mit hybriden neuronalen und statistischen Klassifikatoren. Shaker Verlag, Aachen (1996)
- [11] Stotzka R., Männer R, Bartels P H, Thompson D. Hybrid neural and statistical classifier system for histopathology: Grading of prostate lesions. Analytical and quantitative Cytology and Histology, St. Lois (1995)

Chemische Mikroanalysesysteme

Die Thermische Linse als alternativer Detektor für die Kapillarelektrophorese

W. Faubel, B. S. Seidel

Institut für Instrumentelle Analytik

Zusammenfassung

Die Thermische Linse wurde als alternativer Detektor für die Kapillarelektrophorese (CE) zum Nachweis von Analyten im Spurenbereich eingesetzt. Dieses Verfahren erwies sich als besonders geeignet für die Bestimmung extrem kleiner Meßvolumina. Im Laboraufbau konnte die Leistungsfähigkeit der Thermischen Linse (TL) als CE/TL - Detektorsystem erfolgreich demonstriert werden. Neben der Sensitivität dieses Verfahrens wird anhand einiger Beispiele der breite Einsatzbereich aufgezeigt. Die Kombination der Thermischen Linse mit der Kapillarelektrophorese wurde in der anorganischen Ionenanalytik und zum Nachweis von Pestiziden, Arzneimitteln und Aminosäuren eingesetzt.

1. Einleitung

Die Elektrophorese ist ein chromatographisches Verfahren, bei dem geladene Ionen oder kolloidale Teilchen aufgrund unterschiedlicher Wandergeschwindigkeiten in einem elektrischen Feld getrennt werden. Die erste Apparatur wurde von Tiselius 1937 vorgestellt¹; für seine Arbeiten wurde ihm 1948 der Nobelpreis verliehen. In den folgenden Jahren wurden elektrophoretische Trennungen Grundlage für viele Aktivitäten in der Bio- und Molekularchemie. Jorgenson und Lukacs setzten erstmals Kapillaren mit Innendurchmessern im μm -Bereich ein². Hierdurch konnten die Trenneffizienz und die Reproduzierbarkeit erheblich gesteigert werden. In Abbildung 1 ist ein Blockdiagramm gezeigt, das die Komponenten einer solchen Trennapparatur vorstellt.

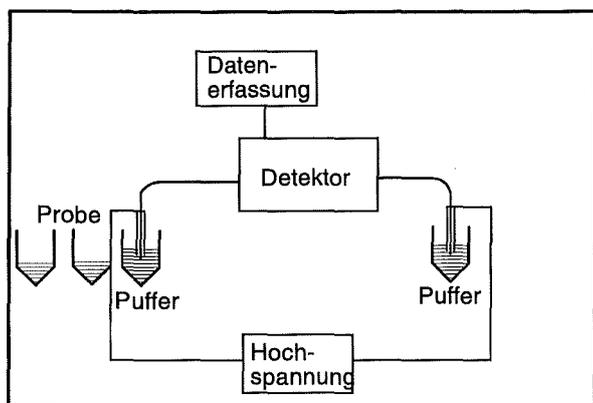


Abb. 1: Blockdiagramm der Kapillarelektrophorese.

Das Gerät besteht aus einem Hochspannungsgerät, das die Enden der mit einer Pufferlösung gefüllten Trennkapillare mit einer Hochspannung von bis zu 30 kV versorgt. Durch Druckinjektion wird an einem Ende der Kapillare eine Nanoliter (nl) - Probenmenge aufgegeben und die Einzelsubstanzen werden durch ihre unterschiedliche Verteilung zwischen dem Puffer und der Kapillarwand aufgetrennt. Besondere Aufmerksamkeit gilt der Detektion, die in der Regel innerhalb der Kapillare vorgenommen wird. Um die gesetzlich geforderten Nachweisgrenzen zu erreichen, müssen hochsensitive Detektoren entwickelt werden, die in der Lage sind, geringste Stoffkonzentrationen zu erfassen³⁻⁵. Die Thermische Linse wird als ein solches Detektionssystem eingesetzt.

2.1 Meßprinzip

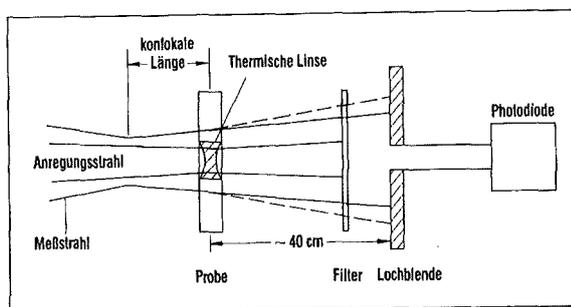


Abb. 2: Schematische Darstellung des Photothermischen Prinzips.

Das photothermische Meßprinzip (Abbildung 2) ist außerordentlich einfach und beruht auf der Umwandlung von Licht in Wärme durch die zu untersuchende Substanz⁶. Die Absorption von

Strahlung erhöht die innere Energie eines Moleküls. Im Falle strahlungsloser Desaktivierung verwandelt sich dieser Energiebeitrag in kinetische Energie und verteilt sich auf alle Freiheitsgrade der Rotation, Schwingung und Translation des Moleküls, wobei die Anteile der Rotations- und Schwingungsenergien häufig vernachlässigbar sind. Diese Anregungsenergie wird über strahlungslose Relaxation durch Stöße 2. Art auf die Umgebung eines Moleküls übertragen. Dies führt zu einer Temperaturerhöhung und als Folge davon zu einer Änderung des Brechungsindex in der Probe. Nachgewiesen wird diese Brechungsindexänderung mit einem zweiten Laserstrahl, der beim Durchlaufen dieser „Gradientenlinse“ entweder im Normalfall aufgeweitet oder fokussiert wird, was seltener vorkommt. Diese Brechungsindexänderung läßt sich in den meisten Fällen mit einer Konkavlinse vergleichen („*Thermische Linse*“ in Abb.2). Ein zentrosymmetrischer Detektorlaserstrahl erfährt eine Aufweitung, man spricht daher von einer *Thermischen Linse*. Die Größe der Aufweitung ist ein Maß für die Konzentration eines Analyten in der entsprechenden Probe und wird mittels einer Photodiode mit vorgesetzter Lochblende detektiert. Unter Gleichgewichtsbedingungen kann die Abhängigkeit des Brechungsindex von der Temperatur durch folgende Differentialgleichung beschrieben werden⁷:

$$dn/dT = (dn/dT)_r + (dn/dp)(dp/dT)_p \quad (1)$$

dabei ist n der Brechungsindex, T die Temperatur, ρ die Dichte und p der Druck.

In der Praxis ist das Thermische Linse Signal $S(t)$ eine zeitabhängige Funktion der Lichtintensität des Meßlasers. In Anwesenheit der *Thermischen Linse* in der Probe (Abb. 2) registriert die Photodiode eine Änderung der Intensität des Meßlasers $I_T(t)$ relativ zur ursprünglichen Lichtintensität $I_T(t = 0)$ zum Zeitpunkt ($t = 0$), d. h. bei ausgeschaltetem Anregungslaserstrahl. Dies wird mathematisch durch folgende Gleichung beschrieben:

$$S(t) = I_T(t) - I_T(t = 0) / I_T(t = 0) \quad (2)$$

Die Größe des Photothermischen Sensors wird durch den Abstand zwischen Probe und Lochblende bestimmt (Abb.2). Mit der Verkürzung dieses Abstandes von normalerweise 40 cm auf 0.4 mm gelang im IFIA der Durchbruch zur Anwendung der thermischen Linse als spurenanalytisches Meßverfahren⁸.

2.2 Photothermischer Sensor

Zur Durchführung der neuesten Experimente mit dieser sogenannten Nahfeld Thermischen Linse wurde ein neuer kompakter, robuster und nahezu justagefreier Sensor konstruiert und eingesetzt⁹. Der Sensorkopf ist im „remote control mode“,

einerseits über einen Multimode Lichtleiter mit der Anregungslichtquelle, Argonionlaser bzw. Dioden gepumpter Nd:YAG-Laser und andererseits über einen Monomode Lichtleiter mit der Probelaserdiode verbunden. Die Detektionsphotodiode, inklusiv integriertem Vorverstärker, vorgeschaltetem Bandpassfilter und Lochblende, ist direkt in den Sensorkopf eingebaut. Die elektronische Signal- und Datenerfassung erfolgt mit einem Laptop und integrierten Steckkarten¹⁰.

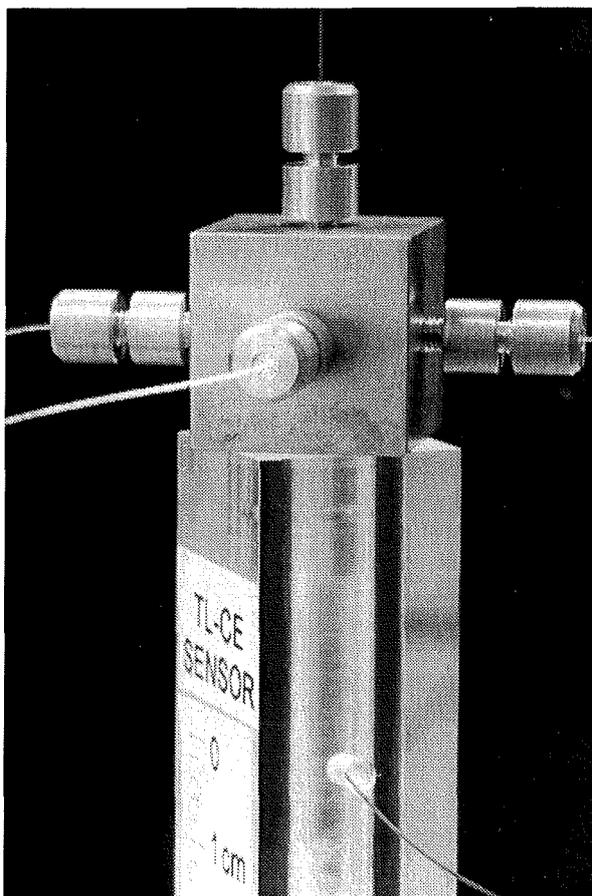


Abb. 3: Lichtleiteradaptierter miniaturisierter Thermische Linse Detektionskopf.

Die Abbildung 3 zeigt als Beispiel unseren miniaturisierten Detektionskopf für die Kapillarelektrophorese mit einer Gesamtgröße von 2*2*2 cm. Zu sehen ist in der Vertikalen die substanzführende Kapillare; das Laserlicht zur Anregung und zur Detektion wird horizontal über vier Lichtleiter geführt¹¹.

2.3 Kapillarelektrophorese

Die CE zeigte sich geeignet zur quantitativen Bestimmung von Ionen und organischen Schadstoffen. Im Laboraufbau konnte die Leistungsfähigkeit der Thermischen Linse als CE/ TL - Detektorsystem erfolgreich demonstriert werden¹². Im Vergleich zur konventionellen UV-VIS Absorp-

tionsspektroskopie wurde die Nachweisgrenze für DNOC (Tabelle 1) um den Faktor 50 verbessert.

tik, der Ionenanalytik, sowie der Biomedizin stammen.

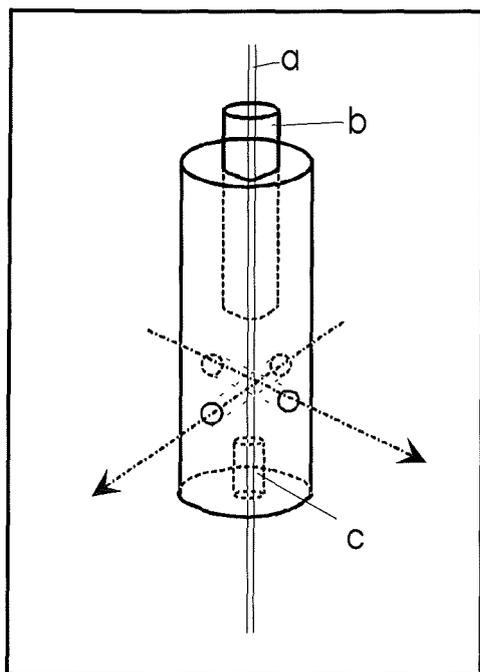


Abb. 4: Strahlführung im CE-Experiment

Die Kombination der Kapillarelektrophorese mit photometrischen Verfahren erlaubte erstmals die Untersuchung realer Proben. Das Meßprinzip für die CE-Anwendung des in Abbildung 3 dargestellten Photothermischen Sensors ist in Abbildung 4 noch einmal gezeigt. Die Trennkapillare (a) wird in einer Halterung durch die beiden Zentrierringe (b,c) gespannt. In horizontaler Anordnung zur Kapillare werden mittels Lichtleiter der Anregungsstrahl und der Detektionsstrahl gekreuzt. Die in Abbildung 2 gezeigte Lochblende wird durch einen weiteren Lichtleiter ersetzt, der das Licht zu einer Photodiode führt. Die aufgetrennten Substanzen werden von dem Detektor im Brennpunkt der Strahlen erfaßt und mit einer Auswerteelektronik registriert*. Als Anregungslaser wird ein Argonionenlaser und als Probelaser ein HeNe Laser verwendet.

3.1 Pestizide

Am Beispiel verschiedener Nitrophenol-Pestizide (Tabelle 1) konnte in den letzten Jahren die Leistungsstärke der photothermischen Verfahren zur Ultraspurenanalyse (Nachweisgrenze 100 ppt (100 ng/l) demonstriert werden¹³. Wegen der kleinen Strahldurchmesser im 10-100 µm Bereich beträgt das eigentliche Meßvolumen nur wenige nl. Durch diese kleinen Meßvolumina sind die photothermischen Methoden für die Anwendung als Detektor sowohl für Hochdruckflüssigkeitschromatographie^{14,15,16} (HPLC) mit Säulendurchmessern von 0.5-4 mm, als auch die Kapillarelektrophorese (CE) mit Kapillardurchmessern zwischen 25 µm und 250 µm geradezu prädestiniert.

Pestizide	R ₁	R ₂	R ₃
2,4-Dinitrophenol	NO ₂	NO ₂	H
4,6-Dinitro-o-Cresol	CH ₃	NO ₂	NO ₂
Dinoseb	CH(CH ₃)- C ₂ H ₅	NO ₂	NO ₂
Dinoterb	C(CH ₃) ₃	NO ₂	NO ₂

Tabelle 1: Struktur der Dinitrophenolpestizide

3. Anwendungen

Neben der Entwicklung eines hochempfindlichen Kapillarelektrophorese Detektors wurde Wert darauf gelegt, daß dieser vielseitig einsetzbar ist. Dies soll im folgenden anhand verschiedener Anwendungsbeispiele gezeigt werden, die aus den verschiedenen Bereichen der Umweltanaly-

Anhand einer micellaren elektrokinetischen Kapillarelektrophorese (MECC), die die elektrophoretische Trennung von ungeladenen Molekülen ermöglicht, konnten Pestizidgemische bis in den unteren ppb-Bereich bestimmt werden. Die Überlegenheit des Photothermischen Sensors als CE Detektor über die konventionelle UV-VIS Absorptionsspektroskopie konnte, wie nachfolgend kurz beschrieben, klar gezeigt werden¹⁷:

* Entwicklung einer Mikrocontrollereinheit durch Hauptabteilung Prozeßdatenverarbeitung und -Elektronik, Dr. K.H. Cerff

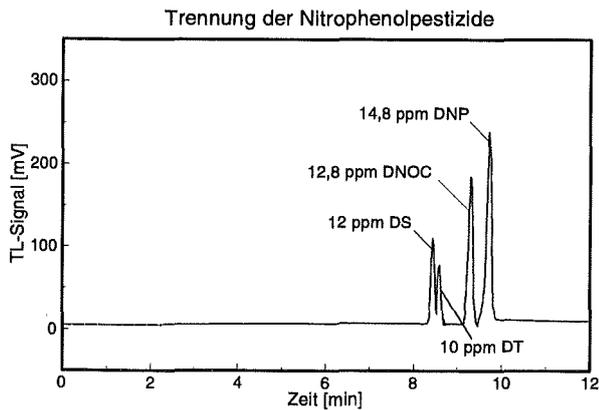


Abb. 5: CE-Chromatogramm der Pestizide mit UV-Detektion mit einer 75 μm Kapillare.

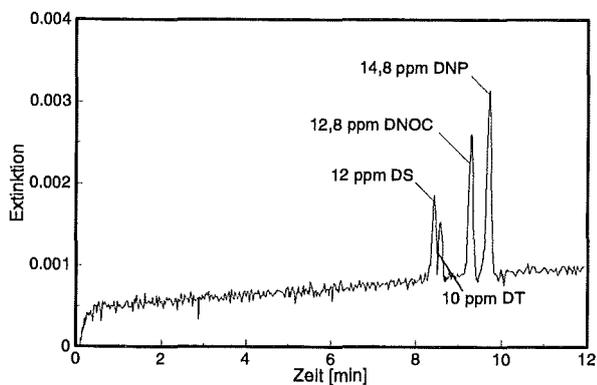


Abb. 6: CE-Chromatogramm der Pestizide mit TL-Detektion mit einer 75 μm Kapillare.

Abbildung 5 zeigt das UV-VIS Absorptionsspektrum der CE Trennung von Dinoseb (DS), 4,6-Dinitro-o-Cresol (DNOC), 2,4-Dinitrophenol (DNP). In Abbildung 6 ist dieselbe MECC-Trennung bei Detektion mit dem Photothermische Linse Sensor zu sehen. Bei der TL Messung (Abb. 6) ist praktisch kein Rauschen der Basislinie mehr zu sehen, im Gegensatz zur UV-VIS Detektion (Abb 5).

CE-Kapillaren in μm	UV-VIS in ppb	TL in ppb
200	405	23
100	815	23
75	1100	23
50	2550	45

Tabelle 2: Vergleich der Nachweisgrenzen von DNOC in Abhängigkeit vom Kapillarendurchmesser für UV-VIS und TL-Detektion.

Die besondere Leistungsfähigkeit der Thermischen Linse bei kleinen Meßvolumina zeigt der Vergleich der Nachweisgrenzen eines Analyten in Abhängigkeit von den Kapillardurchmessern (200, 100, 75 und 50 μm) für UV-VIS und TL-Detektion. Als Nachweisgrenze für das Pestizid Di-Nitro-ortho-Cresol (DNOC) wurden folgende in Tabelle 2 dargestellten Werte in Abhängigkeit von den Kapillardurchmessern erreicht.

3.2 Ionanalytik

Als Beispiel für die Eignung des CE/TL Verfahrens für anorganische Ionen wurde der Eisen/Kupfergehalt von natürlichen Wässern, (Oberflächenwasser, Trinkwasser und Meerwasser) untersucht¹⁸. Hierbei wurde die Selektivität durch Zugabe des Komplexmittels PAR (1,10 Phenanthrolin) erreicht (Abb.7).

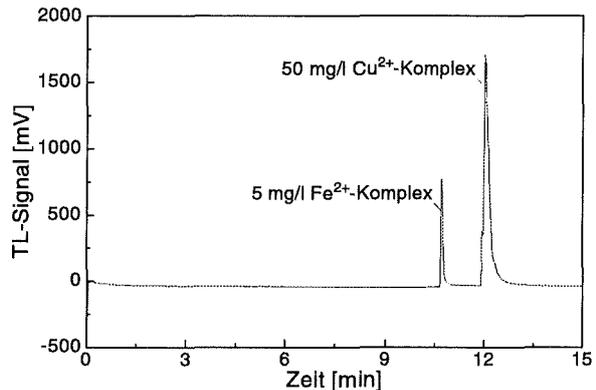


Abb. 7 CE-Chromatogramm der Fe/Cu-Trennung mit TL-Detektion mit einer 80 cm langen 50 μm Kapillaren.

Mit diesem Verfahren ist die direkte Bestimmung von Eisen sogar in Gegenwart überschüssiger Störionen (10 fach höhere Cu-Konzentration) gemäß DIN 38406 möglich.

3.3 Arzneimittel

Die Leistungsfähigkeit der Thermischen Linse als spurenanalytisches Detektorsystem in Kombination mit der CE wurde mit dem Nachweis von Arzneimittelmischungen (Chloramphenicol: ein Breitbandantibiotikum, Diclofenac: ein antiphlogistisches und antirheumatisches Arzneimittel, Pentoxifyllin: ein Thrombocyten Aggregationshemmer und Oxprenolol: ein β -Rezeptorenblocker) aufgezeigt. Zur Trennung der Medikamente wurde die micellare elektrokinetische Chromatographie eingesetzt. Durch Zusatz eines stark absorbierenden Farbstoffs sind die Wirkstoffe indirekt detektiert worden (Abbildung 8). Die Meßgröße

hierbei ist die Absorption des in der Micelle angereicherten Farbstoffs, der durch die angereicherten Arzneimittel-moleküle verdrängt wird. Dies führt zu einer Verminderung der Absorption, die als negative Peaks im Elektropherogramm festgehalten wird. Hiermit wurde erstmals erreicht, daß man mit der Thermischen Linse nicht absorbierende Substanzen und somit eine Vielzahl von Substanzklassen bestimmen kann. Im Vergleich zur konventionellen UV-VIS Absorptionsspektroskopie wurde die Nachweisgrenze deutlich verbessert.

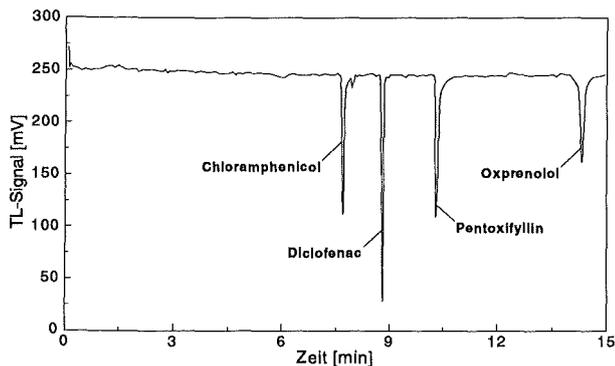


Abb. 8: Elektropherogramm der Arzneimittelmischung, Kapillare (fused silica): 40/40 cm, i.d. 50 μm , Spannung 15 kV.

Diese Trenntechnik wurde zur Qualitätsprüfung von Arzneimitteln in Tablettenform eingesetzt. Es konnte mit geringer Probenaufbereitung die Wirkstoffkonzentration ermittelt werden.

3.4 Biomedizinische Analytik

Die CE/TL eignet sich ebenfalls für das Gebiet der Biomedizinischen Analytik. Beispielhaft wurde daher die micellare elektrokinetische Kapillarelektrophorese mit Thermischer Linse Detektion auf die Trennung von Aminosäuren, die mit Dabsylchlorid derivatisiert wurden, angewendet.

Diese Bestimmung beruht auf einer chromophoren Markierungstechnik für Aminosäuren, durch die rote Dabsylderivate gebildet werden, die eine starke Absorptionsbande bei 450 nm besitzen. Die Kombination der Kapillarelektrophorese mit der Thermischen Linse (CE/TL) gestattet eine Spurenanalyse der Aminosäuren mit Probenvolumina im Nanoliter (nl) Bereich. In Abbildung 9 ist beispielhaft eine Trennung von sechs charakteristischen Aminosäuren (1: Arginin, 2: Histidin, 3: Leucin, 4: Alanin, 5: Glycin, 6: Glutaminsäure) mit Thermischer Linse Detektion dargestellt.

Die experimentell erhaltene Kalibrationskurve für ein Glycinderivat ist in Abbildung 10 gezeigt. Der dynamische Einsatzbereich der CE/TL erlaubt

quantitative Bestimmungen in einem Konzentrationsbereich zwischen $2 \cdot 10^{-7}$ bis $3 \cdot 10^{-6}$ mol/l.

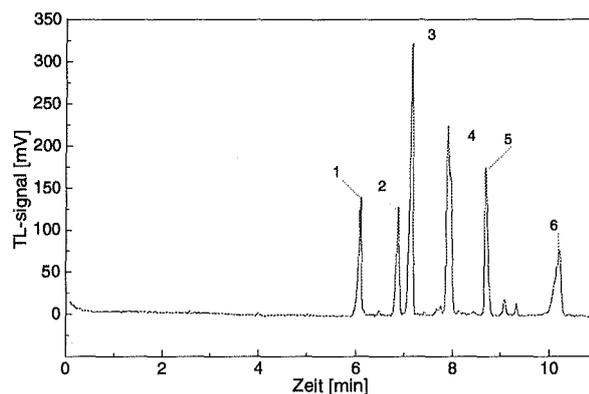


Abb.9: CE Elektropherogramm von 6 Aminosäuren: Kapillare (fused silica): 40/40 cm, i.d. 50 μm , Spannung 15 kV.

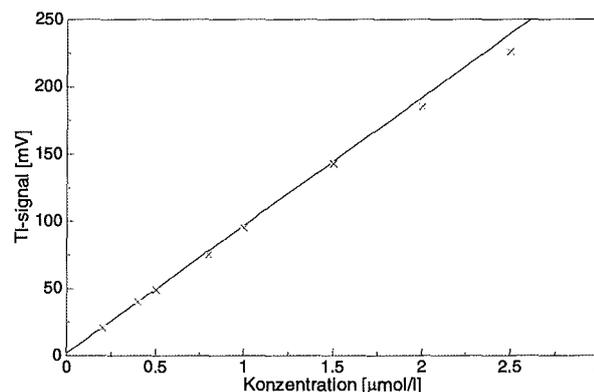


Abb.10: Kapillarelektrophoretische Kalibrationskurve für die Aminosäure Glycin mit der Thermischen Linse als Detektor.

Ausblick:

Die Leistungsfähigkeit der Thermischen Linse (TL) als spurenanalytisches Detektorsystem in Kombination mit der Kapillarelektrophorese (CE) wurde mit dem Nachweis von Arzneimittelmischungen, anorganischen Ionen, Pestiziden und Aminosäuren demonstriert. Hiermit wurde erstmals erreicht, daß mit dem Thermischen Linse Analysenverfahren auch nicht absorbierende Substanzen und somit zukünftig eine Vielzahl von Substanzklassen bestimmt werden kann. Im Vergleich zur konventionellen UV-VIS Absorptionsspektroskopie wurden die Nachweisgrenzen deutlich verbessert.

Die Thermische Linse (TL) erwies sich als besonders geeignet für die Bestimmung extrem kleiner Meßvolumina im nI- Bereich. Sie soll daher in Form eines miniaturisierten photothermischen Sensors zusammen mit der laser-induzierten Fluoreszenzdetektion (LIF) zu einem kombinierten CE-TL/CE-LIF Detektionssystem für die Chip-Kapillarelektrophorese (CCE) weiterentwickelt werden. Dabei soll die konventionelle Quarzglas-kapillare, die zur Auftrennung von flüssigen Substanzgemischen dient, durch einen mikrostrukturierten optischen Chip mit eingezätzten 50-150 µm Kanälen ersetzt werden.

Literatur:

- [1] Tiselius, A.: *Trans. Faraday Soc.* 33 (1937) 524.
- [2] Jorgenson, J. W., Lukacs, K.D.: "Zone Electrophoresis in Open Tubular Glass Capillaries", *Anal. Chem.* 53 (1981) 1298-1302.
- [3] Khuen, Q.E., Faubel, W., Ache, H.J.: "The limit of detection in transversal deflection spectroscopy with light scattering samples", *Fres. J. Anal. Chem.* 348 (1994) 533-535.
- [4] Faubel, W., Schulz, T., Seidel, B.S., Steinle, E., Ache, H.J.: "Comparing the analytical potential of PAS, PDS, TL and PTPS for trace detection of pesticides in water", *Journal de Physique IV, Colloque C7, Suppl. J. Physique III,4* (1994) 531- 534.
- [5] Faubel, W., Seidel, B.S., Ache, H.J.: "Trace analysis of water pollutants by photothermal phase shift spectroscopy with an integrated optical microinterferometer", *Opt. Eng.* 35 (1996) 3555-3561.
- [6] Faubel, W.: "Detection of Pollutants in Gases and Liquids", *Progress in Photothermal and Photoacoustic Science and Technology, Volume III in the series Life and Earth Sciences* (eds.:A.Mandelis and P.Hess), SPIE Optical Engineering Press, Bellingam, Washington, USA, Chapter 8 (1997) 289-328.
- [7] Schulz, T.S., Faubel, W., Ache, H.J.: "Die Thermische Linse als Detektorsystem für die Spurenanalytik in flüssigen Systemen", *Forschungszentrum Karlsruhe, Report KfK-5390* (1994).
- [8] Faubel, W., Schulz, T.: "Photothermischer Sensor" Dt. Patent. DE-PS 42 31 214 (1994), US Patent 5513006 (1996), EU Patent erteilt am 22.01.1997).
- [9] Dübel, O., Cerff, K.H., Faubel, W., Ache, H.J.: "Photothermischer Sensor für die Prozeßanalytik", *Techn. Messen* 62 (1995) 457-461.
- [10] Seidel, B.S., Faubel, W.: "Miniaturized photothermal sensors as analytical tools for the detection of very small volumes in chemical process control", *Opt. Eng.* 36 (1997) 469-472.
- [11] Seidel, B.S., Faubel, W.: "Miniaturized thermal lens device for capillary electrophoresis", *Biomed. Chromatog.* (1998), in Druck.
- [12] Seidel, B.S., Steinle, E., Faubel, W., Ache, H.J.: "Double beam thermal lens as detector system for capillary electrophoresis", *SPIE, Vol 2836* (1996) 283-292.
- [13] Faubel, W., Seidel, B.S.: " Analysis of water quality with remote photothermal sensors", in *Remote Sensing of Vegetation and Water, and Standardization of Remote Sensing Methods* (eds. G. Cecchi, T. Lamp, R. Reuter, K. Weber) *EUROPTO Series, SPIE Vol 3107* (1997) 272-280.
- [14] Seidel, B.S., Dübel, O., Faubel, W., Ache, H.J.: "Trace Analysis of Pollutants in Water using the Photothermal Interferometry as HPLC-Detector", *Fres. J. Anal. Chem.*, 354 (1996) 900-902.
- [15] Seidel, B., Faubel, W., Ache, H.J.: "Photothermischer Mikrosensor", *Deutsches. Patent DE-PS 19 507 909* erteilt am 02.12.1997.
- [16] Steinle, E., Faubel, W., Ache, H.J.: " Near field thermal lens detector for gradient elution liquid chromatography", *Anal. Chimica Acta* 353 (1997) 207-213.
- [17] Seidel, B.S., Faubel, W., Ache, H.J.: "Thermal lens detector system for capillary electrophoresis", *J. Biomed. Opt.* 2 (1997) 326-331.
- [18] Seidel, B.S., Faubel, W.: "Determination of iron in real samples by high performance capillary electrophoresis in combination with thermal lensing", *Fres. J. Anal. Chem.* (1998) in Druck.

Potential optochemischer Mikro- und Nanosensoren

Johannes Reichert und Gerhard Heinzmann

Institut für Instrumentelle Analytik

Zusammenfassung

Optochemische Sensoren basieren auf immobilisierten Farbstoffen, sog. Rezeptoren, deren spektrale Änderungen, die bei einer Wechselwirkung mit dem oder den Analyten erfolgen, als Meßgröße erfasst und ausgewertet werden. Vorgestellt werden aktuelle Sensorentwicklungen zur Detektion der Ionen Calcium und Kalium, Sauerstoff, organischen Gasen wie auch in Wasser gelöste Kohlenwasserstoffe, wobei das breite Potential deutlich wird, das aufgrund der verschiedenen Rezeptions- und Transduktionsmechanismen zur Entwicklung optochemischer Sensoren genutzt werden kann. Bei den Entwicklungen wurde besonders Wert gelegt auf die Erhöhung der Stabilität und Zuverlässigkeit durch Einführung einer internen optischen Referenz (Calcium, Kalium) bzw. durch Ausnutzung eines sehr spezifischen Reaktionsmechanismus (Sauerstoff). Weiterhin wird anhand der möglichen variablen Ausgestaltung von Sensoren für organische Substanzen aufgezeigt, daß die Kombination mehrerer Sensoren zu Arrays mit nachfolgender Auswertung der Signalmuster eine qualitative und quantitative Analyse auch von Gemischen gestattet. Darüber hinaus werden optochemische Nanosensoren vorgestellt, die durch eine extreme Miniaturisierung erhalten wurden, indem die sensitiven Elemente auf der Spitze von ausgezogenen Fasern präpariert wurden. Da die Dimensionen der Faserspitzen unterhalb der Wellenlänge des Lichtes liegen, lassen sich mit diesen optische Sonden chemische Reaktionen mit einer Ortsauflösung im Nanometerbereich verfolgen, die sonstigen Sensortechniken nicht unmittelbar zugänglich sind.

1. Einleitung

Optochemische Sensoren erfassen die bei Analytkontakt erfolgenden spektralen Änderungen von immobilisierten Indikatorfarbstoffen. Hierbei wird das optische Signal entweder über Lichtleiterkopplung an entsprechende Spektrometereinheiten geführt oder es wird direkt am Sensor abgegriffen und spektral aufgelöst detektiert [1-3].

Bedingt durch den Einsatz optischer Detektionsverfahren an sich wie auch durch die Verwendung entsprechender Meßtechniken weisen diese Sensoren eine Reihe von prinzipiellen Vorteilen auf:

- I. Da auf ein breites Potential spektrophotometrischer Nachweisverfahren zurückgegriffen werden kann, lassen sich Sensoren für unterschiedlichste Analyte realisieren.
- II. Bei Aufnahme des gesamten optischen Spektrums steht die spektrale Information redundant zur Verfügung, so daß drift-Korrekturen und ggf. eine interne Referenzierung direkt am Sensor erfolgen können.
- III. Möglichkeiten zur Multikomponentenanalyse sind gegeben entweder durch spektrale Entfaltung der spezifischen Absorptions- bzw. Fluoreszenzbanden eines Farbstoffes, durch Kombination mehrerer Farbstoffe oder durch

Aufbau von Multilayern unterschiedlicher Spezifität.

- IV. Da bei Verwendung entsprechender Detektionstechniken (Fluoreszenz, Single Photon Counting) optische Änderungen sehr empfindlich und mit hoher Ortsauflösung erfasst werden können, werden selbst bei Sensoren mit Dimensionen im sub-Mikrometerbereich Signale in ausreichender Qualität detektierbar sein.
- V. Durch die optische Transduktion wird eine hohe Störsicherheit der Signalübertragung gewährleistet, insbesondere bei Verwendung von Pulsverfahren bzw. lock-in Techniken.

Die nachfolgend aufgeführten Beispiele zu optochemischen Sensorentwicklungen und deren miniaturisierter Ausgestaltung werden insbesondere unter folgenden Gesichtspunkten diskutiert:

- Variabilität (Pkt. I) und mögliche Multikomponentenanalyse (Pkt. III).
- Erhöhung der Stabilität und Zuverlässigkeit durch interne Referenzierung (Pkt. II).
- Keine wesentliche Minderung des Signal-Rausch-Verhältnisses auch bei „extremer“ Miniaturisierung (makro → mikro → nano) (Pkt. IV).

2. Sensorkonzepte - Rezeptionsmechanismen

Zur Entwicklung optochemischer Sensoren kann auf eine Reihe von verschiedenen Rezeptionsmechanismen zurückgegriffen werden, die zum einen eine direkte Reaktion des Analyten mit dem Rezeptorfarbstoff beinhalten (Protonierung / Deprotonierung, Komplexierung, Ligandenaustausch), zum anderen indirekte Nachweiskonzepte verwenden, indem z.B. der mit der Konzentration des Analyten korrelierbare Protonierungsgrad eines immobilisierten pH-Indikators als Meßgröße dient. Auch als direkten Rezeptionsmechanismus läßt sich die Eigenschaft von molekularem Sauerstoff zur Fluores-

zenzlöschung (Quenching) auffassen. Ein weiterer Ansatz beruht auf der Verwendung von solvatochromen Farbstoffen, die auf Polaritätsänderungen ihrer Mikro-Umgebung mit einer Verschiebung ihrer Absorptions- oder Fluoreszenzbanden ansprechen, ein Konzept, das zur Detektion von organischen Lösungsmitteln verwendet werden kann. Aus Tabelle 1, in der einige der Konzepte und Mechanismen aufgeführt sind, die im Institut für Instrumentelle Analytik bislang zur Sensorentwicklung eingesetzt wurden, wird die Variabilität des optochemischen Ansatzes deutlich. Die grau unterlegten Zeilen beziehen sich hierbei auf aktuelle Arbeiten, die nachfolgend näher diskutiert werden.

Sensor - Analyt	Rezeptorfarbstoff	Rezeptionsmechanismus (direkt)
pH	pH-Indikator	Protonierung/Deprotonierung → Bandenaustausch
Calcium	Calcium-Green	Komplexierung → Erhöhung Fluoreszenzemission
Schwermetalle	Porphyriene	Komplexierung → Bandenaustausch
Cyanid	Cobalamin	Ligandenaustausch → Shift der Absorptionsbande
Ammoniak	Ni-Phthalocyanin	Ligandenaustausch → Shift der Absorptionsbande
Cyanwasserstoff	Cyanocobalamin	Ligandenaustausch → Shift der Absorptionsbande
Sauerstoff	Ru-Bathophenanthrolin	Fluoreszenz-Quenching durch O ₂
org. Lösungsmittel	solvatochromer Farbstoff	Polaritätsänderung → Shift der Absorptionsbande
		Rezeptionsmechanismus (indirekt)
Ammonium	pH-Indikator	Deprotonierung durch NH ₃
Nitrat	pH-Indikator	NO ₃ -Ionophor + Co-Transport mit H ⁺
Kalium	pH-Indikator	K ⁺ -Ionophor + Counter-Transport mit H ⁺

Tab. 1: Übersicht der eingesetzten Rezeptionsmechanismen und der daraus entwickelten Sensoren. Bei den direkten Rezeptionsmechanismen werden die bei Reaktion des Analyten mit dem entsprechenden Rezeptor erfolgenden spektralen Änderungen unmittelbar als Sensorsignal genutzt und ausgewertet, bei den indirekten Rezeptionsmechanismen erfolgt die Korrelation zur Konzentration des Analyten über den Protonierungsgrad eines pH-Indikators.

3. Interne Referenzierung

Es sei explizit betont, daß eine optische Detektion von Sensorsignalen deutliche Vorteile hinsichtlich der Zuverlässigkeit der Meßdaten bietet, da auftretende Instabilitäten durch Mehrwellenlängenverfahren leicht kompensiert werden können. Diese sog. interne Referenzierung wird erreicht, indem als Sensorsignal die Differenz der maximalen Änderungen im Spektrum des Rezeptorfarbstoffes herangezogen wird (vergl. Abb. 1 a). Alternativ kann auch ein zweiter Farbstoff als Referenz eingeführt werden und auf diesen normiert werden (vergl. Abb. 1b). Auf diese Weise werden die Signale weitgehend

unabhängig von Störeinflüssen, wie Veränderungen des Umgebungslichts oder Drifteffekten. Die letztgenannte Möglichkeit, die Referenzierung durch Zugabe eines zweiten Farbstoffes, wird am Beispiel des Calcium-Sensors kurz dargelegt [4]. Bei diesem Sensor wurde als Rezeptor ein spezifischer Calcium-Indikator (Calcium Green™) eingesetzt, ein Fluoreszenzindikator, der bei Anwesenheit von Calcium eine Erhöhung der Fluoreszenzemission zeigt. Jedoch ist die Amplitude von Fluoreszenzänderungen üblicherweise von meßtechnischen Parametern, wie Intensität der Anregung und/oder Effizienz der Sammeloptik, abhängig, und eine Referenzierung gelingt nur, wenn das Meßsignal auf die

Emission eines zweiten, mit Calcium nicht reagierenden Indikatoren bezogen werden kann.

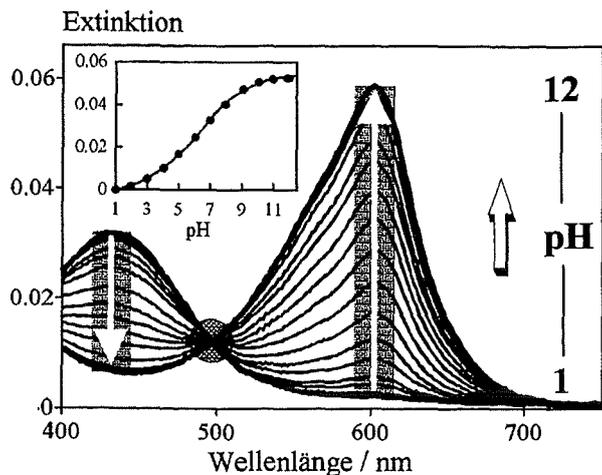


Abb. 1a: Interne Referenzierung dargestellt am Beispiel eines optochemischen pH-Sensors. Durch den bei Protonierung / Deprotonierung erfolgenden Austausch der Absorptionsbanden des Rezeptors (pH-Indikator) kann entweder ein Differenzsignal erhalten werden oder die Änderung der Absorption bei 600 nm wird auf den isosbestischen Punkt der Spektren bei 500 nm bezogen.

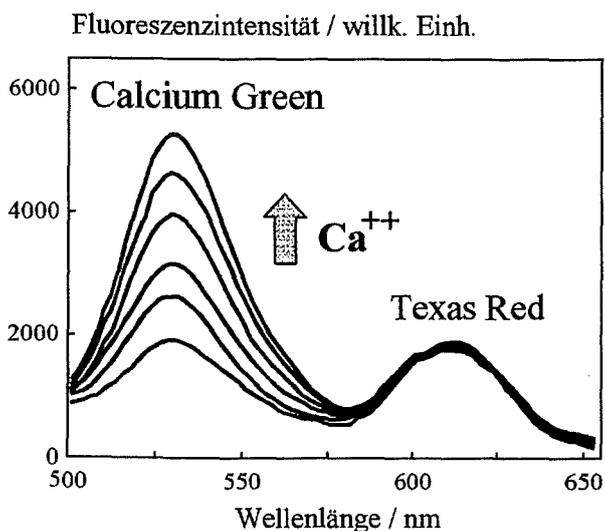


Abb. 1b: Interne Referenzierung des Calcium-Sensors. Durch Zugabe eines zweiten Farbstoffes mit konstanter Fluoreszenz-Emission wird ein spektraler Referenzpunkt erhalten. Der Quotient der Emissionsmaxima wird ausschließlich durch die Ca^{++} -Konzentrationen bestimmt.

Die beiden verwendeten Indikatoren, Calcium Green™ und der Referenzindikator Texas Red®, ein Rhodaminderivat, wurden in eine Matrix anteilig so eingebracht, daß die Amplituden der Emissionsmaxima bei Anregung mit einer gemeinsamen Wellenlänge in etwa die gleiche

Höhe aufwiesen. In Abb. 1b sind die Fluoreszenz-Spektren des Sensors bei verschiedenen Calcium-Konzentrationen der Probelösung dargestellt. Deutlich zu erkennen ist die Zunahme des Calciumpeaks bei 532 nm, während die Emissionsbande des Referenzindikator Texas Red® bei 612 nm konstant bleibt.

Bei Verwendung von fluoreszierenden Indikatoren können neben den Amplituden der Emissionsbanden auch die Abklingzeiten der Fluoreszenz als Sensorsignale genutzt und ausgewertet werden, sofern diese von den Analyten beeinflusst werden. Um den meßtechnischen Aufwand zur Realisierung eines Sensors in Grenzen zu halten, sollten die Relaxationszeiten im Bereich von Mikro- bis Millisekunden liegen. Wird die Fluoreszenzanregung gepulst durchgeführt, können Änderungen von Relaxationszeiten in eleganter Weise durch Bestimmungen der Phasenverschiebung der angeregten Fluoreszenz erfasst werden. Von Sauerstoff ist bekannt, daß er die Fluoreszenz bestimmter Indikatoren effizient quencht. So wird die Relaxationszeit des eingestetzten Ruthenium-Phenatrolin-Komplexes von 5 μs (in Stickstoff-Atmosphäre) durch Sauerstoff auf 2 μs verkürzt. Dieser Rezeptionsmechanismus wurde zur Entwicklung eines optochemischen Sauerstoff-Sensors umgesetzt: Wird die Fluoreszenz mit einer Frequenz von 50 kHz angeregt, erhält man bei Abwesenheit von Sauerstoff eine Phasenverschiebung der Emission von ca. 20°, welche mit zunehmender Sauerstoff-Konzentration kontinuierlich abnimmt.

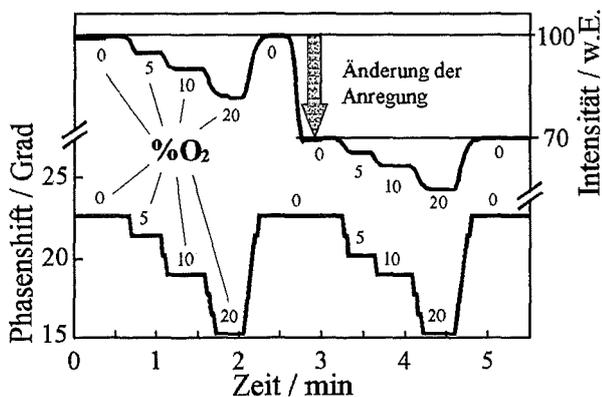


Abb. 2: Zeitlicher Signalverlauf des Sauerstoffsensors. Dargestellt sind die durch Sauerstoff induzierten Änderungen der Fluoreszenzintensität (oben) sowie die parallel gemessene Abnahme der Phasenverschiebung (unten). Deutlich zu erkennen ist, daß auch bei geänderter Anregungsintensität (rechts oben) das Phasensignal (rechts unten) nicht beeinflusst wird.

Von entscheidendem Vorteil ist bei dieser Detektionsart, daß die Phase ein direktes Maß der vorhandenen Sauerstoff-Konzentration darstellt, etwaige Änderungen der Anregungs- und

Emissionsintensitäten sowie ein partieller Verlust oder auch eine Zerstörung des Farbstoffes durch Photodegradation stören nicht (vergl. Abb. 2). Der Sensor kann sowohl in der Gasphase wie auch zur Bestimmung des in Wasser gelösten Sauerstoffes eingesetzt werden. Er wurde in verschiedenen Konfigurationen und Miniaturisierungsstufen realisiert, bis hin zu auf Faserspitzen aufgebrauchten Sensorelementen mit lateralen Dimensionen von einigen wenigen Mikrometern.

3. Multikomponentenanalysen

Ausgehend von Rezeptorfarbstoffen, die spektral unterscheidbare Reaktionen bezüglich verschiedener Analyte aufweisen, bieten optochemische Sensoren die Möglichkeit, mit einem Sensorelement Multikomponentenanalysen durchzuführen. Dies wurde in früheren Arbeiten gezeigt, in denen Sensoren für Schwermetalle auf der Basis von Porphyrinderivaten entwickelt wurden und die verschiedene Metalle anhand ihrer Komplexspektren unterscheiden konnten [5, 6]. Ein analoger Ansatz wurde zur Entwicklung von Sensoren zur Detektion organischer Substanzen aufgenommen, indem von einem solvatochromen Farbstoff ausgegangen wurde, der in Polymerfilmen eingebracht wurde.

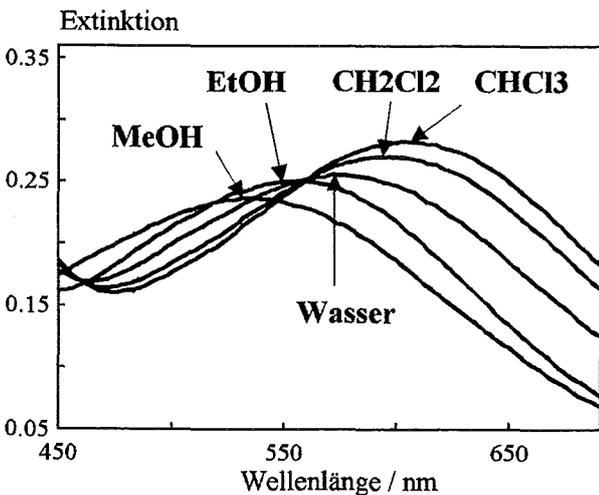


Abb. 3 Sensor zur Erfassung organischer Lösungsmittel bestehend aus einem mit dem solvatochromen Reichardt'schen Farbstoff (Rdye) dotierten PMMA-Film. Die Lage des Absorptionsmaximums spiegelt die Gesamtpolarität des Films, d.h. Polymer plus Lösungsmittel, wider, (polare) Alkohole verursachen eine Verschiebung zu kürzeren Wellenlängen, während durch (unpolare) CKW's eine Verschiebung zu längeren Wellenlängen erfolgt.

Solvatochrome Farbstoffe sprechen auf Polaritätsänderungen mit einer Verschiebung des Absorptionsmaximums und der Absorptionsstärke

an, wodurch die Möglichkeit gegeben wird, organische Lösungsmittel über die von ihnen induzierte Polaritätsänderungen in der Polymermatrix zu detektieren. In Abb. 3 sind Spektren des solvatochromen Reichardt'schen Farbstoffes dargestellt, der in einen 10 µm dünnen PMMA-Film eingebettet wurde. Ausgehend vom Spektrum in Wasser werden Blauverschiebungen durch polare Lösungsmittel (Ethanol, Methanol, Konzentration jeweils 10 vol%) bzw. Rotverschiebungen durch die unpolaren Lösungsmittel Dichlormethan bzw. Chloroform (jeweils 8 g/l) erhalten.

Durch Erweiterung dieses solvatochromen Konzeptes gelang auch eine eindeutige Identifikation und Quantifizierung verschiedener Lösungsmitteldämpfe. Hierzu wurden im ersten Ansatz sechs verschiedene Polymerfilme, jeweils dotiert mit dem Reichardt'schen Farbstoff, zu einem Sensorarray kombiniert.

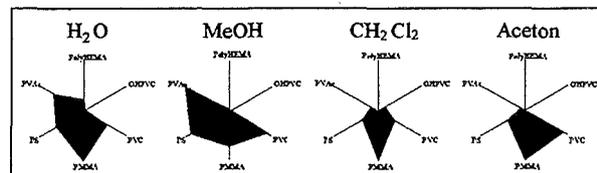


Abb. 4: Signalmuster eines aus sechs Sensoren bestehenden Arrays. In radialer Richtung sind als Signale die erhaltenen Verschiebungen der Absorptionsmaxima der einzelnen Sensoren aufgetragen. Anhand dieser Muster ist eine qualitative Unterscheidung der einzelnen Lösungsmittel unmittelbar möglich.

Durch die unterschiedliche Polarität der einzelnen Polymere zeigen die Sensoren individuell stark ausgeprägte Bandenverschiebungen. Die erhaltenen Muster (vergl. Abb.4) lassen sich nun mit gängigen statistischen Auswerteverfahren (PCA, PLS oder auch Neuronale Netze) analysieren. Als Beispiel ist in Abb. 5 eine quantitative PLS-Analyse der Lösungsmittel Methanol (Abb. 5a) und Chloroform (Abb.5b) gezeigt, bei der sowohl die Konzentration der Einzelkomponenten variiert wurde (Probe Nr.2 - 4 nur Chloroform ansteigend, Probe Nr. 5 - 8 nur Methanol ansteigend) wie auch verschiedene Mischungen getestet wurden (Probe Nr. 9 - 16). Die weitere Optimierung des Arrays bezüglich Nachweisstärke Trennschärfe und zeitliches Ansprechverhalten sowie die Übertragung der Ergebnisse auf Sensorsysteme, die zur Detektion von in Wasser gelösten Kohlenwasserstoffen spezifisch ausgelegt sind, wird derzeit intensiv bearbeitet.

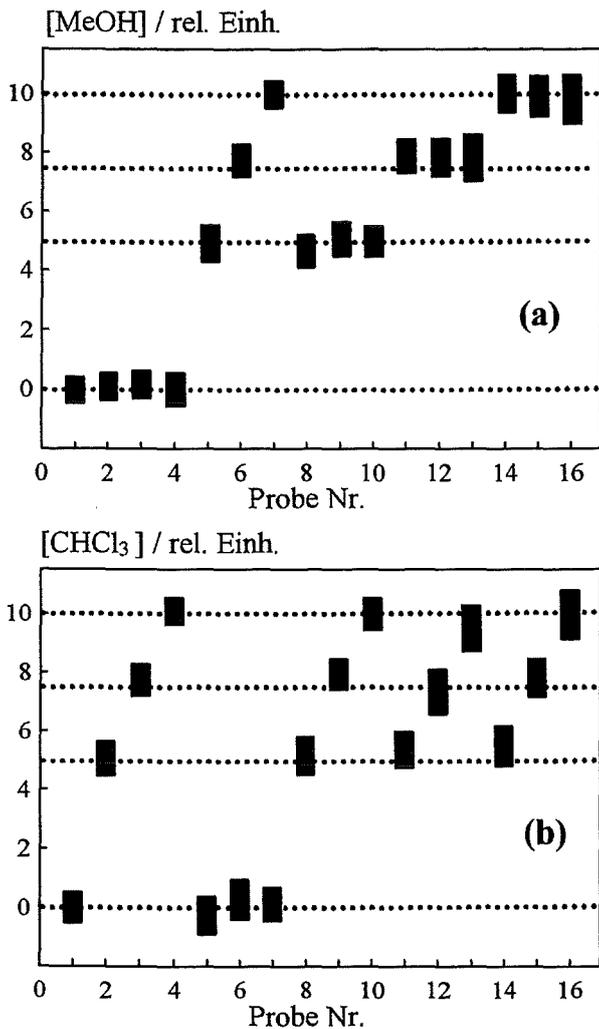


Abb. 5: Quantitative Analyse von Methanol (a) und Chloroform (b), sowohl als Einzelkomponenten wie auch in Mischungen. Zur Orientierung sind die Soll-Werte als gepunktete Linien eingezeichnet.

4. Miniaturisierung

Optochemische Sensoren mit Dimensionen im Nanometerbereich werden erhalten, indem mit Rezeptormolekülen gelabelte oder dotierte Polymere auf ausgezogenen Faserspitzen fixiert werden (Spitzendurchmesser 50 - 300 nm). Dies stellt etwa eine tausendfache Miniaturisierung gegenüber herkömmlichen faseroptischen chemischen Sensoren dar und damit eine Reduzierung der notwendigen Probevolumina um den Faktor 10^9 ($\mu\text{l} \rightarrow \text{fl}$)! Durch diese extreme Miniaturisierung wird zudem eine Verbesserung der Ansprechzeiten bei diffusionskontrollierten Reaktionen etwa um den Faktor 100 erhalten.

Da nur optische Verfahren die Analyse von Stoffkonzentrationen in kleinsten Volumina ermöglichen, werden für diese neuartigen

optischen Nanosensoren eine Reihe von äußerst attraktiven Applikationsfelder gesehen:

- Zellbiologie - Zellkulturen
Analytik in einzelnen Zellen
- Pharmaforschung
Massenscreening von Substanzen
- Sensorarrays für Titerplatten, Abscannen der Micro-Cavities (4096 Cavities / Platte)
- Medizintechnik (MIC)
Faseroptische Sonden/Sensoren zur vor-Ort Diagnostik über Katheter

Mit Zielrichtung der Analyse von Stoffwechselfparametern einzelner Zellen wurde die Entwicklung von Nano-Sensoren für Calcium- und Kaliumionen aufgenommen. Beide Sensoren wurden zur Verbesserung der Stabilität und Zuverlässigkeit mit einer internen Referenzierung ausgestattet [7].

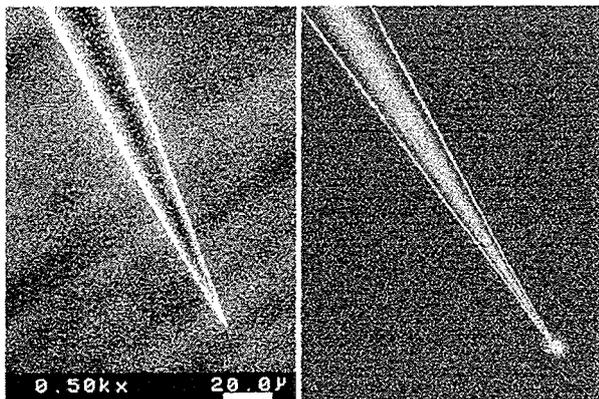


Abb. 6: Fotos von hergestellten Nano-Sensoren. Links: REM-Aufnahme einer Faserspitze; rechts: lichtmikroskopische Aufnahme eines Sensors mit eingekoppeltem Laser.

In den Abb. 7 und 8 sind die erhaltenen Spektren des Calcium- und des Kalium-Nanosensors dargestellt. Durch den Bezug auf die jeweiligen Referenzindikatoren können die Änderungen an den Emissionsmaxima präzise abgegriffen werden, so daß im Vergleich zu üblichen Mikrosensoren (siehe Abb. 2) eine Minderung des Signal-Rausch-Verhältnisses praktisch nicht festgestellt werden kann.

Überdies wurde beim Kaliumsensor auf ein variables Konzept aufgebaut, das es gestattet, durch einfachen Austausch der Rezeptoren in einer Art „Baukastensystem“ die Sensorpalette auf weitere Stoffwechselfparameter, wie z.B. pH, Na^+ , Mg^{++} , O_2 oder CO_2 , zu erweitern.

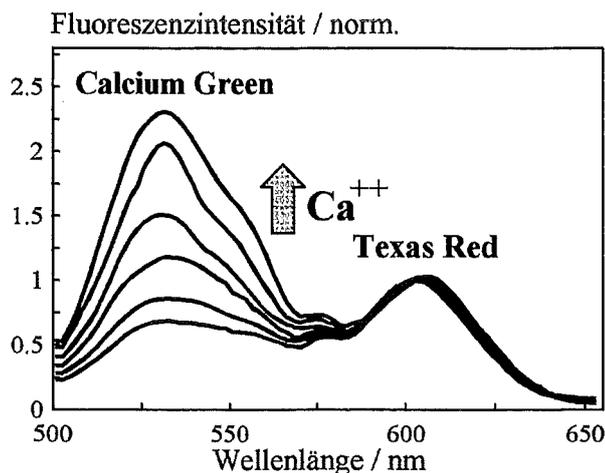


Abb. 7: Fluoreszenzemissions-Spektren des Calcium-Nanosensors. Spitzendurchmesser 300 nm, $\lambda_{exc} = 473$ nm. Bei Bezug auf den Referenzpeak (= 1.0, Texas Red) wird mit ansteigenden Calcium-Konzentrationen (Puffer $\rightarrow 5 \times 10^{-8}, 10^{-7}, 5 \times 10^{-7}, 10^{-6}, 10^{-5}$ mol/l) ein Zuwachs der Emission des Indikators Calcium Green erhalten.

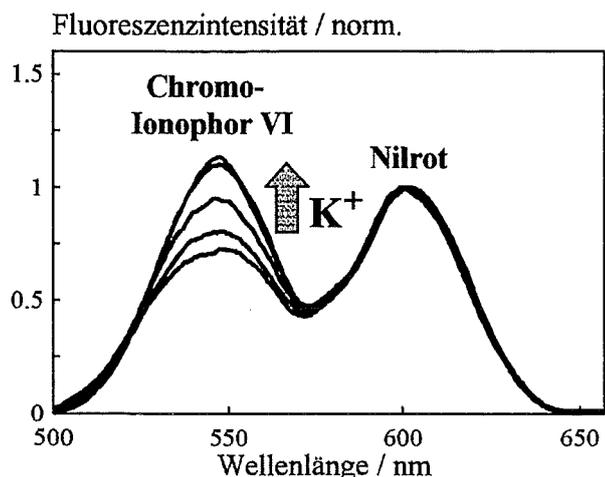


Abb. 8: Fluoreszenzemissions-Spektren des Kalium-Nanosensors. Bei Bezug auf den Referenzpeak (= 1.0, Nilrot) wird bei steigenden Kalium-Konzentrationen (Puffer $\rightarrow 10^{-5}, 10^{-4}, 10^{-3}, 10^{-2}$ mol/l) ein Zuwachs der Emissionsbande des Chromionophors VI beobachtet. pH 7.0, Spitzendurchmesser 50 nm, $\lambda_{exc} = 473$ nm.

5. Resümee und Ausblick

Das breite Potential spektroskopischer Nachweisverfahren stellt eine Vielzahl von Möglichkeiten bereit, optochemische Sensoren für verschiedenste Analyte zu realisieren. Anhand der beschriebenen Sensorentwicklungen für Ionen, Gase (am Beispiel von Sauerstoff) und organische Komponenten wurden die Vorteile aufgezeigt, die bei konsequenter Anwendung empfindlicher optischer Meßverfahren und optimierter Ausgestaltung des/der Sensorelement/e genutzt werden können,

um zuverlässige und variable Sensorsysteme zu erhalten. Da die spektralen Änderungen der Sensoren ausschließlich im sichtbaren Spektralbereich erfolgen, können die Signale mittels einfacher (und preisgünstiger) optischer bzw. optoelektronischer Komponenten erfasst werden und die Sensoren somit in handliche Module integriert werden.

Weiterhin wurden durch konsequentes Downscaling bekannter faseroptischer Sensortechniken sowie gezielte Präparation und Strukturgebung der optochemisch sensitiver Schichten optochemische Nano-Sensoren erhalten. Für die hiermit mögliche Analyse von Stoffkonzentrationen in kleinsten Kompartimenten wird eine Reihe von äußerst attraktiven Applikationsfelder gesehen, insbesondere bei Ausgestaltung der Sensoren in einer Sondengeometrie.

Literatur:

- [1] Ache, H.J., Bürck, J., Faubel, W., Hoffmann, W., Reichert, J.: „Optochemical Sensor Systems for Detection of Toxic Substances in Gases and Liquids“, in: Sensors - A comprehensive series, Vol. 8: Micro and Nanosensor Technology, H. Meixner and R. Jones, eds. VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim (1995) 81-116
- [2] Reichert, J.: „Optochemische Mikrosensoren in der Umweltanalytik“, in: Umweltschonende Hochtechnologien, Forschungszentrum Karlsruhe (1995) 124-129
- [3] Mohr, J., Bier, W., Büstgens, B., Fromheim, O., Kühner, T., Müller, C., Radloff, D., Reichert, J., Steputat, M., Schomburg, W.K., Schoof, S.: „Optochemisches Mikroanalyse-system für die Umweltüberwachung“, in: 2. Statuskolloquium des Projektes Mikrosystem-technik, Wissenschaftliche Berichte, Forschungszentrum Karlsruhe, FZKA 5670 (1995) 87-92
- [4] Plaschke, M.: „Untersuchungen zur Stabilisierung und Miniaturisierung kationensensitiver Schichten für die Entwicklung von optochemischen Mikrosensoren“, Forschungszentrum Karlsruhe, Wissenschaftliche Berichte FZKA 5822 (1996)
- [5] Czolk, R., Reichert, J., Ache, H.J.: „An optical sensor for the detection of heavy metal ions“, Sensors and Actuators B 7 (1992) 540-543
- [6] Radloff, D., Matern, C., Plaschke, M., Simon, D., Reichert, J., Ache, H.J.: „Stability improvement of an optochemical heavy metal ion sensor by covalent receptor binding“, Sensors & Actuators B 35-36 (1996) 207-211
- [7] Plaschke, M., Geyer, M., Reichert, J., Ache, H.J.: „Submicron Fiber-Optic Sensors for Calcium-Ions and pH with Internal Calibration“, SPIE Proceedings Vol. 3105 (1997) 31-37

Schnelle und flexible Gasanalytik mit massesensitiven Sensorarrays für die Qualitäts- und Prozeßkontrolle

M. Rapp¹⁾, J. Reibel¹⁾, A. Voigt¹⁾, O. Bülow²⁾

¹⁾Institut für Instrumentelle Analytik (IFIA)

²⁾Hauptabteilung Prozeßdatenverarbeitung und Elektronik (HPE)

Zusammenfassung

SAW-Bauelemente haben ein großes Anwendungsspektrum in der signalverarbeitenden Elektronik und sind zu Massenprodukten in der industriellen Mikrochipfertigung avanciert. In modifizierter Form können sie zur hochsensitiven Detektion von Gasen verwendet werden: Versehen mit einer selektiven Sorptionsschicht werden sie als frequenzbestimmendes Element einer Oszillatorschaltung eingesetzt. Die ausgenutzten Arbeitsfrequenzen liegen im Hochfrequenz-Bereich zwischen 200 und 500 MHz. Durch die Sorption eines Analyten an einer sensitiven Beschichtung entsteht eine Massezunahme und damit das eigentliche Sensorsignal, eine Frequenzverschiebung des Oszillators.

Um eine sowohl qualitative als auch quantitative Analyse einzelner Gase oder Gasgemische durchführen zu können, wurde im Institut für Instrumentelle Analytik ein Sensorarray entwickelt, das aus mehreren SAW-Sensoren mit unterschiedlichen Sensitivitäten für verschiedene Gaskomponenten besteht. Durch Variation der aufgetragenen Beschichtungen läßt sich das Sensorarray sehr einfach an jeweils vorgegebene Meßaufgaben adaptieren. Basierend auf dieser Kerntechnologie wurden neuartige analytische Sensorsysteme mit dem Namen "SAGAS" (= **S**AW **A**roma und **G**as **A**nalyse **S**ystem) entwickelt und im Rahmen von Industriekooperationen auf bestimmte Anwendungen zugeschnitten und Vorort getestet. Mit diesen Sensorsystemen wird es erstmals möglich, einzelne organische Gase im Sekundenbereich zuverlässig voneinander zu unterscheiden oder sogar einzelne Komponenten in einfachen Gasgemischen quantitativ zu bestimmen. In dieser Präsentation werden die grundlegende Funktionsweise und die derzeitige Leistungsfähigkeit dieser Systeme dargestellt.

1. Einleitung

Die chemische Überwachung der Umwelt und von Produktionsabläufen gewinnt in unserer hochtechnisierten Welt immer mehr an Bedeutung. Dies gilt insbesondere für die Messung von gasförmigen organischen Stoffen, die neben ihrem direkten Auftreten (z.B. als Erdgas) auch aus der flüssigen Phase durch Verdunsten in die Umwelt gelangen bzw. durch Verdampfen in Produktionsprozessen auftauchen. Für ihre chemische Charakterisierung liefern die bisher etablierten Analysemethoden zwar hinreichend gute Nachweisgrenzen und Selektivitäten, sind jedoch oftmals mit einem zu hohen apparativen, zeit- und kostenintensiven Aufwand verbunden. Einen Ausweg stellen chemische Sensoren dar, die als miniaturisierte Bauteile tatsächlich eine permanente und kostengünstige Online-Analyse versprechen. Jedoch gerade im Falle der Detektion organischer Gase war bislang noch kein wesentlicher Durchbruch zu vermelden, weshalb den klassischen Analyseverfahren, wie die Gaschromatographie, immer noch vorgezogen werden, obwohl diese eigentlich langsame, aufwendige und diskontinuierliche Meßverfahren darstellen.

Ein Weg, die ganze stoffliche Vielfalt von organischen Gasen mit einem einzigen Sensortyp abzudecken, ist die Nutzung des gravimetrischen Prinzips. Hier wird die bei der Anlagerung eines Analyten entstehende Massezunahme (träge Masse!) einer Sensorbeschichtung gemessen [1]. Der weitaus aussichtsreichste Sensortyp der dieses Meßprinzip nutzt, sind sogenannte Surface Acoustic Wave (= SAW) Sensoren. Ausgangspunkt dieser Technik sind Bauelemente, die diesen Wellentyp nutzen, um für elektronische Anwendungen Frequenzen zu selektieren. SAW-Bauelemente können sehr hohe Frequenzen (bis zu 10 GHz) verarbeiten. Mittlerweile hat die SAW-Technik ein immer größeres Anwendungsspektrum in der signalverarbeitenden Elektronik gefunden. Überall dort, wo zum Zwecke der drahtlosen Kommunikation auf kleinstem Raum Frequenzen gefiltert, Oszillatoren stabilisiert oder Signalmuster kodiert werden müssen, sind diese Bauelemente nicht mehr wegzudenken, weshalb sie zu einem Massenprodukt der industriellen Mikrochipfertigung avanciert sind. Entsprechend dem typischen Preisverfall solcher Produkte liegen die Kosten auch für qualitativ hochwertige Bauteile auf einem sehr attraktiven Niveau.

2. Grundlegendes Meßprinzip

Versieht man SAW-Bauelemente mit einer sensitiven Beschichtung, so entstehen chemische Sensoren, die, entsprechend den Eigenschaften der aufgetragenen Schicht, zur hochsensitiven Detektion bestimmter Gase verwendet werden können. Abb.1 zeigt das dabei verwendete grundlegende Meßprinzip, welches in dieser Form seit längerem bekannt ist [2]: Zwei SAW-Bauelemente dienen jeweils als frequenzbestimmendes Element einer Oszillatorschaltung. Ein Bauelement wird mit einer selektiven Sorptionschicht versehen und stellt das eigentliche chemische Sensorelement dar. Durch die Sorption eines Analyten entsteht eine Massezunahme der Beschichtung und damit eine Reduktion der SAW-Schallgeschwindigkeit, die wiederum eine dazu proportionale Frequenzverschiebung des Oszillators verursacht. Mit dem zweiten, unbeschichteten Bauelement wird ein Referenzsignal erzeugt, welches nach einer Frequenzmischung mit dem Signal des beschichteten Bauelementes eine Differenzfrequenz im Bereich von wenigen MHz generiert. Letztere ist weitgehend von Temperaturdriften der SAW-Sensoren befreit und repräsentiert das eigentliche Sensorsignal. Diese Anordnung vermeidet bei gleichzeitiger Temperaturkompensation das direkte Weiterverarbeiten der hochfrequenten (HF-)Signale der einzelnen SAW-Oszillatoren. Ein wichtiger Punkt, da diese typischerweise im Bereich zwischen 200 und 500 MHz liegen [3], während sich die wesentlich niedrigere Differenzfrequenz leicht durch eine einfache Digitalelektronik direkt erfassen läßt.

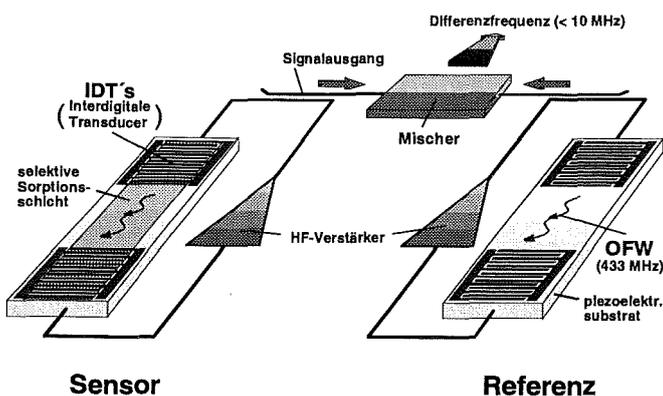


Abb.1: Grundlegendes Meßprinzip der SAW-Sensorik: Ein mit einer selektiven Sorptionschicht versehener SAW-Sensor dient als frequenzbestimmendes Element einer Oszillatorschaltung (links). Zur Temperaturkompensation wird ein unbeschichtetes Element in einem Referenzoszillator (rechts) betrieben. Eine HF-Mischung erzeugt ein Differenzfrequenzsignal, das der weiteren Auswertung zugeführt wird.

3. Chemische Betrachtungen

Da mit dieser Technik die Masseinlagerung von Molekülen in eine Beschichtung – und damit die chemische Wechselwirkung selbst – direkt beobachtbar ist, erlaubt dieses Meßverfahren prinzipiell die Detektion einer nahezu beliebigen Vielzahl von gasförmigen Analyten, sofern eine Beschichtung gefunden werden kann, die mit dem betreffenden Analyten selektiv wechselwirkt. Besonderes Interesse im Projekt Mikrosystemtechnik fanden nun solche Analyten, die mit anderen chemischen Mikrosensoren nur schwer einer qualitativen und quantitativen Bestimmung zugänglich sind: Gasförmige oder leicht flüchtige organische Stoffe, wie verschiedene Kohlenwasserstoffe (auch Kraftstoffe), Alkohole, halogenierte Kohlenwasserstoffe (CKW's, FCKW's) und Aromate (Benzol, Toluol), aber auch allgemein Geruchsstoffe, die oft in sehr komplexen Mischungen auftauchen. Für die genannten Verbindungen existiert hinsichtlich des Analysebedarfs ein sehr großes kommerzielles Interesse und hinsichtlich der Analysetechnik eine große Vielfalt von möglichen Reagenzien, nämlich Polymere, die sich als Material für eine Sensorbeschichtung eignen, indem sie sich sehr gut als dünne Sorptionsfilme auf einem SAW-Bauelement abscheiden lassen.

Das Sorptions- und Lösungsverhalten des Analyten wird durch die Stärke der verschiedenen physikalisch-chemischen Wechselwirkungen zwischen Analyt und Polymer bestimmt. So weisen auch konventionelle Polymere eine gewisse Selektivität hinsichtlich verschiedener organischer Komponenten auf [4, 5]. Dies reicht jedoch nicht aus, um mit einer einzelnen Dual-Delay-Line-Konfiguration eine selektive Detektion eines Einzelstoffes durchzuführen. Da jedoch jedes Polymer eine zumindestens unterschiedliche Sensitivität für verschiedene Gaskomponenten aufweist, lassen sich durch Kombination mehrerer Sensoren mit jeweils unterschiedlichen Polymerbeschichtungen Sensitivitätsmuster gewinnen, die sehr wohl charakteristisch für den betreffenden Analyten sind. Solch ein Muster stellt gewissermaßen ein spektrales Sensorsignal dar und kann wie ein optisches Spektrum durch die hierfür entwickelten statistischen Verfahren ausgewertet werden. In Betracht kommen hierfür sogenannte chemometrische Methoden, wie beispielsweise der sogenannte PLS-Algorithmus, der bereits als fertiges Softwarepaket zur Verfügung steht. Eine weitere Möglichkeit Signalmuster auszuwerten, ist der Einsatz von neuronalen Netzen, welche als Softwareprogramme in gewisser Weise die Arbeitsweise unseres Gehirns simulieren [6]. Der Vorteil dieses Verfahrens liegt im Verarbeiten auch nichtlinearer Sensorantworten, während die chemometrischen Algorithmen auf lineare Sensorkennlinien beschränkt bleiben. Mit diesen

Auswertemethoden und mit Hilfe mehrerer unterschiedlich beschichteter, "semiselektiver" SAW-Sensoren ist es möglich, eine qualitative und quantitative Bestimmung eines organischen Gases oder gar Gasgemisches durchzuführen [7].

4. Sensorarray und Sensorherstellung

Kernstück dieser Sensortechnik ist ein im *IFIA* entwickeltes Sensorarray, das radial aufgebaut ist und aus 9 SAW-Sensoren samt der dazu notwendigen elektronischen Oszillatoren besteht. Alles ist in einem kompakten, HF-dichten Gehäuse mit einem Durchmesser von 108mm untergebracht (Abb. 2). Einer der darin angeordneten Sensoren bleibt unbeschichtet und dient als gemeinsame Referenz für die restlichen acht Sensoren, die jeweils mit unterschiedlichen Polymeren beschichtet sind. Jeder SAW-Sensor ist jeweils Teil eines HF-Oszillators, der separat in einer Kammer des Gehäuses untergebracht ist. Durch diese Maßnahme ist eine ausreichende HF-Abschirmung der SAW-Oszillatoren gegenseitig wie auch nach außen hin gewährleistet. Ebenfalls in diesem Gehäuse untergebracht ist die gesamte Frequenzmischung, die mit dem gemeinsamen Referenzsignal acht Differenzfrequenzen erzeugt.

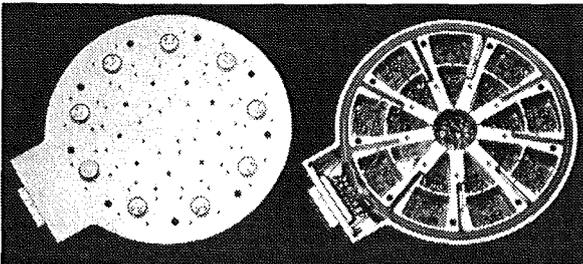


Abb. 2: Der geöffnete radiale Sensorkopf. Zu erkennen sind links acht OFW-Sensoren (ohne Deckel) und der gemeinsame Referenzsensor (mit Deckel); rechts die Unterseite mit 19 abgeschirmten Kammern für die HF-Oszillatoren und -Mischer in SMD-Technik.

Alle HF-technischen Funktionen der Sensorsysteme können somit innerhalb des Sensorkopfes realisiert werden, ein wichtiger Aspekt für die Praxistauglichkeit. Die radiale Anordnung der Sensoren im Array ermöglicht eine ebenfalls radiale Zuführung des Analytstromes im Gehäusedeckel, so daß die Sensoren simultan mit dem Analytstrom beaufschlagt werden können. Dadurch lassen sich qualitative Analysen bereits in der Anstiegsphase, weit vor dem Einstellen des jeweiligen dynamischen Reaktionsgleichgewichtes, erreichen. Die Abbildung 2 zeigt zwei Ansichten dieses Sensorkopfes. Der hier nicht gezeigte Deckel enthält neben den radialen Gaszuführungen noch die Kammern zur Aufnahme der

einzelnen SAW-Sensoren. Der Leistungsbedarf des gesamten Kopfes ist sehr gering und liegt bei 2W. Dieser Wert garantiert zum einen eine geringe Wärmegeneration und damit eine gute Thermometrie der SAW-Sensoren im Array, zum anderen einen netzunabhängigen Betrieb für den mobilen Einsatz vor Ort.

Im Sensorkopf selbst kommen handelsübliche SAW-Resonatoren von Siemens zum Einsatz, die dort in großen Stückzahlen produziert werden. Sie weisen eine Resonanzfrequenz von 433,92 MHz auf und werden zum Stückpreis von 4 DM im Standard-Gehäuse ($\varnothing = 8$ mm) bezogen. Die Modifikation zum SAW-Sensor erfolgt im *IFIA*, indem die Bauelemente mit chemisch sensitiven Schichten versehen werden. Dies geschieht — je nach Erfordernis — mit Hilfe einer organischen Lösung des betreffenden Polymers, das mit dem Spincoating- oder Sprayingverfahren aufgetragen wird oder direkt mit Hilfe verschiedener Vakuumabscheidungsverfahren.

5. Die Sensorsysteme "SAGAS"

Auf der Basis des oben beschriebenen SAW-Sensorarrays wurde in den Jahren 1994 – 1995 in Zusammenarbeit mit *HPE* ein erster Prototyp des SAW-Analysesystems realisiert und im letzten Statuskolloquium als eines der sechs PMT-Demonstratoren der Öffentlichkeit vorgestellt [8–10]. In der Verbesserung und Erweiterung dieser ersten Konzeption wurden in den Folgejahren unterschiedlich ausgerüstete Sensorsysteme, die für unterschiedliche Meßaufgaben spezialisiert sind, aufgebaut [7, 11]. Die Abb. 3 zeigt diese drei SAGAS-Versionen, welche vom Forschungszentrum bereits für externe Applikationen zur Verfügung gestellt werden können:

- **SAGAS PC**, eine PC gesteuerte Version und direkter Nachfolger des ersten Demonstrators (rechts)
- **SAGAS μ Control**, eine mikroprozessor-gesteuerte stand-alone Version (Mitte)
- **SAGAS HSA**, eigentlich ein sogenannter "Headspace-Autosampler", in dem ein SAW-Sensorsystem integriert ist. Es ist speziell für die Analyse von komplexen Gasgemischen, wie Gerüche, welche aus Feststoffen entweichen, geeignet (links).

Allen Systemen gemeinsam ist die Datenaufnahmeeinheit, die über eine 8-fache parallele Frequenzzählung mittels eines "Frei Programmierbaren Gate Arrays" (FPGA) verfügt. Zusätzlich enthalten die Systeme eine präzise Temperaturregelung, die den Sensorkopf mittels Peltierelemente konstant auf einen Wert nahe der Raumtemperatur hält. Der Aufbau wurde im

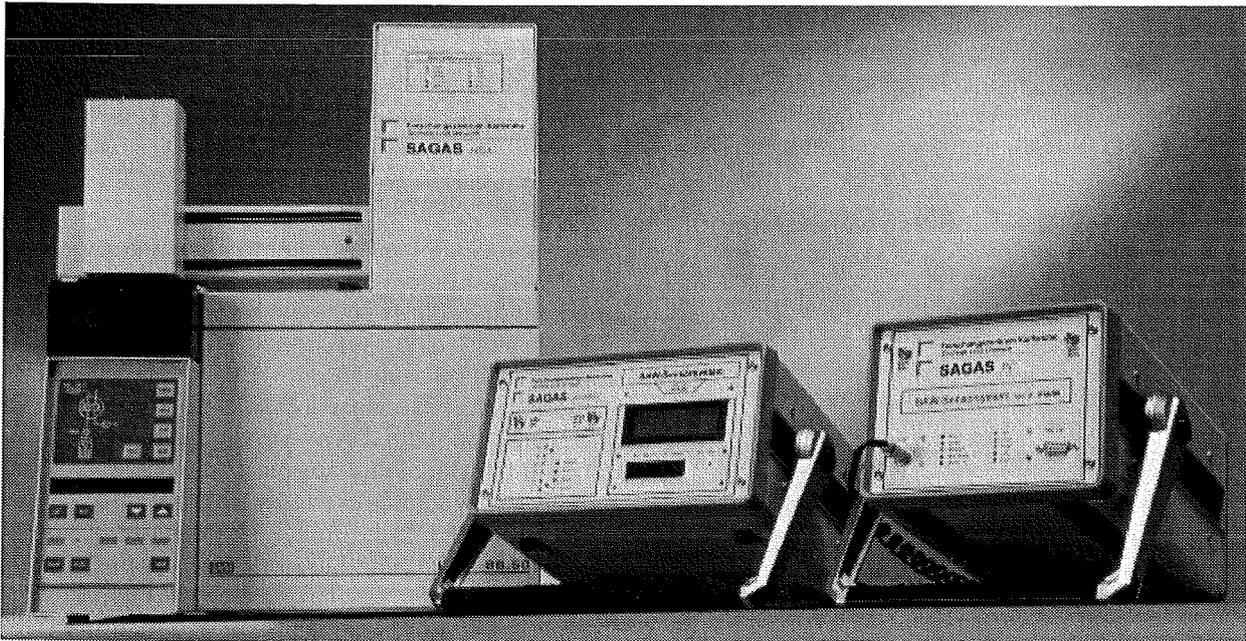


Abb. 3: Die drei Ausführungen der SAGA-Sensorsysteme: SAGAS PC mit externer PC-Steuerung, SAGAS μ Control mit integriertem Mikroprozessor sowie SAGAS HSA in welchem ein SAW-Sensorsystem in einem automatischen Probengeber integriert ist.

letzten Statuskolloquium ausführlich beschrieben, weshalb im Folgenden nur auf die neuen unterschiedlichen Merkmale der Systeme eingegangen wird.

5.1 Datenauswertung und Steuerung

Bei SAGAS PC und HSA wird das FPGA zusätzlich als Kodier- und Dekodiereinheit für die Steuerung der Gasfluidik, eine Standard-RS232-Schnittstelle, benützt. Die Rohdaten – hier Frequenzwerte – werden damit ebenfalls dem Computer übertragen, der dann die weitere Datenverarbeitung, –speicherung und Mustererkennung übernimmt. Hierfür ist ein eigenes benutzerfreundliches Softwarepaket mit integriertem neuronalen "Feed-Forward-Netz" entwickelt worden.

Im Falle von SAGAS μ Control enthält das System einen internen Mikrocontroller, der die Datenweiterverarbeitung bis hin zur automatischen Mustererkennung mit neuronalen Netzen übernehmen kann. Die Frequenzzählung geschieht, wie bei der PC-Version, mit einem FPGA, wodurch der Mikrocontroller nicht mit der eigentlichen Datenacquisition belastet wird. Entsprechend einer menügesteuerten Parametereingabe wird der Betriebsablauf voll vom Mikrocontroller übernommen. Die neuronale Analyse basiert auf einer internen Netzdatei, die bei einer zuvor erfolgten "Trainingsphase" erzeugt wurde. Entsprechend der SAGAS PC-Version kann das Gerät parallel zu seiner internen Steuerung auch mit externen PC betrieben bzw. überwacht werden. Diese Arbeiten wurden in Zusammenarbeit mit der HPE durchgeführt.

5.2 Gasbeprobung

Zur Beprobung mit den zu analysierenden Gasen werden – je nach Version – zwei verschiedene Konfigurationen verwendet:

Im Falle von SAGAS PC und μ Control wurde ein dynamisches Beprobungsverfahren realisiert, das aus zwei Schritten, einem Spül- und einem Meßzyklus besteht. Damit wird erreicht, das die Sensoren immer wieder eine Basislinie erzeugen, auf die sich die Auswertung beziehen kann. Etwaige Sensordriften in Zeitbereichen größer als die der Zyklen spielen dann keine Rolle mehr. Der Gasstrom selbst wird mit Hilfe von zwei 3-Wege-Ventilen geschaltet und durch eine Minipumpe aufrechterhalten, die kontinuierlich das Probegas

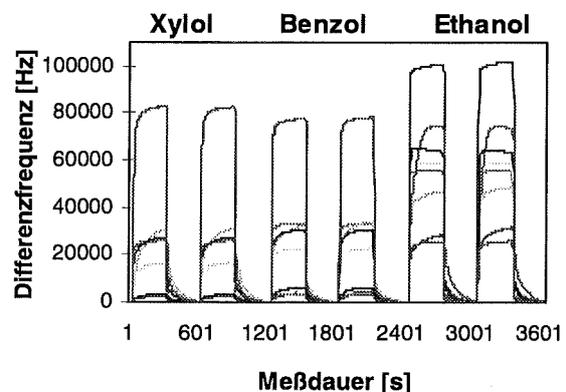


Abb. 4: Typische Sensorsignale durch dynamische Beprobung bei SAGAS PC bzw. μ Control. Man erkennt die gute Reproduktion der Einzelmessungen und, je nach Analyt, die signifikanten Unterschiede in den einzelnen Sensorsignalen.

durch einen Partikelfilter und den Sensorkopf zum Systemauslaß pumpt. Vor Erreichen des Sensorkopfes wird das Probegas im Deckel des Sensorkopfes thermostatisiert und aufgrund der radialen Konfiguration simultan auf die Sensoren verteilt. In Abb. 4 sind typische Beprobungszyklen gezeigt. Man erkennt die gute Reproduktion der Einzelmessung und, je nach Analyt, die signifikanten Unterschiede in den einzelnen Sensorsignalen, die nach einer automatischen Mustererkennung zur selektiven Gaserkennung führen.

Das SAGAS HSA Gerät beinhaltet bereits einen voll automatisierten Headspace-Autosampler auf der Basis eines Gerätes der Firma *DANI*, Typ HSS 86.50. Mit seiner statischen Beprobungsmethode lassen sich, hoch reproduzierbar, gasförmige Inhaltsstoffe von festen oder flüssigen Proben charakterisieren. In einem Karussell werden bis zu 44 Probenfläschchen, vorgehaltenen. Vor der eigentlichen Messung werden die Fläschchen definiert in einer thermisch isolierten Kammer (ein zweites Karussell) vorgeheizt und mit Stickstoff unter Druck beaufschlagt. Nach einer voreingestellten Zeit (typisch 2 min) läßt man den sich dabei entwickelten Headspace über dem Sensorkopf entspannen, wobei er über den Sensoren zum Stillstand kommt. In der Abb. 5 ist ein typischer Signalverlauf gezeigt. Zu Beginn einer Messung erzeugt der sich entspannende Headspace einen Druck-Konzentrationsstoß, der sich in einer Signalspitze äußert. Durch künftige fluidtechnische Verbesserungen läßt sich dies jedoch vermeiden. Nach etwa 60s sind die Signale ausreichend stabil und können weiterverarbeitet werden. Nach der Meßphase erfolgt eine Spülphase mit einem kontinuierlichen Stickstoffstrom, mit dem auch gleichzeitig die gesamte übrige Fluidik des Gerätes gespült wird.

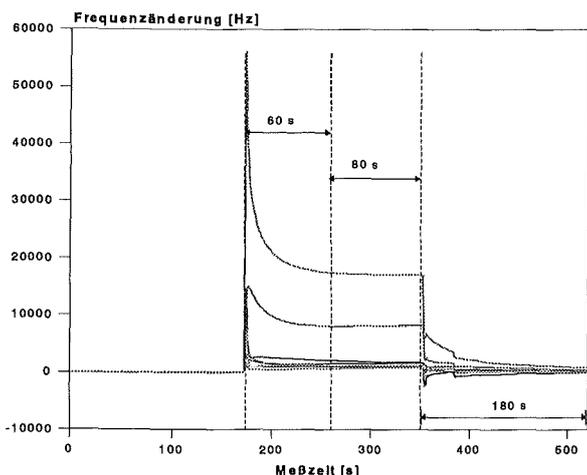


Abb. 5: Typischer Signalverlauf bei SAGAS HSA und der statischen Headspace-Beprobung von festen oder flüssigen Proben. Nach einer initialen Signalspitze erfolgt die Messung bei stillstehendem Analysegas, danach der dynamische Spülvorgang zur Erzeugung einer Basislinie.

6. Messungen mit den Prototypen

Für externe Interessenten wurden im Zuge der Prototypenentwicklung einige Testmessungen durchgeführt. Für jedes typische Analyseproblem wird im Folgenden ein Beispiel wiedergegeben.

6.1 Qualitative Analyse von Gasen

Hier interessiert zunächst nur die Unterscheidbarkeit verschiedener Analyten mit den SAGAS Geräten. Die Abb. 6 zeigt sechs verschiedene organische Substanzen, die sich in zwei Gruppen, Aromate und Kraftstoffe, einteilen lassen. Innerhalb einer Gruppe weisen sie entsprechend ihrer chemischen Verwandtschaft (insbesondere bei Normal- und Superbenzin) Ähnlichkeiten der sich ergebenden Signalmuster auf. Die Sensorsysteme SAGAS PC oder μ Control können jedoch mit Hilfe ihrer automatischen Musterauswertung und der dynamischen Beprobung diese Stoffe innerhalb weniger Sekunden unterscheiden! Für Messungen, die wie hier flüssige Analyte mit einem relativ hohem Dampfdruck betreffen, eignet sich die dynamische Beprobung am Besten.

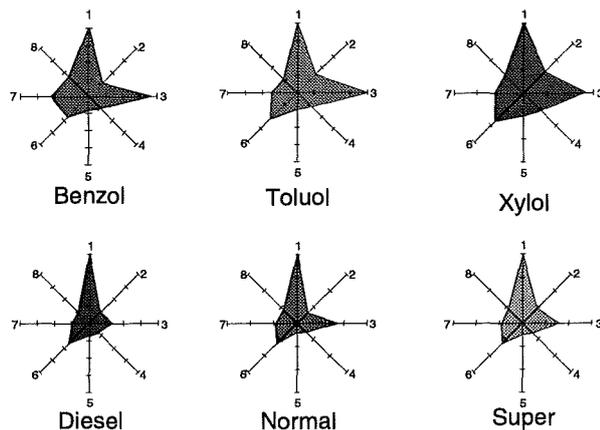


Abb. 6: Signalmuster verschiedener organischer Analyte (Aromate) und Treibstoffgemische. Chemische Ähnlichkeiten spiegeln sich darin wider.

6.2 Geruchsanalyse von Feststoffen

Für die allgemeine Geruchsanalyse, d.h. oftmals für die Analyse von hochkomplexen Gasgemischen, die aus festen oder pastösen Proben evaporieren, ist das SAGAS HSA Gerät hingegen besser geeignet. Eine beispielhafte Messung ist in Abb. 7 gezeigt: Verschiedene Maisproben mit unterschiedlichem Verderbungsgrad (eßbar, geräuchert, schimmelig und Pestizid-kontaminiert) konnten mittels Hauptkomponentenanalyse unterschieden werden. Die Muster der geräucherten und schimmlichen Probe konnten eindeutiger identifiziert werden, da bei der Zersetzung flüchtige organische Produkte entstanden sind, die das Signalmuster des Sensorsystems beeinflussen. Hingegen war die Unterscheidung der eßbaren

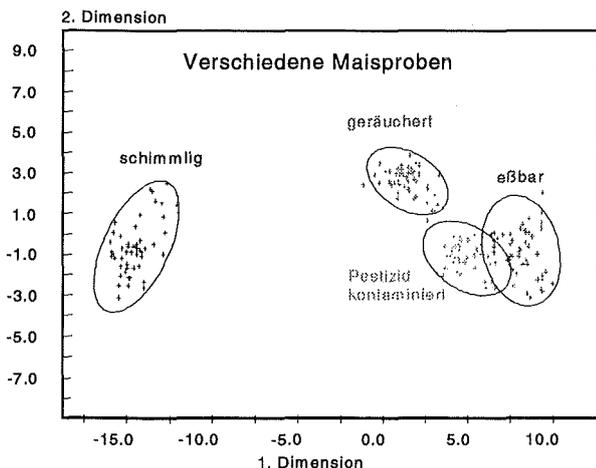


Abb. 7: Ein Applikationsbeispiel für SAGAS HSA: Mittels Hauptkomponentenanalyse der Sensorsignale konnten vier Maisproben mit unterschiedlicher Degeneration erfolgreich klassifiziert werden.

von der Pestizid-kontaminierten Probe schwieriger, da die Kontamination in vergleichsweise geringen Konzentrationen vorlag.

6.3 Quantitative Gasanalyse

Eine Steigerung gegenüber der oben beschriebenen qualitativen Mustererkennung, wie sie auch bei den sogenannten "elektronischen Nasen" angewandt wird, ist die quantitative Gasanalyse. Hier werden nicht nur Stoffgemische als solche unterschieden, sondern die Konzentrationen der in einem Gemisch vorhandenen Komponenten direkt bestimmt. Dieser Meßmodus wurde bei SAGA-Systemen bisher bei verschiedenen, zwei- (binären) oder drei-komponentigen (ternären) Mischungen organischer Lösungsmittel im Dampfraum getestet.

In Abb. 8 ist ein Beispiel einer exemplarischen quantitativen Analyse von einer ternären Dampf-mischung aus Xylol, Ethylacetat und Methanol gezeigt. Für das Training eines hierfür geeigneten neuronalen Netzes wurde ein Datensatz aus 311 Messungen mit verschiedenen vorgegebenen Kombinationen von Analytkonzentrationen (jeder Analyt in je 6 Konzentrationsstufen). Die vorgelegten Konzentrationen (durchgezogene Linien) wurden mit einer Gasmischanlage erzeugt und mit einem Gaschromatographen unabhängig referenziert. Nach diesem Vorgang, welcher in der herkömmlichen Analytik einer Gerätekalibration entspricht, wurde der Erfolg des Trainings bzw. der dadurch entstandenen automatischen Mustererkennung mit Hilfe einer Reihe von zusätzlich aufgenommenen und zufällig ausgewählten 50 Testmessungen getestet. Diese vom neuronalen Netz erstellten Testanalysen für Xylol sind in der Abb. 8 als Punkte dargestellt. Aus Gründen der Übersichtlichkeit wurden hier die

Bestimmungen der jeweils anderen Komponenten weggelassen und die gezeigte Xylol-Komponente nach ansteigender Konzentration sortiert. Dasselbe und das Ergebnis mit dem trainierten Netz analysiert. Man erkennt für die hier gezeigte Xylol-Bestimmung eine relative Genauigkeit von etwa 2% und dies vor dem Hintergrund der sich stark veränderten Konzentrationen der anderen Gase, die eine Art "organisches Gasrauschen" produzieren. Die Bestimmungen der hier nicht gezeigten Gase, Ethylacetat und Methanol, können mit dem selben Netz und simultan durchgeführt werden. Es ergeben sich allerdings etwas schlechtere Genauigkeiten von < 5% im Falle der Ethylacetat- und < 8% im Falle der Methanolbestimmung, und dies wieder vor dem Hintergrund der jeweils anderen Gase.

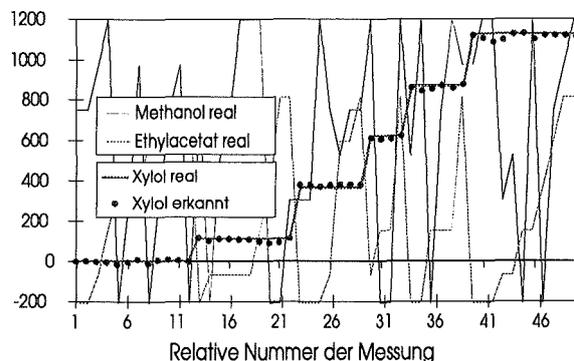


Fig. 8: Quantitative Bestimmung von Xylol als Bestandteil einer ternären Gasmischung aus Xylol, Ethylacetat und Methanol. Das trainierte neuronale Netz ist in der Lage vor dem veränderlichen Hintergrund der anderen Gase Xylol mit einer Genauigkeit von etwa 2% zu bestimmen!

Das hier gezeigte Beispiel der quantitativen Analyse mit den angegebenen Abweichungen darf allerdings nicht überinterpretiert werden. Es bezieht sich nur auf beliebige Mischungen der jeweils zuvor eintrainierten Stoffkombination! Obgleich solche Verhältnisse bei vielen Meßaufgaben, beispielsweise in der Prozeßanalytik, tatsächlich vorliegen, besteht, beispielsweise in der Umweltanalytik, leicht die Gefahr des Auftretens von nicht eintrainierten Fremdkomponenten. Ist dies der Fall, können leicht entsprechende "Fehlinterpretationen" der hier verwendeten, quantitativ — oder auch qualitativ — auswertenden "Feed-Forward"-Netze auftreten. Möchte man dies vermeiden, so bedarf es einer Vorverarbeitung im Sinne einer automatischen "Bekannt/ Unbekannt"-Erkennung der Sensorsignalmuster. Mittlerweile ist dies ebenfalls mit den SAGA-Systemen und den in der Software verwendeten neuronalen Netzen möglich und wurde im Falle der qualitativen Analyse bereits erfolgreich eingesetzt. Entsprechende Tests für die quantitative Analyse werden demnächst in Angriff genommen.

7. Industrielle Umsetzung und Ausblick

Die Entwicklung der drei SAGAS-Prototypversionen wurde von einer Kooperation mit einem Industriepartner, der Bürkert GmbH & Co KG, begleitet. So konnte sehr effizient auch gleich die konkrete industrielle Umsetzung der SAW-Gassensorik durchgeführt werden.

Im Zuge dieser Arbeiten ist ein industrietaugliches Analysegerät entwickelt worden, in das die eigentlichen SAGAS-Module integriert werden (Abb. 9). Hierzu wurde eine neue Gasfluidik konzipiert, die bei Bürkert umgesetzt wurde. Basierend auf SAGAS μ Control als Prototyp ist das daraus entstandene Gerät nun modular aufgebaut und kann mit Hilfe eines internen Datenbusses optional auch mit mehreren SAGAS-Modulen, mit veränderlicher Gasführung oder mit einem Akkumulator-Modul für den transportablen Betrieb ausgerüstet werden [12, 13]. Der Beginn der Vermarktung dieser Geräte ist seitens Bürkert für dieses Jahr vorgesehen.

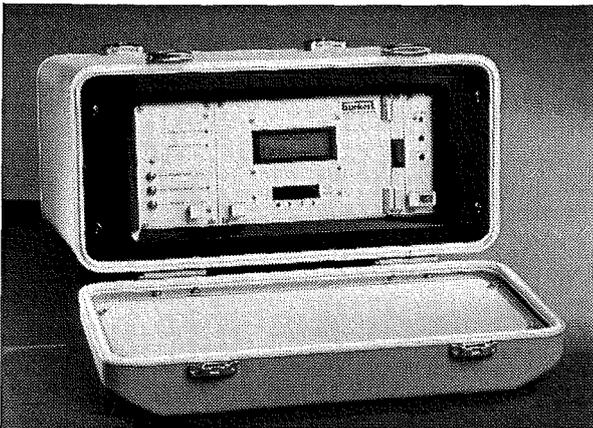


Abb. 9: Das auf SAGAS basierende industrietaugliche Analysegerät entwickelt mit dem Kooperationspartner Bürkert. Es ist modular aufgebaut, enthält eine neu konzipierte Gasfluidik, kann mit Hilfe eines Geräte-internen Datenbusses optional auch mit mehreren Sensor-Modulen oder mittels Akkumulator-Modul auch für den transportablen Betrieb ausgerüstet werden.

Aktuelle und künftige Einsatzbereiche, die von Bürkert selbst oder direkt in Kooperation mit dem Forschungszentrum angegangen werden bzw. angegangen werden können, sind im Wesentlichen bei der Prozeßanalytik bzw. -überwachung in der chemischen Industrie, bei der Abwasserbehandlung in Klärwerken, in der Erdöl- oder Erdgasgewinnenden bzw. -verarbeitenden Industrie, bei chemischen Reinigungsprozessen sowie bei der Qualitätssicherung in der Nahrungs- und Genußmittelindustrie sowie bei verschiedenen speziellen Laboranwendungen zu sehen.

Literatur:

- [1] Sauerbrey, G.: "Verwendung von Schwingquarzen zur Wägung dünner Schichten und zur Mikrowägung", Zeitschrift für Physik, Nr. 155(1959), S. 206-222.
- [2] Wohltjen, H., Dessy, R.: "SAW Probe for Chemical Analysis", Parts 1-3, Analytical Chemistry, 51(1979), S. 1458-1475.
- [3] Wohltjen, H.: "Mechanism of Operation and Design Considerations for SAW Device Vapour Sensors", Sensors and Actuators, 5(1984), S. 307-325.
- [4] Grate, J. W., Abraham, M. H.: "Solubility interactions and the design of chemically selective sorbent coating for chemical sensors", Sens. and Act. B, 3 (1991), S. 85-111.
- [5] McGill, R. A., Abraham, M. H., Grate, J. W.: "Choosing Polymer Coatings for Chemical Sensors", Chemtech Vol. 24, 9(1994), 27-37.
- [6] Rojas, R., "Theorie der neuronalen Netze", Springer-Verlag, Berlin 1993.
- [7] Rapp, M., Reibel, J.: "Gasanalytik mit Sensorsystemen: Ein Weg zur elektronischen Nase?", Nachr. Chem. Tech. Lab. 44 (1996), S. 1088 - 1092
- [8] Rapp, M., Balzer, M., Böß, B., Coerd, W., Fromhein, O., Kühner, T., Stier, S., Voigt, A.: "Analytisches Mikrosystem auf der Basis von Surface Acoustic Wave Bauelementen", 2. PMT-Statuskolloquium, 28. - 29. Nov. 1995, wissenschaftlicher Bericht FZKA 5670.
- [9] Rapp, M., Böß, B., S., Voigt, A., Gemmeke, H., Ache, H. J.: "Development of an Analytical Microsystem for Organic Gas Detection Based on SAW Resonators", Fresenius J. Anal. Chem. 352 (1995), S. 699 - 704
- [10] Rapp, M., Böß, B., Voigt, A., Balzer, M., Fromhein, O., Kühner, T.: "Gasanalytik mit akustischen Oberflächenwellen", FZK-Nachrichten Jahrgang 27, 1/95, S. 19 - 27.
- [11] Rapp, M., Reibel, J., Stier, S., Voigt, A., Bahio, J.: "SAGAS: Gas Analyzing Sensor Systems Based on SAW Devices - an Issue of Commercialization of SAW Sensor Technology", Proc. of the IEEE Frequency Control Symp. 1997, S. 129 - 132.
- [12] Müller, P. H., Werner, D.: "Gasanalyse on line", Chemie Technik, 26 Jg. (1997) Nr. 8, S. 48 - 50.
- [13] Müller, P. H., Werner, D.: "Die Nase tief im Prozeß", Chemie-Produktion, Ausg. Oktober 1997, S. 48-52.

Herstellung und Einsatz von Mikrosystemen aus Kunststoffen

Aufbau und Anwendungen von Mikrospektrometersystemen im IR-Bereich

P. Krippner¹⁾, T. Kühner²⁾, J. Mohr¹⁾, R. Wyzgol³⁾

¹⁾ Institut für Mikrostrukturtechnik

²⁾ Hauptabteilung Prozeßdatenverarbeitung und Elektronik

³⁾ microParts Gesellschaft für Mikrotechnik mbH, Dortmund

Zusammenfassung

Am Forschungszentrum Karlsruhe werden seit einigen Jahren Mikrospektrometersysteme für den sichtbaren Spektralbereich nach dem LIGA-Verfahren [1] auf der Basis eines 3-Schicht-Polymerwellenleiters hergestellt. Zur Erweiterung des Wellenlängenbereichs in den für eine Vielzahl von Analyseaufgaben interessanten nahen (NIR) und mittleren (MIR) Infrarotbereich war es notwendig, den Polymerwellenleiter durch einen metallisierten Hohlwellenleiter zu ersetzen. Nach dem Nachweis der Leistungsfähigkeit dieses neuen Konzeptes wurden spezielle Spektrometerdesigns für verschiedene Analyseaufgaben entwickelt, aus denen in Zusammenarbeit mit Industriepartnern Komplettsysteme aufgebaut wurden.

1. Einleitung

Nach dem kommerziellen Erfolg der auf der Basis eines Dreischicht-Polymerwellenleiters hergestellten Mikrospektrometer für den sichtbaren Wellenlängenbereich [2, 3], die mittlerweile in einer Vielzahl von Farbmeßsystemen eingesetzt werden, wurde nach Wegen gesucht, den Spektralbereich für Analyseaufgaben im infraroten (IR) Wellenlängenbereich zu erweitern. Es zeigte sich, daß mit dem Konzept eines metallisierten Hohlwellenleiters prinzipiell Mikrospektrometer mit geringer Eigendämpfung für den IR-Bereich realisiert werden können. Im Folgenden wird auf den Aufbau der Spektrometerkomponenten und ihre Herstellungsschritte eingegangen. Auf dieser Basis wurden für Analyseaufgaben im NIR- und IR-Bereich Spektrometerdesigns entwickelt, die, mit geeigneten Detektoren kombiniert, Multispektralsensoren ergeben, die als Subkomponente in Analysegeräten zum Einsatz kommen.

2. Aufbau des Mikrospektrometers

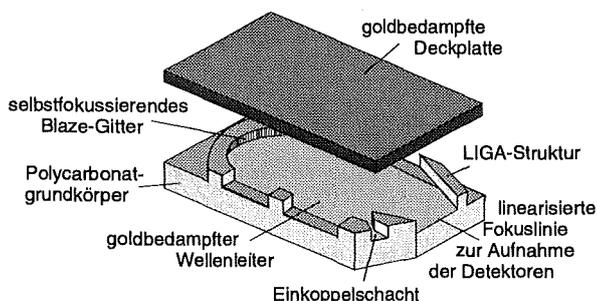


Abb. 1: Aufbau eines Mikrospektrometers in Hohlwellenleitertechnik

Das am IMT auch für andere optische Anwendungen verfolgte Konzept der mikrooptischen Bank [4], deren Seitenwände teils selbst optische Funktionen erfüllen, teils Führungsstrukturen für hybride optische Elemente enthalten, legt einen ähnlichen Aufbau für Mikrospektrometer nahe, wobei hier die Seitenwände optische Funktionen in lateraler Richtung erfüllen und Führungsstrukturen für die Montage der Elemente bilden. Abb. 1 zeigt schematisch den Aufbau eines Mikrospektrometers, das typischerweise Außenabmessungen von ca. 20 x 30 x 4 mm³ aufweist. Über einen Einkoppelschacht wird entweder freistrahloptisch oder über eine eingelegte Faser Strahlung in den Baustein eingekoppelt. Diese wird von einem selbstfokussierenden Reflexionsgitter mit Blaze in Rowlandkrisenanordnung spektral zerlegt und auf eine Linie auf der Außenkante des Bausteins fokussiert, wo das Spektralsignal zur Auslesung mit Mehrelement- oder Zeilen-detektoren zur Verfügung steht.

Die Grundebene erhält ebenso wie die reflektiven optischen Elemente und eine später montierte Deckplatte eine metallische Reflexionsschicht. Grund- und Deckplatte bilden somit einen metallischen Hohlwellenleiter (HWL) und gewährleisten die Führung der Strahlung senkrecht zur Grundebene. Während die intrinsische Dämpfung eines PMMA-Wellenleiters oberhalb 1,5 µm immer größer ist als 10 dB/cm und bis auf 250 dB/cm ansteigt und damit als nahezu opak gelten muß, zeigt Abb. 2 mit Werten kleiner 1 dB/cm akzeptable Dämpfungen für metallisierte HWL. Sie wurden gemessen für verschiedene Beschichtungen für eine numerische Apertur (NA) der im Wellen-

leiter propagierenden Strahlung von 0.2 und eine Wellenleiterhöhe von 150 μm . Es zeigt sich, daß Gold, Silber und Kupfer prinzipiell gut geeignet sind, wobei Gold aufgrund seiner chemischen Stabilität vorzuziehen ist, da hier auf zusätzliche Schutzschichten, beispielsweise aus Quarz, verzichtet werden kann.

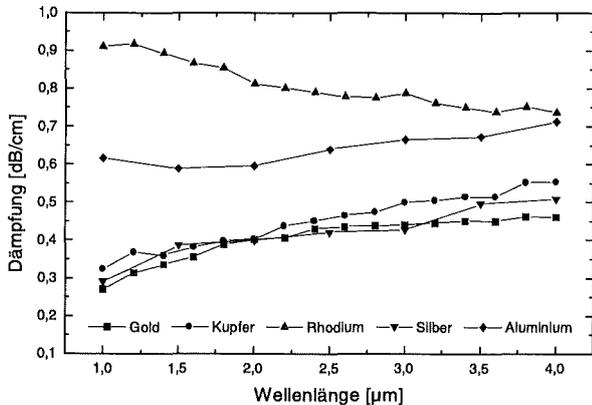


Abb. 2: Dämpfungseigenschaften von metallisierten HWL mit einer Höhe von 150 μm bei einer Lauflänge von 45 mm

3. Herstellungsprozess

Im Vergleich zum Dreischicht-Polymerwellenleiter, bei dem ein mehrstufiges Prägeverfahren verwendet wird [5], gestaltet sich die Herstellung der Hohlwellenleiter-Spektrometer wesentlich einfacher, da sich die Hohlstruktur, die alle optisch relevanten Komponenten justiert zueinander trägt, in einem Schritt durch Spritzguß z. B. in Polycarbonat mit relativ kurzen Zykluszeiten herstellen läßt.

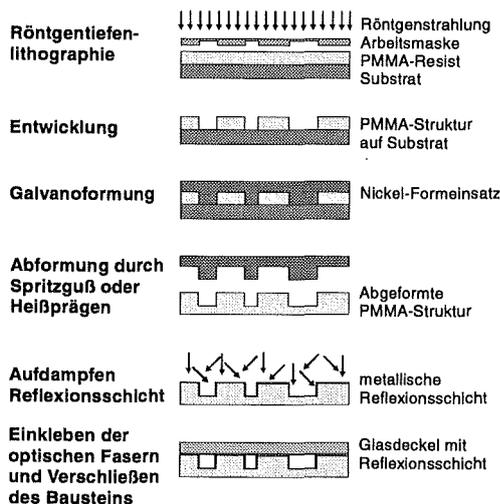


Abb. 3: Herstellungsprozess der Abformwerkzeuge für HWL-Mikrospektrometer und Replikation durch Spritzgießen

Abb. 3 zeigt die wesentlichen Schritte des Herstellungsverfahrens, das sich vom Standard-LIGA-Verfahren lediglich durch die metallische

Beschichtung und erhöhte Anforderungen an die Rauigkeit der Grundfläche unterscheidet. Nach der Abformung und Bedampfung mit Gold wird bei faseroptischer Einkopplung eine Faser in die Struktur eingelegt und die Hohlstruktur mit einem Deckel aus goldbedampften Glas oder Silizium verschlossen.

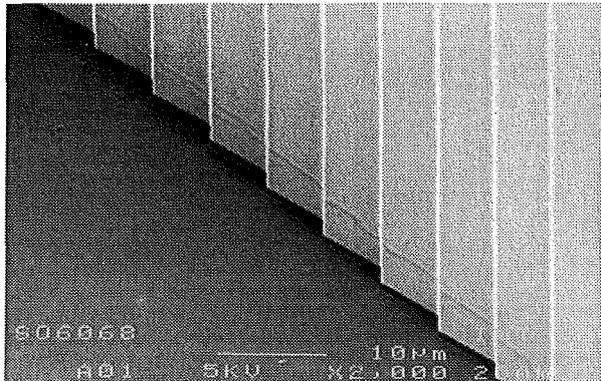


Abb. 4: Gitterstruktur eines Bausteins mit einer Gitterkonstanten von ca. 7 μm

Abb. 4 zeigt die auf dem Substratgrund senkrecht stehenden Gitterstufen eines Bausteins. Die erkennbare kleine Versetzung im unteren Bereich der Zähne zeigt die Grenzfläche zwischen dem für die Röntgentiefenlithographie eingesetzten Resist und der Klebeschicht, mit der er auf dem Substrat fixiert wird. Aufgrund der erkennbaren guten Qualität der Zahnstruktur ist ein gutes Dispersionsverhalten zu erwarten.

Untersuchungen zur Standzeit der Abformwerkzeuge haben gezeigt, daß mehrere tausend Abformungen ohne erkennbaren Qualitätsverlust der Bausteine möglich sind.

4. Anwendung in der Gassensorik

Im Wellenlängenbereich 3,0 - 5,2 μm eröffnet sich durch die charakteristischen Absorptionsbanden vieler Gase und Dämpfe in diesem Bereich die Möglichkeit, durch eine Kombination von Mikrospektrometer und einer Absorptionsszelle Meßsysteme aufzubauen. Interessante Anwendungsgebiete sind hier beispielsweise die Reststofferkennung bei der Rücknahme von Getränkepfandflaschen, Messung der Konzentration brennbarer Gase zur Explosionsprävention sowie die Raumluftüberwachung in Innenräumen hinsichtlich schädlicher Gase.

Auf der Basis zweier verschiedener Spektrometerdesigns für die Wellenlängenbereiche 3,2 - 3,8 μm und 3,2 - 5,2 μm , die beide mit einer Dispersion von 0,23 nm/ μm und einem Eintrittsspalt von 300 μm in Freistrahloptik arbeiten, entwickelt die Fa. microParts komplette Gasanalyse-systeme wie einen Detektor für brennbare Gase [6], der in Abb. 5 zu sehen ist. Das System besteht aus

einer Außeneinheit, in der sich eine Blitzlampe, eine Absorptionsmeßzelle, ein Mikrospektrometer mit Mehrelementdetektor und die Vorverstärkerelektronik befinden. Die Strahlung der Blitzlampe wird durch ein Fenster, das das System gasdicht zur Außenwelt abschließt, in die außen liegende „Nase“ geführt. Diese bildet die eigentliche Meßzelle mit einem Hohlspiegel am anderen Ende, der die Strahlung auf den Eintrittsspalt eines Mikrospektrometers fokussiert. Zum Schutz gegen Staub ist die Zelle mit einem feinmaschigen Drahtnetz umgeben, das den Gasaustausch mit der Umgebung jedoch zuläßt. Nach der Aufspaltung des optischen Signals in seine spektralen Anteile trifft es auf der Fokusslinie auf einen Mehrelement-Detektor, dessen Einzeldetektoren am Ort der auszulesenden Wellenlängen fixiert sind. Im Falle des Sensors für brennbare Gase sind dies 3,4 μm , die Absorptionswellenlänge von Butan und Propan, sowie 3,7 μm als Referenzwellenlänge zur Erfassung und Kompensation von Intensitätsschwankungen der Strahlungsquelle.

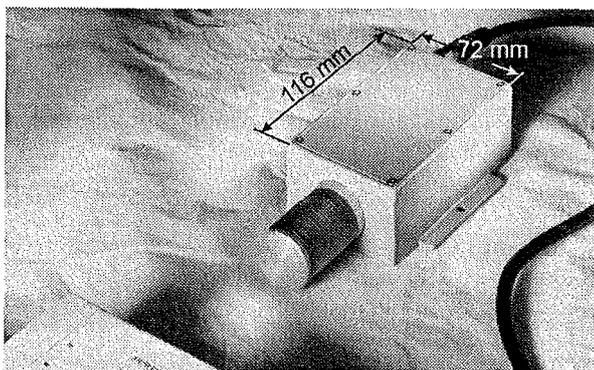


Abb. 5: Sensorsystem für brennbare Gase

Um Geräteentwicklern für eigene Gasanalysegeräte die Möglichkeit zum Einsatz des Mikrospektrometers zu geben, wurde von der Fa. microParts die in Abb. 6 dargestellte OEM-Komponente TapIR® entwickelt, die auf kleinstem Raum eine Strahlungsquelle, Mikrospektrometer, Absorptionszelle und Detektoreinheit integriert.

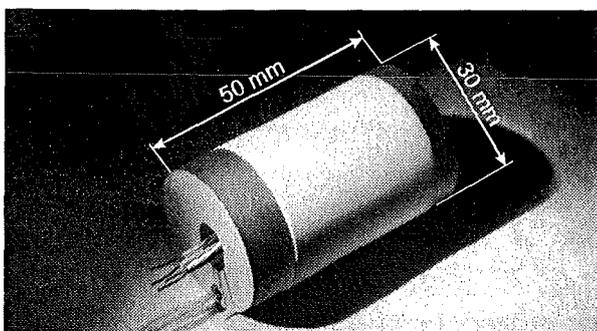


Abb. 6: TapIR®; Subsystem zur Gasanalyse mit integriertem Mikrospektrometer, Absorptionsmeßzelle, Strahlungsquelle und Mehrelementdetektor

Abb. 7 zeigt das Transmissionsverhalten des in beiden Anordnungen eingesetzten Spektrometers. Bei der Messung wurde im Gegensatz zur späteren Anwendung die Strahlung mit Fasern eingekoppelt. Die fünf Kurven stellen die Filtercharakteristik von fünf verschiedenen Orten auf der Fokusslinie des Bausteins dar, an denen zur Auskopplung der Strahlung Detektorfasern angebracht wurden. Die erste Kurve entspricht somit einem Detektor im späteren Meßsystem, der die Intensität bei 3,2 μm bestimmt. Gut erkennbar ist die für Mikrospektrometer in HWL-Technik typische Asymmetrie der Kennlinien mit einer Verbreiterung am kurzwelligen Rand aufgrund der auftretenden „Modenschmierung“ [7].

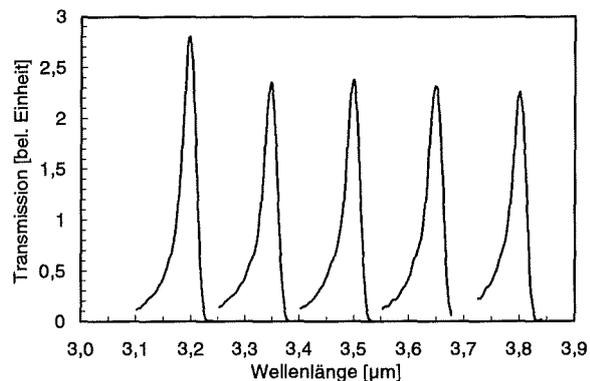


Abb. 7: gemessene Transmissionskennlinien des Mikrospektrometers 3,2 - 3,8 μm bei einer Strahlungsein- und -auskopplung mit Glasfasern mit einem Kernquerschnitt von 100 μm und einer NA von 0.2

Eine typische Meßkurve des Sensors für brennbare Gase bei einer Eichung auf Propan zeigt Abb. 8. Der Meßkopf wurde zuerst einer Atmosphäre mit 50 Volumenprozent Propan ausgesetzt, anschließend mit Stickstoff gespült und dann mit einer sich kurzzeitig ändernden Propankonzentration beprobt. An den Kurvenverläufen wird erkennbar, daß die Ansprechzeit weniger als fünf Sekunden beträgt.

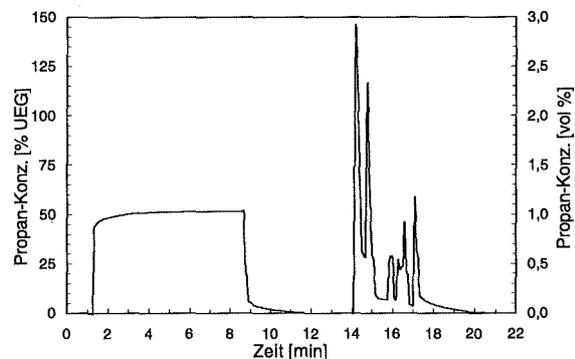


Abb. 8: Meßkurve des Sensorsystems für brennbare Gase bei Beprobung mit Propan bis zu 150% der unteren Explosionsgrenze (UEG) von 2 Vol %

5. Anwendungen im nahen Infrarot (NIR)

Im Wellenlängenbereich 1,0 - 1,8 μm , der durch Spektrometersysteme, die mit Siliziumdetektoren arbeiten, nicht mehr abgedeckt werden kann, besteht eine Nachfrage nach kostengünstigen miniaturisierten Spektralanalysesystemen beispielsweise zur Kunststoffidentifikation, Feuchtemessung in Lebensmitteln oder Bratfettüberwachung. Hier wurden zwei Wege beschritten, um den Einstieg in dieses Anwendungsfeld zu finden. Einerseits wurde mit einem speziell angepassten Spektrometerdesign ein Multispektralsensor mit 16 Parallelkanälen aufgebaut. Andererseits wurde ein universeller einsetzbares System mit Auswertelektronik und Standard-PC-Schnittstelle entwickelt. Die Daten der Spektrometerkomponenten sind in Tab. 1 aufgeführt. Auf beide Systeme wird im Folgenden näher eingegangen.

	Parallelsystem	Universalsystem
Wellenlängenbereich	1,55 - 1,75 μm	1,0 - 1,8 μm
Dispersion	12,5 nm / 100 μm	20 nm / 100 μm (10 nm / 100 μm)
Strukturhöhe	145 μm	340 μm
Einkoppelfaser	100/140 μm	300/330 μm
Eintrittsspalt	100 μm	50 μm
FWHM	< 13 nm	< 17 nm (< 9 μm)
Detektor	Hamamatsu InGaAs 16 Pixel, BIG6662S, pitch 100 μm , $\lambda < 2 \mu\text{m}$	Thomson InGaAs, 150 pixel, pitch 52 μm , MUX, $\lambda < 1,8 \mu\text{m}$,

Tab. 1: Techn. Daten der beiden Spektrometersensoren für den NIR-Bereich

5.1 Multispektralsensor mit 16 Parallelkanälen

Zur Realisierung eines schnellen Kunststoffidentifikationssystems ist es erforderlich, wenige Spektralkanäle parallel auszulesen. Hierzu wurde ein Spektrometer entwickelt, das den aussagekräftigen Spektralbereich 1,55 - 1,75 μm auf die 16 Elemente einer Extended-InGaAs-Diodenzeile der Firma Hamamatsu abbildet. Abb. 9 zeigt den Gesamtaufbau, bei dem die in Abb. 1 dargestellte Spektrometerkomponente durch ein zweischaliges Aluminiumgehäuse auf der Diodenzeile positioniert wird. Diese Subkomponente bildet das Herzstück des Kunststoffidentifikationssystems PlasticSORT-m [8] der Firma Massen. Das System wertet die durch Transmission oder Reflexion von Kunststoffen erzeugten Signalmuster der 16 Parallelkanäle mittels genetischer Algorithmen aus und ermöglicht so die Unterscheidung der im Hausmüll vorkommenden Kunststoffe. Ein erster Prototyp des Systems dient der Sortierung von Einweg-Kunststoffflaschen, der Einsatz bei der Sortierung von zerkleinertem Kunststoffmüll ist geplant.

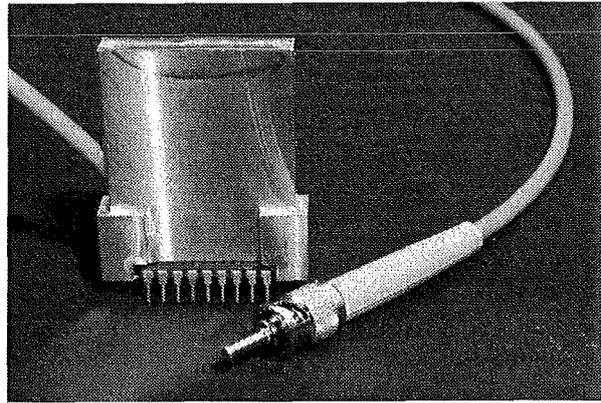


Abb. 9: Multispektralsensor mit 16 Parallelkanälen zur schnellen Kunststoffidentifikation

5.1 Universalsystem mit serieller Auslesung

Im Hinblick auf verschiedene Anwendungen und der damit notwendigen Flexibilität wurde ein universell einsetzbares System für den Wellenlängenbereich 1,0 - 1,8 μm entwickelt. Wie bereits beim VIS-Spektrometer erfolgreich angewendet, erfolgt auch im IR-Bereich die Bewertung der Spektren mit Hilfe einer Photodiodenzeile. Dabei kommt ein modifizierter InGaAs-Detektor der Fa. Thomson-CSF mit 150 Photoelementen zum Einsatz, die seriell über einen integrierten CCD-Multiplexer ausgelesen werden. Zur Aufnahme des Detektors und zur Erzeugung der benötigten Ansteuersignale steht ein Modul des Herstellers zur Verfügung [9]. Es bildet die Basis eines universellen mikrocontroller-gesteuerten Spektrometersystems.

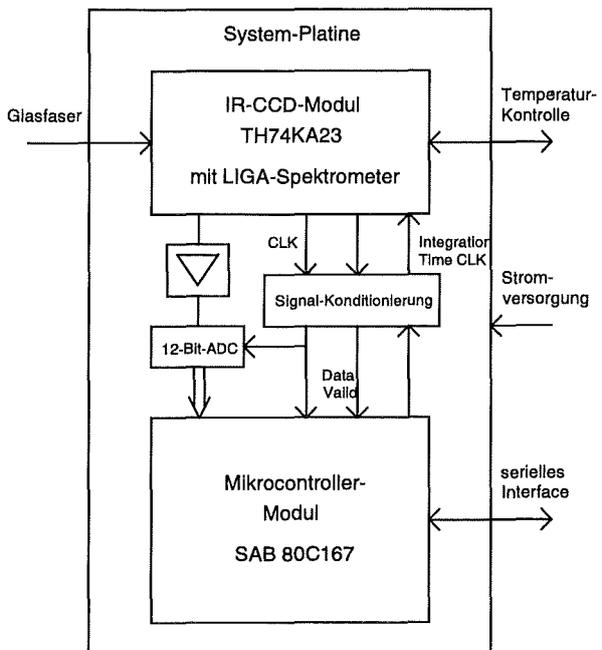


Abb. 10: Blockschaubild des IR-Spektrometersystems

Eine einfache Handhabbarkeit, sowie eine hohe Flexibilität in der Datenauswertung in Abhängigkeit der jeweiligen Anwendung werden durch die Anbindung an einen PC gewährleistet.

Abb. 10 zeigt das Blockschaltbild des IR-Spektrometersystems. Das IR-Modul, sowie eine 16-Bit-Mikrocontroller-Einheit werden auf einer gemeinsamen Trägerplatine aufgebaut. Diese enthält überdies die notwendige Elektronik zur Aufbereitung des analogen Ausgangssignals und der Steuersignale des IR-Detektors, sowie einen 12-Bit-ADC zur Digitalisierung der Meßdaten.

Über ein in das IC-Gehäuse integriertes Peltier-element und einen Thermistor läßt sich die Betriebstemperatur des Detektors mit Hilfe einer externen Regeleinheit konstant halten, was zur Gewährleistung einer geringen thermischen Signal drift erforderlich ist.

Die zur Ansteuerung der IR-Photodiodenzelle erforderliche Pulsfolge (Vorgabe der Integrationszeit) wird vom Mikrocontroller erzeugt und ist im Bereich von 1 ms bis 250 ms einstellbar. Die Zeile wird mit einer festen Taktrate von 500 kHz ausgelesen, die Bildinformation digitalisiert und im RAM des Mikrocontroller-Moduls abgelegt. Im Mikrocontroller-Modul kommt ein 16-Bit-Prozessor vom TYP SAB 80C167 zum Einsatz, der aufgrund seiner hohen Rechenleistung und bereits integrierter Peripherie-Funktionen die Voraussetzung für den Aufbau sehr kompakter Baugruppen schafft. Das Flash-EPROM des Moduls erlaubt eine In-System-Programmierung von Anwenderprogramm, Systemparametern und Kalibrierdaten, wie z. B. die spektrale Zuordnung der Bildelemente des IR Detektors.

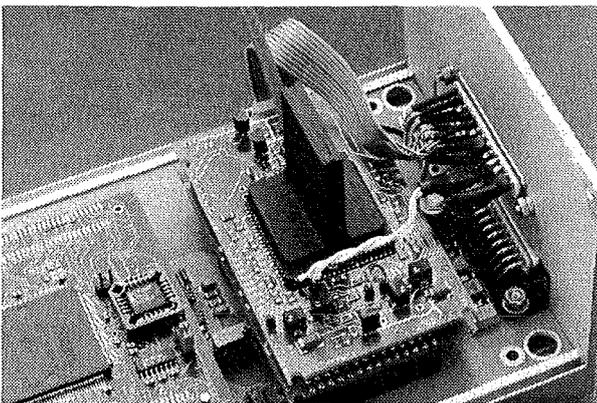


Abb. 11: Universalsystem zur Spektralanalyse im NIR-Bereich

Das System mit geöffnetem Gehäuse ist in Abb. 11 zu sehen. Erkennbar ist das optische Subsystem mit einem Standard-Faseranschluß sowie die in Abb. 10 schematisch dargestellten Systemkomponenten. Die Vorgabe der Meßparameter, wie z.B. Integrationszeit und zu erfassender Spektralbereich, sowie die Verarbeitung, Auswertung

und Visualisierung der Meßdaten erfolgt über den Host-PC, der über eine RS232-Schnittstelle an das Spektrometersystem angeschlossen ist (Abb. 12). Es stehen verschiedene Programme zur Kalibrierung und Charakterisierung der Systeme zur Verfügung. Der einfache Datenaustausch zu anderen Programmen ermöglicht eine weiterführende Auswertung der aufgenommenen Spektren.

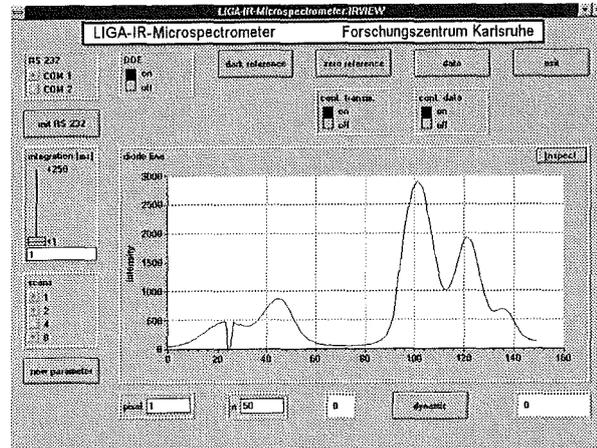


Abb. 12: PC-Benutzeroberfläche „IR-View“

Bei der Spezifikation der optischen Eigenschaften des Spektrometers wurde besonderer Wert auf eine maximale Empfindlichkeit an der langwelligen Grenze des Spektralbereichs gelegt, da hier die Strahlungsleistung der allgemein eingesetzten Halogenquellen zurückgeht. Die durch Einkoppeln einer monochromatischen Referenzstrahlung gewonnenen Signale sind in Abb. 13 dargestellt.

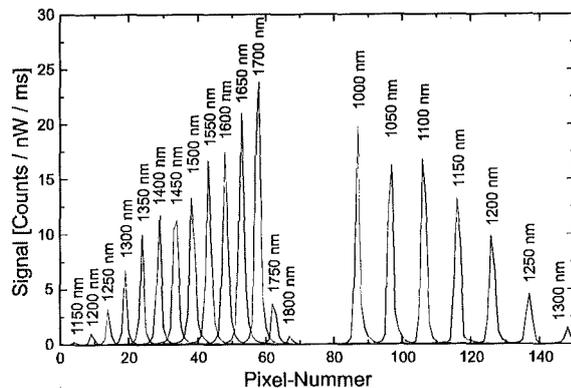


Abb. 13: Ausgangssignal der Detektorzelle in Counts des 12-bit AD-Wandlers normiert auf die eingekoppelte optische Leistung und die Integrationszeit bei der Messung für verschiedene eingekoppelte Wellenlängen

Es handelt sich um die auf den 150 Elementen der Zeile detektierte Strahlungsleistung. Um diese unabhängig von der eingekoppelten Gesamtleistung und der bei der Messung eingestellten Integrationszeit des Detektors darstellen zu können, wurde auf diese beiden Größen normiert.

Der gesamte detektierbare Bereich ist in zwei Teilbereiche mit unterschiedlicher Auflösung aufgespalten. Das Spektrum von 1,0 - 1,3 μm wird in zweiter Ordnung mit einer FWHM besser als 9 nm und von 1,25 - 1,80 μm in erster Ordnung mit einer FWHM besser als 17 nm detektiert. Der Bereich 1,75 - 1,80 μm steht aufgrund der stark abfallenden Empfindlichkeit des InGaAs-Detektors nur eingeschränkt zur Verfügung. Da die Empfindlichkeit hier von der Detektortemperatur abhängt und mit steigender Temperatur zunimmt, wurde der Chip auf ca. 45°C temperiert, was hinsichtlich seines Eigenrauschens noch akzeptabel ist.

6. Ausblick

Die Erfassung weiterer Spektralbereiche erfordert in der Regel den Einsatz neuer Detektortypen. Da es zur Erweiterung des detektierbaren Spektralbereichs an der langwelligen Grenze aufgrund der geringen Strahlungsleistung der verfügbaren Strahlungsquellen und der hinsichtlich ihres Rauschverhaltens nachlassenden Detektoren zunehmend schwieriger wird, Meßsysteme mit hoher Dynamik zu realisieren, wird an Systemen mit intensitätsmodulierter Strahlung durch den Einsatz von mikromechanischen Choppern auf der Basis piezokeramischer [10] und elektromagnetischer Aktoren [11] gearbeitet. Um dem Konzept eines preiswerten Gesamtsystems gerecht werden zu können, werden preisgünstige thermische Detektoren untersucht.

Da sich die Ansteuer- und Auslesekonzepte der Detektorzeilen von Hersteller zu Hersteller stark unterscheiden, hat dies die Neuentwicklung der Auswertelektronik zur Folge. Außerdem hat die jeweilige Anwendung erheblichen Einfluß auf das benötigte System hinsichtlich der erforderlichen Dynamik, des Preises oder der Prozeßanbindung.

Um Entwicklungskosten zu senken und auf Bedürfnisse des Marktes schneller reagieren zu können, bietet sich deshalb ein modulares Konzept für das Spektrometersystem an.

Über eine festgelegte Steckverbindung werden je nach Einsatzgebiet spezielle Detektor-Module, die die erforderliche Elektronik zur Signalaufbereitung und Digitalisierung mit beinhalten, an ein universelles Mikrocontrollersystem angeschlossen. Dieses wiederum ist in der Lage, die Ansteuer-Pulsfolgen per Software an die unterschiedlichen Detektorzeilen anzupassen.

Über verschiedene Schnittstellen-Module erfolgt schließlich die Anbindung an den Prozeß (z.B. über ein Feldbus-Interface) oder die Kommunikation mit dem Anwender (z.B. über LC-Display und Tastatur).

Literatur:

- [1] Ehrfeld, W., Becker, E. W.: „Das LIGA-Verfahren zur Herstellung von Mikrostrukturkörpern mit großem Aspektverhältnis und großer Strukturhöhe“, KfK-Nachrichten, Kernforschungszentrum Karlsruhe, Band 4, 1987, S. 167
- [2] Anderer, B., Ehrfeld, W., Mohr, J.: „Grundlagen für die röntgentiefenlithographische Herstellung eines planaren Wellenlängen-Demultiplexers mit selbstfokussierendem Reflexionsbeugungsgitters“, KfK-Bericht 4702, Karlsruhe, 1990
- [3] Müller, C., Krippner, P., Kühner, T., Mohr, J.: „Leistungsfähigkeit und Anwendungsgebiete von UV-VIS und IR-LIGA Mikrospektrometern“, 2. Statuskolloquium des Projektes Mikrosystemtechnik, Forschungszentrum Karlsruhe, 28.-29. November 1995.
- [4] Müller, A., Göttert, J., Mohr, J.: „Aufbau hybrider mikrooptischer Funktionsmodule für die optische Nachrichtentechnik nach dem LIGA-Verfahren“, FZKA-Bericht 5786, Forschungszentrum Karlsruhe, 1996
- [5] Müller, C., Mohr, J.: „Miniaturisiertes Spektrometersystem in LIGA-Technik“, FZKA-Bericht 5609, Forschungszentrum Karlsruhe, 1995
- [6] Produktbeschreibung der Fa. microParts Gesellschaft für Mikrotechnik mbH, Dortmund
- [7] Reule, A.: „Das Auflösungsvermögen von Gittern in planaren Multimode-Wellenleitern und sein Zusammenhang mit der Krümmung der Spektrallinien in Gitterspektrographen“, Optik Band 66 No. 1, 1983/84, S. 73-90
- [8] Informationsschrift der Fa. MASSEN machine vision systems GmbH, Konstanz
- [9] Datenblatt TH74KA23 der Fa. Thomson-CSF, St.-Egrève, Frankreich
- [10] Debéda, H., Wallrabe, U., Weddigen, A.: „LIGA-Strukturen auf Piezo-Substraten als Mikroaktoren für opto- und elektromechanische Anwendungen“, 3. Statuskolloquium des Projektes Mikrosystemtechnik, Forschungszentrum Karlsruhe, 1998
- [11] Rogge, B., Schulz, J., Mohr, J.: „Entwicklung, Optimierung und Test von elektromagnetischen Linearaktoren basierend auf LIGA-Mikrotechnik“, FZKA-Bericht 5793, Forschungszentrum Karlsruhe, 1996

AMANDA - Produktion mikrofluidischer Komponenten durch Abformung und Membranübertragung

W.K. Schomburg, R. Ahrens, W. Bacher, C. Goll, J. Martin, Z. Rummler
Institut für Mikrostrukturtechnik

Zusammenfassung

Für die kostengünstige Produktion von mikrofluidischen Komponenten wie Mikropumpen, Mikroventilen sowie Druck- und Flußsensoren wird am Forschungszentrum Karlsruhe im Institut für Mikrostrukturtechnik das AMANDA-Verfahren entwickelt. Bei diesem Verfahren werden durch die Kombination der Prozeßschritte Abformung, Oberflächenmikromechanik und Membranübertragung Mikrokomponenten aus Kunststoffen besonders kostengünstig gefertigt.

In einer Kleinserienfertigung wurden inzwischen mehr als 700 Mikropumpen mit dem AMANDA-Verfahren hergestellt. Diese Mikropumpen werden seit mehreren Jahren für 150 DM pro Stück verkauft. In den Labors des Institutes wurden in einem Monat mehr als 100 Pumpen gefertigt und dabei eine Ausbeute von 70 % erreicht. In Dauertests wurden sowohl bei Pumpen als auch bei Ventilen mehr als 300 Millionen Lastwechsel ohne erkennbare Beschädigung ausgeführt.

1. Einleitung

Im 15. Jahrhundert wurde ein neues Abformverfahren entwickelt, das sich durch eine preiswerte Parallelfertigung auszeichnete. Im Jahre 1452 begann Johannes Gutenberg eine Kleinserienfertigung mit diesem „Buchdruck“ genannten Verfahren, in deren Rahmen 200 Bibeln gedruckt wurden. Dieses Unterfangen war seinerzeit kein kommerzieller Erfolg, die Erfindung hat sich im nachhinein aber doch gelohnt, denn heute gibt es allein in Deutschland ca. 6000 Druckbetriebe.

Anfang der 90er Jahre des 20. Jahrhunderts wurde ein Verfahren entwickelt, mit dem mikrofluidische Komponenten und Systeme aus Kunststoff hergestellt werden können. Im Jahre 1996 wurden im Rahmen einer Kleinserienfertigung am Forschungszentrum Karlsruhe 100 Mikropumpen in einem Monat gefertigt und damit die Eignung des Herstellungsverfahrens für eine industrielle Produktion nachgewiesen. Das eingesetzte Fertigungsverfahren bedient sich der Abformung, Oberflächenmikromechanik und Membranübertragung und wird deshalb **AMANDA** genannt (vgl. Abb. 1). Es ist durch den Einsatz von Abformtechnik und durch Parallelfertigung besonders kostengünstig. Ob auch in mehr als 500 Jahren noch Arbeitsplätze auf dieser Technik beruhen werden, ist zwar ungewiß, der Vergleich mit dem historischen Vorbild zeigt aber, welche großen Chancen sich auch für dieses Verfahren ergeben können.

Im Vergleich zur Abformung im allgemeinen (s.o.) kann die Herstellung von mikrofluidischen Komponenten aus Kunststoff noch nicht auf eine lange Geschichte zurückblicken [1 - 7]. Die erste so hergestellte Komponente war eine Mikropumpe [1], die für die Beprobung von zwei Mikroanalyse-

systemen entwickelt wurde. Diese Analysesysteme wurden beim 2. Statuskolloquium des Projektes Mikrosystemtechnik als Demonstratoren vorgestellt [8, 9]. Im vorliegenden Beitrag wird über Mikroventile, Druck- und Flußsensoren und die Weiterentwicklung der Mikropumpe berichtet.

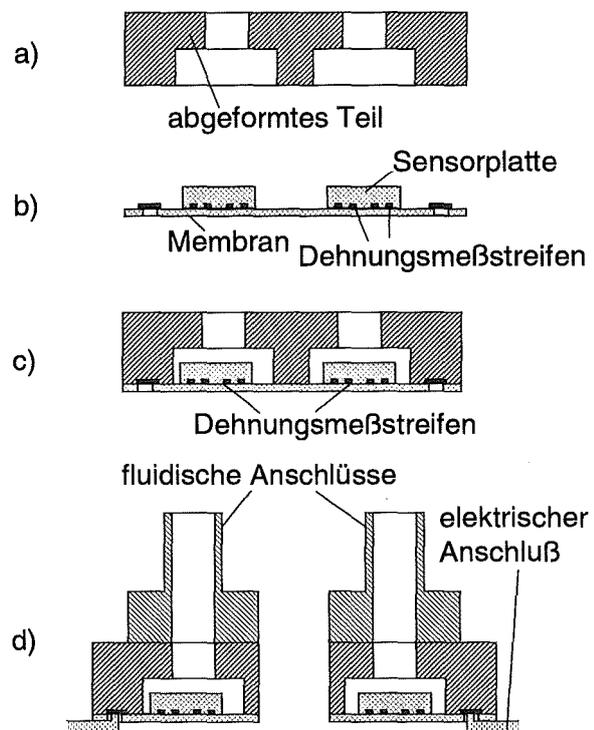


Abb. 1: Herstellung von Drucksensoren mit AMANDA. Auf ein durch Abformung hergestelltes Gehäuse (a) wird eine durch Oberflächenmikromechanik gefertigte Membran (b) übertragen (c).

2. Beschreibung des Verfahrens

In Abb. 1 ist das AMANDA-Verfahren am Beispiel der Fertigung von Drucksensoren dargestellt. Zunächst werden ein Sensorgehäuse (a) durch Abformung und eine Membran (b) mit den Methoden der Oberflächenmikromechanik getrennt hergestellt. Bisher wurde am häufigsten der Mikrospritzguß von Polysulfon (PSU) eingesetzt, es ist aber eine ganze Palette von thermoplastischen Kunststoffen geeignet, wie die Untersuchungen im Institut für Materialforschung III gezeigt haben [10]. In Einzelfällen wurden auch Teile durch Warmumformung gefertigt. Die Formeinsätze für die Abformung werden in der Regel durch feinwerktechnische Bearbeitung von Messing hergestellt. Dies erfolgt entweder in der Hauptabteilung Versuchstechnik (HVT) des Forschungszentrums Karlsruhe [11] oder der fertige Formeinsatz wird von einer externen Firma bezogen [12]. Wenn Mikrostrukturen mit großem Aspektverhältnis benötigt werden, wird die feinwerktechnische Bearbeitung mit dem LIGA-Verfahren kombiniert [13].

Die Membran wird fotolithografisch strukturiert und/oder mit weiteren Mikrostrukturen versehen. Beim hier dargestellten Beispiel wird eine ca. 100 nm dicke Goldschicht aufgebracht und durch Fotolithografie und Naßätzen so strukturiert, daß Dehnungsmeßstreifen entstehen. Über diesen Meßstreifen wird zusätzlich aus einem fotostrukturierten Polyimid eine kleine Platte angebracht, die dafür sorgt, daß der Drucksensor eine lineare Kennlinie bekommt.

Die so hergestellte Membran wird auf das Gehäuse übertragen (Abb. 1c). Als Verbindungsverfahren wird in unserem Institut in der Regel eine Kammerklebtechnik eingesetzt. Dazu werden im Gehäuse neben den für die Funktion benötigten weitere Hohlräume angebracht, in die während der Fertigung Klebstoff eingespritzt wird. Auf diese Weise können durch einen einzigen Arbeitsschritt viele Komponenten gleichzeitig verklebt werden. Oft ist auch auf der anderen Seite der Membran ein Gehäuse erforderlich, das auf ähnliche Weise angebracht wird.

Bis zu diesem Zeitpunkt werden bei jedem Arbeitsschritt mehrere Komponenten nebeneinander bearbeitet. Dies ist ein wesentlicher Beitrag dazu, daß das AMANDA-Verfahren so preisgünstig sein kann. Im nächsten Schritt werden die nebeneinander im Nutzen gefertigten Komponenten einzeln, was in der Regel mit einer Säge erfolgt, und elektrische und fluidische Anschlüsse angebracht (Abb. 1d).

3. Vorteile und Grenzen des Verfahrens

Die Vorteile und Grenzen des AMANDA-Verfahrens werden im folgenden im Hinblick auf Herstellungsaufwand, Fertigungsausbeute und Dauerbelastbarkeit der Komponenten diskutiert.

3.1 Herstellungsaufwand

Der wohl wichtigste Vorteil des AMANDA-Verfahrens ist die kostengünstige Herstellung durch Abformung und Parallelfertigung. Je kleiner die herzustellenden Einzelkomponenten sind, desto mehr können auf einem Nutzen angeordnet werden. Deshalb sinkt der Preis für die Einzelkomponente ungefähr mit dem Quadrat der linearen Abmessungen. Ein ähnlicher Effekt läßt sich erzielen, wenn die Größe der Nutzen erhöht wird. Zur Zeit werden die Membranen auf Siliziumwafern mit einem Durchmesser von 100 mm hergestellt und die abgeformten Nutzen haben Abmessungen von ca. $24 \cdot 64 \text{ mm}^2$. In der Industrie werden heutzutage Wafer mit dem doppelten Durchmesser bearbeitet und durch Spritzguß werden Teile hergestellt, die so groß sind wie z.B. eine Gartenbank. Die Vergrößerung der Nutzen und der Membranen lassen deshalb wesentliche Reduzierungen des Aufwands erwarten. Bei entsprechend großen Stückzahlen lassen sich durch die Automatisierung jetzt noch manuell ausgeführter Fertigungsschritte weitere Kosten sparen.

Für die Verkleinerung der Einzelkomponenten ergeben sich eher Grenzen. So hängt die Meßempfindlichkeit eines Drucksensors z.B. von der Größe seiner Membran ab. Die Größe der elektrischen und fluidischen Anschlüsse läßt sich auch nicht beliebig reduzieren und sehr kleine Komponenten erschweren ihren Einbau in Anlagen und Geräte.

Fertigungstechnisch ergeben sich Grenzen dadurch, daß spritzgegossene Teile eine Streuung in ihren Abmessungen aufweisen und daß Kunststoffe eine vergleichsweise große thermische Dehnung haben. Deshalb müssen bei der Konstruktion mit zunehmender Größe der Nutzen größere Toleranzen vorgesehen werden. Dies steht aber im Widerspruch zu dem Wunsch nach möglichst kleinen Einzelkomponenten.

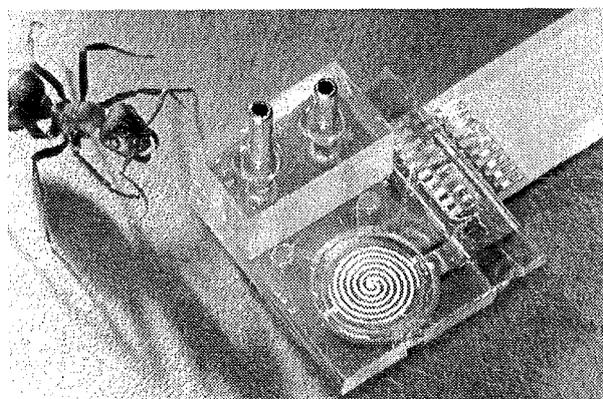


Abb. 2: In einer Kleinserie gefertigte Mikropumpe, die für 150 DM verkauft wird.

Zur Zeit sind die Grenzen der Preisreduktion aber bei weitem noch nicht erreicht. Neben den hier angesprochenen Verbesserungen können noch

einzelne Arbeitsabläufe optimiert und vor allem kann bei den Anschlüssen nach günstigeren Lösungen gesucht werden.

3.2 Fertigungsausbeute

Die Fertigungsausbeute wurde im Rahmen einer Kleinserienproduktion der in Abb. 2 gezeigten Mikropumpe untersucht. Die Fertigung wurde von angelernten Aushilfskräften ausgeführt und von einer arbeitswissenschaftlichen Untersuchung im Rahmen eines Verbundprojektes mit dem Institut für Arbeitswissenschaft und Betriebsorganisation (ifab) der Universität Karlsruhe begleitet [14]. Innerhalb eines Monats wurden über hundert Mikropumpen hergestellt, die die Spezifikationen erfüllen. Dabei wurde eine Ausbeute von 70 % erzielt.

Die Mikropumpe wurde, wie bereits in der Einleitung erwähnt, für die Beprobung von Mikroanalyse-Systemen entwickelt. Um Beeinträchtigungen der Funktion durch Partikel oder Blasen, die in einer Flüssigkeit vorkommen können, zu vermeiden, fördert die Mikropumpe Luft oder andere Gase. Dies wird dadurch erreicht, daß eine dünne Heizwendel auf einer in der Pumpkammer angebrachten Polyimidmembran periodisch erhitzt wird. Das expandierende Gas entweicht durch ein Auslaßventil, das von einem Loch in der Membran über einem ins Gehäuse integrierten Ventilsitz gebildet wird.

Wenn eine Flüssigkeit bewegt werden soll, wird die Luft in einem Kapillarsystem gepumpt und damit die Flüssigkeitssäule transportiert.

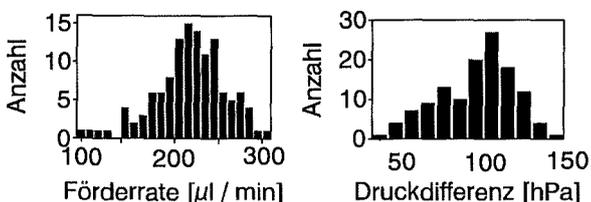


Abb. 3: Förderraten und erzeugte Druckdifferenzen einer Monatsproduktion von Mikropumpen

Abb. 3 zeigt die Förderraten der in einem Monat hergestellten Mikropumpen. Die mittlere Förderate ohne Gegendruck beträgt $218 \pm 40 \mu\text{l}/\text{min}$ (Mittelwert und Standardabweichung). Als maximaler Gegendruck, den die Pumpen bei entsprechend verminderter Förderrate aufbauen, wurden $96 \pm 23 \text{ hPa}$ erreicht.

Der während der Kleinserienfertigung ermittelte Arbeitsaufwand beträgt 61 Minuten pro Mikropumpe. Der festgestellte Herstellungsaufwand pro Pumpe beträgt 150 DM. Diese Pumpe wird für diesen Preis angeboten und wurde schon 170 mal verkauft (fast so häufig, wie Gutenbergs Bibeln). Die arbeitswissenschaftlichen Untersuchungen ergaben, daß ein kleines Unternehmen mit zwei Mitarbeitern in einer 25 m² großen Werkstatt 144 Pumpen in 10 Tagen fertigen könnte, wenn es

sich auf die Montage beschränkt und den Spritzguß und die Membranherstellung extern durchführen läßt. Spritzguß und Membranfertigung sollten auch deshalb in Betrieben erfolgen, die sich auf diese Prozesse spezialisiert haben, weil sonst die Investitionskosten für ein kleines Unternehmen zu hoch wären. Für größere Firmen sind unter Umständen andere Modelle der Arbeitsteilung vorteilhaft.

Aufgrund der Erfahrungen aus der Kleinserienfertigung wurden in der Hauptabteilung Prozeßdatenverarbeitung und Elektronik (HPE) des Forschungszentrums Geräte für den Test von Mikropumpen während der Fertigung und vor der Auslieferung an den Kunden entwickelt [15]. Durch diese Geräte konnte der Aufwand für die Qualitätskontrolle bei gleichzeitig erhöhter Zuverlässigkeit wesentlich gesenkt werden.

3.3 Dauertests

Der bewegliche Teil von AMANDA-Komponenten ist die Membran. Deshalb zeigt sich in Dauertests der Mikropumpen stets, daß die Membran zum Ausfall führt [16]. Typischerweise bildet sich ein Riß in der Pumpmembran, der die Heizwendel durchtrennt. Die mittlere Lebensdauer und die Leistung der Pumpen hängt dabei sehr von der Art des verwendeten Membranmaterials ab. Membranen aus dem Polyimid Probimide 7505 von Olin erreichen eine mittlere Lebensdauer von ca. 3000 Stunden und Förderraten und erzeugbare Drücke, wie sie aus der Kleinserienfertigung bekannt sind. Mit einer Membran aus Probimide 7005 (Fa. Olin) werden dagegen Förderraten von ca. 400 µl/min und Drücke von ca. 200 hPa erreicht. Allerdings beträgt die mittlere Lebensdauer dieser Pumpen nur ca. 200 Stunden. Das ideale Membranmaterial hängt deshalb vom geplanten Einsatzzweck der Pumpen ab.

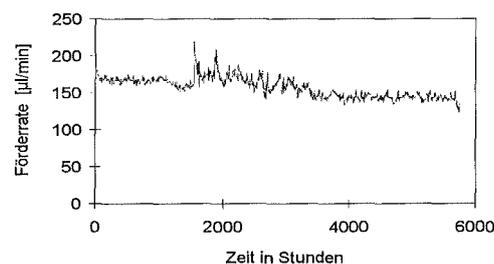


Abb. 4: Förderrate einer Mikropumpe im Dauertest. Die Pumpe hat mehr als 5700 Betriebsstunden bei 20 Hz absolviert, ohne daß sich ein Defekt zeigt. Dies entspricht mehr als $4,1 \cdot 10^8$ Lastwechseln der Pumpmembran.

In Abb. 4 ist die Förderrate einer unregelmäßig betriebenen Mikropumpe während eines Dauertests gezeigt, der schon seit 5700 Betriebsstunden andauert, ohne daß eine Beschädigung an der Pumpe festzustellen wäre. Die Membran dieser Pumpe be-

steht aus Probimide 7505 und ist im Bereich der Pumpmembran durch eine zusätzliche Polyimidschicht verstärkt, die die Heizwendeln überdeckt. Wegen der sehr langen Betriebszeiten, die sich erreichen lassen, gibt es noch nicht genügend Daten, die statistisch signifikant darlegen, daß eine solche Verstärkung der Pumpmembran zu einer erhöhten Lebensdauer führt. Der in Abb. 4 dargestellte Dauertest deutet aber darauf hin.

Ein Dauertest mit der Membran eines bistabilen Mikroventils wurde nach 4276 Stunden abgebrochen, ohne daß eine Beschädigung der Membran festgestellt werden konnte. Die Membran war 25 µm dick und hatte einen Durchmesser von 3,3 mm. Sie stand unter einer mechanischen Druckspannung, so daß sie sich entweder nach oben oder nach unten auswölbte (Abb. 7). Diese Membran wurde von Druckpulsen mit 250 hPa mit einer Frequenz von 20 Hz hin- und hergeschaltet. Dies entspricht mehr als $3 \cdot 10^8$ Lastwechseln.

Ein weiteres interessantes Ergebnis der Dauertests ist, daß die Mikropumpen in keinem Fall durch das Verstopfen eines Ventils stehen blieben. Dies spricht für das Konzept, Flüssigkeiten mit Mikropumpen indirekt zu fördern, denn bei der direkten Förderung von Flüssigkeiten treten solche Defekte immer wieder auf.

4. Pumpen

Wie oben beschrieben, wurden die in Kleinserie gefertigten Mikropumpen für die Beprobung von Mikroanalysesystemen ausgelegt. Da sich diese Analysesysteme bisher nicht am Markt etabliert haben, sind dem Verkauf der Mikropumpe in größeren Stückzahlen vergleichsweise enge Grenzen gesetzt. Das Marktinteresse besser treffen würden Mikropumpen, die für die Dosierung kleiner Probenmengen auch gegen einen größeren Druck ausgelegt sind und dabei noch preisgünstiger sind als die bisherige Pumpe. Hierfür ist, wie Marktrecherchen ergaben, vor allem im Bereich der Medizin mit einem größeren Markt zu rechnen.

Deshalb wurde eine Mikropumpe mit einer kleineren Baugröße entwickelt, die, wie oben beschrieben, mit einem geringeren Aufwand pro Pumpe gefertigt werden kann. Dabei wurden die im Institut für Angewandte Informatik (IAI) des Forschungszentrums entwickelten Simulationsprogramme eingesetzt [17]. Wie in Abb. 5 dargestellt, besteht die Pumpe aus zwei Stufen.

Wenn die erste Pumpstufe allein gefertigt worden wäre, erreichten ihre lateralen Außenabmessungen nur noch $5,6 \cdot 9 \text{ mm}^2$. Die von dieser Pumpe auf dem Nutzen benötigte Fläche wäre damit nur noch etwa halb so groß wie bei der bisherigen Mikropumpe. Es ist also ein stark verringerter Fertigungsaufwand pro Pumpe notwendig. Trotzdem ergaben Messungen an dieser Pumpe bei

einer Frequenz von 20 Hz und 0,6 ms langen Heizpulsen von 15 V (ca. 300 mA) noch eine Förderate ohne Gegendruck von ca. 90 µl/min und einen erzeugbaren Druck von ca. 110 hPa. Die mittlere Öffnung zwischen der 1. und 2. Pumpstufe wurde nach diesen Messungen verschlossen und die Leistungen beider Pumpstufen zusammen untersucht. Dabei wurde die Heizwendel der 2. Stufe ca. 1 ms später angesteuert als die der ersten Stufe. Auf diese Weise wurde eine vergleichbare Förderate und ein Druck von 210 hPa erzeugt.

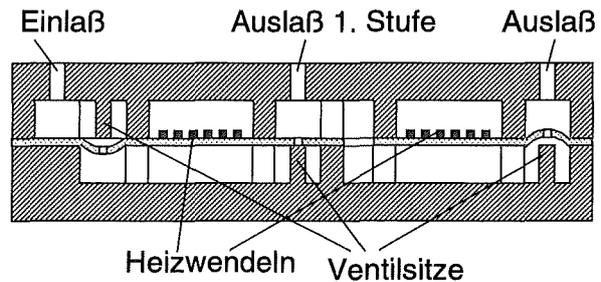


Abb. 5: Mikropumpe mit zwei Stufen zur Druckerhöhung

5. Druck- und Flußsensoren

Da die Förderate von Pumpen im allgemeinen vom Gegendruck abhängig ist, müssen die Mikropumpen über Flußsensoren geregelt werden, um für ein Dosiersystem eingesetzt werden zu können. Hierfür wurden Flußsensoren entwickelt, die integriert mit den Pumpen gefertigt werden können [7]. Die Flußsensoren bestehen aus einem Drucksensor, der den Druckabfall über einer Kapillare mißt. Dieser Druckabfall ist proportional zum Volumenstrom.

Wie Abb. 1 zeigt, besteht der Drucksensor aus einer Membran, auf der Dehnungsmeßstreifen angebracht sind. Im Zentrum der Membran befinden sich radiale und in ihrem Randbereich tangential Dehnungsmeßstreifen aus Gold. Diese Meßstreifen sind zu einer Wheatstoneschen Meßbrücke zusammengeschaltet, mit der der Einfluß von Dehnungen, die nicht auf eine Änderung der Membranauslenkung zurückgehen, kompensiert wird.

Der Bereich der Membran, auf dem sich die Dehnungsmeßstreifen befinden, ist mit einer Polyimidplatte bedeckt, deren Durchbiegung gemessen wird. Diese Platte ist notwendig, um eine lineare Kennlinie zu erhalten. Die Platte wird fotolithografisch strukturiert und kann deshalb mit hoher Justiergenauigkeit zu den Dehnungsmeßstreifen angebracht werden. Wenn die Membran dicker ausgeführt worden wäre, statt eine Platte über den Meßstreifen anzubringen, hätten sich zwei Schwierigkeiten ergeben. Zum einen könnte der Sensor nicht mehr integriert mit einer Mikro-

pumpe gefertigt werden, weil die Ventilmembranen der Mikropumpe so dünn wie möglich sein müssen. Zum anderen wäre eine Positionierung der Gehäuse zu den Meßstreifen nicht auf wenige Mikrometer genau möglich gewesen, wodurch sich nichtlineare Kennlinien ergäben.

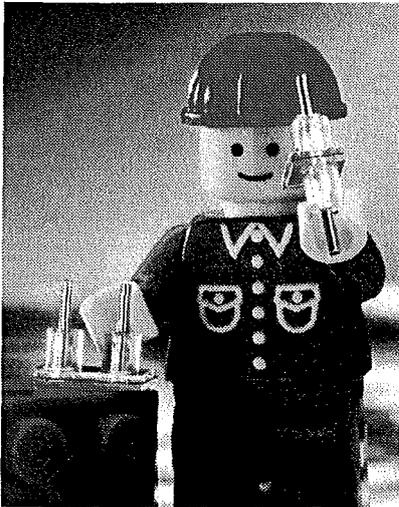


Abb. 6: LEGO-Männchen mit einem Drucksensor (rechts im Bild) und einem Flußsensor (auf dem Stein) [7]. Der Drucksensor ist $5,5 \cdot 4,3 \cdot 1,2 \text{ mm}^3$ groß (ohne Anschlüsse).

Preiswerte Druck- und Flußsensoren aus Kunststoff sind auch unabhängig von der Integration mit einer Mikropumpe von Interesse. Deshalb wurden auch separate Sensoren gefertigt. Die Drucksensoren haben äußere Abmessungen von $5,5 \cdot 4,3 \cdot 1,2 \text{ mm}^3$, sie werden mit einer Versorgungsspannung von ca. 1 V betrieben, und die Sensorplatte und die Dehnungsmeßstreifen wurden für die Meßbereiche von 0 bis 250, 500, 750 und 1000 hPa ausgelegt. Der Einsatz einer Sensorplatte aus einem Kunststoff erweist sich vor allem für die Messung kleiner Drücke als vorteilhaft. Wegen des geringen Elastizitätsmoduls von Polyimid (ca. 3 GPa) braucht die Sensorplatte für einen Meßbereich bis 250 hPa nur einen Durchmesser von $820 \mu\text{m}$ zu haben, und das Totvolumen liegt in der Größenordnung von $0,1 \mu\text{l}$. In Abb. 6 ist unser „kleinster Mitarbeiter“ zu sehen, der einen Druck- und einen Flußsensor in seinen Händen hält.

6. Ventile

Eine weitere wichtige mikrofluidische Komponente, die mit dem AMANDA-Verfahren hergestellt wird, sind Mikroventile. Durch besonders interessante Eigenschaften zeichnet sich das bistabile Mikroventil aus, das in Abb. 7 zu sehen ist [6].

In diesem Ventil ist eine Membran unter mechanischer Druckspannung eingebaut, so daß sie sich entweder gegen den Ventilsitz lehnt oder ihn weit freigibt. Da die Membran sowohl im offenen als

auch im geschlossenen Zustand eine stabile Lage einnimmt, braucht diesem Ventil nur während des Schaltvorganges Energie zugeführt zu werden. Zu Testzwecken wurde in der Aktorkammer ein Druck angelegt und damit die Membran hin- und hergeschaltet. Dabei zeigte sich, daß eine solche Membran auch Dauerbelastungen standhält (s.o.). Der für das Schalten in der Aktorkammer erzeugte Druck kann kleiner sein als der am Einlaß anliegende Druck, gegen den das Ventil geschlossen werden soll. Das liegt daran, daß der Druck in der Aktorkammer auf die gesamte Membran wirkt, während der Durchmesser des Einlasses sehr viel kleiner ausgeführt werden kann. Für ein Mikroventil ist das ein großer Vorteil, weil Mikroaktoren im allgemeinen nur geringe Kräfte erzeugen können.

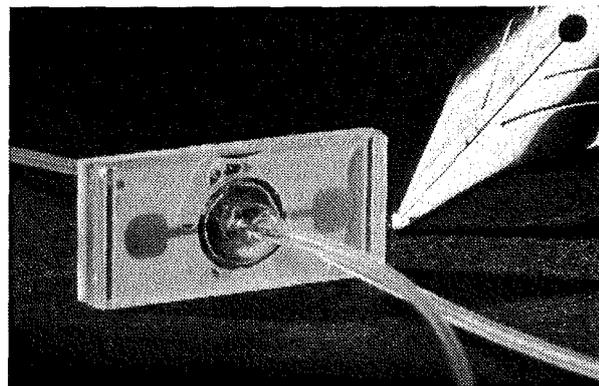
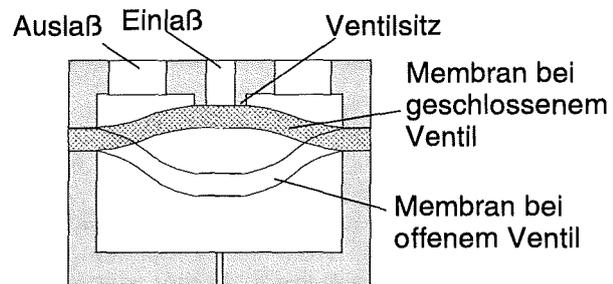


Abb. 7: Mikroventil mit einer bistabilen Membran, die den Einlaß entweder verschließt oder freigibt [6]. Oben: Schematisches Schnittbild, unten: Größenvergleich zur Feder eines Füllfederhalters.

7. Zusammenfassung und Ausblick

Mit dem AMANDA-Verfahren werden Mikrokomponenten wie Pumpen, Ventile und Druck- und Flußsensoren aus Kunststoffen besonders preisgünstig gefertigt. Die Eignung dieses Prozesses für die industrielle Produktion wurde im Rahmen einer Kleinserienfertigung nachgewiesen. Dauertests haben gezeigt, daß mit dem AMANDA-Verfahren hergestellte Komponenten mehr als 400 Millionen Lastwechsel beschädigungsfrei überstehen. Jeder kann sich von der Leistungsfähigkeit des Verfahrens selbst überzeugen, indem er eine Mikropumpe für 150 DM kauft und testet.

Mit dem AMANDA-Verfahren können neben den hier dargestellten noch zahlreiche andere Komponenten hergestellt werden. So ist es z.B. denkbar Wärmeleitdetektoren, Beschleunigungssensoren, Mikrofone, Ultraschallgeber und -empfänger, Berührungssensoren und Schalter zu entwickeln. Sicher ergeben sich im weiteren Gespräch mit der Industrie noch mehr Anwendungen, an die wir bisher noch gar nicht gedacht haben, so daß wir ein bißchen an den Erfolg von Gutenberg anknüpfen können.

Literatur:

- [1] Büstgens, B., Bacher, W., Bier, W., Ehnes, R., Maas, D., Ruprecht, R., Schomburg, W.K., Keydel, L.: „Micromembrane Pump Manufactured by Molding“, Proceedings of 4th International Conference on New Actuators, Actuator'94, Bremen, 15.-17. Juni, 1994, 86 - 90
- [2] Schomburg, W.K., Bacher, W., Bier, W., Büstgens, B., Fahrenberg, J., Goll, C., Maas, D., Menz, W., Seidel, D.: „Fabrication of Microfluidic Devices by Thermoplastic Molding and Diaphragm Transfer“, Proceedings of International Mechanical Engineering Congress'95, ASME, DSC 57-2, San Francisco, CA, USA, 12.-17. September, 1995, 951-956
- [3] Döpfer, J., Clemens, M., Ehrfeld, W., Kämper, K.-P., Lehr, H.: „Development of Low-Cost Injection Molded Micropumps“, Proceedings of 5th International Conference on New Actuators, Actuator'96, Bremen, 26.-28. Juni, 1996, 37-40
- [4] Larsson, O., Öhman, O., Billman, Å., Lundblad, L., Lindell, C., Palmkog, G.: „Silicon Based Replication Technology of 3D-Microstructures by Conventional CD-Injection Molding Techniques“, Proceedings of International Conference on Solid-State Sensors and Actuators, Transducers'97, Chicago, USA, 16.-19. September, 1997, 1415-1418
- [5] Goll, C., Bacher, W., Büstgens, B., Maas, D., Ruprecht, R., Schomburg, W.K.: „Electrostatically Actuated Polymer Microvalve Equipped with a Movable Membrane Electrode“, Proceedings of Micro Mechanics Europe, MME'96, Barcelona, Spanien, 21.-22. Oktober, 1996, 231-234
- [6] Goll, C., Bacher, W., Büstgens, B., Maas, D., Menz, W., Schomburg, W.K.: „Microvalves with Bistable Buckled Polymer Diaphragms“, J. Micromech. Microeng. 6, 1996, 77-79.
- [7] Martin, J., Bacher, W., Hagena, O.F., Schomburg, W.K.: „Strain Gauge Pressure and Volume-Flow Transducers Made by Thermoplastic Molding and Membrane Transfer“, Proceedings of International Workshop on Micro Electro Mechanical Systems, MEMS'98, Heidelberg, 25.-29. Januar, 1998, 361-366
- [8] Hoffmann, W., Rapp, R., Bier, W., Bruns, M., Büstgens, B., Daimling, B., Eggert, H., Freywald, K.H., Fromhein, O., Keller, W., Lindemann, K., Maas, D., Ruprecht, R., Schomburg, W.K., Seidel, D., Stolze, D., Süß, W.: „ELMAS - ein modulares elektrochemisches Mikroanalysestystem“, Wissenschaftliche Berichte FZKA 5670, 1995, 100-105
- [9] Mohr, J., Bier, W., Büstgens, B., Fromhein, O., Kühner, T., Müller, C., Radloff, D., Reichert, R., Stepputat, M., Schomburg, W.K., Schoof, S.: „Optochemisches Mikroanalysestystem für die Umweltüberwachung“, Wissenschaftliche Berichte FZKA 5670, 1995, 87-92
- [10] Ruprecht, R.: „Spritzgießen von Mikroteilen aus Kunststoffen, Metallen und Keramiken“, dieser Tagungsband
- [11] Schaller, T., Bier, W., Linder, G., Schubert, K.: „Realization of Microstructured Mold Inserts Using Mechanical Microengineering Methods“, Book of Abstracts, 1st Conference on High Aspect Ratio Microstructure Technology, HARMST'95, Karlsruhe, 3.-5. Juli, 1995
- [12] Kern Micro- und Feinwerktechnik GmbH & Co. KG, 82418 Murnau
- [13] Fahrenberg, J., Schaller, T., Bacher, W., El-Kholi, A., Schomburg, W.K.: „High Aspect Ratio Multi-level Mold Inserts Fabricated by Mechanical Micro Machining and Deep-Etch X-Ray Lithography“, Microsystem Technologies 2, 1996, 174-177
- [14] Munz, D., Zülch, G., Schneck, M., Wolf, P.: „Arbeitsorganisation und Arbeitsplatzgestaltung beim Schritt von der Labormusterfertigung zur industriellen Mikrosystemproduktion“, Abschlußbericht zum Forschungsvorhaben 7532.24-11-14/2, APOLLO, April, 1997
- [15] Albanidis, S.: „Der Pumpenendtest in Hard- und Software“, Benutzeranleitung, 1998, in Vorbereitung
- [16] Ahrens, R., Bacher, W., Martin, J., Rummier, Z., Schomburg, W.K.: „Influence of Material Properties on the Performance of Polymer Micropumps“, Proceedings of International Conference Micro Materials, Micro Mat '97, Berlin, 16.-18. April, 1997, 764-767
- [17] Quinte, A., Meinzer, S., Jakob, W., Süß, W., Gorges-Schleuter, M., Eggert, H.: „Simulation and Design Optimization based on Standard Simulators and Adaptive Search Techniques“, Proceedings of Microsystem Technologies '96, Potsdam, September 1996

Mikrosystemtechnik für die Medizin

Mikrosysteme für endoluminale Anwendungen in der Medizin

U. Wallrabe, A. E. Guber, J. Mohr, P. Ruther, A. Ruzzu

Institut für Mikrostrukturtechnik

Zusammenfassung

In vielen Bereichen der Medizin, speziell innerhalb der Minimal Invasiven Therapie, können durch den Einsatz von mikrotechnisch gefertigten Komponenten medizintechnische Geräte in ihrer Funktionalität deutlich verbessert werden oder gänzlich neue medizinische Instrumentarien (Endoluminale Mikrosysteme) für endoskopische Operationen geschaffen werden. Basierend auf dem LIGA-Verfahren und der Mikroschneiderodierttechnik (μ EDM-Technik) werden neue Produkte für die Medizintechnik entwickelt. Dies sind Positioniersysteme und Fräseinheiten für Katheter, sowie Mikroobjektive und miniaturisierte Instrumente für die endoskopische Chirurgie.

1. Einleitung

Kostenreduktion ist eines der dringendsten Themen in unserem Gesundheitswesen. Im chirurgischen Bereich gibt es zwei wesentliche Ansätze: Billigere Operationsmethoden und kürzere Verweilzeiten im Krankenhaus. Letzteres kann insbesondere durch den Einsatz von minimal invasiven OP-Methoden mit Hilfe von Endoskopen und Kathetern erreicht werden. Für etliche Anwendungen müssen die OP-Werkzeuge extrem klein werden, da entweder das zur Operation anstehende Lumen sehr eng ist oder der Weg dahin. Beispiele sind die Koronarchirurgie, die Urologie, Gynäkologie, Neurochirurgie, der HNO-Bereich und die Ophthalmologie. Die Einschränkung in der Größe bedeutet häufig auch eine Einschränkung in der Materialwahl, da nicht alle Materialien ausreichend gut und fein bearbeitet werden können. Auch werden bevorzugt weiche oder elastische Werkstoffe, wie z.B. Polymere oder NiTi-Legierungen verwendet, um das OP-Trauma zu minimieren. Dies kann zur Folge haben, daß die Werkzeuge nach einer OP nicht mehr zu reinigen und zu sterilisieren sind und deshalb Einweg-Teile darstellen. Folglich müssen sie, um dem ersten Anspruch der Kostenreduktion -der billigeren Operationsmethode- gerecht zu werden, preiswert in der Fertigung sein. Hier ist der Ansatz der Mikrosystemtechnik: Parallelfertigung bei gleichzeitig hoher Präzision.

Im folgenden werden vier Beispiele von Miniatur-OP-Werkzeugen für verschiedene Anwendungen vorgestellt. Dies sind ein Positioniersystem für Katheter- oder Endoskopspitzen, eine Fräseinheit für Herzkatheter, ein Objektiv für Neuro- oder andere Miniendoskope sowie miniaturisierte Greif- und Schneidinstrumente für beliebige mikrochirurgische Anwendungen.

2. Positioniersystem

Zur radialen und winkligen Ausrichtung von z. B. Katheterspitzen in einem Blutgefäß werden drei Ballons auf dem (distalen) Ende eines Katheters befestigt (Abb. 1). Mit Hilfe eines Mikroventilsystems, das unmittelbar hinter den Ballons montiert und mit diesen verbunden ist, werden die drei Ballons unabhängig voneinander geschaltet und befüllt. In vollem Zustand berühren die Ballons die Gefäßwand und stützen die Katheterspitze gegen sie ab. Je nach Füllzustand der einzelnen Ballons wird die Spitze radial im Gefäß verschoben bzw. auch gegen die Längsachse verkippt.

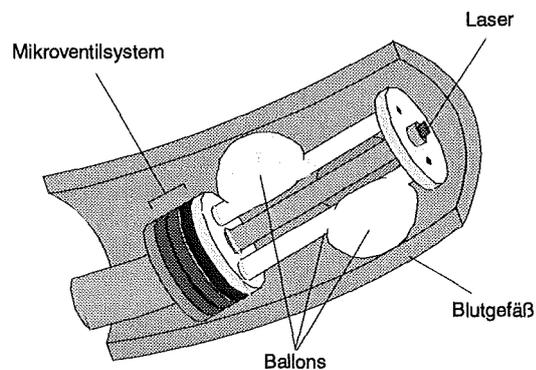


Abb. 1: Schema des Positioniersystems

Das Ventilsystem setzt sich aus 3 mehrstufigen Kunststoffplättchen zusammen, die sowohl die Ventilsitze als auch die Aktorkammern der Ventile formen (siehe [1] für eine detailliertere Beschreibung). Hinzu kommen weitere 3 Anschlußplättchen für den Katheterschlauch und die Ballons, eine Edelstahlkanüle sowie die Ballons selbst.

Alle Plättchen werden mit einer Kombination aus LIGA und mechanischer Mikrofertigung hergestellt [2]. Die Ballons sind in einem Stück aus Polyurethanschlauch gefertigt [3]. Die Einzelteile sind in Abb. 2 im Vergleich zu einem Halb-Millimetermaßstab zu sehen. Der Durchmesser des Ventilsystems beträgt 2,5 mm.



Abb. 2: Einzelteile des Positioniersystems: Mikrostrukturierte Plexiglasplättchen, Ballons aus Polyurethan sowie eine Edelstahlkanüle

Das gezeigte Modell ist ein „normally open“-Ventil, d. h. es ist im nicht aktivierten Zustand offen. In der Aktorkammer befindet sich ein frei aufgehängter Widerstandsheizler. Fließt ein elektrischer Strom durch den Heizler, erhöht sich der Druck in der Aktorkammer. Dadurch wird eine Polyimid-Membran gegen den jeweiligen Ventil-sitz gepresst und verschließt das Ventil.

Abb. 3 zeigt das fertig montierte Positioniersystem. Die Ballons werden durch die zentrale Edelstahlkanüle in der Längsrichtung stabilisiert. Die Kanüle dient auch dazu, eine Glasfaser zu führen, über die z. B. Laserlicht in das Lumen eingekoppelt werden kann. Links im Bild ist der Katheterschlauch mit der zentralen Fluidzuführung zu sehen. Der Durchmesser des Positioniersystems kann zwischen 2,5 mm und 4 mm (Vorgabe durch Ventilgehäuse bzw. verwendete Ballongröße) variiert werden.

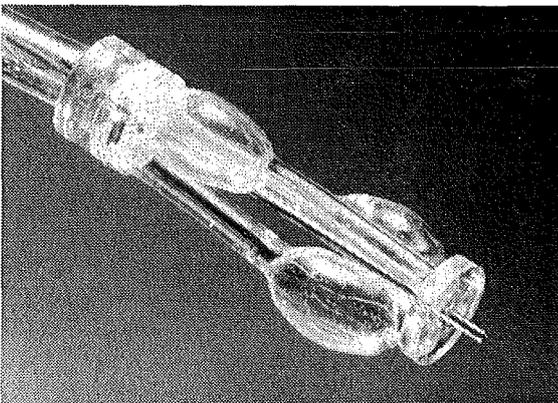


Abb. 3: Positioniersystem auf einer Katheterspitze

Zum Nachweis des Positionierungsvorgangs wird die Katheterspitze in ein Glasröhrchen mit 4 mm Innendurchmesser gesteckt. Dies erlaubt bei einer Kippbewegung der Spitze eine Deflektion von 5°. Bei seitlicher Bewegung der Spitze beschreibt der Lichtpunkt, der aus der Glasfaser austritt, ein Parallelogramm mit einer maximalen Verschiebung von 0,5 mm. Bei größeren Lumen und entsprechend größeren Ballons nimmt der Verstellweg und -winkel zu.

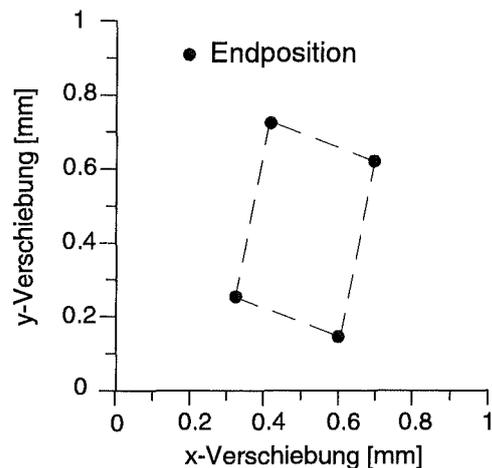


Abb. 4: Erreichbare Positionen der Katheterspitze in 4 mm-Glasröhrchen

3. Fräseinheit für Herzkatheter

Zum Abtrag von arteriellen Ablagerungen (Plaque) in den Herzkranzgefäßen (Koronarien) werden Herzkatheter mit Schneid- oder Fräsköpfen ausgestattet. Um die Katheter möglichst flexibel zu gestalten, sollte der Antrieb des Fräskopfes direkt hinter ihn gebaut sein. Zu diesem Zweck werden Mikroturbinen in die Katheterspitze integriert. Als biokompatibles Antriebsmedium wird Wasser oder sterile Kochsalzlösung verwendet. Somit ist der nicht zu vermeidende Leckfluß aus dem Turbinengehäuse in das Blutgefäß unschädlich [4]. Die Fluidzufuhr sowie teilweise auch die -abfuhr erfolgt über den Katheterschlauch.

Abb. 5 zeigt eine Katheterspitze mit bereits zusammengesetzten Turbinenbauteilen vor einer Millimeterskala. Ein Turbinenrotor ist auf einer Welle aufmontiert und von einer Düsenplatte umgeben. Beide Teile werden in ein Turbinengehäuse, das die Katheterspitze darstellt, eingesetzt. Der Außendurchmesser beträgt 2,5 mm. Der zentrale Hohlzylinder wird für den sog. Führungsdraht benötigt, der durch den gesamten Katheter verläuft und auf den der Katheter während der Operation aufgefädelt wird. Dies hilft dem Chirurgen, den Katheter im richtigen Gefäß zu positionieren.

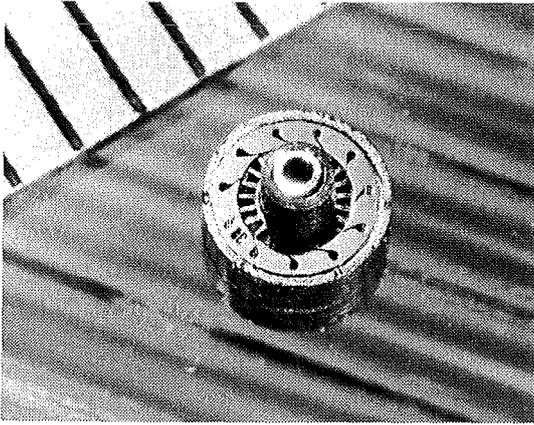


Abb. 5: Turbine mit ungedeckeltem Gehäuse vor Millimetermaßstab, $\varnothing = 2,5 \text{ mm}$

Das Fluid wird durch das Gehäuse in einem ringförmigen Kanal hinter den Düsen zugeführt. Es tritt im weiteren durch die Düsen und wird unter dem durch die Düsen definierten Winkel in den Rotor eingespritzt und treibt ihn somit zur Rotation an. Dort wird es wiederum nach hinten umgelenkt und in einem inneren Kanal hinter dem Rotor zurückgeführt. Das in Abb. 5 offen dargestellte Gehäuse wird für den Turbinenbetrieb mit einem Deckel versehen, der es nach vorne abdichtet.

Die Düsenplatte und der Deckel werden i. a. mit Röntgentiefenlithographie (RTL) aus PMMA hergestellt. Der Rotor wird mit RTL und anschließender Galvanik hergestellt. Erste Prototypen wurden in Nickel galvanisiert. Aus Biokompatibilitätsgründen ist in Zukunft Gold zu wählen.

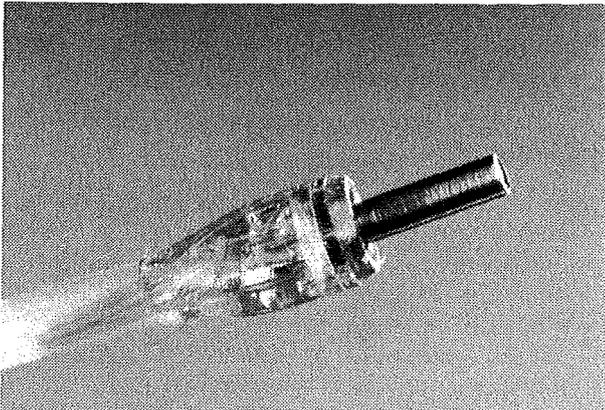


Abb. 6: Katheterspitze mit integrierter Turbine und Antriebswelle für Schneidwerkzeug

Abb. 6 zeigt die Spitze eines Katheters. Die Fluidverbindung zwischen dem Turbinengehäuse und dem Katheter erfolgt über mehrere Polyimid-Mikroschläuche, die als dunkle Linien zu erkennen sind. Der sich verjüngende Bereich zwischen Katheter und Gehäuse ist mit Kleber ausgegossen, um einerseits scharfe Kanten abzudecken und andererseits die Polyimid-Schläuche zu stabilisieren. Auf die Turbinenwelle wird ein speziell

angepaßtes Schneidwerkzeug der Heriot-Watt University [5], Edinburgh, montiert.

In ersten In-vitro-Experimenten wurde erfolgreich in Kreide, Gips und Plaque gefräst. Abb. 7a zeigt ein präpariertes Stück stark kalzifizierter Plaque, das in Epoxy eingebettet ist. Die Ablagerung wurde mit dem Katheter erfolgreich abgetragen und die Oberfläche des Loches geglättet (7b).



Abb. 7 a: Ablagerung in Epoxy 7 b: geglättete Oberfläche

4. Mikroobjektive

Neben den therapeutischen Instrumenten werden in der Minimal Invasiven Chirurgie miniaturisierte Endoskope benötigt. Werden zudem flexible Endoskope gefordert, so geht dies einher mit einer reduzierten Stabilität aufgrund der geforderten dünnen Bauweise. Dies bedingt, gerade im Hinblick auf die notwendige Sterilisation der Instrumente, daß Einweggeräte oder Geräte für wenige Zyklen vorzusehen sind [6]. Da hierbei das Mikroobjektiv am distalen Ende die teuerste Komponente darstellt, wurde am Forschungszentrum Karlsruhe ein Verfahren für die kostengünstige Fertigung von Kunststoff-Mikrolinsen entwickelt (Abb. 8).

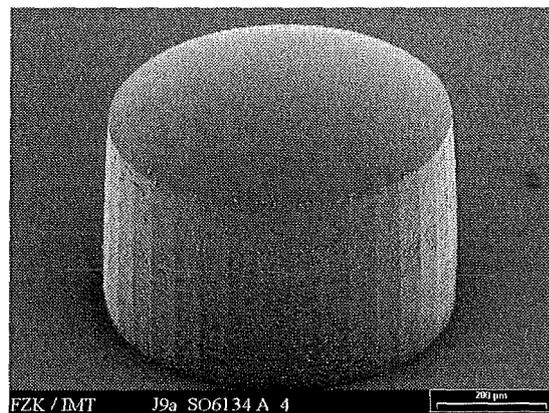


Abb. 8: Abgeformte Linse mit 0,7mm Brennweite

Das Herstellungsverfahren der Linsen basiert auf dem LIGA-Prozeß, der hier durch zusätzliche Prozeßschritte modifiziert ist [7]. Die kostengünstige Massenfertigung der Linsen erfolgt über Kunststoffabformung. Für die Realisation einer Primärstruktur, die in ein metallisches Abform-

werkzeug umkopiert wird, werden zunächst PMMA-Mikrozylinder durch RTL hergestellt. Die Zylinder werden in einem zusätzlichen Prozeßschritt mit Synchrotronstrahlung flutbelichtet und umgeschmolzen. Aufgrund der Oberflächenspannung bildet sich eine sphärische Oberfläche aus. Bei entsprechender Wahl der Zylinderhöhe werden Halbkugeln auf einem Restzylinder erzielt. Der Krümmungsradius der Halbkugeln und damit die Brennweite der Linsen weisen einen linearen Zusammenhang mit dem Durchmesser der Zylinder auf [7]. Werden Linsen mit unterschiedlicher Brennweite benötigt, so haben diese notwendigerweise unterschiedliche Außendurchmesser. In einem optionalen dritten RTL-Schritt kann die Außenkontur der Linsen frei definiert werden, ohne die sphärische Fläche zu verändern. Somit sind Linsen mit unterschiedlicher Brennweite, aber identischen Außendurchmessern zugänglich. Die umgeschmolzenen und randstrukturierten Linsen werden in einem abschließenden Galvanikschritt in ein metallisches Abformwerkzeug umkopiert. Mit diesem Werkzeug können die Linsen kostengünstig reproduziert werden.

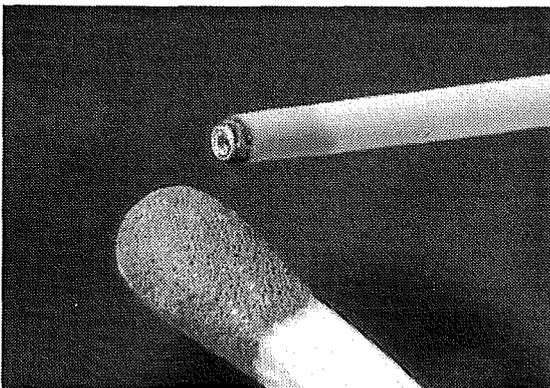


Abb. 9: Mikroobjektiv am distalen Ende des Endoskops

In Zusammenarbeit mit der Aesculap AG wurde ein Mikroobjektiv entwickelt [6], das in Abb. 9 dargestellt ist.

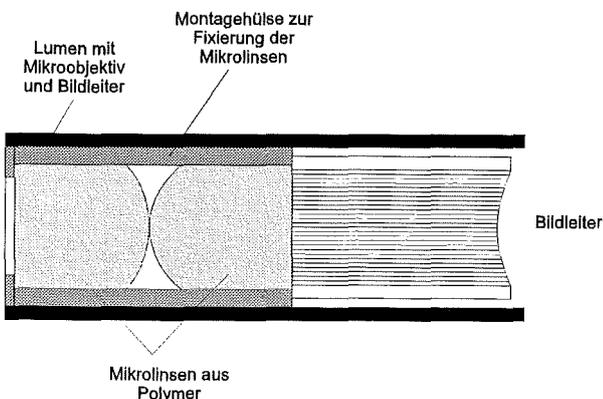


Abb. 10: Schematische Darstellung des Mikroobjektivs

Das Objektiv besteht aus 2 Kunststoff-Mikrolinsen unterschiedlicher Brennweite, die in einem Gehäuse montiert sind (siehe Abb. 10). Das distale Ende des Objektivs wird mit einer Aperturblende abgeschlossen und mit einem Glasplättchen gedeckelt. Der Außendurchmesser der Linsen und des Bildleiters beträgt ca. 580 μm . Der Bildleiter wird im Objektiv in dessen Brennebene positioniert und mit dem Gehäuse verklebt.

Für das Objektiv wurde eine optische Auflösung besser 10 μm ermittelt, wenn Aperturblenden mit einem Durchmesser zwischen 80 und 200 μm verwendet werden. Die Auflösung des Endoskops ist vor allem durch den Bildleiter beschränkt. Der Öffnungswinkel des Objektivs beträgt 65°. Die Abbildungsgüte des Endoskops mit Bildleiter zeigt Abb. 11 bei einer Gegenstandsweite von ca. 8 mm.

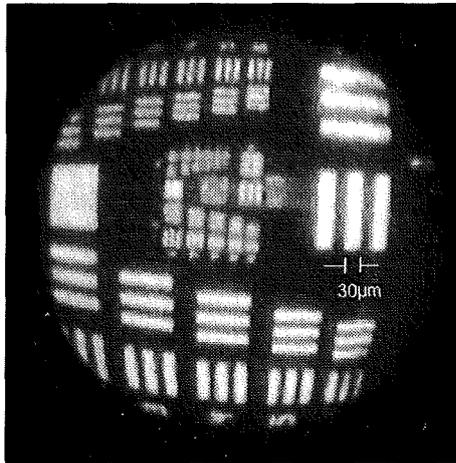


Abb. 11: USAF-Testmuster, abgebildet über Mikroobjektiv, Bildleiter und CCD-Kamera bei einem Arbeitsabstand von ca. 8 mm

5. Miniaturisierte Instrumente zum Greifen und Schneiden

Zum endoskopischen Operieren im Bereich der Minimal Invasiven Therapie werden in zunehmendem Maße auch miniaturisierte chirurgische Instrumente benötigt. Die sichere Entnahme von geringsten Mengen an biologischem Gewebe kann nur noch mit extrem kleinen Greif- und Schneideinstrumenten erfolgen [8]. Diese Instrumente müssen einen geringen Außendurchmesser besitzen, damit sie auch durch kleinste Öffnungen in den Körper eingeführt werden können. Die am distalen Ende der Instrumente befindlichen mechanischen Strukturen, welche zum Ergreifen oder Schneiden von Gewebeproben erforderlich sind, müssen mit mikrotechnischen Fertigungsmethoden hergestellt werden.

Stark miniaturisierte Instrumente können beispielsweise auf Basis von dünnen Drähten aus Nickel-Titan-Legierungen gefertigt werden. Durch Ausnutzung der Superelastizität des bioverträg-

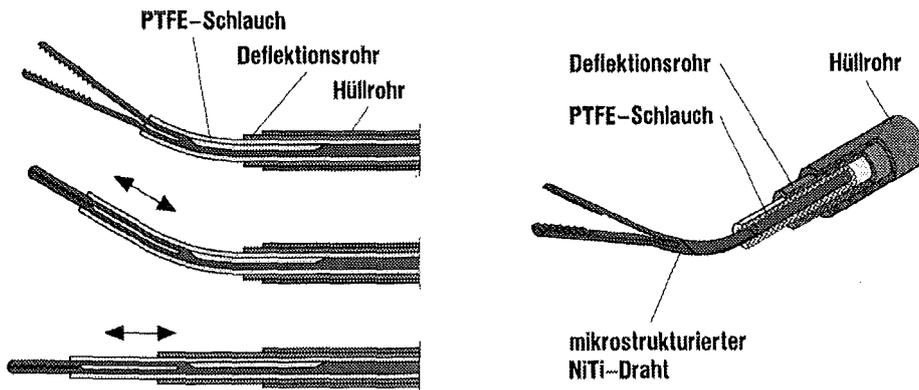


Abb. 12: Aufbau und Funktionsweise eines Mikroinstrumentes am Beispiel einer Faßzange

lichen NiTi-Werkstoffes kann bei diesen Instrumenten auf die sonst üblichen mechanischen Gelenke gänzlich verzichtet werden [9]. Abb. 12 zeigt in einer schematischen Darstellung den Aufbau und die Funktionsweise der Mikroinstrumente am Beispiel einer Mikro-Faßzange. Die Maulteile der Zange sowie eine Deflektionsstelle werden mit Hilfe der Mikro-Schneiderodierttechnik (μ EDM-Technik) direkt in den NiTi-Draht hineingearbeitet. Um die offene und abgewinkelte Gebrauchform des Instrumentes zu erhalten, muß dieses nach der mikromechanischen Bearbeitung noch in eine Biegevorrichtung eingespannt und einer Wärmebehandlung unterzogen werden, wobei induzierte Biegespannungen abgebaut werden [9].

abgewinkelte Instrument gerade gebogen. Das Öffnen und Schließen der Zange bzw. die gezielte Deflektion können unabhängig voneinander ausgeführt werden. Das äußere Hüllrohr dient als Führungs- und Schutzkanüle. Die Bedienung des Instrumentes kann entweder mit einem speziellen Handgriff oder über einen computergesteuerten Manipulator erfolgen. Miniaturisierte Instrumente auf Basis des hier vorgestellten Funktionsprinzips erlauben, „um die Ecke herum“ zu operieren und erschließen somit einen zylinderförmigen Arbeitsbereich.

Die Realisation verschiedener miniaturisierter Instrumente aus NiTi erfolgte im Rahmen einer gemeinsamen Entwicklung zusammen mit der Aesculap AG. Alle Mikroinstrumente können in speziellen Trokarsystemen geführt werden. In Abb. 13 ist in einer REM-Aufnahme eine geöffnete Mikrozange dargestellt, welche erodiert technisch in einen nur 0,63 mm dünnen NiTi-Draht hineingearbeitet wurde. Die maximale Öffnungsweite der Mikrozange beträgt 3 mm. Die Maulteilprofilierung weist hier eine Zick-Zack-Verzahnung auf. Andere geometrische Formen der Maulteilverzahnung sind technisch problemlos herstellbar, so daß ein rutschesicheres Ergreifen von Gewebe jederzeit gewährleistet ist.

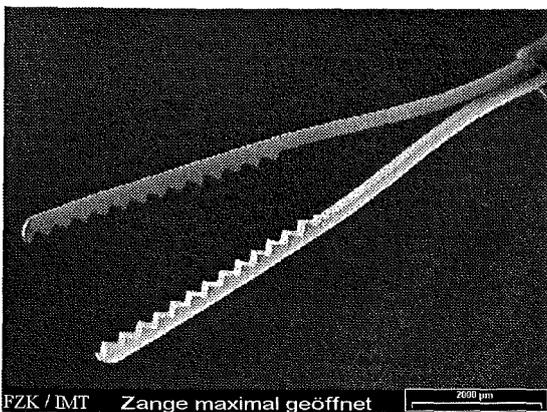


Abb. 13: REM-Aufnahme einer geöffneten Mikro-Faßzange. Durch Verschieben des längsbeweglichen PTFE-Schlauches werden die geöffneten Maulteile zusammengedrückt.

Der Schließvorgang erfolgt mit Hilfe eines flexiblen PTFE-Schlauches, der über den NiTi-Draht nach vorne geschoben wird. Dabei werden die auseinandergespreizten Maulteile zusammengedrückt, und die Zange schließt sich. Wird zusätzlich ein starres, ebenfalls längsbewegliches Deflektionsrohr nach vorne bewegt, so wird das

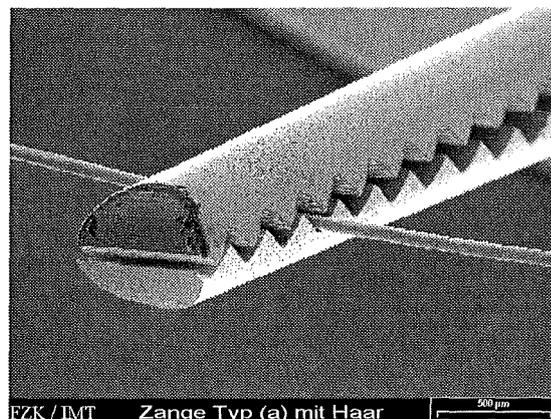


Abb. 14: REM-Aufnahme einer geschlossenen Mikro-Faßzange, die ein menschliches Haar hält

Abb. 14 zeigt in einem REM-Foto eine geschlossene Mikrozange, die ein menschliches Haar hält und verdeutlicht, wie klein die biologischen Strukturen sein können, die mit solchen Zangen gefaßt werden können [9].

Auf Basis des in Abb. 12 gezeigten Funktionsprinzips werden auch gelenkfreie und deflektierbare Mikroscheren hergestellt: Anstelle der Maulteile werden mit μ EDM-Technik kleinste Schneiden in den NiTi-Draht hineingearbeitet. Das Einbringen der Scherenstruktur erfordert, daß der NiTi-Draht während des Fertigungsprozesses sehr exakt gedreht wird. Abb. 15 zeigt eine fertige Mikroschere, welche in einen nur 0,65 mm dünnen NiTi-Draht hineingearbeitet ist. Ein nachträgliches Schleifen der NiTi-Schneiden ist bisher nicht vorgenommen worden, da die Wirksamkeit der Mikroscheren erfolgreich an verschiedenen Teststrukturen nachgewiesen werden konnte [9].

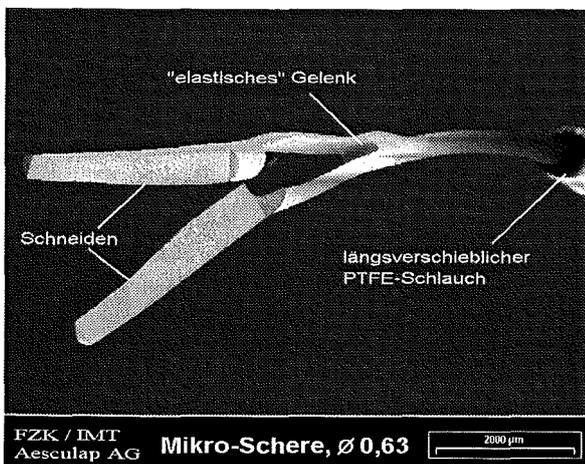


Abb. 15: REM-Aufnahme einer geöffneten Mikroschere

6. Ausblick

Alle hier gezeigten Mikrosysteme für Endoluminalanwendungen wurden im Rahmen von Forschungsprojekten (EU-Projekt IMICS und BMBF-Verbundprojekt MINOP) in Zusammenarbeit mit der Industrie entwickelt. In diesen Projekten wurden die Mikrosysteme für die jeweilige spezielle Anwendung ausgelegt, d.h für Herzkatheter und Neuroendoskope. Die Einsetzbarkeit der Systeme geht jedoch weit über diese speziellen Anwendungen hinaus. Ein gewebeschonendes Positionieren und Arretieren von OP-Werkzeugen ist generell wünschenswert. Flexible Kleinstendoskope mit einem miniaturisierten Instrumentarium werden in zahlreichen anderen medizinischen Fächern benötigt, z.B. in der Gynäkologie und Urologie. Aber auch zur Inspektion oder zur Montage in engen, verwinkelten Röhren im allgemeinen technischen Bereich können sie be-

nutzt werden. Fräs- oder Bohrmöglichkeiten sind z.B. in der HNO-Chirurgie erforderlich. Der Turbinenantrieb kann aber auch als Alternative zu elektrischen Kleinstmotoren dort von Bedeutung sein, wo aufgrund gefährlicher Arbeitsumgebung, z.B. im Explosivbereich, kein elektrischer Strom verwendet werden darf.

Aus diesem Grunde werden alle vorgestellten Mikrosysteme auch über die bisherigen neuen vielfältigen Anwendungen zuzuführen.

Literatur

- [1] Ruzzu, A., Bade, K., Fahrenberg, J., Maas, D.: „Positioning system for catheter tips based on an active micro valve system“, to be published in J. Micromech. Microeng. (1998)
- [2] Ruzzu, A., Fahrenberg, J., Hecke, M., Schaller, T.: „Multi-functional valve components fabricated by combination of LIGA processes and high precision mechanical engineering“, to be published in Microsystem Techn. (1998)
- [3] Quentin, R.: Unveröffentlicht
- [4] Wallrabe, U., Mohr, J., Tesari, I., Wulff, K.: Power Characteristics of 3-d Operated Micro-turbines for Minimally Invasive Therapy, Proc. IEEE Micro Electro Mechanical Systems, San Diego, Ca., USA; (Feb. 1996) IEEE Catalog Number 96CH35856, pp. 462-466
- [5] Reuben, R.: Unveröffentlicht
- [6] Fischer, M., Göttert, J., Guber, A.E., Köhler, U., Mohr, J., Oertmann, F.-W., Ruther, P.: Auslegung und Herstellung von Kunststoff-Mikrolinsen und Mikrolinsensysteme für flexible Endoskope in der Neurochirurgie, Proc. Abschlußseminar Projekt-MINOP, Reihe Innovationen in der Mikrosystemtechnik VDI/VDE Band Nr. 50 (1997), S. 107-125
- [7] Ruther, P., Gerlach, B., Göttert, J., Ilie, M., Mohr, J., Müller, A., Oßmann, C.: Fabrication and characterisation of microlenses realized by a modified LIGA process, Pure and Applied Optics, 6 (1997) pp. 643-653
- [8] Guber, A.E., Wieneke, P., Doczi, T., Fries, G., Gabbert, U., Gallyas, F., Hüwel, N., Lauschke, U., Menz, W., Neuhäuser, U., Perneczky, A., Reindl, M., Schmidt, F., Vogler, K.: „Miniaturisiertes neuroendoskopisches Operationssystem“, Minimal Invasive Medizin 7, 1 (1996), S. 23-31
- [9] Guber, A.E., Giordano, N., Loser, M., Wieneke, P.: „Mikroinstrumente aus Nickel-Titan“, F&M Feinwerktechnik, Mikrotechnik, Mikroelektronik 105, 4 (1997), S. 247-251

Poster / Exponate *

* Im Rahmen des 3. Statuskolloquiums fand eine Ausstellung mit 27 Exponaten des Projekts Mikrosystemtechnik statt. Für die Exponate, die nicht in Vorträgen behandelt werden konnten, wird hier eine Zusammenfassung gegeben.

Evolutionäre Verfahren zur Designoptimierung von Mikrosystemen

W. Jakob, M. Gorges-Schleuter, I. Sieber

Institut für Angewandte Informatik

Zusammenfassung

Eine wichtige Grundlage für den rechnergestützten Entwurf von Mikrosystemen bzw. Mikrokomponenten bilden Simulationsmodelle. Diese ermöglichen es einerseits die Entwicklungszeiten der immer komplexer werdenden Systeme kurz zu halten und andererseits Entwurfsfehler schon im frühen Entwurfsstadium zu erkennen und zu beheben.

Werden die Simulationen manuell durchgeführt, so muß sich der Entwickler wegen der Komplexität des Suchraumes auf nur wenige Designvarianten beschränken. Ein optimales Systemdesign kann daher in der Regel nicht erzielt werden. Eine teilautomatisierte Designoptimierung kann dadurch erreicht werden, daß die manuelle Einstellung der Systemparameter ein evolutionäres Werkzeug übernimmt und die Bewertung des veränderten Designs auf der Grundlage von Simulationsergebnissen stattfindet. Der Entwickler gibt dem evolutionären Optimierer die Systemparameter, eine Designbewertung und eventuelle Restriktionen vor. Die Aufgabe des evolutionären Optimierungswerkzeuges ist es, im Parameterraum eine optimierte Designvariante zu finden.

Bereits Systeme mit nur wenigen Systemparametern können zu sehr komplexen Suchräumen führen. Am Beispiel der Designoptimierung eines 2-Linsen-Systems zur Einkopplung eines Laserstrahls in einen Heterodynempfänger wird die Vorgehensweise bei einer teilautomatisierten Designoptimierung dargestellt. Die Ergebnisse des evolutionären Verfahrens werden mit einem Hillclimbing Verfahren in Bezug auf Konvergenzschnelligkeit und -sicherheit verglichen. Hierbei zeigen sich die Vorteile des adaptiven Suchverhaltens des evolutionären Optimierungswerkzeuges.

1. Einleitung

Die Werkzeugumgebung **SIMOT** (**SI**Mulation and **Opti**mization Tool Environment) [1] unterstützt den Konstrukteur zum einen bei der Entwicklung und Optimierung von Makromodellen, die Mikrosysteme oder Mikrosystemkomponenten mit analytischen Modellen beschreiben, und zum anderen bei der Optimierung von komplexen (Mikro-)Systemen bzw. Komponenten [2].

SIMOT besteht aus zwei Hauptkomponenten, den Simulations- und den Optimierungswerkzeugen. (Bild 1). Entsprechend der vorliegenden Aufgabe kann ein geeigneter Simulator und Optimierer ausgewählt werden. Für die Optimierung von FEM-Komponentenmodellen werden Standardwerkzeu-

ge für die FEM-Simulation und GAMA (Genetischer Algorithmus für die Modelladaption) [1] kombiniert und für die Optimierung eines Designs, etwa die Ansteuerung einer Mikropumpe [3], ein Netzwerk-Simulator und der Optimierer GADO (Genetischer Algorithmus für die Designoptimierung) eingesetzt.

Die evolutionären Algorithmen GAMA und GADO sind Eigenentwicklungen [3]. Im Unterschied zu fast allen anderen Optimierern wird nicht nur von einer potentiellen Modell- bzw. Designvariante ausgegangen, sondern von mehreren gleichzeitig, die sogenannte Population. Das adaptive Verfahren bewertet jede Variante entsprechend der Vorgaben des Konstrukteurs mittels der Ergebnisse aus der Simulation. Die Werte der Systemparameter aus zwei Varianten werden dann rekombiniert und die so gebildete neue Variante simuliert und bewertet. Für die Rekombination werden bessere Varianten bevorzugt ausgewählt, so daß diese eine größere Wahrscheinlichkeit haben Nachkommen zu bilden und ihre günstigen Eigenschaften in der Population verbleiben. Eine weitere Möglichkeit Nachkommen zu erzeugen ist die Mutation. Hierbei werden die Systemparameter einer Variante zufällig modifiziert, wobei kleine Veränderungen wahrscheinlicher sind als große. Die Nachkommen unterliegen einem Selektionsprozeß, dh. nur die besten Nachkommen bilden die Population der nächsten Iteration, die Generation.

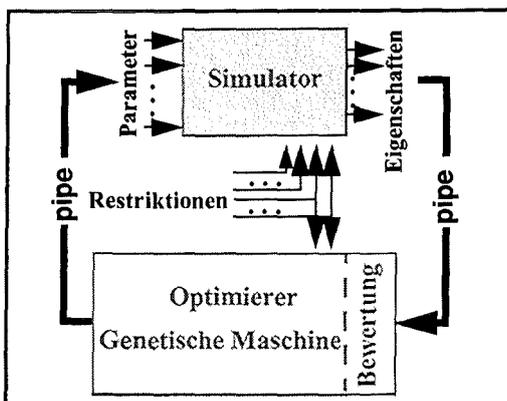


Bild 1: Die Designoptimierung mit SIMOT.

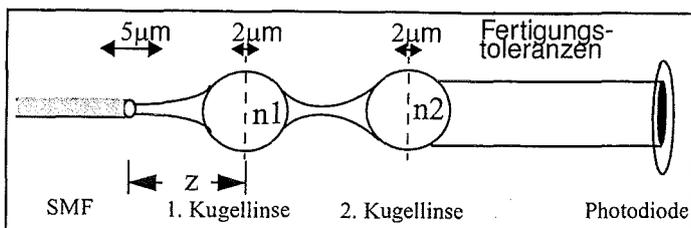


Bild 2: Aufbauskinne des Kollimationssystems.

2. Optimierung eines 2-Linsen-Systems

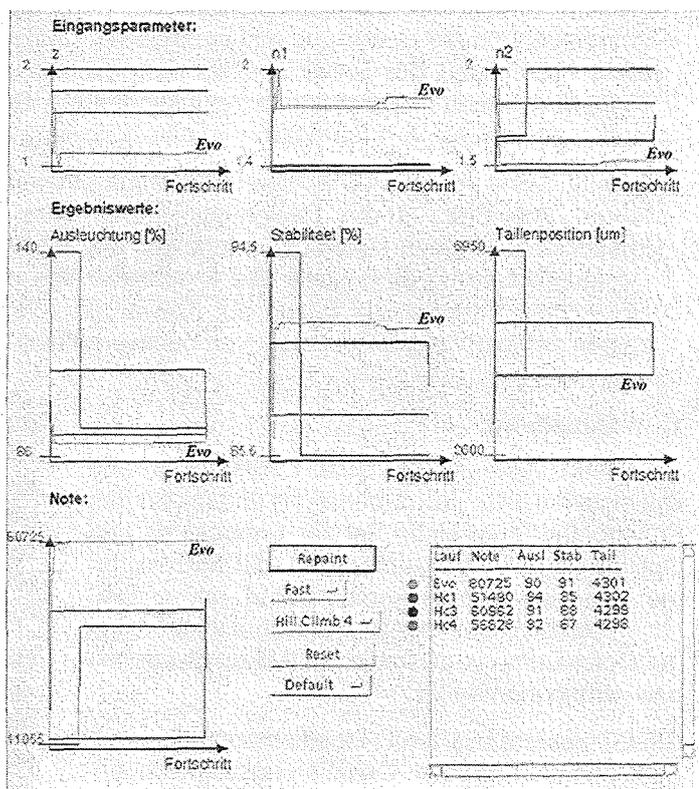
Im Folgenden beschreiben wir den Einsatz unseres Optimierungsverfahrens für die Designoptimierung eines 2-Linsen-Systems zur Einkopplung eines Laserstrahls in einen Heterodynempfänger. Das System benutzt zwei Kugellinsen um die Abstrahlung einer Single-Mode-Faser (SMF) zu kollimieren und die kollimierte Strahltaile auf eine Photodiode abzubilden (Bild 2). Bei der Fertigung entstehen durch das Einfügen der optischen Elemente in bereits vorgefertigte LIGA-Strukturen [4] Toleranzeffekte. Diese Einfügetoleranzen wirken sich auf die Lage der Strahltaile aus und bewirken eine Veränderung der Strahlweite am Ort der Photodiode. Es soll nun ein Kollimationssystem bestimmt werden, das möglichst unempfindlich gegenüber den erwarteten Einfügetoleranzen der einzelnen Elemente ist.

Die Systemparameter sind die Brechungsindices der beiden Kugellinsen (n_1 und n_2) und der Abstand der Faser, die das Licht in das System einspeist, zu der ersten Kugellinse (z). Als Optimierungsparameter werden Ausleuchtung, Stabilität, Strahltaillenposition und Linsenabstand benutzt [2]. Das Kollimationssystem wird mit *Mathematica* von *Wolfram Research* simuliert, wobei die Extremwerte der Fertigungstoleranz benutzt werden, um den Simulationsbereich festzulegen. Aus dem Simulationsergebnis werden die absoluten Werte der Optimierungskriterien berechnet und auf jeden Wert eine vorgegebene Bewertungsfunktion angewendet. So kann erreicht werden, daß z.B. Designs mit einer Ausleuchtung von unter/über 90% exponentiell proportional mit dem Betrag der Abweichung von 90% abgewertet werden. Für die Qualitätsbewertung eines Designs, die Notenberechnung, werden die bewerteten Simulationsdaten gewichtet und aufsummiert.

Der Screenshot zeigt den typischen Optimierungsverlauf von GADO und eines einfachen Hillclimbers (HC). Ausgehend von zufälligen Anfangswerten der Systemparameter wird jeweils ein Parameter solange modifiziert bis keine Verbesserung mehr

möglich ist, dann wird der nächste ausgewählt und dies wiederholt bis keine weitere Verbesserung mehr möglich ist.

Der evolutionäre Algorithmus erreicht mit einer Populationsgröße von 120 Designvorschlägen mit einer Wahrscheinlichkeit von über 90% einen Notenwert der besser ist als 80500. Dafür müssen ca. 15 Generationen mit 6500 Simulationen investiert werden. Im Mittel benötigt der Hillclimber bis zur Konvergenz dieselbe Anzahl von Simulationen. Die Qualität und die Sicherheit sind aber wesentlich geringer. Das Beispiel hat gezeigt, daß bei einem multimodalen Suchraum der Evolutionäre Ansatz seine adaptive Suchstrategie erfolgreich einsetzen kann.



3. Literatur

- [1] H. Eggert, H. Guth, W. Jakob, S. Meinzer, I. Sieber, W. Süß; *Designoptimierung für Mikrosysteme (Verbundprojekt DEMIS)*; 6. Workshop „Methoden und Werkzeuge zum Entwurf von Mikrosystemen“, 4.-5.12.1997, Paderborn, S. 3-10
- [2] H. Eggert, H. Guth, W. Jakob, S. Meinzer, I. Sieber, W. Süß; *Designoptimierung für Mikrosysteme*; 3. PMT Statuskolloquium
- [3] M. Gorges-Schleuter, W. Jakob, W. Süß; *Designoptimierung mittels Evolutionärer Algorithmen am Beispiel einer Mikropumpe*; ATP 2 (1998), Oldenbourg Verlag
- [4] W. Ehrfeld, E. W. Becker; *Das LIGA-Verfahren zur Herstellung von Mikrostrukturkörpern mit großem Aspektverhältnis und großer Strukturhöhe*; KfK-Nachrichten 4 (1987), S. 167-179

Erkennung und Quantifizierung von Gasen mit der Karlsruher Mikronase (=KAMINA)

J. Goschnick, S. Ehrmann

Institut für Instrumentelle Analytik

Zusammenfassung

Intelligente Massenprodukte zu ermöglichen, ist das Ziel eines neuartigen Gassensorchips, der das Herz der KAMINA bildet. Die Struktur des Mikrosystems realisiert auf einfachste und deshalb kostengünstige Weise ein Sensorarray, das die meisten organischen und anorganischen Gase erkennen und in vielen Fällen bis unter 1 ppm nachweisen kann. Mehr noch als der Nachweis einzelner Gase ist aber die empfindliche Erkennung von Gerüchen eine Stärke des Systems, die eine weite Vielfalt von Anwendungen eröffnet. Derzeit werden in Zusammenarbeit mit Firmen in mehr als 10 Anwendungsfelder (z.B. Automobilbereich, Küchen- und Klimatechnik, Medizintechnik) Produktentwicklungen vorbereitet.

1. Einleitung

Kleine, preisgünstige gassensorische Systeme, die eine schnelle Charakterisierung einzelner Gase oder Gaskollektive in der Atmosphäre erlauben, bieten grenzenlose Möglichkeiten Massenprodukte mit intelligenten Funktionen auszustatten. So kann eine Beurteilung der Atmosphäre im Hinblick auf ihr Gefahrenpotential oder ihren Geruchskomfort erfolgen, gasemittierende Prozesse können überwacht oder auch die Luft als Brauchgas bewertet werden. Dies geschieht letztendlich immer um zu informieren oder um regelnd einzugreifen. Als Anwendungsgebiete für eine preisgünstige Gasanalytik in Massenprodukten ist der Einsatz im Automobil sowohl zur Überwachung der Abgase, als auch zur Regelung der Luftqualität im Fahrzeuginnern gegeben. Ebenso ermöglicht die Messung von Aromen beim Kochen und Braten den Zugang zum automatischen Garen. Desweiteren kann durch eine einfache und kostengünstige Atem- oder Körpergeruchsanalyse ein Instrument zur Erfassung menschlicher Gesundheitszustände für den Privatgebrauch entwickelt werden.

Welche Anforderungen sind zu erfüllen? Vor allem gilt es einen für Massenprodukte akzeptablen Preis zu erreichen und hohe, weitgehend wartungsfreie Zuverlässigkeit zu gewährleisten. Natürlich ist angemessene Empfindlichkeit für verschiedenste, meist organische Gase gefragt, aber auch ausreichendes Unterscheidbarkeit und genügende Ansprechgeschwindigkeit. Zudem sollte die Gesamtheit eines geruchsbildenden Gaskollektivs erfaßbar sein. Meist sind auch geringer Platzanspruch und Energieverbrauch wesentlich.

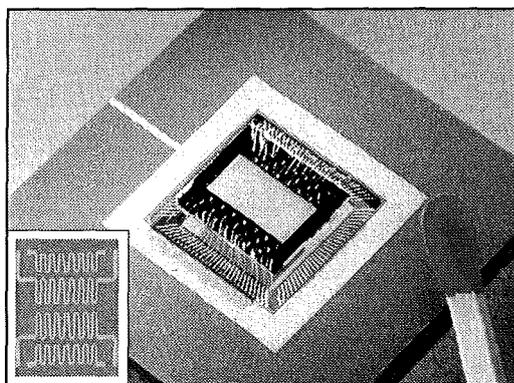


Bild 1 : Im Gehäuse montierter Chip. Die elektrische Verbindung erfolgt durch ultraschallkontaktierte Golddrähte. Die Rückseite (links) trägt vier Heizelemente aus Platin zur kontrolliert inhomogenen Beheizung

2. Systemdesign

Diesem Forderungskatalog versucht das Gassensormikrosystem des Forschungszentrums Karlsruhe zu entsprechen. Einerseits wird wegen höchster Empfindlichkeit, niedriger Kosten und guter Mikrostrukturierbarkeit die inzwischen in der chemischen Sensorik weit verbreitete Leitfähigkeitsmessung an Metalloxiden eingesetzt. Andererseits realisiert der Gassensorchip (s. Bild 1) ein neuartiges Konzept einer Anordnung mehrerer Sensoren unterschiedlichen Ansprechverhaltens (sog. Array), die ein ungleich höheres Informationspotential besitzt als ein Einzelsensor. Die Besonderheit des Karlsruher Mikroarrays besteht darin, die Sensorelemente kostengünstig in einem einzigen Prozeßschritt zu fertigen und durch eine sog. Gradiententechnik im Ansprechverhalten zu differenzieren. Dabei wird ein monolithisches Metalloxidfeld einfach mit parallelen Plati-

nelektroden unterteilt, so daß viele Metalloxydsegmente entstehen, deren elektrische Leitfähigkeit mit den angrenzenden Platinstreifen gemessen werden kann. Änderungen in der Atmosphärenzusammensetzung ergeben charakteristische Signalmuster, die on-line eine Erkennung und Quantifizierung von Gaskomponenten erlauben. Mehr noch, die geringe Selektivität des einzelnen Sensorelementes wird nun zum Vorteil, weil im Gegensatz zu gasspezifischen Sensoren weit mehr Gase nachgewiesen werden können, als der Zahl der Sensorelemente entspricht. Derzeit werden mit 41 Platinstreifen 40 Sensorelemente gebildet, die zusammen mit 2 Temperaturfühlern auf ca. 100 mm² eines oxidierten Siliziumsubstrats untergebracht sind, das auf der Rückseite zur Erzeugung der notwendigen Betriebstemperatur von meist etwa 300°C noch 4 Heizelemente trägt.

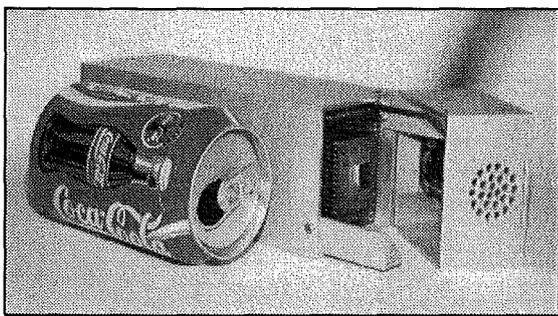


Bild 2: Die Karlsruher Mikronase vereint Gassensor-Mikroarray und mikroprozessorgesteuerte Betriebselektronik. In dem hier geöffnet dargestellten Sensorkopf kann eine aktive Belüftung, ein Partikelfilter und ein Kalibrator integriert werden.

Die Differenzierung der gassensorischen Eigenschaften der Sensorelemente wird durch eine einfache Gradiententechnik erreicht, indem gassensorische Einflußgrößen von einer Seite des Arrays zur anderen kontinuierlich verändert werden. Dazu wird derzeit einerseits die Oberflächentemperatur benutzt, indem ein Betrieb der Heizelemente mit kontrolliert unterschiedlicher Leistung dafür sorgt, das jedes Sensorelement eine etwas andere Temperatur als Nachbarelemente aufweist. Der Temperaturgradient wird durch Heizungsregelung stabilisiert, die mit Temperatur-Istwerten durch Widerstandsmessung von zwei Platinstreifen zu beiden Seiten des Metalloxydfelds versorgt wird. Andererseits trägt das Metalloxyd eine wenige Nanometer dicke gaspermeable Beschichtung aus SiO₂, deren Dicke über den Sensorsegmenten variiert wird. Diese Membran steuert den Gaszugang zum Metalloxyd und beeinflusst demzufolge vor allem die Selektivität des Nachweises, die somit von einer zur anderen Seite des Streifensystems kontinuierlich variiert und zum Leitfähigkeitsmuster des Temperaturgradienten beiträgt. Darüberhinaus ermöglicht die Membran aber auch, die Stabilität des Gassensorsystems zu erhöhen, indem der da-

runterliegenden Detektorschicht Schutz geboten wird.

3. Analytische Leistung

Dieses Konzept hat sich in zahlreichen Erprobungen bewährt und bietet weitgehende Konfektionierungsmöglichkeiten, ohne an der Struktur oder Fertigungstechnik Änderungen vornehmen zu müssen. Durch die Wahl des Metalloxyds, der Betriebstemperatur, der Gradientenart und -stärke, sowie durch chemische Konfektionierung der Membran bestehen mannigfaltige Möglichkeiten, die analytischen Eigenschaften des Gassensorchips an die Anforderungen verschiedenster Anwendungen anzupassen.

Derzeit werden Chips auf Basis von SnO₂ und WO₃ auf ihre Leistungsfähigkeit in praxisnahen Anwendungsstudien geprüft. Außer für Edelgase besteht Empfindlichkeit für nahezu alle Gase, häufig mit Nachweisgrenzen bei 1 ppm und darunter. Ansprechzeiten im Sekundenbereich sind realisierbar. Geruchsunterscheidungen in der Außenluft (z.B. verkehrsbelastete Luft, landwirtschaftlich belastete Luft, saubere Luft) haben sich genauso als machbar erwiesen wie die Erkennbarkeit von Küchendüsten oder Geruchskomponenten in der Atemluft. Grundsätzlich ist zur Erfassung einer allgemeinen Geruchsbelastung die selektionsarme Detektion von Vorteil, da praktisch alle Abweichungen von geruchsneutraler Luft erfaßt werden können. Die Massen-anwendung der gasanalytischen Fähigkeiten des Mikroarrays ist natürlich nur mit einer entsprechend leistungsfähigen wie kostengünstigen Elektronik möglich. Bild 2 zeigt die Karlsruher Mikronase, die den Gassensorchip und die Betriebselektronik vereint.

4. Perspektive

Die Fortsetzung der Entwicklung ist in vollem Gange, denn die Leistungsgrenzen des Mikroarrays sind bei weitem noch nicht erreicht. Die Zukunft wird neue Chips mit anderen Metalloxydschichten und Membranen bringen, um die Unterscheidbarkeit von Gasen oder Gerüchen weiter zu verbessern, um noch schnellere Reaktionszeiten zu realisieren und um auch den Energiekonsum von derzeit etwa 5 W drastisch zu reduzieren. Darüberhinaus wird die unmittelbare Peripherie des Gassensorchips und seine Elektronik weiter zu entwickeln sein, so daß demnächst das Volumen einer Zigaretenschachtel zur Unterbringung ausreicht. Dabei orientiert sich die Arbeit an einer Reihe von Massen-anwendungen, für die im Industrieauftrag gleichermaßen kostengünstige wie leistungsstarke und langlebige Systemlösungen zu finden sind.

Kapillar-Batch-Injektionsanalyse: Eine neue Methode für die Untersuchung von Proben im Nanoliter-Bereich

U. Backofen¹⁾, F.-M. Matysik²⁾, W. Hoffmann¹⁾

1) Institut für Instrumentelle Analytik

2) Universität Leipzig

Zusammenfassung

Eine zuverlässige und einfach ausführbare Methode für die chemische Analyse sehr kleiner Flüssigkeitsvolumina wird vorgestellt, bei der die Handhabung der Proben in Kapillaren mit nachweisstarker elektrochemischer Detektion kombiniert ist. Quarzkapillaren werden für die Aufnahme, den Transport und die Injektion von Nanoliter-Proben auf eine Mikroelektrode in einer Batchzelle eingesetzt. Voltammetrie, Amperometrie und Potentiometrie können für die Detektion genutzt werden. Die Leistungsfähigkeit der neuen Methode wurde für Modellanalyte und Ascorbinsäure demonstriert.

1. Einleitung

Für die chemische Analytik auf den Gebieten der Zellbiologie, Pharmakologie, klinischen Chemie und forensischen Medizin stehen oft nur äußerst geringe Substanzmengen zur Verfügung. Darüber hinaus besteht - ökonomisch und ökologisch motiviert - ein genereller Trend zur Miniaturisierung in der Analytik, der unter Einbeziehung der Mikrosystemtechnik zu "miniaturisierten totalen Analysensystemen" (μ TAS) oder zumindest zu miniaturisierten Systemkomponenten führt [1].

In diesem Beitrag wird eine Methode zur Analyse von flüssigen Proben im Nanoliter-Bereich vorgestellt, die z.T. kommerziell verfügbare Komponenten nutzt. Da insbesondere durch den Einsatz

von Kapillaren aus Quarzglas für das Fluidhandling der Volumenbedarf gegenüber der traditionellen Methode der Batch-Injektionsanalyse [2] drastisch reduziert werden konnte, wurde die Bezeichnung "Kapillar-Batch-Injektionsanalyse" gewählt.

2. Apparatur und Meßverfahren

Entsprechend der schematischen Darstellung in Abb. 1 wird der Analyt aus den Probengefäßen (8) (z.B. Nanotiterplates) in eine Quarzkapillare (1) mit Hilfe eines über eine Mikroliterspritze (3) angekoppelten Dosiergerätes (4) aufgenommen. Anschließend wird die Kapillare (1) durch eine Führungskapillare (5) in die elektrolytgefüllte

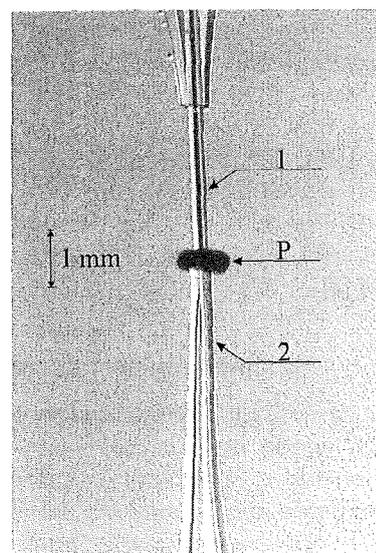
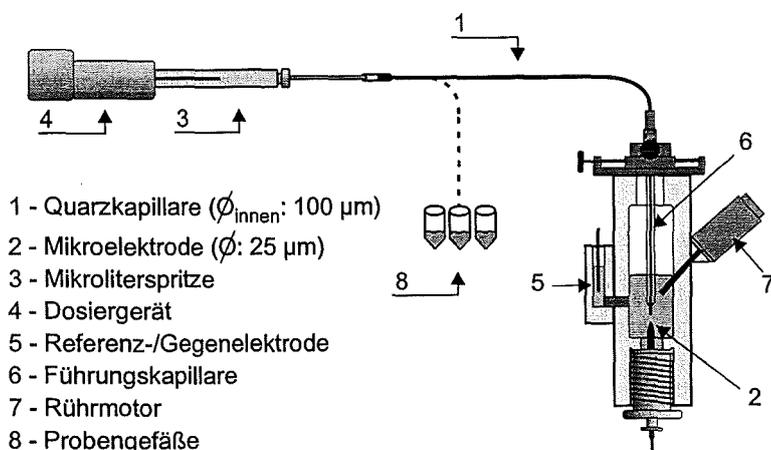


Abb. 1: Apparatur für die Kapillar-Batch-Injektionsanalyse; links: Schema, rechts: vergrößerte Aufnahme der Meßzelle mit der Anordnung von Kapillare (1) und Pt-Mikroelektrode (2) bei Injektion von 188 nl Probenflüssigkeit (P), die zur Demonstration mit Kaliumpermanganat gefärbt wurde.

Batchzelle (Inhalt: 1 ml) eingeführt und in 180 μm Abstand zu einer Platin-Mikroelektrode (2) positioniert. Bei Injektion der Probe (Abb.1, rechts) werden an der Mikroelektrode Signale registriert, wobei als Gegenelektrode eine Ag/AgCl-Referenzelektrode (5) dient. Rühren des Elektrolyten in der Zelle mittels des Motors (7) sorgt für eine schnelle Verteilung der Probe im Batchvolumen. Da dabei eine sehr große Verdünnung erfolgt, ist eine vielfache Probeninjektion ohne Wechsel des Zellelektrolyten möglich.

3. Ergebnisse

3.1 Generelle Leistungsparameter

Nach umfangreicher Charakterisierung und Optimierung der Methode [3] konnte für den Modellanalyt $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ -Lösung ein **Probendurchsatz** von 500 Proben/Stunde erreicht werden (Abb. 2). Die **Präzision** läßt sich als Standardabweichung von 1,1 % für 31 aufeinander folgende Injektionen angeben. Die **Nachweisgrenze** liegt im Picomol-Bereich (2,8 pmol $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, entspricht 1,2 ng). **Minimalvolumina** von 20 nl können reproduzierbar analysiert werden.

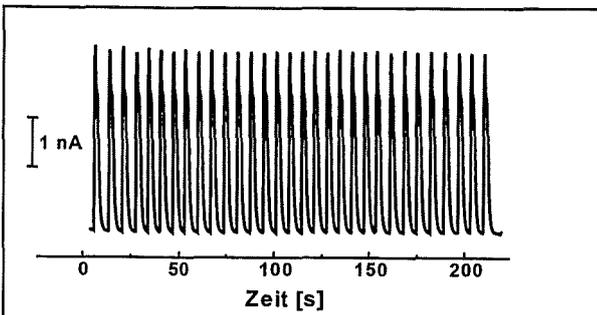


Abb. 2: Reprozierbarkeit und Probendurchsatz, amperometrisch gemessene Signale bei Injektionen von 188 nl 1 mM $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ -Lösung.

Mit Hilfe der Square-Wave-Voltammetrie gelingt auch die **Simultanbestimmung** von Gemischen (z. B. Ferrocen und Ferrocenkarbonsäure), wofür ebenfalls nur sub- μl Probenvolumina erforderlich sind [3].

3.2 Bestimmung von Ascorbinsäure

Als Beispiel für eine biologisch orientierte Anwendung wurde der Ascorbinsäure-Gehalt in 188 nl Probelösung bestimmt. Mittels gepulster Amperometrie konnte eine stabile Aktivität der Mikroelektrode gewährleistet werden. Die Ergebnisse der Kalibrierung (Abb. 3) belegen eine ausgezeichnete Signalstabilität und die große Präzision der Bestimmung.

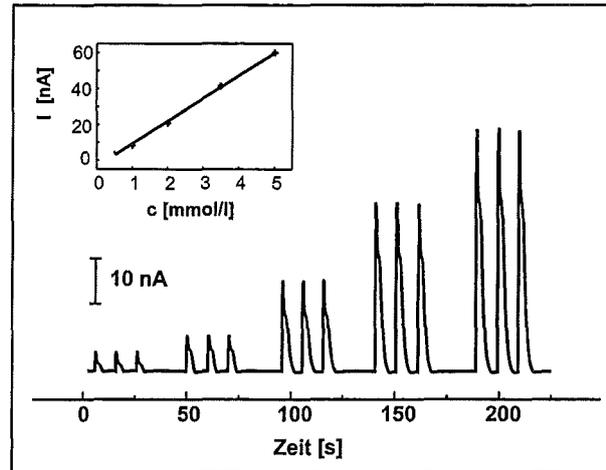


Abb. 3: Signale (unten) und Kalibrierfunktion (oben) für die Ascorbinsäure-Bestimmung, Injektionen von 188 nl 0,5...5 mmol/l Ascorbinsäurelösung, Regressionskoeffizient der Kalibriergeraden: 0,999 ($n = 5$).

4. Schlußfolgerungen

Die erzielten Leistungsparameter qualifizieren die neue Methode der Kapillar-Batch-Injektionsanalyse für die Analytik von Proben im Nanoliter-Bereich. Hervorzuheben ist die große Präzision der Methode bei zugleich hoher Probenfrequenz. Die einfache Handhabbarkeit und niedrige Anschaffungskosten für die Geräteausrüstung prädestinieren die Methode für den Einsatz bei Routineaufgaben. Partner für geeignete Anwendungen werden gesucht.

An konkrete Anwendungen kann die Kapillar-Batch-Injektionsanalyse durch Auswahl des elektrochemischen Detektionsprinzips angepaßt werden. Voltammetrische, amperometrische und potentiometrische Verfahren wurden bereits getestet. Durch Kombination mit entsprechenden Probenvorbereitungstechniken ergibt sich eine weitere Steigerung des Anwendungspotentials.

Literatur:

- [1] Hoffmann, W., Rapp, R. et. al.: "ELMAS - ein modulares elektrochemisches Analysesystem"; in Tagungsband 2. Statuskolloquium des Projektes Mikrosystemtechnik, FZKA 5670 (1995) 100.
- [2] Wang, J., Taha, Z.: "Batch Injection Analysis"; Anal. Chem. 63 (1991) 1053.
- [3] Backofen, U., Hoffmann, W., Matysik, F.-M.: "Capillary Batch Injection Analysis: A novel approach for studying nanolitre samples"; Anal. Chim. Acta, im Druck.

Sensoren und Aktoren aus Dünnschichtverbunden mit Funktionseigenschaften (Magnetostraktion, Formgedächtnis- und Bimetalleffekt)

J. Betz, H. Holleck, F. Gugenberger, B. Winzek, E. Quandt, K. Seemann, A. Ludwig

Institut für Materialforschung I

Zusammenfassung

In diesem Beitrag werden drei Anwendungsbeispiele für den Einsatz von „Smart Materials“ (magnetostriktive, piezoelektrische oder Formgedächtniswerkstoffe) in Dünnschichtform vorgestellt: eine magnetostriktive Membranpumpe, einen mit Formgedächtnis-Verbunden realisierten Thermoschutzschalter und ein Aktor/Sensor-System bestehend aus magnetostriktiven und piezoelektrischen Schichten. Diese Beispiele demonstrieren Möglichkeiten, die erwähnten „Smart Materials“ für Mikroaktoren als Alternative zu den häufig eingesetzten elektrostatischen Antrieben zu verwenden, wobei als Vorteile Eigenschaften wie eine kontaktlose Ansteuerung oder integrierte Sensoreigenschaften herauszustellen sind.

1. Einleitung

Aktoren und Sensoren als Umwandler von elektrischer in mechanische Energie und umgekehrt sind unverzichtbare Komponenten eines Mikrosystems. In letzter Zeit ist die Entwicklung von intelligenten Materialien wegen des stetig steigenden Bedarfes stark vorangetrieben worden. Beispiele hierfür sind Schichtsysteme aus magnetostriktiven, piezoelektrischen und Formgedächtnislegierungen (FG). Die Anwendungen dieser Stoffverbunde sind unter dem Ge-

sichtspunkt der Kompatibilität mit der Halbleitertechnologie entwickelt worden. Als Beispiele für Aktoranwendungen werden hier eine magnetostriktive Mikropumpe mit Diffusorventilen, ein Thermoschutzschalter mit FG-Legierungen und ein Aktor-Sensor-System vorgestellt. Für weitere Anwendungen magnetostriktiver Dünnschichten wird auf den Vortrag Nr. 15 dieses Kolloquiums verwiesen.

	Magnetostruktion	Piezoeffekt	Formgedächtnis
Werkstoffe	TbFe, SmFe, (FeCo/TbFe)	ZnO, AlN, PZT	TiNi, Ti(Ni,Pd), Ti(NiCu)
Aktor-Prinzip			
typische Kennlinien			
spezifische Daten	$b_s = 28 \text{ MPa}$ bei $\mu_0 H_s = 25 \text{ mT}$,	$d_{31} = -50 \text{ pm/V}$	$T_{\text{transform}} = 20 - 500^\circ\text{C}$ im Austenit-Zustand
Vorteile	<ul style="list-style-type: none"> ⊕ kontaktlose Ansteuerung ⊕ einfache Herstellung ⊕ unempfindliches Material 	<ul style="list-style-type: none"> ⊕ Einsatz bei hohen Frequenzen ⊕ geringer Energieverbrauch ⊕ mikroelektr. Kompatibilität 	<ul style="list-style-type: none"> ⊕ große Energiedichte ⊕ nichtlineare Kennlinie ⊕ große Auslenkung

Tab.1.: Vergleich der wichtigsten Eigenschaften der Aktordünnschichtsysteme

2. Experimentelle Methoden

2.1 Schichtherstellung und Charakterisierung

Die Aktorschichten wurden durch DC- bzw. HF-Magnetronspütern bei optimierten Sputterbedingungen auf gereinigten Si-Wafern hergestellt. Nach der Abscheidung werden die Schichten zum Teil getempert, um Schichtspannungen abzubauen, eine Rekristallisation hervorzurufen oder eine beabsichtigte Diffusion durchzuführen. Anschließende mikrostrukturelle, magnetische, elektrische und thermische Untersuchungen schließen die Materialcharakterisierung ab. Deflektometer, basierend auf der Biegebalkenmethode, werden zur Untersuchung des Aktorverhaltens der Schichten herangezogen.

2.2 Mikrostrukturierung

Zur Strukturierung von Si werden naßchemische, anisotrope Ätzverfahren angewandt. Dazu dient eine etwa 2 µm dicke SiO₂-Schicht als Maskierung. Die gewünschte Struktur wird in die SiO₂-Schicht entweder durch Laserabtragung (siehe Exponat Nr. 15) bei Einzelanfertigungen oder bei größeren Stückzahlen durch Mikrolithographie und einer anschließenden Übertragung in das SiO₂ hergestellt. Die erzeugten Strukturen dienen danach als Substrat für die Beschichtung. Untersuchungen über eine direkte Strukturierung metallischer Schichten werden z.Z. durchgeführt.

3. Anwendungsbeispiele

3.1 Mikropumpe

Das aktive Element der Mikropumpe besteht aus einer Si-Membran, auf die eine magnetostruktive Schicht gesputtert wurde (Abb. 1). Keilförmige Diffusorventile definieren Einlaß und Auslaß ohne bewegliche Teile. Die Si-Teile der Pumpe wurden durch mikromechanische Verfahren hergestellt und durch Si-bonding miteinander verbunden. Die Pumpe zeigt eine maximale Pumprate von 290 µl/min bei 250 Hz für Isopropanol als Pumpmedium.

3.2 Thermoschutzschalter

Sowohl freitragende FG-Filme als auch Schichtverbunde aus FG-Schicht und Substrat können Aktorfunktionen ausführen. Die Bewegung im Thermoschutzschalter (Abb. 2) wird durch das Zweiwegverhalten auf der Basis von TiNi-Legierungen erzeugt. Die Schicht wird im Martensit-Zustand deformiert. Beim Übergang in den Austenit führt die Rückbildung der Deformation zur Auslenkung des Aktors. Die Schalttemperatur

kann durch Variation der Legierung (Pd-, Cu-Zusätze) und der Herstellungsbedingungen zwischen 20°C und 500°C eingestellt werden. Somit besitzt dieser Aktor einen integrierten Temperatursensor und kann als autarkes, zuverlässiges Mikrosystem eingesetzt werden.

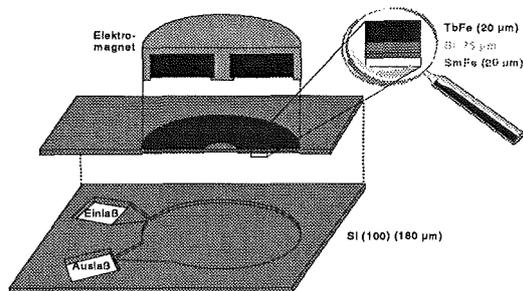


Abb. 1 : Magnetostruktive Mikropumpe

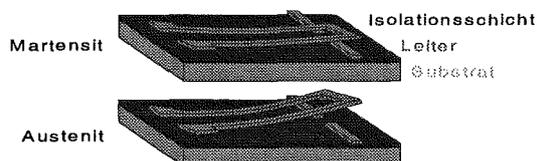


Abb. 2 : Schema eines Thermoschutzschalters.

3.3 Hybridaktuator

Der Hybridaktuator aus zwei Funktionsschichten (Abb. 3) mit einem magnetostruktiven und einem piezoelektrischen Film stellt einen Aktor mit integrierter Sensorfunktion dar, wobei prinzipiell die beiden Effekte austauschbar als Aktor- oder Sensorfunktion einsetzbar sind.

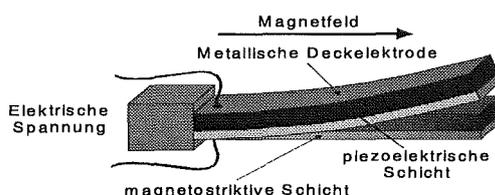


Abb. 3 : Aufbau eines Hybridaktors.

4. Ausblick

Die vielversprechenden Resultate der Schichtentwicklung zeigen die potentiellen Einsatzmöglichkeiten dieser intelligenten Materialien für Anwendungen in Mikrosystemen.

Danksagung

Die erfolgreiche Entwicklung dieser Arbeiten war durch die Mitwirkung vieler Kollegen des Forschungszentrums möglich. Wir bedanken uns bei den Herren Dr. Pfleging, Besser, Dr. Skokan, Nold und Dr. Schloßmacher.

LIGA-Strukturen auf Piezo-Substraten als Mikroaktoren für opto- und elektromechanische Anwendungen

H. Debéda¹⁾, U. Wallrabe¹⁾, A. Weddigen²⁾

¹⁾ Institut für Mikrostrukturtechnik

²⁾ Institut für Materialforschung III

Zusammenfassung

Zur Nutzung der Vorteile sowohl der LIGA-Technik als auch von piezokeramischen Werkstoffen werden flexible LIGA-Strukturen aus Nickel auf Piezosubstraten aufgebaut. Die Prozeßkompatibilität wurde nachgewiesen sowie einfache Biegebalken im Rahmen einer Machbarkeitsstudie auf Monolayer-Piezosubstraten gefertigt. Bei einer Spannung von 1000 V erreichen die Biegebalken eine Auslenkung von 140 µm.

1. Einleitung

Der piezoelektrische Antrieb ist sowohl aus dem makroskopischen Maschinenbau als auch aus der Mikro- und Nano-Technik nicht mehr wegzudenken. Piezoelektrische Bauteile messen z.B. Druck, erzeugen Schall, Kraft und Stellweg. Je nach Anforderung werden Monolayer- oder Multilayersubstrate, Siebdruck- oder Sputterschichten verwendet. Um die vielfältigen Vorteile der Piezotechnologie mit denen der LIGA-Technik zu kombinieren, werden im Rahmen eines EU-Stipendiums am FZK LIGA-Stellelemente auf Piezosubstraten aufgebaut. Als Demonstratoren werden einfache Biegebalken aus Nickel durch das Piezosubstrat ausgelenkt. Die Prozeßstabilität des piezoelektrischen Materials wurde zuvor anhand aller Prozeßschritte überprüft und dokumentiert.

2. Grundlagen

LIGA-Strukturen werden i.a. auf Keramik- oder Siliziumsubstraten aufgebaut. Wird stattdessen ein piezoelektrisches Substrat verwendet, so können sich die Strukturen bei Anlegen einer Spannung an das Substrat entweder gegeneinander verschieben oder sich verbiegen.

Abb. 1 verdeutlicht dies anhand eines eckig vorgeformten, elastischen Biegebalkens. Der Balken ist an seinen zwei äußeren Enden auf dem Substrat verankert. Mit Hilfe einer Opferschicht ist er in seiner Mitte jedoch vom Substrat gelöst. Kontrahiert das Substrat unter dem Biegebalken, so wird dieser in seiner vorgegeben Richtung ausgelenkt, expandiert es, so wird der Balken gerade gezogen.

Die in der Studie verwendeten Substrate sind 500 µm dicke PZT-Monolayer-Platten, die sich bei Anlegen einer Spannung U entlang ihrer Dicke d ausdehnen und in der Länge l und Breite b

zusammenziehen. Der Biegebalken verhält sich folglich wie in Abb.1 gezeigt.

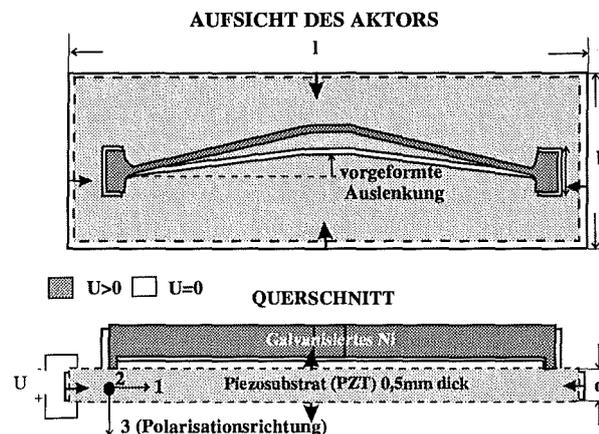


Abb. 1: Aufbau des LIGA-Biegebalkens aus Ni auf dem Piezosubstrat

Die Längenänderung Δl des Piezos beträgt:

$$\Delta l = d_{31} \frac{l}{d} U \quad (1)$$

worin d_{31} den piezoelektrischen Ladungskoeffizienten bezeichnet. Daraus folgt für die Verschiebung Δw in der Näherung des Biegebalkens als eine Dreieckspitze mit Anfangsauslenkung w :

$$\Delta w = -w + \sqrt{w^2 - \left(\frac{\Delta l}{2}\right)^2 + \frac{\Delta l \cdot l}{2}} \quad (2)$$

3. Prozeß

Die Piezo-Platten werden i.a. mit einseitiger Silber-Elektrode vom Hersteller bezogen. Für den LIGA-Prozeß wird zunächst eine 2 µm dicke Titan-Schicht aufgesputtert und naßchemisch oxidiert. Da beim Sputtern sehr hohe Temperaturen auftreten, die oberhalb der Curie-Temperatur der

PZT-Keramik (250°C) liegen, muß das Substrat nach dem Sputtern erneut polarisiert werden. Im Anschluß wird optische Lithographie mit anschließender Kupfergalvanik durchgeführt, um die Opferschicht zu strukturieren. Auf dem so vorbereiteten Substrat wird nun der LIGA-Prozeß mit Röntgentiefenlithographie in PMMA und Nickel-Galvanik (150 bis 200 µm Dicke) durchgeführt. Die hierfür benutzte Synchrotronstrahlung schädigt die PZT-Keramik nach heutigen Erkenntnissen nur in einem vernachlässigbaren Maße, wie anhand von Impedanzmessungen vor und nach der Bestrahlung deutlich wurde.

Nach dem Strippen des Resists wird die Kupfer-Opferschicht geätzt und somit die Biegebalken vom Substrat gelöst. Abschließend werden die LIGA-Aktoren durch Sägen des Substrates vereinzel.

4. Design und experimentelle Ergebnisse

Die hergestellten Biegebalken sind 10 bis 12 mm lang und 10 bis 20 µm breit. Sie haben eine vorgeformte Auslenkung von 20 oder 100 µm.

Nach Gl. (1) und (2) folgt für $l=10$ mm, $w=20$ µm, $d_{31}=210 \cdot 10^{-12}$ m/V und $U=1000$ V eine Auslenkung $\Delta w=126$ µm.

Abb. 2 zeigt die gemessene Auslenkung eines solchen Biegebalkens als Funktion der Spannung im Vergleich mit der berechneten Kurve. Dabei tritt die für Piezomaterialien typische Hysterese in Erscheinung.

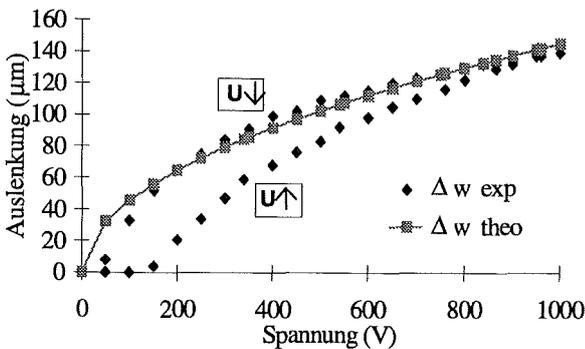


Abb. 2: Hysterese der Auslenkung als Funktion der angelegten Spannung

Wird die Spannung hochgeregelt, so beginnt eine meßbare Auslenkung bei ca. 150 V. Bei 1000 V wird eine Auslenkung von 140 µm erreicht. Beim Zurückregeln nimmt die Auslenkung langsamer ab, geht jedoch wieder bis auf Null zurück.

Zur Berechnung der theoretischen Kurve nach (2) muß die Anfangsauslenkung Δw im Mikroskop gemessen werden, da die tatsächliche mit der Designvorgabe nicht zwingend übereinstimmt. In vielen Fällen ist das gemessene Δw kleiner als sein Sollmaß. Dieses ist vermutlich in inneren Spannungen der Nickelgalvanik begründet, die die sehr langen dünnen Biegebalken geradeziehen, so daß sich Δw verringert. Im vorliegenden Fall wurde sogar $\Delta w=0$ angenommen, was zu einer sehr guten Übereinstimmung von Meßwerten und Theorie in Abb. 2 führt.

Erste Untersuchungen zur Alterung der LIGA-Piezo-Aktoren, bei denen die Piezos mit einer Frequenz von 500 Hz über vier Tage lang betrieben wurden, zeigten keinerlei Ablösung der LIGA-Strukturen vom Substrat und keine Brüche der Biegebalken. Ausführliche Analysen hierzu stehen aus. Der Betrieb bei 500 Hz zeigte ebenfalls, daß die Biegebalken recht gut gedämpft sind, was vorallem für schnelle Schaltvorgänge, wie z.B. in einem Relais, vorteilhaft ist.

Eine ausführliche Charakterisierung der Aktoren sowie deren Einsatz bei unterschiedlichen Anwendungen werden die Arbeiten fortsetzen.

Mikrokomponenten für einen Herzkatheter: Fräser

A. Ruzzu¹⁾, J. Fahrenberg²⁾, M. Müller¹⁾, U. Wallrabe¹⁾

1) Institut für Mikrostrukturtechnik
2) Projektleitung Mikrosystemtechnik

Zusammenfassung

Zum mechanischen Abtragen von arteriellen Ablagerungen wurden Fräsköpfe entwickelt, die sich flexibel dem Durchmesser und der Geometrie des Blutgefäßes anpassen. Dazu werden drahtähnliche Schlaufen auf eine Antriebswelle montiert. Aufgrund der Fliehkraft kann der Fräserdurchmesser in Abhängigkeit von der Drehzahl der Welle, die auf die Schlaufen wirkt, variiert werden. Im Drehzahlbereich von 30.000 bis 100.000 U/min wächst der Durchmesser von 2 auf 5 mm.

1. Einleitung

Bei der Behandlung von harten arteriellen Ablagerungen werden z. Zt. Katheter eingesetzt, die mit starren Fräsköpfen ausgestattet sind. Um das verengte Gefäß hinreichend zu weiten, müssen mehrere Katheter mit zunehmendem Fräskopfdurchmesser nacheinander in das Gefäß eingeführt werden. Diese Vorgehensweise hat einen hohen Materialverbrauch und auch eine relativ lange Operationszeit zur Folge, was hohe Behandlungskosten bedingt. Besonders kritisch ist hierbei das hohe Patientenrisiko, da die Infektionsgefahr mit jedem Instrument, das in den Körper eingeführt wird, steigt.

Aus diesem Grunde wurde ein Fräskopf entwickelt, der sich dem momentanen Durchmesser des Gefäßes anpassen kann, so daß ein Instrumentenwechsel entfällt. Dabei ist es zunächst unerheblich, ob der Fräskopf konventionell, d.h. durch eine lange, im Katheter verlaufende Torsionswelle, angetrieben wird, oder durch eine Mikroturbine, wie sie in [1] beschrieben ist.

2. Auslegung der Fräser

Der Fräser besteht aus einer Antriebswelle, auf der mit Hilfe von Montageringen zwei oder auch mehrere flexible Schlaufen befestigt sind (Abb. 1). Der vordere (distale) Montagering ist auf der Welle befestigt, der hintere (proximale) nur lose aufgeschoben, so daß er sich frei entlang der Welle bewegen kann. Wird die Antriebswelle in Rotation versetzt, so werden die Schlaufen aufgrund der Zentrifugalkraft nach außen getrieben und richten sich auf. Dabei wächst die Zentrifugalkraft mit dem Quadrat der Geschwindigkeit. Je schneller sich die Welle dreht, desto weiter werden die Schlaufen folglich nach außen gezogen, wobei der lose proximale Ring in Richtung des fest montierten distalen gleitet (Abb. 2). Dieses System birgt drei entscheidende Vorteile: Zum einen kann der Fräserdurchmesser während des Abtragens der Ablagerung im Gefäß und

damit der Aufweitung des Innendurchmessers durch Drehzahlsteigerung kontinuierlich vergrößert werden. Ein Instrumentenwechsel zum schrittweisen Aufweiten des Gefäßes, so wie es bei konventionellen Systemen notwendig ist, entfällt folglich. Zum anderen kann der Fräskopf in Gefäßen mit unterschiedlichen Durchmesser durch Anpassen der Geschwindigkeit eingesetzt werden. Desweiteren legen sich die elastischen Schlaufen aufgrund ihrer geringen, aber dennoch vorhandenen, Steifigkeit im Ruhezustand an die Welle an. Hierdurch wird ein risikoarmes Einführen bzw. Zurückziehen des Katheters ermöglicht, da der Fräser in diesem Zustand keine Schneidfunktion hat und sich nicht verhaken kann.

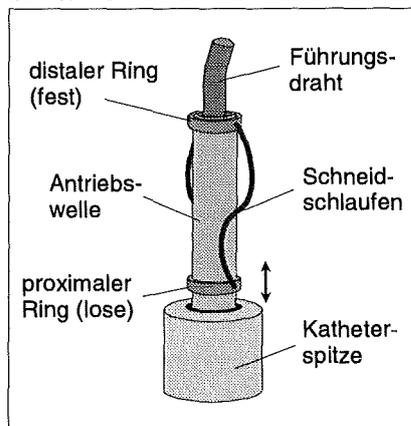


Abb. 1: Flexibler Fräskopf für Katheter bestehend aus Antriebswelle und flexiblen Schlaufen

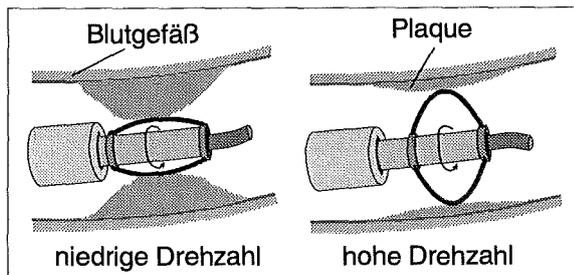


Abb. 2: Fräserdurchmesser aufgrund von Zentrifugalkraft abhängig von der Drehzahl der Welle

3. Experimentelle Ergebnisse

Zunächst wurden verschiedene Materialien für die Schlaufen untersucht. Dies waren Edelstahl- und superelastische NiTi-Drähte sowie Nygonschnur (Polyamid). Dabei zeichnete sich das Polyamid nicht nur durch die größte Flexibilität (E-Modul von 1.4 GPa) sondern vor allem durch die hohe Abriebsfestigkeit aus.

Betrachtet man den sich einstellenden Durchmesser des Fräasers, d.h. die Auslenkung der Schlaufen, als Funktion von Geschwindigkeit, Geometrie sowie Materialkennwerten, so findet man folgenden Zusammenhang:

$$D \propto \frac{\rho \cdot A \cdot L^\alpha \cdot N^2}{E \cdot I}$$

(D : Durchmesser, ρ : Dichte, A : Querschnittsfläche, L^α : Potenz der Schlaufenlänge, $\alpha > 2$, N : Drehzahl, E : E-Modul, I : Flächenträgheitsmoment)

Interessant für die Optimierung ist der Einfluß des Flächenträgheitsmomentes I und somit des Querschnitts der Schlaufen. Dazu zeigt Abb. 3 den gemessenen Durchmesser zweier Fräser in Abhängigkeit der Drehzahl, wobei die Schlaufen in beiden Fällen annähernd die gleiche Querschnittsfläche A , jedoch einmal mit einem runden und einmal mit einem rechteckigen Querschnitt aufweisen.

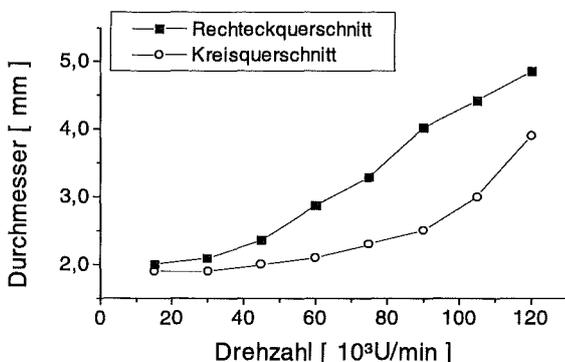
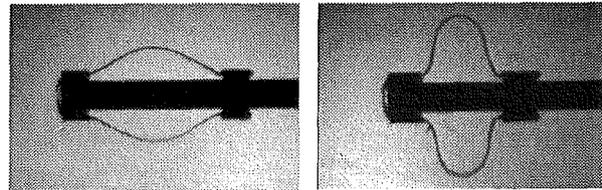


Abb. 3: Durchmesser des Fräasers in Abhängigkeit der Drehzahl für zweierlei Schlaufen-Querschnitte

Beim Fräser mit rundem Schlaufenquerschnitt wächst der Durchmesser von 2 auf 4 mm an, wobei die Kurve bis 80.000 U/min sehr flach verläuft. Der Fräser mit rechteckigem Schlaufenquerschnitt dagegen kann von 2 auf 5 mm aufgeweitet werden, wobei ein deutlicher Effekt bereits bei 50.000 U/min auftritt. Die Rechteckschlaufen bieten somit einen Vorteil gegenüber solchen mit Kreisquerschnitt.

Zur genauen Bestimmung des Durchmessers werden die Fräser in Rotation mit Hochgeschwindigkeits-Kinematographie analysiert [2]. Dazu

wird eine spezielle Kamera, die mehrere Bilder in sehr kurzen Zeitabständen mit sehr kurzer Belichtungszeit aufnehmen und speichern kann, auf ein Mikroskop montiert. Abb. 4 zeigt zwei verschiedene Zustände eines Fräasers bei zwei Drehzahlen. Die Erweiterung bei gleichzeitiger Verkürzung der Schlaufen ist offensichtlich. Auch ist zu erkennen, daß die Schlaufen nicht wesentlich tordiert sind, sondern in einer Ebene liegen.



60.000 U/min, $\varnothing=2.9$ mm

120.000 U/min, $\varnothing=4.9$ mm

Abb. 4: Hochgeschwindigkeits-Aufnahmen des frei rotierenden Fräasers bei verschiedenen Drehzahlen und Durchmessern

Zur Demonstration eines Fräsvorganges zeigt Abb. 5 ein Loch in einem Stück Kreide, das mit Hilfe eines solchen Fräasers aufgeweitet wurde. Dazu wurde zunächst ein kleines Loch in die Kreide gebohrt (innerer Kreis). Dann wurde der Fräser eingeführt und auf 100.000 Upm gebracht. Der aufgeweitete Durchmesser beträgt 4 mm.

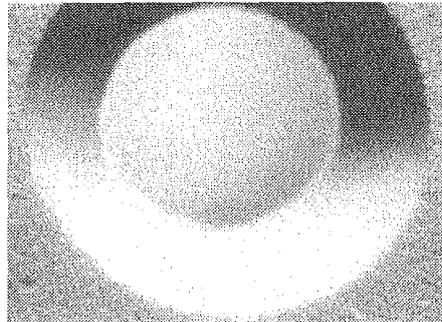


Abb. 5: Mit Fräser aufgeweitete Loch in Kreide

Danksagung

Wir danken C. Rembe, Universität Ulm, für die Durchführung der Hochgeschwindigkeitsaufnahmen und deren Auswertung.

Literatur

- [1] Wallrabe, U., Guber, A.E., Mohr, J., Ruther, P., Ruzzu, A.: „Mikrosysteme für endoluminale Anwendungen in der Medizin“, dieser Tagungsband
- [2] Rembe, C., Patzer, J., Hofer, E.P., Krehl, P.: „Realcinematographic Visualization of Droplet Ejection in Thermal Ink Jets“, Journ. of Imaging Science and Technology, Vol. 40, No. 5, 400-404, 1996

Mikrokomponenten für einen Herzkatheter: Mikroturbine

U. Wallrabe, J. Mohr

Institut für Mikrostrukturtechnik

Zusammenfassung

Zum mechanischen Abtragen von arteriellen Ablagerungen in den Herzkranzgefäßen werden Herzkatheter mit Fräsköpfen ausgestattet. Zum Antrieb dieser Fräsköpfe wurden miniaturisierte Turbinen entwickelt, die in die Spitze des Katheters integriert werden können. Als Antriebsmedium wird sterile Kochsalzlösung verwendet, damit ein Leckfluß aus dem Turbinengehäuse in das Blutgefäßsystem unschädlich ist. Der erfolgreiche Abtrag von kalzifizierter Ablagerung sowie das Bohren in Gips wurde im Labor nachgewiesen.

1. Einleitung

Krankhafte Verengung der Herzkranzgefäße beeinträchtigen häufig die Lebensqualität und führen im schlimmsten Fall zum Herzinfarkt. Eine weit verbreitete Behandlungsmethode ist die Ballondilatation, bei der ein Herzkatheter, an dessen Ende sich ein länglicher Ballon befindet, in die Gefäße eingeführt wird. Der Ballon wird in der Verengung positioniert und dann befüllt. Dadurch werden die Gefäße geweitet und der Durchfluß wieder verbessert. Diese Methode wurde durch das Implantieren von Gefäßstützen, sogenannten Stents, erweitert. Der Stent ist ein Drahtgeflecht, das in schlankem Zustand in das Gefäß eingeführt und dort aufgeweitet wird. Anschließend verbleibt er im geweiteten Zustand im Blutgefäß und hält es somit offen.

Eine weitere Methode, die insbesondere bei harten, verkalkten Ablagerungen zum Tragen kommt, ist das mechanische Abtragen des abgelagerten Materials. Hierzu wird ein Katheter anstatt mit einem Ballon mit einem Fräskopf versehen. Um den Katheter möglichst flexibel zu gestalten, sollte der Antrieb des Fräskopfes unmittelbar hinter der Fräseinheit sitzen. Im Rahmen des von der EU geförderten ESPRIT-Projektes IMICS wurde deshalb eine Mikroturbine entwickelt und in Zusammenarbeit mit Partnern aus Industrie und Forschung auf einen Katheter integriert.

2. Auslegung der Turbinen

Bei der Konstruktion der Turbinen müssen einige für die Anwendung typische Randbedingungen berücksichtigt werden. Der Außendurchmesser ist auf maximal 2,5 mm limitiert. Als Antriebsmedium wird Wasser bzw. sterile Kochsalzlösung bei 37°C benutzt. Die Leckrate des Fluids in den Körper darf dennoch 30 ml/min nicht überschreiten. Da zum Betrieb höhere Flußraten als 30 ml/min benötigt werden, ist es erforderlich, das

Fluid im Katheter zur Turbine hin- und wieder zurückzuführen. Sowohl im Katheter als auch in der Turbine muß Platz für einen „Führungsdraht“ bleiben, auf den der Katheter während der Operation aufgezogen wird.

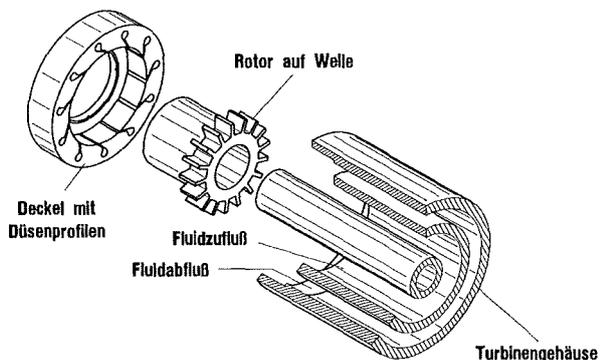


Abb. 1: Turbine für Herzkatheter mit Fluidhin- und Rückführung sowie einem zentralen Lumen für den Führungsdraht

Abb. 1 zeigt die Katheterspitze mit Turbinenbauteilen, die diesen Anforderungen gerecht wird. Der Turbinenrotor wird auf eine Welle montiert. Der Rotor ist umgeben von einer Düsenplatte. Beide Teile werden in ein Turbinengehäuse, das die Katheterspitze darstellt, eingesetzt. Das Fluid wird durch das Gehäuse in einem ringförmigen Kanal hinter den Düsen zugeführt. Es tritt im weiteren durch die Düsen und wird unter dem durch die Düsen definierten Winkel in den Rotor gespritzt und treibt ihn somit zur Rotation an. Dort wird es wiederum nach hinten umgelenkt und in einem inneren Kanal hinter dem Rotor zurückgeführt. Im Zentrum des Turbinengehäuses verläuft ein schmaler Hohlzylinder, der das Führungsdrahtlumen darstellt. Gleichzeitig dient dieser Zylinder als Radiallager für die Turbinenwelle. Das in Abb. 2 offen dargestellte Gehäuse wird für den Turbinenbetrieb mit einem Deckel versehen, der es nach vorne abdichtet.

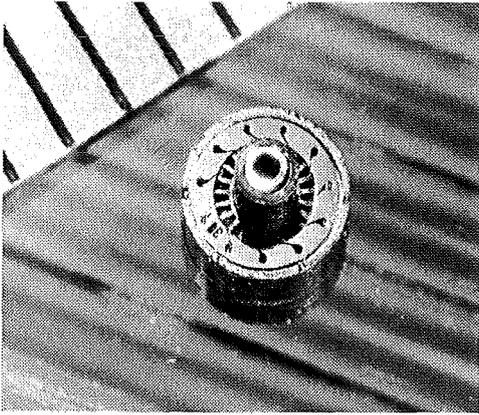


Abb. 2: Turbine mit ungedeckeltem Gehäuse vor Millimetermaßstab, $\varnothing = 2,5 \text{ mm}$

Die diversen Bauteile werden teils nach dem LIGA-Verfahren, teils mit Spritzguß aus einem mikromechanisch gefertigten Formwerkzeug hergestellt. Abb. 3 zeigt eine REM-Aufnahme einer Düsenplatte aus Plexiglas mit einer kleinsten Düsenweite von $15 \mu\text{m}$. Die Dicke der Platte beträgt $300 \mu\text{m}$.

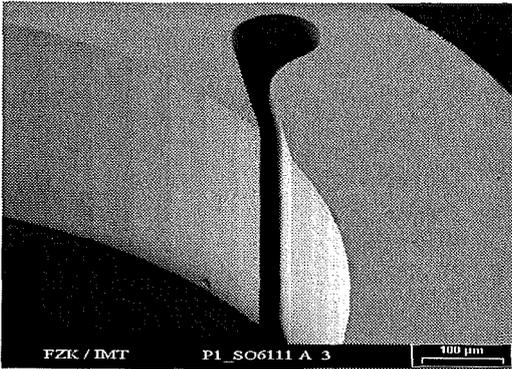


Abb. 3: Düsenplatte aus Plexiglas, Düsenweite $15 \mu\text{m}$

3. Experimentelle Ergebnisse

Abb. 4 zeigt die Leistung einer Turbine in Abhängigkeit der Drehzahl bei verschiedenen Durchflüssen. Das gewählte Modell hat 11 Düsen (Breite $15 \mu\text{m}$) und 23 Rotorblätter. Bei einem Fluß von 88 ml/min erreicht sie 45 mW bei 900 U/s . Dies entspricht einem Drehmoment von ca. $8 \mu\text{Nm}$. Der Druckabfall über der Turbine mit Gehäuse beträgt bei 88 ml/min ca. 7 bar .

Abb. 5 zeigt eine Gesamtansicht des Katheters mit dem (proximalen) Adapter für die Fluidverbindung und den Führungsdraht. Auf der Spitze ist die Fräseinheit noch gerade zu erkennen, bei

der ein spezieller Fräskopf der Heriot-Watt University [1], Edinburgh, an der Turbinenwelle befestigt ist. In ersten In-vitro-Experimenten wurde erfolgreich in Kreide und Gips gefräst [2].

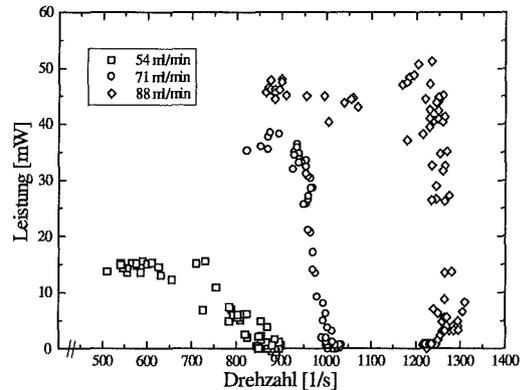


Abb. 4: Leistung als Funktion der Drehzahl bei mehreren Durchflüssen

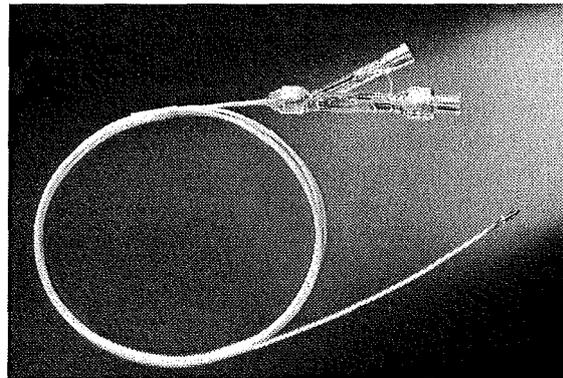


Abb. 5: Gesamtansicht des Herzkatheters

Eine Optimierung des Turbinendesigns sowie entsprechende In-Vivo-Tests werden die Arbeiten fortsetzen. Auch werden weitere Anwendungen der Turbinen innerhalb der Medizintechnik sowie anderer Einsatzgebiete evaluiert.

Danksagung

Wir danken den Herren R. Ruprecht et al. (IMF III) sowie T. Schaller et al. (HVT) für die Fertigung der Turbinengehäuse.

Literatur

- [1]: Reuben, R. et al.: Unveröffentlicht
- [2]: Wallrabe, U., Guber, A.E., Mohr, J., Ruther, P., Ruzzu, A.: „Mikrosysteme für endoluminale Anwendungen in der Medizin“, dieser Tagungsband

Mikrokomponenten für einen Herzkatheter: Positioniersystem

A. Ruzzu

Institut für Mikrostrukturtechnik

Zusammenfassung

Ein Positioniersystem zur Orientierung und Fixierung einer Katheterspitze innerhalb eines röhrenförmigen Gefäßes wird vorgestellt. Ein Mikroventilsystem mit 2.5 mm Durchmesser und 1 mm Dicke steuert den Positioniermechanismus durch individuelle Veränderung der Größe aufblasbarer Ballons. Im vorgestellten Prototypen kann ein Laserstrahl, der mittels einer Glasfaser durch das System geführt wird, mit 2 lateralen und einem winkligen Freiheitsgrad innerhalb eines Lumens mit 4 mm Innendurchmesser positioniert werden. Die Ventile sind im Normalzustand offen und werden durch freitragende Widerstandsheizter elektro-thermo-pneumatisch aktiviert. Das System ist für niedrige Versorgungsdrücke im Bereich 100 bis 200 hPa und elektrische Leistungsaufnahmen im Bereich 20 bis 50 mW konzipiert. Es hat einen Außendurchmesser von 2.5 mm und eine Gesamtlänge von 11 mm.

1. Einleitung

Bei der Verwendung von Kathetern in der minimal-invasiven Therapie ist eine kontrollierbare Bewegung der Katheterspitze oft notwendig, zum Beispiel beim Entfernen von Ablagerungen innerhalb verengter Blutgefäße mittels Laserablation. Bei diesem Verfahren wird die Plaque durch Bestrahlung mittels eines Laserstrahls zum Verdampfen gebracht oder in kleine Bruchstücke zerteilt. Aufgrund der hierfür benötigten hohen Leistung zum Abtragen der Ablagerungen ist eine präzise und verlässliche Ausrichtung der Katheterspitze, d.h. des Laserstrahls, unerlässlich. Im Rahmen des von der EU geförderten ESPRIT-Projektes IMICS (Integration of Microcomponents on an Interventional cardiac Catheter System) wurde daher ein Positioniersystem zur Ausrichtung einer Katheterspitze innerhalb eines Blutgefäßes entwickelt.

2.1 Konzept

Die Katheterspitze wird zuerst innerhalb des Gefäßes fixiert, indem auf der Spitze befestigte, aufblasbare Ballons gegen die Gefäßwände gedrückt werden (vgl. Abb. 1).

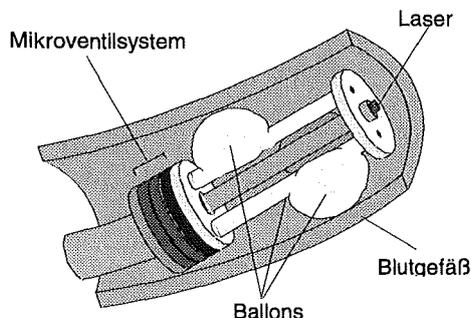


Abb. 1: Konzept einer Katheterspitze mit integriertem Positioniersystem zum Orientieren eines Laserstrahls innerhalb eines Blutgefäßes

Durch Veränderung der Größe dieser Ballons wird die Bewegung der Spitze relativ zum Gefäß bewirkt. Die Befüllung der Ballons wird durch ein elektrisch betätigtes Mikroventilsystem am Eingang der Ballons gesteuert. Das gesamte Positioniersystem, das aus den beiden Subsystemen Ventile und Ballons zusammengesetzt ist, wird dann auf dem Katheterschlauch befestigt (links in Abb. 1 zu erkennen).

2.2 Aufbau

Das in die Katheterspitze integrierte Positioniersystem besteht hauptsächlich aus sechs multifunktionalen Kunststoffplättchen mit zwei bis drei Ebenen (vgl. Abb. 2). Diese wurden durch einen erweiterten LIGA-Prozess mittels Abformung hergestellt [1]. Das Ventilsystem wird aus drei dieser mehstufigen Plättchen zusammengesetzt und durch eine Polyimidmembran und ein Heizelement vervollständigt. Es beinhaltet drei unabhängig schaltbare Ventile, welche ohne Energiezufuhr offen sind. Die elektrischen Widerstandsheizter sind innerhalb der Aktorkammern frei aufgehängt, um sie von der Membrane zu trennen und somit einen höheren Wirkungsgrad zu erzielen. Entlang der Systemachse wird eine Edelstahlkanüle zur Stabilisierung der Ballons eingefügt. Diese dient auch zur Aufnahme einer Glasfaser als Lichtleiter für den Laserstrahl.

Das durch den Katheterschlauch zugeführte Fluid durchströmt die Ventile und füllt die Ballons. Die elektrische Beheizung der Aktorkammer führt zu einem Druckaufbau, wodurch die Membran gegen den Ventilsitz gedrückt wird und den Zulauf zu dem entsprechenden Ballon verschließt. Unterschiedliche Größe von Ein- und Auslaß der Ballons baut bei geöffnetem Ventil den zum Aufblasen benötigten Differenzdruck auf. Gleichzeitig dient der Auslaß zum Druckausgleich beim Verändern des Flusses durch das Ventil.

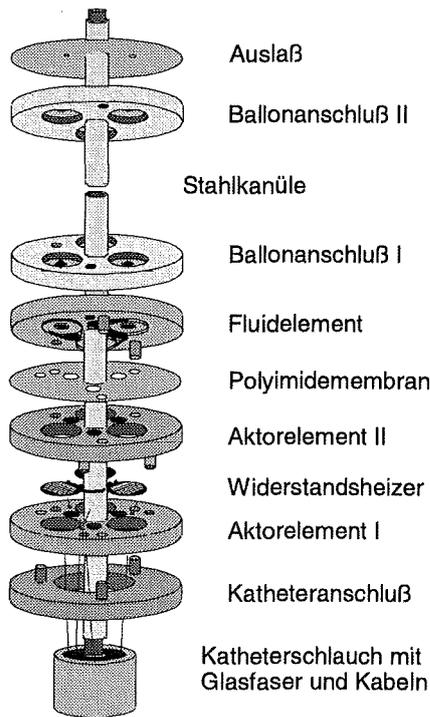


Abb. 2: Aufbau des Positioniersystem zur Integration auf einer Katheterspitze

Die Ballons werden in einem Stück aus Polyurethan gefertigt (Fa. Vygon Medical Produkte/ Aachen). Aufgrund der vorgegebenen Form, werden nur geringe Druckdifferenzen im Bereich 100 bis 200 hPa benötigt, um sie aufzublasen.

Die elektrische Kontaktierung der Heizler erfolgt innerhalb des Ventilsystems mittels dünner Cu-Drähte. Die Systemkomponenten werden zum Teil mit Hilfe integrierter Paßstifte zusammengesetzt und mittels Kapillar- und Kammerklebtechnik verbunden.

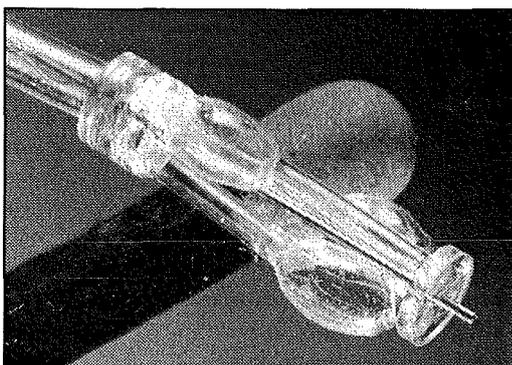


Abb. 3: Positioniersystem mit Mikroventilsystem und Ballons auf einem Katheterschlauch

Abb. 3 zeigt das bereits auf den Katheterschlauch montierte Positioniersystem. Der durch das Ventilsystem vorgegebene Mindestdurchmesser beträgt 2.5 mm, der Maximalwert 4 mm und wird, wie die Gesamtlänge von 11 mm, durch die eingesetzten Ballons bestimmt.

3. Experimentelle Ergebnisse

Erste Messungen wurden mit Stickstoff als Antriebsfluid durchgeführt. Abb. 4 zeigt die in einem Ventilaktor dissipierte elektrische Leistung, die zum Schließen des Ventils benötigt wird, in Abhängigkeit vom differentiellen Versorgungsdruck.

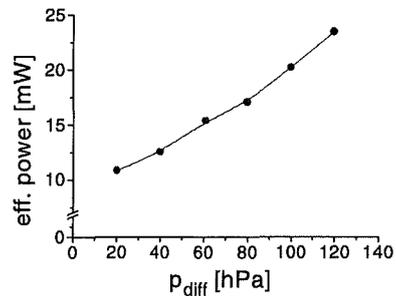


Abb. 4: Zum Schließen eines Ventils benötigte elektrische Leistung abhängig vom Differenzdruck

Der Positioniermechanismus des in Abb. 3 gezeigten Prototyp wurde bei 150 hPa und 35 mW in einer Glasröhre mit 4 mm Innendurchmesser untersucht. Die maximale Verkippung beträgt 5° und die seitliche Bewegung 0.5 mm. Durch gleichzeitiges Betätigen der beiden distalen Ballons kann mit dem aus der Stirnseite des Systems austretenden Laserstrahl ein Parallelogramm abgefahren werden, wie in Abb. 5 schematisch gezeigt.

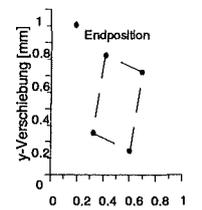


Abb. 5: Trajektorie des Laserstrahls bei zweidimensionaler seitlicher Bewegung der Katheterspitze innerhalb einer 4 mm Glasröhre

Bei Verwendung größerer Ballons nimmt der maximale Systemdurchmesser und damit der Arbeitsbereich zu, d.h. das System kann auch in größeren Gefäßen mit entsprechend größeren Verstellwegen eingesetzt werden.

Literatur:

[1] Ruzzu, A., Fahrenberg, J., Hecke, M., Schaller, Th.: „Multifunctional valve components fabricated by combination of LIGA processes and high precision mechanical engineering“, 1998, to be published in Microsystem Technologies

Hydraulische Muskeln als Antriebseinheit für endoluminale Systeme in der Medizin

S. Schulz¹⁾, H. Besser²⁾, S. Dürr³⁾, M. Kohl³⁾, W. Pfleging²⁾, U. Voges¹⁾

¹⁾ Institut für Angewandte Informatik (IAI)

²⁾ Institut für Materialforschung (IMF I)

³⁾ Institut für Mikrostrukturtechnik (IMT)

Zusammenfassung

Ein hochflexibler Miniaturmanipulator wird vorgestellt, der als eine mehrschichtige Folienstruktur realisiert und fluidisch angetrieben ist. Die Herstellung der Kammerstrukturen kann mit Laserstrahlbearbeitung erfolgen. Für die Fluidik kann eine elektrorheologische Flüssigkeit eingesetzt werden, wodurch Ventilsteuerungen realisiert werden können. Der Einsatz derartiger Systeme ist z. B. in unterschiedlichen Bereichen in der Medizin möglich.

1. Einleitung

Für den Einsatz in verschiedenen Bereichen der medizinischen Diagnose und Therapie sind flexible Strukturen erforderlich, deren Durchmesser je nach Anwendungsbereich im cm- oder im mm-Bereich liegen.

Als vielversprechende Lösungsmöglichkeit wird ein hydraulischer Muskel vorgestellt, der als Antriebseinheit für endoluminale Systeme in der Medizin eingesetzt werden kann. Dieser Muskel besteht aus einer in Laserstrahltechnologie verschweißten Folienstruktur und benutzt als Antriebsmedium eine elektrorheologische Flüssigkeit.

2. Hydraulische Muskeln

Der vorgestellte fluidische Miniaturmanipulator demonstriert ein neuentwickeltes Antriebsprinzip. Dieses basiert auf der Kombination von mehreren dünnen Folienschichten, die untereinander zu befüllbaren Kammern verbunden sind. Das Aufpumpen dieser Kammern bewirkt eine Verformung der Folienstruktur (siehe Abb. 1). Diese Formänderung kann zur Realisierung verschiedenster Bewegungsmechanismen genutzt werden [1].

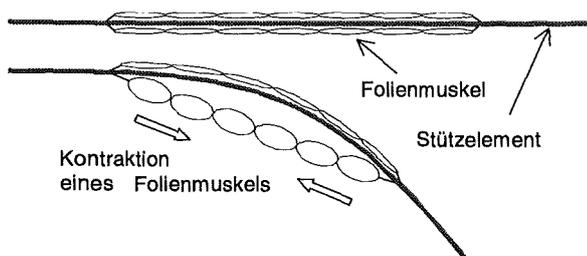


Abb. 1: Miniaturmanipulator mit Folienmuskel in Ruhestellung und mit Kontraktion eines Muskels

Neben dem Antrieb können auch die Steuerungskanäle, Stützelemente und Zusatzkomponenten wie z.B. Lichtleitfaser, Elektroden und Sensoren, in das Folienmaterial integriert werden. Der gesamte Aufbau lässt sich in der "Sandwich-Technologie" gestalten, wodurch eine weitgehend montagefreie Fertigung realisiert werden kann. Die planare Herstellung gestattet zudem eine gleichzeitige Parallelfertigung auch komplexer Strukturen und damit eine weitgehend vollständige Automatisierung. Mit diesen Voraussetzungen ist die Basis für eine kostengünstige Massenproduktion gegeben.

Die Stärke der neuen Fluidaktoren liegt aber vor allem in deren Miniaturisierbarkeit. Die minimal realisierbare Größe ist einzig abhängig von der verwendeten Technik zum Verbinden der Folienschichten. Die Nutzung der Lasertechnologie mit Schweißnahtbreiten von weniger als 100-200 μm lässt dabei einen großen Spielraum für komplexe Manipulatorstrukturen auch im Submillimeterbereich zu. Der Einsatz fluidischer Antriebsmedien ermöglicht in diesen Größenordnungen bislang unerreichte Bewegungsmöglichkeiten und Kraftwirkungen. So sind z.B. bei einer Struktur von ca. 14 cm Länge und 2 mm Durchmesser Abwinkelungen $>90^\circ$ und Kräfte von 0,5 N erreichbar. Als Antriebsmedien sind sowohl Gase als auch Flüssigkeiten einsetzbar.

3. Laserstrahlschweißen von Kunststoffen

Die Strukturierung von Materialien der Mikrosystemtechnik ist zunehmend ein Forschungs- und Anwendungsbereich in der Lasermaterialbearbeitung. Die 3D-Strukturierung von Oberflächen erfolgt in zahlreichen Anwendungen durch Excimer-Laserstrahlung [2] als auch durch Festkörperlaserstrahlung [2,3]. Am IMF I wird das Potential der Laserstrahlbearbeitung von Kunststoffen

(Abtrag, Schneiden, Schweißen, Modifizierung) in dem Anwendungsfeld Mikrosystemtechnik untersucht und umgesetzt.

Für die Herstellung von hydraulischen Muskeln wurde das Laserstrahlschweißen von Polymerfolien entwickelt. Der Laserschweißprozeß wurde anhand von 52 µm dicken Polypropylen(PP)-Folien optimiert. Die erzielten Schweißnähte haben derzeit eine Breite von 100-200 µm (siehe Abb. 2). Dies wird eine deutliche Miniaturisierung der Demonstratoren bis in den Submillimeterbereich ermöglichen. Belastungstest an Teststrukturen/Kammern in Polypropylen(PP)-Folien zeigen die Gasdichtigkeit und hohe Belastbarkeit der hergestellten Schweißnähte bis zu einem Luftdruck von 4 bar. Zugversuche an laserver-schweißten Folien ergaben, daß die Reißfestigkeit mit der von unbearbeitetem PP übereinstimmt. Das Versagen des PP-Materials im Zugversuch erfolgt dabei i.a. nicht im Bereich der Schweißnaht. Sowohl die Stöchiometrie als auch die Bindungsverhältnisse in der PP-Schweißnaht werden durch den Laserprozeß nicht verändert, was durch lokal hochauflösende XPS-Messungen bestimmt werden konnte. Belastungstests zeigten die bessere Eignung dieser laserunterstützten Verbindungsmethode gegenüber der bisher eingesetzten thermischen Kunststoffschweißtechnik.

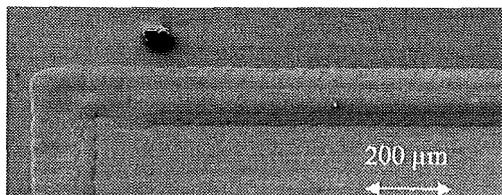


Abb. 2: Aufsicht auf eine Laserstrahlschweißnaht von zwei übereinandergeschichteten PP-Folien

4. Elektrorheologische Mikroaktoren

Elektrorheologische (ER) Flüssigkeiten zeigen bei Anlegen eines elektrischen Feldes eine Änderung ihrer Fließeigenschaften. Der besondere Vorteil eines ER Aktors liegt in der elektrischen Kontrollierbarkeit fluidischer Kräfte, ohne daß bewegliche mechanische Bauteile erforderlich sind.

Im IMT wurden ER Mikroaktoren zum Schalten von Drücken bis 2 bar entwickelt. Eine radialsymmetrische Anordnung besteht beispielsweise aus zwei Kapillaren, die einen Ringspalt und zugleich einen Kondensator bilden. Der Ringspalt wird als Fließkanal für die ER Flüssigkeit genutzt, wobei die am Kondensator anliegende Spannung die Viskosität der durchströmenden Flüssigkeit und dadurch den Druckabfall im Fließkanal bestimmt. Bislang wurden ER Mikroaktoren dieses Typs mit minimalen Außendurchmessern von 1 mm feinwerktechnisch hergestellt. Der Ring-

spalt beträgt hier ca. 60 µm. Bei Betrieb mit einer homogenen ER Flüssigkeit und einer Maximalspannung von 500 V wird eine Viskositätsänderung der Flüssigkeit um ca. einen Faktor 25 erreicht. Die maximale Stromdichte beträgt 4 µA/cm². Minimale Schaltzeiten der ER Mikroaktoren betragen dabei ca. 20 ms.

Zur Ansteuerung des hydraulischen Muskels werden vier ER Mikroaktoren zu einer Brücke verschaltet (siehe Abb. 3). Dadurch erhält man eine elektrisch kontrollierbare Drucksteuereinheit, mit der ein externer Druck wahlweise an einen der beiden Anschlüsse des hydraulischen Muskels gelegt werden kann. Dargestellt ist hier der Fall $U_1 \gg U_2$, bei dem die Flüssigkeit im Bereich der Aktoren mit Spannung U_1 sperrt. Daher strömt das Fluid zum Anschluß 1 des hydraulischen Muskels und baut dort einen Druck p_1 auf. Zugleich kann Flüssigkeit über Anschluß 2 abfließen. Bei entgegengesetzter Spannung drehen sich die Fließrichtungen um.

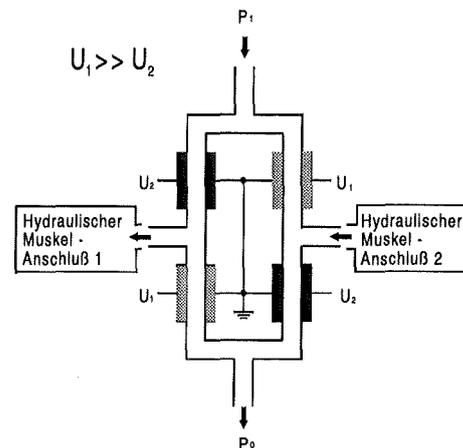


Abb. 3: Schematische Darstellung einer Drucksteuereinheit bestehend aus vier ER Mikroaktoren

Danksagung

Wir danken Herrn D. Schild (INE) für die tatkräftige Unterstützung bei der Durchführung und Auswertung der XPS-Messungen.)

Literatur:

- [1] Schulz, S: "Verfahren zur planaren Herstellung von pneumatischen und fluidischen Miniaturmanipulatoren", Offenlegungsschrift DE 196 17 852 A1, 30.10.97
- [2] Kreutz, E. W., Pfleging, W., et al.: „Tailoring of surface properties by removal and deposition with laser radiation“, Applied Surface Science 86 (1995) 266-277
- [3] Pfleging, W., Plotter, V., Hanemann, T.: „Laser patterning of hard metal alloys for applications in micro injection molding“, to be published

Biegemessplatz FATIBEND: Vom werkstoffkundlichen Ermüdungsversuch zur Lebensdauervorhersage eines Bauteils

P. Schloßmacher¹⁾, R. Plietsch¹⁾, S. Baumgärtner¹⁾, K. Ehrlich¹⁾, G. Stoelcker²⁾

¹⁾Institut für Materialforschung I

²⁾Dr.-Ing. G. Wazau Meß- und Prüftechnik GmbH, Berlin

Zusammenfassung

Ein rechnergesteuerter Meßplatz zur querkräftfreien Biegeprüfung hochflexibler Materialien wurde konzipiert und aufgebaut. Nach der Darstellung des Konzeptes, der Funktionsweise und einiger ausgewählter Leistungsmerkmale der Apparatur wird dargelegt, wie mit Hilfe von Finite-Elemente-Methoden das gemessene Ermüdungsverhalten eines Werkstoffs, hier der superelastischen Formgedächtnislegierung NiTi SE508, als Grundlage einer Lebensdauerabschätzung eines prototypischen Mikrobauteils, nämlich das Maulteil einer Faßzange für die Minimal-Invasive Chirurgie, herangezogen wird.

1. Einleitung

Für Bauteile unter realen Einsatzbedingungen ist die Biegung häufig die dominante Belastung. Um einem frühzeitigen Versagen vorbeugen zu können, ist die genaue Kenntnis des Ermüdungsverhaltens vonnöten, wozu Biegewechelexperimente unerlässlich sind.

Um reine Biegeversuche ohne störende Zug- oder Drucklasten durchzuführen, können die herkömmlichen, normierten Prüfverfahren wie 2-, 3- und 4-Punktbiegung nur eingeschränkt eingesetzt werden. Bei hochflexiblen Materialien wie z.B. dem superelastischen NiTi, welches reversible Maximaldehnungen von mehreren Prozent und dementsprechend starke Durchbiegungen gestattet, sind die o.g. Verfahren nicht mehr anwendbar [1].

Demzufolge wurde eine Prüfeinrichtung gebaut, welche die querkräftfreie Biegewecheermüdung hochflexibler Materialien erlaubt [1].

2. Der Biegemessplatz FATIBEND

Die kreisbogenförmige Biegelinie der Probe wird durch eine synchronisierte Trajektoriensteuerung mit Hilfe einer motorischen Verstelleinheit realisiert. Ein PC steuert die Vorgabe der Biegekontur, weswegen es sich um ein dehnungsgesteuertes Experiment handelt. Meßgrößen wie Biegemoment, Biegewinkel, Zyklenzahl oder auch Zeit werden während der Messung aufgezeichnet und auf dem Bildschirm dargestellt.

Der Meßplatz (Abb. 1) besteht im wesentlichen aus einer motorischen und einer sensorischen Seite. Zwei rechtwinklig zueinander angeordnete Lineartische (LIN1, LIN2) tragen einen Rotations-

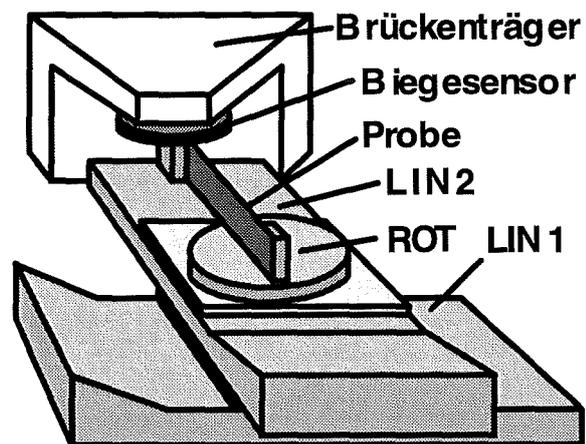


Abb. 1: Schematischer Aufbau des Meßplatzes; ein Ende der Probe wird durch die drei motorischen Einheiten (LIN1, LIN2, ROT) bewegt, und am festen Ende mißt der Biegesensor das auftretende Biegemoment

tisch, auf welchem eine Einspannvorrichtung zur präzisen Klemmung des einen Probenendes angebracht ist. Das andere Probenende wird durch eine baugleiche Klemmvorrichtung gehalten, die auf der Nabe eines fest montierten Biegemomentsensors angebracht ist.

Eine softwareseitige Bahnkurvensteuerung synchronisiert die Bewegung der drei motorischen Einheiten derart, daß das auf dem Rundtisch befestigte um das sensorseitig feste Probenende auf einer Trajektorie bewegt wird, die eine reine Biegung unter Ausschluß störender Querkrafteinflüsse gewährleistet. Dadurch wird ein über die gesamte Probenlänge konstantes Biegemoment erzeugt, welches vom Sensor digital verstärkt über den seriellen Port dem PC zugeführt wird.

Die Biegemomentwerte werden in 16 bit Auflösung mit einer Frequenz von 600 Hz kontinuierlich während des Meßbetriebes übertragen und gespeichert.

Die in C programmierte Steuerung für FATIBEND ist unter MS-DOS lauffähig und übernimmt den gesamten Meßbetrieb. Gewöhnlich wird das Biegemoment als Funktion des Biege winkels gemessen, entweder in einsinniger (zerstörender oder zerstörungsfreier) oder in zyklischer Biegeprüfung. Relaxationstests, in denen der zeitliche Verlauf des Biegemomentes bei gebogen gehaltener Probe aufgezeichnet wird, sind ebenfalls möglich.

3. Ermüdungsdaten der Legierung NiTi SE508

Für verschiedene Blechproben der bei Raumtemperatur superelastischen Legierung NiTi SE508 wurden Ermüdungsexperimente in reversierender und einsinniger Beanspruchung gemessen. In Abb. 2 sind die Daten der einsinnigen Biegeermüdung für eine Dehnrates von 1%/s mit maximalen Dehnungsamplituden bis zu $|\Delta \epsilon_{\max}| = 5\%$ über der Versagenslastspielzahl $N_{f,90\%}$, bei der das aktuelle Biegemoment auf 90% seines Startwertes abgesunken ist, aufgetragen [1]. Man erkennt keine Dauerfestigkeit bis hinunter zu kleinen Dehnungsamplituden.

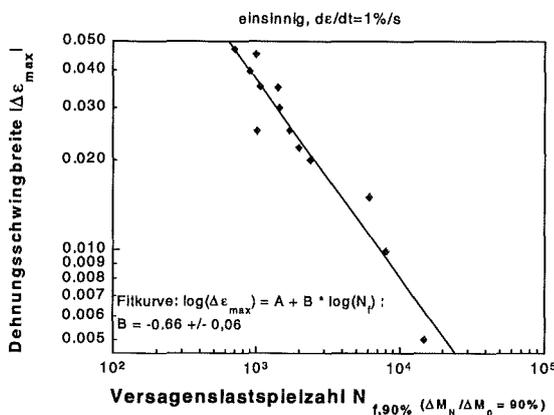


Abb. 2: Dehnungs-Wöhlerkurve für einsinnige Biegeermüdung

4. NiTi-Mikrofaßzange und deren Lebensdauer

Als Anwendung der Ergebnisse der Biegeermüdungsexperimente an NiTi-Blechmaterial sollte die Lebensdauer einer realistischen Komponente vorhergesagt werden [1,2]. Dazu wurde ein Design kleiner Faßzangen mit Hilfe von Finite-Element-Methoden formoptimiert, um möglichst gleichmäßige Spannungsverteilung über die Flanken zu erzielen. Die Zangen wurden durch Drahterodieren hergestellt und so wärmebehandelt, daß sie im lastfreien Zustand maximal ge-

öffnet sind. Die verschiedenen geöffnet (3-4,5 mm) konditionierten Zangen wurden in einer Universalprüfmaschine bis zum Kontakt der beiden Schenkel zyklisch geschlossen und geöffnet, bis ihre maximale Lastantwort 90% des Anfangswertes erreicht hatte [2].

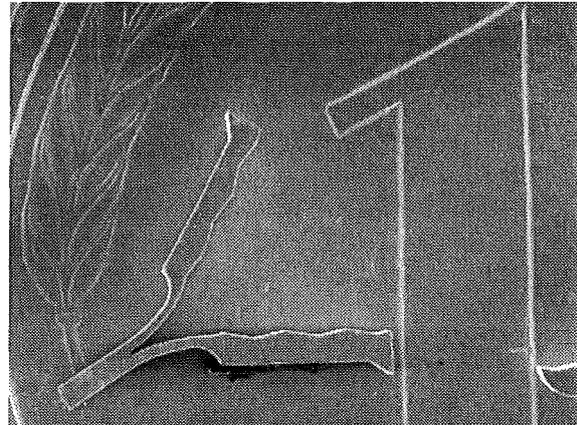


Abb. 3: Mikrozange auf einem 1-Pfennig-Stück: die Dorne außen an der Maulteilstipitze dienen zur Fixierung während des Ermüdungstests [2].

Bei Abschätzung einer "theoretischen" Lebensdauer wurden die von-Mises-Dehnungen ϵ'_{VM} zur Beschreibung der mehrdimensionalen Belastung der Zangen verwendet. Die Darstellung der dazu durchgeführten Simulationsrechnungen und die ausführliche Diskussion der zugrundeliegenden Annahmen und Modelle muß aus Platzgründen mit dem Hinweis auf die ausführliche Darstellung in [1,2] unterbleiben. Ergebnis ist, daß die "theoretischen" Lebensdauern etwa um einen Faktor 5 zu positiv sind. Berücksichtigt man, daß das zugrundeliegende Materialmodell das superelastische Verhalten und speziell die Zug-/Druckasymmetrie von NiTi gar nicht beschreibt, und auch die plastische Verformung der Zangen vor der Konditionierungsglühung nicht berücksichtigt werden konnte, kann man dies als ermutigendes Resultat und gute Basis für weiterführende Arbeiten ansehen.

Literatur:

- [1] Plietsch, R.: „Makroskopische und mikroskopische Phänomene im Ermüdungsverhalten einer pseudoelastischen NiTi-Formgedächtnislegierung unter mechanischer Wechselbeanspruchung“, FZK, Wissenschaftliche Berichte, FZKA 5913, Karlsruhe, Juni 1997
- [2] Plietsch, R., Schloßmacher, P., Blumhofer, M., Ehrlich, K.: „Shape Design and Fatigue Life Estimation of Pseudoelastic NiTi Micro-Forceps used in Minimum Invasive Surgery Applications“, Proceedings of Shape Memory and Superelastic Technologies (SMST 97), Asilomar (U.S.A.) [im Druck]

Laserstrukturieren und Prüfen von NiTi-Mikrokomponenten

W. Pflöging, H. Besser, M. Blumhofer, M. Rohde, H. Zimmermann

Institut für Materialforschung I (IMF I)

Zusammenfassung

Die Herstellung von Mikrokomponenten aus dem Formgedächtniswerkstoff NiTi erfordert Bearbeitungsverfahren, die die Formgedächtniseigenschaften nicht beeinträchtigen. Fortgeschrittene Techniken der Laserstrahlmaterialbearbeitung werden zur Strukturierung, sowie zum Schweißen und Löten von NiTi eingesetzt. Die Verfügbarkeit von leistungsfähigen Prüfverfahren ermöglicht die Bestimmung der Eigenschaften an den strukturierten Mikrokomponenten.

1. Einleitung

Werkstoffe mit Formgedächtnis wie NiTi besitzen Eigenschaften, die sie für den Einsatz als Aktoren in der Mikrostrukturtechnik und in der minimal invasiven Chirurgie (MIC) als sehr attraktiv erscheinen lassen. Mit NiTi lassen sich Stellglieder mit relativ großem Verstellweg konstruieren, die entweder durch Erhöhung bzw. Erniedrigung der Temperatur oder in der pseudoelastischen Modifikation durch Vorgabe von mechanischen Spannungen angetrieben werden.

2. Laserstrahlmaterialbearbeitung

Die Beherrschung von Techniken zur Strukturierung und zum Fügen einzelner Komponenten aus dem Formgedächtniswerkstoff NiTi ist für diese Materialklasse nicht trivial. Der Einsatz der Laserstrahlmaterialbearbeitung ermöglicht die hochpräzise Herstellung von Komponenten für die Medizintechnik und Mikrosystemtechnik [1], ohne die Formgedächtniseigenschaften zu beeinflussen. Für die Medizintechnik werden NiTi-Implantate (Stents) und Operationsinstrumente aus NiTi für die MIC (Zangen, Endoskope, Gelenke) [2], und für die Mikrosystemtechnik werden Aktoren (NiTi-Mikroventile, NiTi-Linearaktoren) (Abb. 1), Sensoren und Mikrobauteile für eine hybride Integration in kommerzielle Produkte entwickelt [3].

Für die Entwicklung medizintechnischer Komponenten wird schwerpunktmäßig das am IMF I weit entwickelte Verfahren des Laserstrahlschneidens und des Laserstrahlfügens von NiTi eingesetzt. Beim Laserstrahlschneiden werden Schnittfugenbreiten von 30-50 μm erzielt.

Zur Verbesserung der Strukturgenauigkeiten und zur Erhöhung der erreichbaren Aspektverhältnisse wird das Verfahren des Laserstrahlmaterialabtrages entwickelt [4]. 3D-Geometrien sind durch dieses Laserverfahren realisierbar (Abb.2).

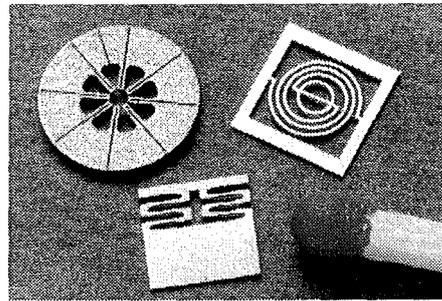


Abb. 1: Linearaktoren und Mikroventile aus NiTi-Formgedächtnislegierung. Durch Laserstrahlschneiden werden Rauheitswerte von $R_a=1 \mu\text{m}$ an den Schnittkanten erzielt.

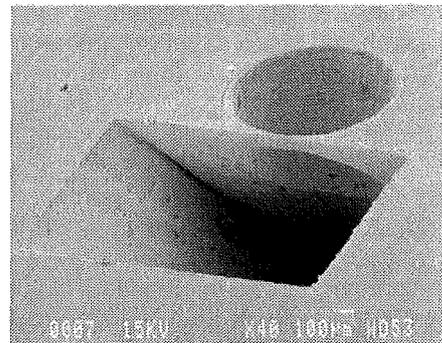


Abb. 2: Durch Laserstrahlmaterialabtrag hergestellte 3D-Geometrie in Metall.

3. Mechanische Prüfung

An einer lasergeschweißten pseudoelastischen NiTi-Legierung, die in der Medizintechnik Verwendung findet, wurde das Ermüdungsverhalten unter Biegewechselbeanspruchung (Abb. 3) untersucht und die Ergebnisse mit denen des ungeschweißten Materials verglichen [5]. Die Zahl der ertragbaren Lastwechsel der geschweißten Proben liegt bei großen Durchbiegungen um bis zu zwei Größenordnungen niedriger als die der ungeschweißten. Ursachen hierfür sind höhere örtliche Dehnungen des Schweißnahtgefüges, verursacht durch eine Querschnittsverminderung in der

Stumpfnah, und eine mögliche Herabsetzung der Plateau-Streckgrenze in der Schweißnaht. Bei kleinen Durchbiegungen dagegen wirkt sich eine Schweißung nicht nachteilig auf die Lebenserwartung aus. Ausgangs- und Schweißnahtgefüge ertragen bis zu 10^7 Lastwechseln Dehnungen, die der Plateau-Streckgrenze des jeweiligen Werkstoffzustandes entsprechen oder geringfügig höher sind.

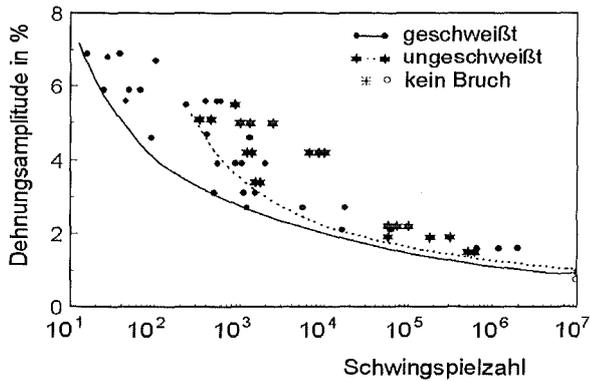


Abb. 3: Dehnungsamplituden geschweißter und ungeschweißter Proben als Funktion der Bruchschwingspielzahl

Angesichts möglicher Anwendungen von Formgedächtnislegierungen als Stellglieder für Regel- und Steueraufgaben wurde die Formstabilität einer martensitischen TiNi-Legierung bei thermischer Wechselbeanspruchung untersucht [6]. Kleine Zugproben wurden unter konstanter Last wiederholten Umwandlungen (Austenit-Martensit-Austenit) unterworfen und die bleibende Dehnung in Abhängigkeit von der Zugspannung und der Zahl der thermischen Zyklen gemessen. Auf Grund der sehr niedrigen Streckgrenze im martensitischen Zustand kommt es bereits bei niedrigen Zugspannungen zu bleibenden Dehnungen. Bei allen Spannungen ist die Dehnung pro Zyklus in den ersten Zyklen am höchsten.

4. Thermophysikalische Prüfung

Das Wärmetransportverhalten ist für die thermisch angetriebenen Aktoren aus NiTi für Auslegung und Betrieb von Bedeutung. Die thermophysikalischen Kenngrößen wie Wärmeleitfähigkeit und die spezifische Wärmekapazität bestimmen das räumliche und zeitliche Verhalten [7] der bei Aufheizung und Abkühlung entstehenden Temperaturgradienten im Material. Die Ergebnisse der Wärmeleitfähigkeitsmessungen (Abb. 4) zeigen ein für Legierungen typisches Ergebnis mit ansteigenden Werten als Funktion der Temperatur.

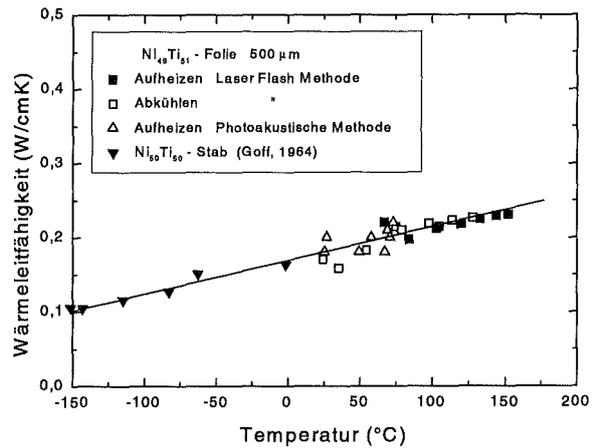


Abb. 4 : Wärmeleitfähigkeit einer NiTi-Folie als Funktion der Temperatur.

Literatur:

- [1] Kreuz, E. W., Pflöging, W., et al.: „Tailoring of surface properties by removal and deposition with laser radiation“, Applied Surface Science 86 (1995) 266-277
- [2] Guber, A. E., Giordano, N., Schüssler, A., Balsinus, O., Loser, M., Wieneke, P.: „Nitinol-based microinstruments for endoscopic neurosurgery“, H. Borgmann (Hrsg.), Actuator 96: 5th Internat. Conf. On New Actuators, Bremen, June 26-28, 1996 Conf. Proc. S. 375-78, Bremen: AXON Technologie Consult GmbH, 1996
- [3] Kohl, M., Pflöging, W., et al.: „Shape Memory microvalves for high pressure applications“, to be published
- [4] Pflöging, W., Plotter, V., Hanemann, T.: „Laser patterning of hard metal alloys for applications in micro injection molding“, to be published
- [5] H. Zimmermann „Ermüdungsverhalten einer lasergeschweißten pseudoelastischen NiTi-Legierung unter Biegebeanspruchung“, Mat.-wiss. u. Werkstofftech. 28 (1997) 82-87
- [6] H. Zimmermann „Irreversible strains in an Ni-Ti alloy after thermal cycling“, J. Mat. Sci. Lett. 16 (1997) 460-461
- [7] Rohde, M., Schüssler, A. „On the response time behavior of laser micromachined NiTi shape memory actuators“, Sensors & Actuators A61 (1997) 463 - 468

Mikrotribologische Untersuchungen an NiTi

G. Kolbe, K.-H. Zum Gahr
Institut für Materialforschung I

Zusammenfassung

Mit Hilfe eines am Institut neu entwickelten Mikrotribometers wurden die Reibungs- und Verschleißigenschaften einer selbstgepaarten, superelastischen NiTi-Legierung unter ungeschmierter Gleitbeanspruchung in Abhängigkeit von der Belastung im Mikrokontakt untersucht. Die Ergebnisse zeigen, daß die Reibungszahlen und Verschleißintensitäten durch natürliche Oxidschichten, die Bildung oxidischer Deckschichten und Metall-Metall-Kontakt bestimmt wurden. Hieraus lassen sich wichtige Schlußfolgerungen für den praktischen Einsatz von NiTi-Legierungen ziehen.

1. Einleitung

Durch Mikrostrukturierungsverfahren wie z.B. die LIGA-Technik können miniaturisierte bewegliche Komponenten hergestellt werden, die neue innovative Produkte auf Basis vielfältiger Materialien ermöglichen [1]. Eine Werkstoffgruppe, die ein breites Anwendungspotential für „intelligente“ Bauteile besitzt, sind Formgedächtnislegierungen [2]. Insbesondere superelastische NiTi-Legierungen werden aufgrund ihrer guten biokompatiblen, korrosiven und mechanischen Eigenschaften zunehmend in der Mikrosystemtechnik, Medizintechnik oder Mikro-Handhabungstechnik eingesetzt [3]. Die Funktionsfähigkeit von beweglichen Mikrokomponenten wird dabei entscheidend durch tribologische Wechselwirkungen relativ zueinander gleitender Festkörperoberflächen und damit durch Reibung und Verschleiß bestimmt. Im Gegensatz zu mechanischer Festigkeit oder Härte sind Reibung und Verschleiß jedoch keine intrinsischen Materialeigenschaften, sondern hängen vom jeweiligen System ab [4]. Mit zunehmender Miniaturisierung steigt dabei die Bedeutung von Oberflächenstrukturen, Adsorbat- und chemischen Reaktionsschichten sowie Adhäsions- und Kapillarkräften [5, 6].

2. Experimentelle Methoden

Die tribologischen Eigenschaften einer selbstgepaarten, superelastischen NiTi-Legierung (51 at.-% Ni, 49 at.-% Ti) wurden unter ungeschmierter Gleitbeanspruchung im miniaturisierten Stift-auf-Scheibe-Kontakt bei Variation der Flächenpressung bzw. Normalkraft untersucht.

Der Einsatz eines am Institut entwickelten Mikrotribometers ermöglichte die in-situ Messung von Reibungs- und Verschleißkenngrößen. In Abb. 1 ist schematisch das Arbeitsprinzip des Tribometers dargestellt. Die Konstruktion erlaubt

Normalkraftvariationen zwischen 0,1 bis 1000 mN sowie Messungen bei verschiedenen Gleitgeschwindigkeiten (0,001 bis 100 mm/s), in variabler Luftfeuchte (10 bis 90%), in dest. Wasser bzw. anderen benetzenden Medien sowie im Hochvakuum bei gleichzeitiger hochauflösender Beobachtung der Kontaktzone. Stift- und Scheibendurchmesser können maximal 2 bzw. 10 mm betragen.

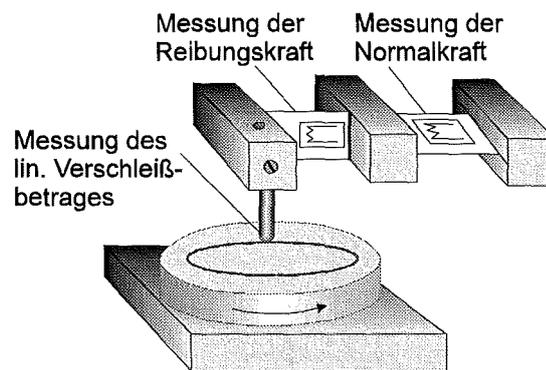


Abb. 1: Schematische Darstellung des Mikrotribometers

Tabelle 1 gibt einige Kenngrößen des verwendeten Probenmaterials wieder.

Eigenschaftskennwert	
E-Modul, Gpa	70
Dichte, g/cm ³	6,50
Therm. Leitfähigkeit, W/m-K	17,5
Härte: Stift, HV 0,005	385
Härte: Scheibe, HV 0,005	336

Tab. 1: Kenngrößen der NiTi-Legierung im „austenitischen“ Gefügestand

Abb. 2 zeigt schematisch das verwendete Tribosystem mit den gewählten Versuchsparametern.

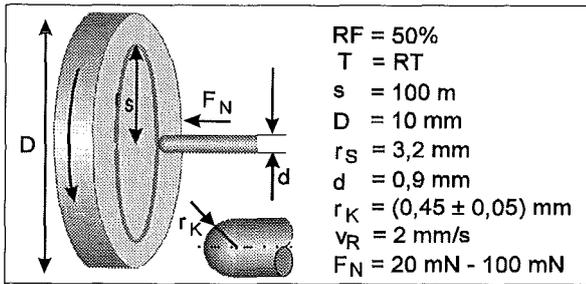


Abb. 2: Schematische Darstellung des verwendeten Tribosystems mit Versuchsparemtern. RF: Relative Feuchte, T: Temperatur, s: Gleitweg, D: Scheibendurchmesser, r_s : Spurradius, d: Stiftdurchmesser, r_K : Stiftpfkrümmungsradius, v_R : Gleitgeschwindigkeit, F_N : Normalkraft

Bei einem Gleitweg von 100 m wurde die Normalkraft von 20 bis 100 mN entsprechend einer Hertzschen Pressung zu Versuchsbeginn (System balliger Stift/Scheibe) von 300 bis 520 MPa variiert.

3. Ergebnisse

In Abb. 3 sind exemplarisch die Reibungszahl und der lineare Verschleißbetrag der Paarung NiTi/NiTi in Abhängigkeit vom Gleitweg aufgetragen.

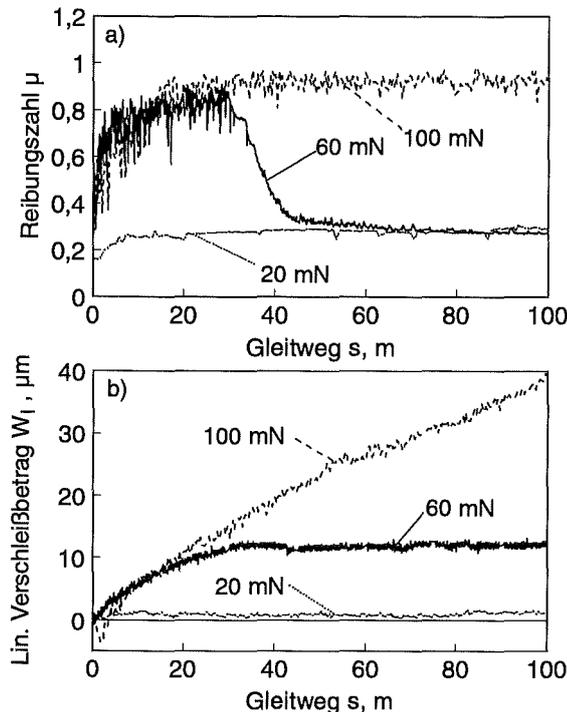


Abb. 3: Abhängigkeit a) der Reibungszahl und b) des linearen Verschleißbetrages vom Gleitweg für NiTi/NiTi bei Normalkräften von 20, 60, und 100 mN ($v_R = 2$ mm/s)

Die Ergebnisse zeigen, daß das Reibungs- und Verschleißverhalten von selbstgepaartem NiTi bei ungeschmierter, einsinniger Gleitbeanspru-

chung im miniaturisierten Stift-Scheibe-Kontakt bei Raumtemperatur eine deutliche Abhängigkeit von der aufgetragenen Normalkraft mit ausgeprägten Hoch- und Tieflagen aufweist. Bei kleinen Normalkräften von $F_N < 55$ mN entsprechend max. Hertzschen Pressungen zu Versuchsbeginn von $p_{\text{max}} < 400$ MPa wurden niedrige Reibungszahlen (Abb. 3a) und Verschleißbeträge (Abb. 3b) erzielt. Für höhere Belastungen von $F_N \leq 80$ mN bzw. $p_{\text{max}} < 500$ MPa kam es zu Versuchsbeginn zu hohen Werten von Reibungszahl und Verschleißintensität, die mit Erreichen eines kritischen Gleitweges auf niedrigere Werte absanken. Bei noch höheren Belastungen blieben Reibungszahl und Verschleißintensität für die gesamte Versuchsdauer konstant auf hohen Werten.

4. Diskussion und Zusammenfassung

Spektroskopische und rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen ergaben, daß abhängig von der aufgetragenen Normalkraft die Verläufe der Reibungszahlen und Verschleißintensitäten durch natürliche Oxidschichten, die Bildung oxidischer Deckschichten und Metall-Metall-Kontakt bestimmt wurden. Unter niedriger Belastung dominierten aufgrund oxidischer Oberflächenschichten tribooxidative Verschleißmechanismen, während es unter hoher Belastung zum Schichtversagen und als Folge zu adhäsiven und abrasiven Wechselwirkungen in der Kontaktfläche kam.

Aus den Ergebnissen kann gefolgert werden, daß für praktische Anwendungen die Kontaktflächen von NiTi-Gleitpaaren mit dem Ziel geringer Flächenpressungen dimensioniert werden sollten, um lokale spannungsinduzierte Martensitbildung zu vermeiden und tribooxidative Prozesse zur Verbesserung der tribologischen Eigenschaften zu ermöglichen.

Literatur:

- [1] Bley, P.: „The liga process for fabrication of three-dimensional microscale structures“, Interdisc. Sc. Rev., 18 (1993) 267-272
- [2] Furuya, Y.: „Intelligent material design using shape memory alloy“, Mat. Res. Soc. Symp. Proc., 360 (1995) 519-525
- [3] Stöckel, D.: „Superelastische Nickel-Titan-Legierungen. Eigenschaften und Anwendung“, Metall 47 (1993) 728-733
- [4] Zum Gahr, K.-H.: „Microstructure and wear of materials“, Elsevier, Amsterdam, (1987)
- [5] Zum Gahr, K.-H.: „Microtribology“, Interdisc. Sc. Rev., 18 (1993) 259-266
- [6] Franzka, S., Zum Gahr, K.H.: „Microtribological studies of unlubricated sliding Si/Si contact in air using AFM/FFM“, Tribology Letters 2 (1996) 207-220.

Vorrichtung zur Mikrozugprüfung mit integrierter Dehnungsmessung

A. Ilzhöfer, H. Schneider und J. Aktaa
Institut für Materialforschung II

Zusammenfassung

Die Vorrichtung zur Durchführung von einachsigen Zugversuchen an Mikroproben wurde weiterentwickelt. Dabei erfolgte die Anpassung eines Dehnungsmeßsystems, das an einer neu entwickelten Mikroprobe die Dehnung im homogen belasteten Bereich erfaßt. Durch diese Verbesserung lassen sich bei wohldefinierten Belastungsvarianten im Zugschwellbereich wichtige mechanische Eigenschaften sowie das Verformungsverhalten genauer charakterisieren.

An der Vorrichtung wurden bereits die ersten LIGA-Materialien untersucht. Die Ergebnisse zeigen, daß das mechanische Verhalten dieser Werkstoffe sich wesentlich von dem vergleichbarer Werkstoffe aus dem Makrobereich unterscheidet. Dies unterstreicht vor allem die Notwendigkeit der mechanischen Werkstoffprüfung in der Mikrostrukturtechnik.

1. Einleitung

Die Werkstoffe von Mikrobautteilen werden immer mehr während des Strukturierungsprozesses mit speziellen Verfahren, z.B. mit der LIGA-Technik, hergestellt. Dadurch stellt sich ein Gefüge ein, das sich wesentlich von dem mit herkömmlichen im Makrobereich angewandten Verfahren erzeugten Gefüge unterscheidet. Das mechanische Verhalten derartiger Werkstoffe kann daher sehr stark von dem der im Makrobereich mit gleicher Zusammensetzung hergestellten Werkstoffen abweichen. Zu einer weiteren Abweichung kann der Einfluß der Oberfläche auf die mechanischen Volumeneigenschaften führen, der durch die mit der Miniaturisierung angestiegenen Oberfläche/Volumen-Verhältnisses signifikant sein kann. Zur Charakterisierung des mechanischen Verhaltens von Mikrostrukturwerkstoffen sind aus den oben genannten Gründen Versuche an Mikroproben notwendig. Am IMF II wurde zu diesem Zweck eine Prüfvorrichtung entwickelt, mit der an Mikroproben einachsige Verformungsversuche im Zugbereich durchgeführt werden können.

2. Mikrozugprüfvorrichtung

Die Prüfvorrichtung besteht hauptsächlich aus einem Lastrahmen, der an einer gewöhnlichen Prüfmaschine zur Lastaufbringung und Lastregelung angebracht ist. Der Lastrahmen ist ein System zweigeteilter Federn, die die Belastung der Prüfmaschine aufnehmen und in umgesetzter Form an die innen eingespannte Mikroprobe weiterleiten [1,2]. Der Lastrahmen ist hinreichend steif gegenüber der Probe und weich gegenüber der Prüfmaschine. Es können damit Proben unterschiedlicher Dicke und Durchmesser mit gleicher Krafteinleitungssachse getestet werden. In dem Lastrahmen sind ein inter-

nes Kraft- und zwei unabhängige Wegmeßsysteme integriert. Eines dieser beiden Wegmeßsysteme (Wirbelstromsensor) dient zur Aufnahme der Probenverlängerung zwischen den Einspannstellen der Mikroprobe, das zweite (LVDT's) zur Ermittlung von eventuell auftretenden Biegeeffekten während des Einbaues, oder während der Versuchsführung. Ein drittes Wegmeßsystem, welches außerhalb des Lastrahmens angebracht ist, dient der Erfassung der Verlängerung und somit der Dehnung im Gleichmaßbereich der zu untersuchenden Proben. Das System benutzt ein digitales Linienabtastverfahren auf Infrarotbasis mit einer Auflösung von $0,5 \mu\text{m}$ bei einer 5000 Pixelmatrix. Die mittels FE-Rechnungen optimierten Markierungen an der Mikroprobe sind die Bezugskanten, die das Linienabtastsystem zur Detektion der während des Experimentes auftretenden Dehnungen benutzt (s. Abb. 1). Die während des Versuchs gemessenen Daten werden mit einer Datenerfassungsanlage aufgenommen und verarbeitet (für Einzelheiten s. [3]).

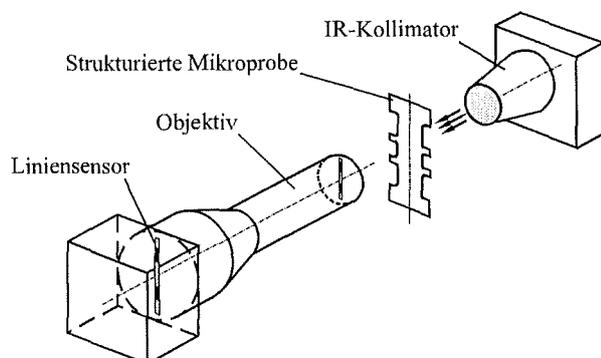


Abb. 1: Das berührungslose optische Meßsystem zur Erfassung der Probenverlängerung im Gleichmaßbereich

Mittels dieser Prüfvorrichtung ist es möglich, Zug-, Kriech-, Relaxations-, sowie Be- und Entlastungsversuche im Zugschwellbereich durchzuführen. Dabei können Mikrostrukturen, dünne Schichten oder Folien und Fasern im Bereich von einigen μm untersucht werden.

3. Ergebnisse

Mittels der entwickelten Prüfvorrichtung wurden die ersten durch LIGA-Technik erzeugten Mikrozugproben aus Nickel, Permalloy und Kupfer untersucht. Das Versuchsprogramm umfaßt weitere 7 Metalle und 3 Kunststoffe.

Die Ergebnisse der Zugversuche, die an Mikroproben aus verschiedenen Probenchargen (Wafers) durchgeführt wurden, zeigen einen starken Einfluß der Galvanik auf die Festigkeitswerte der Strukturen (s. Abb. 2). Die Reproduzierbarkeit bei der Herstellung muß daher beherrscht werden, um die im Versuch gewonnenen Festigkeitswerte auf Bauteile übertragen zu können.

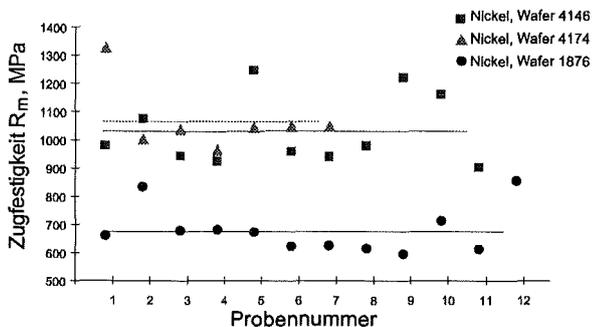


Abb. 2: Einfluß der Galvanik auf die Zugfestigkeit

Bei einem Vergleich der an der Mikrozugprüfeinrichtung gewonnenen Daten mit denen aus Makroversuchen, zeigt sich, daß die gemessenen Dehnungswerte bzw. Duktilität deutlich unter, die gemessenen Spannungswerte bzw. Festigkeit deutlich höher liegen. Dies bestätigt, daß die in technologischen Makroversuchen gewonnenen Daten nicht auf den Mikrobereich übertragbar sind.

Der Einfluß der Traversendehnungsgeschwindigkeit¹ auf das Verformungsverhalten von Nickel wurde auch untersucht. Dabei konnte keine Abhängigkeit der Festigkeitswerte von der Verformungsgeschwindigkeit - Unterschiede im Rahmen der Streuung - festgestellt werden. Lediglich haben sich geringfügige Unterschiede in der Verfestigung und dem Einschnürverhalten ergeben (s. Abb. 3).

Es wurden auch Zugversuche an Nickel-Mikroproben durchgeführt, bei denen durch eine geeignete Wärmebehandlung (z.B. 800°C, 13 Minuten) das Stengelgefüge, welches für die durch

¹ Die Traversendehnung ist die Dehnung des Probenbereichs zwischen den Einspannstellen.

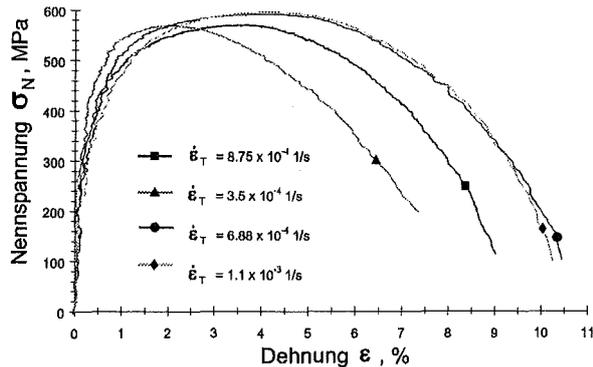


Abb. 3: Einfluß der Dehnungsgeschwindigkeit auf das Verformungsverhalten vom Nickel unter monotoner Zugbelastung

LIGA-Technik hergestellten Nickelstrukturen typisch ist, in den aus der Makrotechnik bekannten Gefügestand überführt wurde. Dabei konnte wie erwartet eine starke Abnahme der Festigkeit sowie Zunahme der Duktilität verzeichnet werden (vgl. Abb. 3 u. 4). Im Vergleich zum unbehandelten Nickel hat die Verformungsgeschwindigkeit einen stärkeren Einfluß auf die Verfestigung des wärmebehandelten Nickel. Die Festigkeit jedoch blieb unabhängig von der Verformungsgeschwindigkeit (s. Abb. 4).

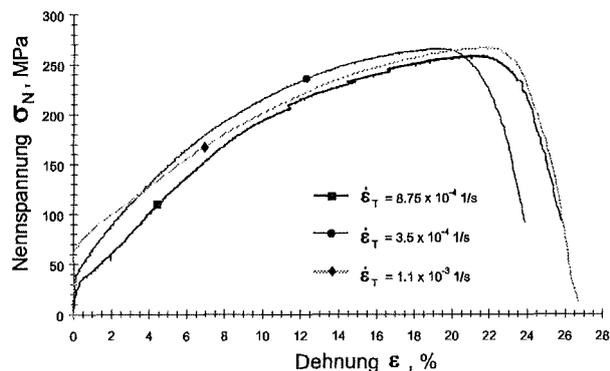


Abb. 4: Einfluß der Verformungsgeschwindigkeit auf das Verformungsverhalten vom wärmebehandelten Nickel unter monotoner Zugbelastung

Literatur:

- [1] B. Schinke, H. Schneider und A. Ilzhöfer. "Vorrichtung zur einachsigen Untersuchung von Mikroproben", Patent DE-OS 19520071, Deutsches Patentamt, 1998.
- [2] A. Ilzhöfer, H. Schneider und Ch. Tsakmakis. "Tensile testing device for microstructured specimens", *Microsystem Technologies* 4 (1997) pp. 46 - 50.
- [3] A. Ilzhöfer: "Eine Zugprüfvorrichtung zur Untersuchung mikrostrukturierter Proben", Dissertation, Universität Karlsruhe, 1998.

Präzisionsguß von Mikroteilen aus Metall

H. Wöllmer, K. Müller, R. Ruprecht, J. Haußelt
Institut für Materialforschung III, Forschungszentrum Karlsruhe GmbH

Zusammenfassung

Das Präzisionsgußverfahren wurde zur Herstellung metallischer Mikroteile angewandt. Auf diese Weise wurden sowohl Strukturen aus mikromechanisch gefertigten Formeinsätzen, als auch LIGA-Strukturen abgeformt. Damit wurde die Materialpalette für metallische Mikroteile auf mehrkomponentige Edelmetall-Legierungen (Ag-Pd-Cu, Au-Ag-Cu) und Aluminiumbronze erweitert. Die Eigenschaften der Gußteile wurden anhand von Oberflächen- und Gefügebetrachtungen sowie Härtemessungen untersucht.

1. Einleitung

In der Mikrosystemtechnik ist die Galvanoformung eine etablierte Methode zur Herstellung metallischer Mikroteile. Dieses Verfahren ist jedoch auf einige abscheidbare Metalle und einfache Legierungen beschränkt. Um die Palette der metallischen Werkstoffe für Mikroteile zu erweitern, wird das Präzisionsgußverfahren weiterentwickelt und auf die Herstellung von Mikroteilen angewandt. Anwendungsbeispiele sind Mikroturbinengehäuse und gestufte LIGA-Zahnräder.

2.1 Experimentelles Vorgehen

Ausgangspunkt der Versuche waren im Spritzgießverfahren hergestellte Mikroteile aus dem Kunststoff PMMA, die als verlorene Modelle dienten. Diese wurden in phosphatgebundene Keramikmassen eingebettet. Durch das anschließende Erhitzen entstand durch Ausschmelzen und Pyrolyse des Modellkunststoffs sowie durch Sintern der Keramik eine Hohlform. In die auf 700-1000°C erhitzte Hohlform erfolgte der Abguß des erschmolzenen Metalls (Tab.1). Nach dem Abkühlen wurde der Gußkörper durch Zerbrechen und chemisches Lösen der verlorenen Form

ausgebettet. Die freigelegten Mikrostrukturen konnten anschließend zu Mikrobauteilen vereinzelt werden. Der Schmelz- und Gießprozeß wurde mit widerstandsbeheizten Gießgeräten unter Verwendung von Graphittiegeln im Schleuderguß und Vakuum-Druckguß durchgeführt. Hierbei kamen das Schleudergießgerät Multicast Compact, und das Vakuum-Druckgußgerät Prestomat Compact der Fa. Degussa zum Einsatz.

Legierung	Hauptkomponenten	Schmelzbereich [°C]	Gießtemp. [°C]
Ag-Basis	Ag-Pd-Cu	950-1040	1200
Au-Basis	Au-Ag-Cu	860-940	1100
Al-Bronze	Cu-Al-Ni-Fe	1020-1040	1300

Tab. 1: Gußlegierungen und Gießtemperaturen

2.2 Abgeformte Mikroteile

Beispiele für abgeformte Gußteile mikromechanischen Ursprungs sind Mikroturbinengehäuse für Herzkatheder (Abb. 1). An LIGA-Strukturen wurden gestufte Zahnräder (Abb. 2) und hexagonale Säulen (Abb. 3) abgeformt.

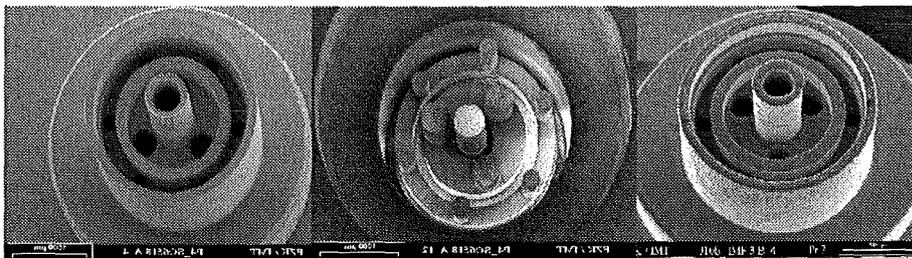


Abb. 1: Schleuderguß am Beispiel des Mikroturbinengehäuses: Verlorenes Modell aus PMMA (links), verlorene Form aus phosphatgebundener Einbettmasse (mitte), Gußteil aus der Ag-Pd-Cu-Legierung (rechts). Außendurchmesser: 2,5 mm, Länge des Zentralröhrchens: 1 mm, minimale Wandstärke 115µm

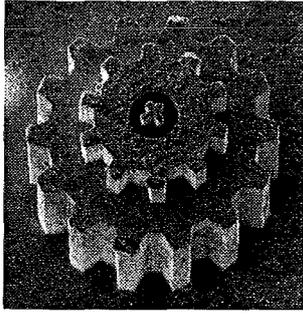


Abb. 2: Gestuftes LIGA-Zahnrad aus der Au-Ag-Cu-Legierung Stabilor G mit einem Durchmesser von 1 mm, hergestellt im Vakuum-Druckgußverfahren

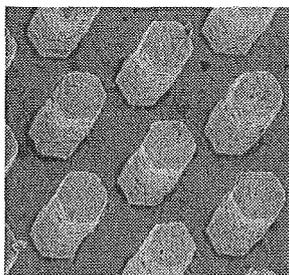


Abb. 3: Hexagonale LIGA-Säulen mit einer Schlüsselweite von 50 µm und Höhe von 250 µm aus der Ag-Pd-Cu-Legierung Palliag M, hergestellt im Vakuum-Druckgußverfahren

2.3 Oberflächenqualität

Die Gußteile weisen im Vergleich zu den Modellteilen aus Kunststoff eine höhere Oberflächenrauheit auf. Die Ursache hierfür liegt neben der Rauheit der Einbettmasse im Metallgefüge selbst begründet. Bei der Ag-Pd-Cu-Legierung wurden Mittenrauhwerte $Ra < 0,5 \mu\text{m}$ gemessen.

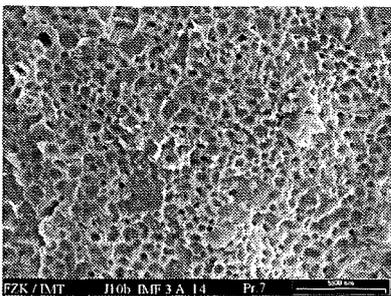


Abb. 4: Oberfläche der Ag-Cu-Pd-Legierung Palliag M, 5000x im REM, $Ra < 0,5 \mu\text{m}$

2.4 Gefüge und Härte der Gußteile

Bei gegossenen Mikroteilen aus der Ag-Pd-Cu-Leg. liegt im dickwandigen Bereich ein lamellares Eutektikum mit Ausscheidungen vor. Das Gefüge in den dünnwandigen Bereichen erscheint dage-

gen relativ strukturlos. Es handelt sich hierbei um einen Seigerungeffekt. EDX-Analysen haben gezeigt, daß der Rand an Cu verarmt ist. Damit verbunden ist eine niedrigere Härte im dünnwandigen Bereich (Abb.5).

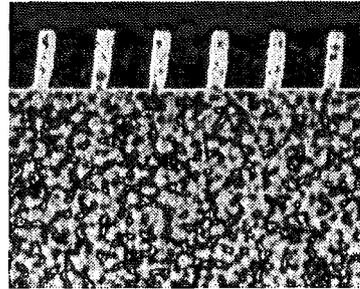


Abb. 5: Gefüge der Ag-Pd-Cu-Legierung: Querschliff über die hexagonalen LIGA-Säulen der Breite 50µm. Härte im dünnwandigen Bereich: 130HV0,05; im dickwandigen Bereich: 200HV0,05

3. Diskussion und Ausblick

LIGA-Strukturen mit lateralen Dimensionen von 50 µm und Aspektverhältnissen > 10 können mit Hilfe der Mikrogußtechnik abgeformt werden. Eine Oberflächenqualität $Ra < 0,5 \mu\text{m}$ wurde erreicht. Bei der Ag-Pd-Cu-Legierung wurde gezeigt, daß sich Gefüge und Zusammensetzung im dünnwandigen Bereich signifikant vom dickwandigen Bereich unterscheiden. Hierzu und zu den mechanischen Eigenschaften sind noch weitere Untersuchungen geplant.

4. Danksagung

Die Autoren bedanken sich für die technische Unterstützung durch die Firma Degussa Hanau, bei Herrn P. Holzer für die Herstellung der Modellteile, bei IMT und HVT für die Fertigung der Formeinsätze.

Literatur:

- [1] Wöllmer, H., Müller, K., Ruprecht, R., Haubelt, J.: „Gießen von Mikroteilen“, DGM-hauptversammlung 1997, Braunschweig, 20.-23.5.1997
- [2] Ruprecht, R. et. al.: „Verschiedene Abformverfahren für die Herstellung von dreidimensionalen Metall-Mikrostrukturen“, Swiss Plastics 19, 1997 Nr.12, S. 5 - 9

UV-induzierte Abformung von Mikrostrukturen aus Composite-Materialien

T. Hanemann, J. Haußelt, G. Reimann, R. Ruprecht

Institut für Materialforschung III

Zusammenfassung

Die Entwicklung des UV-induzierten Reaktionsspritzgießens (UV-RIM) zur Abformung von Mikrostrukturen wird vorgestellt. Neben Methylmethacrylat-Monomer/Polymer-Gemischen wurden auch Composite-Systeme mit Farbstoff- und Keramik-Anteil verwendet. Grabenstrukturen mit 35 µm Breite und einem Aspektverhältnis von 1 konnten mit PMMA abgeformt werden. Die Entbinderung von Formteilen aus Keramik-Kunststoff-Compositen erlaubt die Herstellung keramischer Mikrostrukturen.

1. Einleitung

Die für das Abformen von Mikrostrukturen mit hohem Aspektverhältnis etablierten Abformverfahren wie thermoplastisches Spritzgießen, Heißprägen, oder thermisch induziertes Reaktionsspritzgießen sind durch ein zeit- und kostenintensives thermisches Zyklieren des Abformwerkzeuges bestimmt. Ein Verfahren mit isothermer Prozeßführung würde die Wirtschaftlichkeit erhöhen und zusätzlich die Materialbelastung reduzieren. Dies könnte durch die Kombination mikrospritzgießtypischer Prozeßführung (Evakuierung des Formeinsatzes, Einspritzen niedrig viskoser Formmasse, Abformung der Oberflächentopographie, Entformung des Spritzlings) mit einer UV-induzierten Polymerisation von Reaktionsharzen ermöglicht werden.

2. Prozeßentwicklung

Der Prototyp eines einfachen Laboraufbaus wurde in einer Presse mit maximaler Presskraft von 60 kN realisiert. Der vertikale Aufbau besteht aus zwei Hauptkomponenten: der untere Teil beinhaltet die Strahlungsquelle (F-Strahler) sowie eine transparente Werkzeughälfte aus Glas. Im oberen Teil befinden sich der evakuierbare Formeinsatz, Auswerferstifte, optionale Temperierkanäle sowie die Einspritzeinheit mit Materialreservoir. Eine genauere Beschreibung findet sich in [1].

Reaktionsharze auf Methylmethacrylatbasis lassen sich nach Zugabe geeigneter Photoinitiatoren bei Umgebungstemperatur polymerisieren. Die Polymerisationszeit hängt von der Schichtdicke, der Bestrahlungsintensität sowie vom Initiatorgehalt ab. Ausgehend von kommerziell erhältlichem Reaktionsharz Plexit 55® (MMA-Monomer mit ca. 30-35 Gew.% PMMA) wurden Mischungen mit unterschiedlichen Photoinitiatorkonzentrationen

(Irgacure1700) erstellt. Die optimierte Zusammensetzung für eine möglichst kurze Polymerisationszeit (2.5 min, Schichtdicke 5 mm) wurde bei einer Bestrahlungsdichte von 600 mW/cm² ermittelt (Abb. 1). Die verlängerten Reaktionszeiten bei höheren Initiatorkonzentrationen sind auf einen Self-Quenchprozeß zurückzuführen.

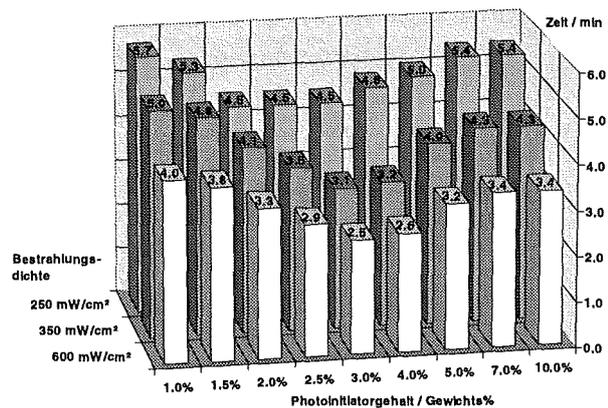


Abb. 1: Abhängigkeit der Polymerisationszeit von Bestrahlungsdichte und Initiatorgehalt für eine Formteildicke von 5 mm.

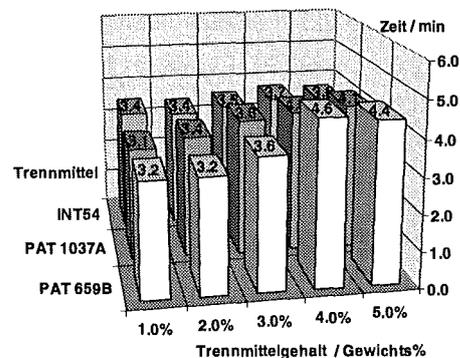


Abb. 2: Abhängigkeit der Polymerisationszeit vom Trennmittelgehalt für eine Schichtdicke von 5 mm und einer Initiatorkonzentration von 3.0 Gew. %.

Die Zugabe von intrinsischen Trennmitteln für eine gleichzeitige gute Trennwirkung gegen Glas und Metall sowie eine hohe UV-Beständigkeit ermöglicht eine fehlerfreie Entformung des ausgehärteten Materials. Da die in Frage kommenden Trennmittel eine unterschiedliche Färbung und damit Eigenabsorption aufweisen, ist eine Optimierung des Gehalts hinsichtlich einer möglichst kurzen Polymerisationszeit bei gleichzeitiger guter Trennwirkung notwendig (Abb. 2).

3. Abformung mit Kunststoff

Geeignete Versuchsparameter wurden unter Verwendung von Plexit/Trennmittel/Initiator-Systemen ermittelt [2]. Um eine gute Formfüllung eines mikromechanisch gefertigten Formeinsatzes (Grabenstruktur, Breite 35 μm , Aspektverhältnis 1, Abb. 3) zu erreichen, sind Einspritzdrücke bis 2 MPa und Haltedrücke bis 1.5 MPa nötig (Abb. 4).

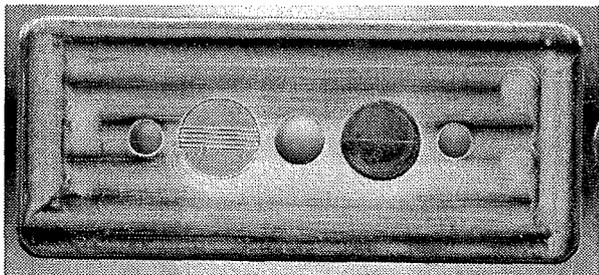


Abb. 3: Formeinsatzhalteplatte mit mikromechanisch gefertigten Wechselformeinsätzen (\varnothing 10 mm, links: Graben, 300 μm Breite; rechts: Graben, 35 μm Breite, jeweils mit Aspektverhältnis 1).

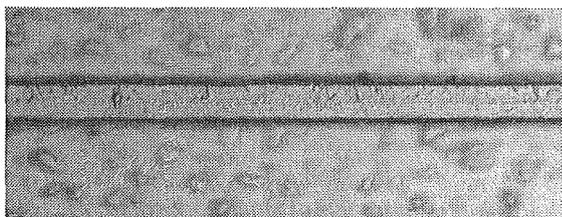


Abb. 4: Lichtmikroskopische Aufnahme der Stegstruktur (35 μm Breite, Aspektverhältnis 1).

3. Abformung mit Compositen

Im Hinblick auf die mögliche Herstellung von Wellenleiterstrukturen mit nichtlinear optischen Eigenschaften wurde die Verwendbarkeit einer Reaktionsharzmischung, welche 0.75 Gew.% des Farbstoffes Disperse Red 1 (DR1, Diazofarbstoff) enthält, untersucht. Aufgrund der starken Absorption im Spektralbereich von 350 - 450 nm ergaben sich stark verlängerte Polymerisationszeiten (50 min / mm Schichtdicke). Dennoch ließen sich Grabenstrukturen (Höhe 600 μm , Breite 300 μm) in guter Qualität abformen (Abb. 5). Die Abfor-

mung eines im Emissionsbereich des UV-Strahlers nur gering absorbierenden Farbstoff-Reaktionsharz-Systems (Disperse Blue 3, Anthrachinonfarbstoff) erfolgte mit akzeptabler Reaktionsrate von 2 min / mm Schichtdicke.

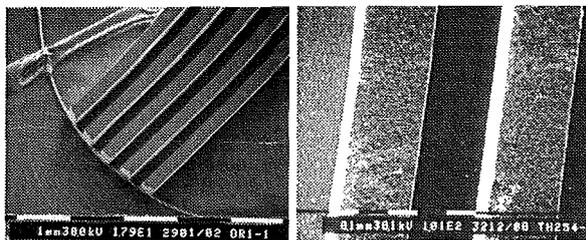


Abb. 5: REM-Aufnahmen von Stegstrukturen eines DR1- (links) bzw. SiO_2 -haltigen (rechts) Formteils (Höhe 600 μm , Breite 300 μm).

Composite-Mischungen mit hohem Keramik-Anteil (bis 80 Gew.% \equiv 64 Vol.% SiO_2 , mittl. Korngröße 10 μm) sind ebenfalls zur Abformung von Mikrostrukturen geeignet (Polymerisationszeit: 15 min / mm Schichtdicke). Im Anschluß wurden die Formteile bei einer Temperatur von 500 $^{\circ}\text{C}$ unter N_2 -Atmosphäre entbindert und bei 1700 $^{\circ}\text{C}$ zu einem stabilen Formkörper gesintert (Abb 6). Die Dichte des gesinterten Quarz-Formteils beträgt 2.04 g/cm^3 (88% d. theor. Dichte bezogen auf synthetischen Cristobalit).

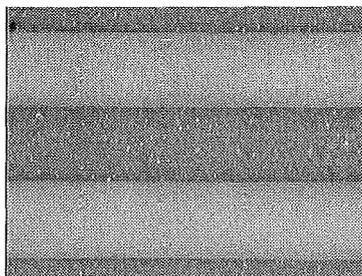


Abb. 6: Lichtmikroskopische Aufnahme von Stegstrukturen eines entbinderten SiO_2 -Formteils (dunkle Bereiche: Stegoberfläche).

Wir danken der Deutschen Forschungsgemeinschaft für die finanzielle Unterstützung und der Gruppe von Herrn Thomas Schaller (HVT) für die Fertigung der Formeinsätze.

Literatur:

- [1] Hanemann, T., Ruprecht, R., Haußelt, J. H.: „Micromolding and Photopolymerization“, *Adv. Mater.*, **11**, 927 (1997).
- [2] Hanemann, T., et al.: „Molding of Polymeric Micro-structures“, in „Polymeric Materials for Micro- and Nano-Patterning Sciences and Technology“, ACS Symposium Series, Eds. Ito, H., et al., American Chemical Society, Washington, USA, im Druck.

RUMBA - Rechnerunterstützte Fertigung geprägter Mikrostrukturen mit digitalen Bildverarbeitungstechniken

B. Köhler¹⁾, F. Eberle¹⁾; M. Hecke²⁾, O. Rötting²⁾

¹⁾ Institut für Angewandte Informatik

²⁾ Institut für Mikrostrukturtechnik

Zusammenfassung

Im Rahmen des **BMBF-Verbundprojektes PROBE** (Produktion von beweglichen Mikrostrukturen durch positionierte Abformung) wird eine Anlage zur Produktion von Mikrostrukturen durch Heißprägen entwickelt. Die Positionierung des Prägwerkzeuges wird durch den Einsatz digitaler Bildverarbeitungstechniken automatisiert. Im Auftrag der Jenoptik Mikrotechnik GmbH wird für diese Aufgabe am Institut für Angewandte Informatik derzeit eine geeignete Softwarebibliothek erstellt.

1. Einleitung

Zur preiswerten Massenproduktion von LIGA-Mikrostrukturen wurde am Forschungszentrum Karlsruhe ein Verfahren zur positionierten Abformung entwickelt [1]. Basierend auf diesen Entwicklungen wird im Rahmen des BMBF-Verbundprojektes PROBE (Produktion von beweglichen Mikrostrukturen durch positionierte Abformung) derzeit eine für industrielle Serienfertigung geeignete Anlage aufgebaut. [2]

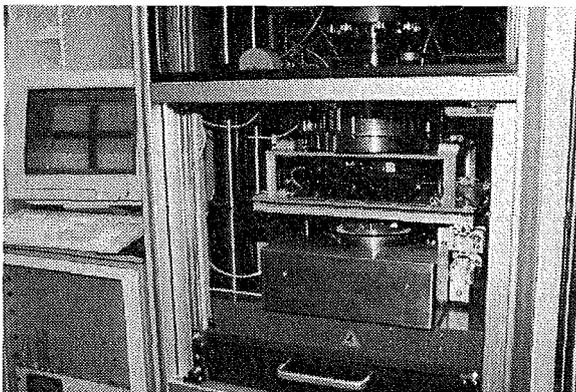


Abb. 1: Neue Abformanlage am Forschungszentrum Karlsruhe (Januar 98); der Monitor zeigt eine Justiermarke auf dem Substrat)

Vor dem eigentlichen Prägevorgang muß das Prägwerkzeug bezüglich des zu strukturierenden

Substrates exakt ausgerichtet werden (s. Abb. 2, geforderte Prägegenauigkeit $\pm 5 \mu\text{m}$). Zur Automatisierung dieses entscheidenden Prozeßschrittes wird die Position des Prägwerkzeuges und des Substrates mit digitalen Bildverarbeitungstechniken bestimmt.

Am Institut für Angewandte Informatik wurde bereits ein automatisches LIGA-Maskenjustiersystem entwickelt, das sich bisher sehr gut bewährt hat [3]. Die Erfahrungen mit diesem System bilden eine fundierte Basis für die Implementierung der RUMBA-Bildverarbeitungssoftwarebibliothek.

2. RUMBA - Bildverarbeitungssystem

2.1 Hardware

Der Aufbau und die wesentlichen Komponenten des Justiersystems sind in Abb. 3 gezeigt. Der Justiervorgang erfolgt in zwei Schritten: Vor der Feinjustierung mit der Meßkamera (Sehfeld ca. $200 \mu\text{m} \times 150 \mu\text{m}$) muß das Substrat mit der Übersichtskamera (Sehfeld ca. $1000 \mu\text{m} \times 750 \mu\text{m}$) grob ausgerichtet werden. Über ein rechnergesteuertes Prisma kann eingestellt werden, welche der beiden Kameras für den jeweiligen Prozeßschritt eingesetzt wird.

Zur Erfassung und Vorverarbeitung der Bilder im Rechner wird die PCI-Bildverarbeitungskarte Pulsar der Firma Matrox [4] eingesetzt.

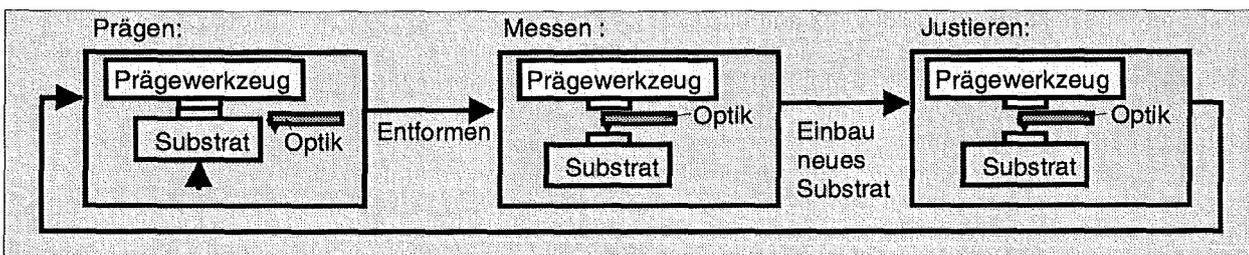


Abb. 2: Ablauf des Prägeprozesses

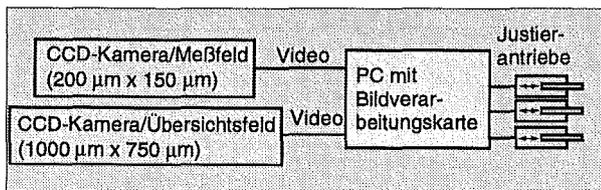
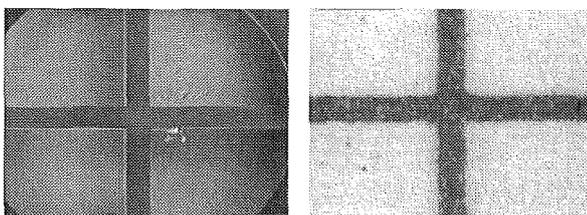


Abb.3: Aufbau des Justiersystems

2.2 Anforderungen und Funktionalität

Für die automatische Grobausrichtung sind auf dem Substrat seitlich der rechten und linken Justiermarke unterschiedliche Hilfsmarkierungen mit bekannter Struktur und Lage aufgebracht. Das Bildverarbeitungssystem identifiziert zunächst die Markierungen und bestimmt ihre relative Lage. Basierend auf dieser Information wird das Substrat mit den Justierantrieben grob ausgerichtet.

Danach wird auf die Meßkamera umgeschaltet, mit der eine Auflösung von $0,2 \mu\text{m}/\text{Pixel}$ erreicht wird. Durch die Grobausrichtung ist sichergestellt, daß die Justiermarken im Formstoff und auf den Leiterbahnen (s. Abb. 4) im Sehfeld der Meßkamera liegen. Die relative Lage der Justiermarken wird wiederum mit dem Bildverarbeitungssystem mit einer geforderten Genauigkeit von $\pm 0,5 \mu\text{m}$ bestimmt und über die Justierantriebe korrigiert.



Formstoff (geprägt) Substrat (geätzt)

Abb. 4: Justiermarken (Aufnahme mit der Meßkamera)

Zur industriellen Serienfertigung muß auch die Bildfokussierung automatisiert erfolgen. Da aber auch auf die unterhalb des Formstoffs liegende Leiterbahnebene fokussiert werden muß, können keine direkt messenden Lasersysteme eingesetzt werden. Zur Regelung des Autofokus sollen deshalb digitale Bildverarbeitungstechniken eingesetzt werden.

Neben den speziellen Meßfunktionen enthält die Bildverarbeitungsbibliothek auch Funktionen zur Bilddarstellung und -verwaltung. Funktionen für das Einstellen der optischen Parameter, Einzelaufnahmen, vergleichende Darstellungen, Livebild, Speichern und Archivieren der Bilder bis hin zu manuellen Vermessungsprogrammen werden bereitgestellt. Darüber hinaus wird beim Justierprozeß dem Livebild die Sollgeometrie überlagert, so daß am Monitor eine Prozeßkontrolle

möglich ist. Der Operateur hat jederzeit die Möglichkeit, den automatischen Prozeßablauf zu unterbrechen und die einzelnen Prozeßschritte manuell durchzuführen.

2.3 Software

Die RUMBA-Bildverarbeitungssoftware ist als Klassenbibliothek aufgebaut. Als Entwicklungsumgebung wird MS-Visual C++ verwendet; für die Oberflächenprogrammierung wird die MFC-Klassenbibliothek eingesetzt.

Die Ende Januar 1998 an Jenoptik ausgelieferte Programmversion 1.2 enthält bereits Basisfunktionen für alle oben aufgeführten Aufgaben.

3. Ausblick

Nach dem derzeitigen Entwicklungsstand kann abgeschätzt werden, daß positionierte Abformungen mit der neuen Prägeanlage ab ca. Mitte Februar 1998 durchgeführt werden können. Erst dann können die implementierten Bildverarbeitungsfunktionen komplett getestet und bewertet werden.

Zur Prüfung der Justier- und Prägegenauigkeit sollen die Substrate auch nach dem Prägeprozeß mit einem Lichtmikroskop untersucht werden. Aufgrund der strukturierten PMMA-Schicht liegt die zu prüfende Struktur nicht in einer Fokusebene und kann deshalb nicht komplett in einem Einzelbild dargestellt werden. Die Bestimmung der Objektgeometrie mit digitalen Bildverarbeitungstechniken erfordert deshalb neue Methoden zur Auswertung von mehreren höhenversetzten Bildaufnahmen.

Literatur:

- [1] Both A., Bacher W., Hecke M., Ruprecht R.: „Herstellung beweglicher LIGA-Mikrostrukturen durch positionierte Abformung“, Wissenschaftlicher Bericht FZKA 5671, Forschungszentrum Karlsruhe, 1995
- [2] M. Hecke, W. Bacher, H. Blum, L. Müller, N. Ünal: „Heißprägen von Mikrostrukturen als Fertigungsprozeß“, Mikroelektronik 105 (1997) 9, Carl Hanser Verlag, München 1997, S. 598 – 602
- [3] B. Köhler, "CALIMA - a Computer-controlled LIGA Mask Alignment System", Proc. of 5th Intern. Conference on Micro System Technologies 96, September 17 - 19, 1996, Potsdam, VDE-Verlag, Berlin 1996, S. 738 -740
- [4] Matrox: Pulsar, veröffentlicht im Internet auf Seite: <http://www.matrox.com>

Flexible Integration von Kunststoff- und Metallmikrostrukturen auf prozessierten Siliziumwafern

K.-D. Müller, W. Bacher, M. Hecke

Institut für Mikrostrukturtechnik

Zusammenfassung

Die Einsatzmöglichkeiten von Mikrosystemen sind dann besonders vielfältig, wenn die Sensoren und Aktoren durch eine leistungsstarke Elektronik ergänzt werden. In der Siliziumtechnik gelingt die monolithische Integration von mikromechanischen und mikroelektronischen Komponenten zu einem System in einer Prozeßfolge. Allerdings lassen sich damit nur wenige Sensor- und Aktorprinzipien realisieren. Die LIGA-Technik mit ihrer großen Freiheit bezüglich der lateralen Geometrie bei großem Aspektverhältnis und ihrer großen Materialvielfalt erlaubt die Darstellung vieler verschiedener Sensor- und Aktorprinzipien [1]. Allerdings ist die Integration von abgeformten Mikrostrukturen mit mikroelektronischen Schaltungen bisher nur hybrid möglich gewesen.

1. Prozeßanforderungen

Folgenden Anforderungen muß ein Verfahren zur Integration von abgeformten Mikrostrukturen auf integrierten Schaltkreisen genügen:

- flexible Anordnung von Mikrostrukturen aus unterschiedlichen Materialien
- CMOS kompatible Strukturierungsfolgen für Kontaktierungs- und andere Funktionsschichten
- kein Einfluß der Abformparameter auf den Wafer
- hohe Genauigkeit der Positionierung der abgeformten Strukturen im μm -Bereich.

Das von uns neu entwickelte Verfahren ist durch die Trennung des Abformprozesses vom Positionier- und Verbindungsprozeß gekennzeichnet [2]. Zuerst wird eine mikrostrukturierte Polymerschicht auf einem Hilfssubstrat geprägt und von diesem abgelöst. Anschließend kann diese freitragende Kunststoffolie durch unterschiedliche Bondtechnologien mit dem vorstrukturierten Wafer verbunden werden. Mit diesem Prozeß ist es möglich, unabhängig von der Größe des Abformwerkzeugs und den Prägebedingungen, Mikrostrukturen, z.B. mit der pick and place Technik, auf unterschiedlichsten Substraten anzuordnen. Durch Folgeprozesse können auch metallische Mikrostrukturen erzeugt werden.

2. Herstellungsprozeß

In Abbildung 1 sind die Prozeßschritte für die Herstellung von beweglichen metallischen Mikrostrukturen auf einem CMOS-Substrat dargestellt. Im ersten Schritt erfolgen Beschichtung und Strukturierung des Substrats

mit der Leiterbahn und Opferschicht. Die Opferschicht ist für die Herstellung von beweglichen Strukturen notwendig. Anschließend wird auf dem vorstrukturierten Wafer eine homogene Adhäsivschicht aus Kunststoff aufgebracht (a).

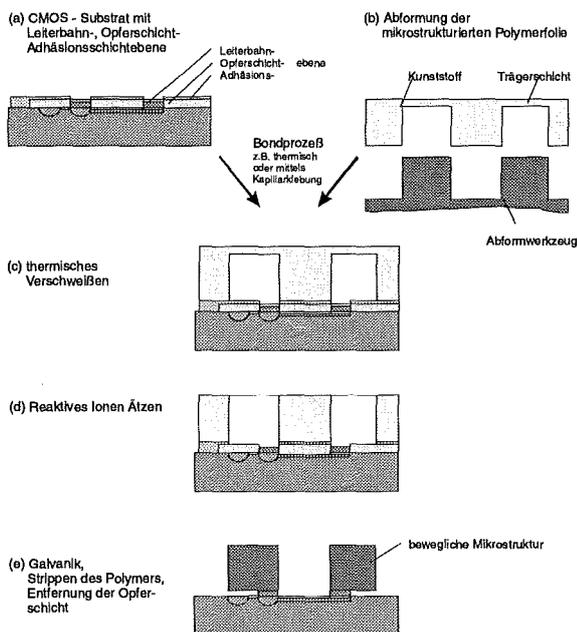


Abb. 1: Herstellungsprozeß von beweglichen metallischen Strukturen auf CMOS durch Abformung und positionierte Anordnung von Kunststoffmikrostrukturen mit dem Prozeß des thermischen Verschweißens

Die mikrostrukturierte Kunststoffolie wird im Prägeverfahren hergestellt und besitzt eine unstrukturierte Trägerschicht von ca. $30 \mu\text{m}$ Dicke (b). Diese Schicht kann komplett oder in

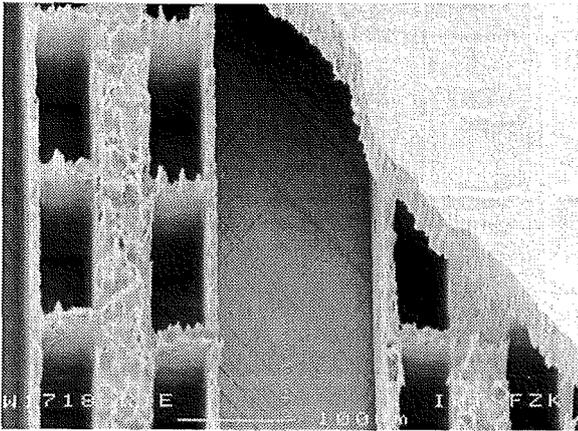


Abb. 2: REM Bild einer thermisch verschweißten abgeformten Kunststoffmikrostruktur auf einem CMOS-Schaltkreis nach dem reaktiven Ionen Ätzen zum Entfernen der Trägerschicht. Zur Verdeutlichung war die Trägerschicht im rechten Bildabschnitt während des RIE-Prozesses abgedeckt

einzelnen Abschnitten mit dem Schaltkreis verbunden werden. Dazu bedient man sich der unterschiedlichen Bondtechniken (c). Die Trennung von Abformung und Positionierung ermöglicht nicht nur die Verbindung der unstrukturierten Trägerschicht mit dem Substrat durch Kapillarklebung, sondern auch die Verbindung der strukturierten Seite mit dem Substrat durch thermisches Verschweißen. Der entscheidende Vorteil dieses Prozesseschritts ist, daß die positionierte Anordnung der mikrostrukturierten Kunststofffolien im Gegensatz zur Direktabformung bei Raumtemperatur durchgeführt werden kann. Die unstrukturierte Trägerschicht wird anschließend durch Reaktives Ionen Ätzen (RIE) entfernt (d) (Abbildung 2). Nach dem Galvanikprozeß wird die Polymerschicht zwischen den metallischen Strukturen herausgelöst und die Opferschicht mit einem selektiven Ätzprozeß entfernt (e).

3. Ergebnisse

Erste Untersuchungen haben gezeigt, daß eine CMOS-kompatible Strukturierungsfolge zur Beschichtung eines Schaltkreises mit einer Leiterbahn und einer Opferschicht möglich ist (Abbildung 3). Damit ergibt sich die Möglichkeit, auch bewegliche Strukturen herzustellen.

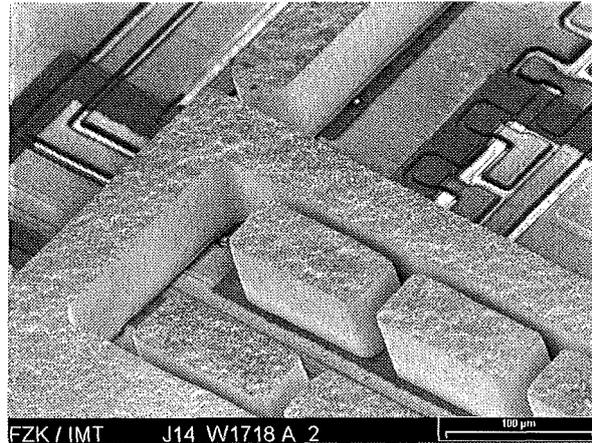


Abb. 3: Detailaufnahme eines LIGA-Beschleunigungssensors (Höhe: 100µm, Material: Nickel) integriert auf einem CMOS-Schaltkreis. Die Elektroden sind exakt auf der Leiterbahn positioniert. Die CMOS-Strukturen sind im Strukturgrund zu erkennen.

Weiterhin konnten mikrostrukturierte Kunststofffolien mit einem hohen Verhältnis der Entformfläche zur Grundfläche abgeformt und anschließend durch thermisches Verschweißen mit der strukturierten Seite auf den strukturierten Wafer aufgebracht werden. Diese Verbindung besitzt eine so hohe Qualität, daß eine galvanische Abscheidung zwischen den Strukturen möglich ist. Mit den verschiedenen Bondtechniken können mikrostrukturierte Folien aus unterschiedlichen Materialien auf Substraten flexibel angeordnet werden. Dabei ist man unabhängig vom Formeinsatzdesign, auch kann das Substrat unabhängig vom Abformprozeß gewählt werden. Für die Positionierung der Kunststoffmikrostrukturen kann auf bekannte Technologien wie die pick-and-place-Technik zurückgegriffen werden.

Literatur

- [1] Hecke, M., Bacher, W., Müller, K.-D.: „Hot Embossing - The Molding Technique for Plastic Microstructures“, Proc. HARMST, Madison (WI), USA (1997)
- [2] Müller, K.-D., Bacher, W., Hecke, M.: „Flexible Integration of Nonsilicon Microstructures on Microelectronic Circuits“, Proc. MEMS, Heidelberg, (1998) S. 263-276

ALIGA: Ein Service-Center für Mikrosystemkomponenten in LIGA-Technik

M. Börner¹⁾, U. Behringer¹⁾, B. Karl¹⁾, D. Maas¹⁾, J. Schulz¹⁾

M. Gerner²⁾, U. Scheunemann³⁾

¹⁾Institut für Mikrostrukturtechnik (IMT)

²⁾BESSY GmbH, Berlin

³⁾Fraunhofer Institut für Siliziumtechnik, Itzehoe

Zusammenfassung

Die Arbeitsgruppe LIGA (ALIGA) wurde 1996 von der Forschungszentrum Karlsruhe GmbH, der Berliner Elektronenspeicherring-Gesellschaft für Synchrotronstrahlung m. b. H (BESSY) und dem Fraunhofer Institut für Siliziumtechnologie (ISIT) gegründet. Die drei Partner bringen ihr umfangreiches, sich ergänzendes Know-how bezüglich LIGA-Technik, Synchrotronbetrieb und Prozeßtechnik für die Mikrosystemtechnik in ALIGA ein.

ALIGA führt Arbeiten zur Herstellung von Röntgenmasken („World-Wide Maskshop“), Abformwerkzeugen und von Mikrobautteilen in LIGA-Technik durch. Eine weitere Aufgabe von ALIGA liegt in der Weiterentwicklung und Optimierung der Prozeßtechnik im Hinblick auf deren industriellen Einsatz. Ausgewählte Teilprozesse werden bereits in Anlehnung an ein ISO9000-Qualitätssicherungssystem durchgeführt. Durch kontinuierlichen Know-how-Transfer aus den Forschungsbereichen ist garantiert, daß alle LIGA-Produkte stets nach dem neuesten Stand der Technik gefertigt werden. ALIGA bietet interessierten Kunden aus Forschung und Industrie Serviceleistungen zu marktgerechten Preisen auf dem gesamten Gebiet der LIGA-Technik (Maskenfertigung, Formeinsatzherstellung, Produktion von Mikrobautteilen aus verschiedenen Materialien) an.

1. Einleitung

ALIGA stehen bei der Synchrotronstrahlungsquelle BESSY in Berlin 300 m² Reinraumlabor zur Verfügung. Als Strahlungsquelle wird BESSY I eingesetzt. Die für die Lithographie benutzten Strahlrohre enden im Reinraum. Ohne diesen zu verlassen werden die Proben direkt weiterprozessiert. Dafür stehen moderne Geräte und Inspektionseinrichtungen zur Verfügung. Die Arbeitsgruppe hat derzeit 9 Mitarbeiter.

2. Bestrahlungsapparaturen

Die Dipolstrahlung von BESSY I läßt sich optimal zur Herstellung von Arbeitsmasken, die in der Röntgentiefenlithographie benötigt werden, einsetzen. An einem Dipolstrahlrohr steht eine Scannerapparatur zur Verfügung, mit der Arbeitsmasken (typische Resistdicke 50µm, Auflösung besser 0,5µm) standardmäßig hergestellt werden.

Um die Strahlung von BESSY I auch für die Röntgentiefenlithographie zu nutzen, wurde ein Wellenlängenschieber installiert. Dieser ermöglicht es, die Photonenenergie in einem Bereich zwischen ca. 1,4 keV und 2,5 keV einzustellen, so

daß Resiste mit Dicken zwischen etwa 100 µm und 500 µm oder höher optimal strukturiert werden können. Am Wellenlängenschieber sind drei Strahlrohre für die Tiefenlithographie mit JENOPTIK-Scannern ausgerüstet, die teilweise über Kipp- und Rotationsmodule verfügen.

Justierte Bestrahlungen werden durchgeführt, um komplexe Sensoren und Aktoren herzustellen. Dadurch können Mikrostrukturen lagegenau zum Beispiel zu Leiterbahn- oder Opferschichtebene des Trägersubstrates positioniert werden. Ein weiteres Anwendungsbeispiel für die justierte Belichtung ist die Herstellung von gestuften Formeinsätzen. CALIMA (Computer Aided Liga Mask Alignment), ein automatisch arbeitendes Bilderkennungssystem zur Positionierung von Masken, wurde vom Forschungszentrum Karlsruhe zwar speziell für die Bedürfnisse des LIGA-Prozesses entwickelt, ist aber auch für Anwendungen in der Mikroelektronik flexibel einsetzbar.

3. Substratvorbereitung

Die Substratvorbereitung nimmt einen eigenen Bereich des ALIGA-Labors in Anspruch. Zur Beschichtung der Substrate mit Resist werden besondere Pressen eingesetzt. Feinwaagen,

Temper- und Vakuumöfen sowie ein naßchemischer Arbeitsplatz stehen für die Substratvorbereitung zur Verfügung.

4. Resistentwicklung

Für die Resistentwicklung steht seit Beginn 1998 ein Megaschallentwicklersystem zur Verfügung, das im Rahmen eines in Kooperation mit der Firma Sonosys & HMR durchgeführten Projektes entwickelt wurde. Die Megaschallanlage bietet neben besserer Entwicklungseigenschaften im Vergleich zu Becherglassystemen auch die Option zum wirtschaftlicheren Batchbetrieb.

5. Galvanik

Für die metallische Abformung der Mikrostrukturen stehen Gold- und Nickelgalvanikeinheiten bereit. Für die Maskengalvanik (typische Strukturhöhe 20 µm) wird ein IMI-Fountainplatersystem genutzt. Die Nickelgalvanik arbeitet nach dem rack-plater-Prinzip (typische Strukturhöhen: 100µm bis zu mehreren mm). Dieses System wurde im Institut für Mikrostrukturtechnik in Kooperation mit der Fa. HEGA entwickelt. Zur Kontrolle der Badparameter und deren Stabilität werden die Bäder regelmäßigen Analysen unterzogen. Ein Sauerstoffplasmaätzter für Descum-

schritte und für Reinigungszwecke, um die Startpunktdichte der Galvanik zu erhöhen, stehen ebenfalls zur Verfügung.

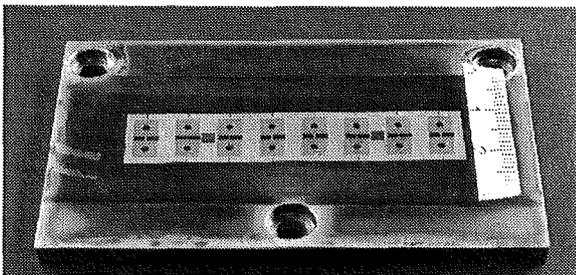
6. UV-Lithografie

Für Belichtungsprozesse mit Hilfe von UV-Lithographie steht ein Süß Doppelseitenbelichter mit Softkontakt (MA25) zur Verfügung, mit dem Lacke der AZ-Serie und artverwandte Resiste prozessiert werden können. Für die Weiterverarbeitung stehen Tauchbadentwickler sowie ein Reguprinter (Flutbelichter) bereit.

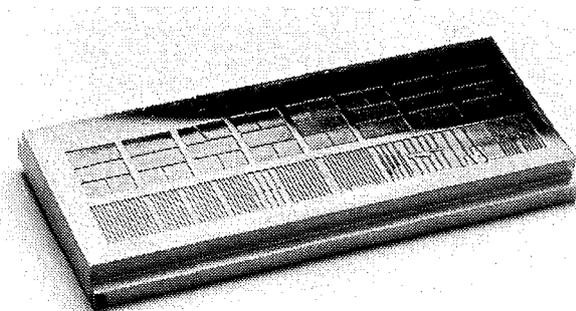
7. Qualitätskontrolle

Für die Qualitätskontrolle der Produkte werden neben der schon angesprochenen Galvanikbadanalytik zahlreiche Geräte zur optischen Inspektion der Produkte eingesetzt. Dazu gehören unter anderem Inspektionsmikroskope von Leica und Olympus mit Meßeinrichtungen und Videoanlage, ein Rasterelektronenmikroskop (Cambridge S100) und ein „Schräglicht“-Inspektionsplatz mit Weiß- und Gelblicht. Mit einem UBM-Flächenprofilometer, einem Tastschnittmeßgerät und einem Höhenmeßtaster können die Oberflächen der Produkte qualifiziert werden.

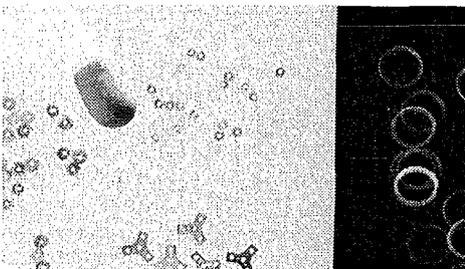
Maske



Formeinsatz



Mikrostrukturteile



**Halbzeuge der Mikrostrukturfertigung
und Mikrostrukturteile, die die
Arbeitsgruppe ALIGA industriellen
Kunden im Auftrag fertigt**

Synchrotronstrahlungsquelle ANKA – fortgeschrittene Röntgenbestrahlungstechnik für die Mikrofertigung

J. Göttert, H.O. Moser

Projektgruppe Errichtung ANKA (PEA)

Zusammenfassung

Ab Mitte 2000 wird die Synchrotronstrahlungsquelle ANKA (**Ang**strömquelle **Karlsruhe**) intensive Strahlung vom harten Röntgengebiet bis ins Ferne Infrarot für die Mikrofertigung und für analytische Anwendungen anbieten. Dabei wird die integrale, am Kundennutzen orientierte Serviceleistung im Mittelpunkt des innovativen Nutzungskonzepts von ANKA stehen.

1. Status des ANKA-Projekts

ANKA ist eine nach neuestem Stand der Technik auf geringe Kosten und große (Dienst)leistungsfähigkeit optimierte Synchrotronstrahlungsquelle, an deren Errichtung ein Projektteam von ca. 30 Mitarbeitern im Forschungszentrum Karlsruhe arbeitet [1,2]. Sie besteht aus einer Beschleunigeranlage (2.5 GeV Elektronenspeicherring mit 500 MeV Injektor) und, in der ersten Ausbaustufe, 11 Strahlrohren und Meßplätzen (Abb. 1). Damit verfügt sie sowohl über

modernste Lithographieeinrichtungen für die Mikrofertigung als auch über die wichtigsten Verfahren der Röntgen- und Oberflächenanalytik mit elektromagnetischer Strahlung. Die Anlage wird von der zu gründenden ANKA GmbH betrieben und sowohl für kundennutzenorientierte Dienstleistung mit Synchrotronstrahlung als auch für die Forschung genutzt werden. Die Anlage ist im Bau, das Gebäude (Abb. 2) wird im Herbst 1998 fertiggestellt sein und der Servicebetrieb ist für September 2000 geplant.

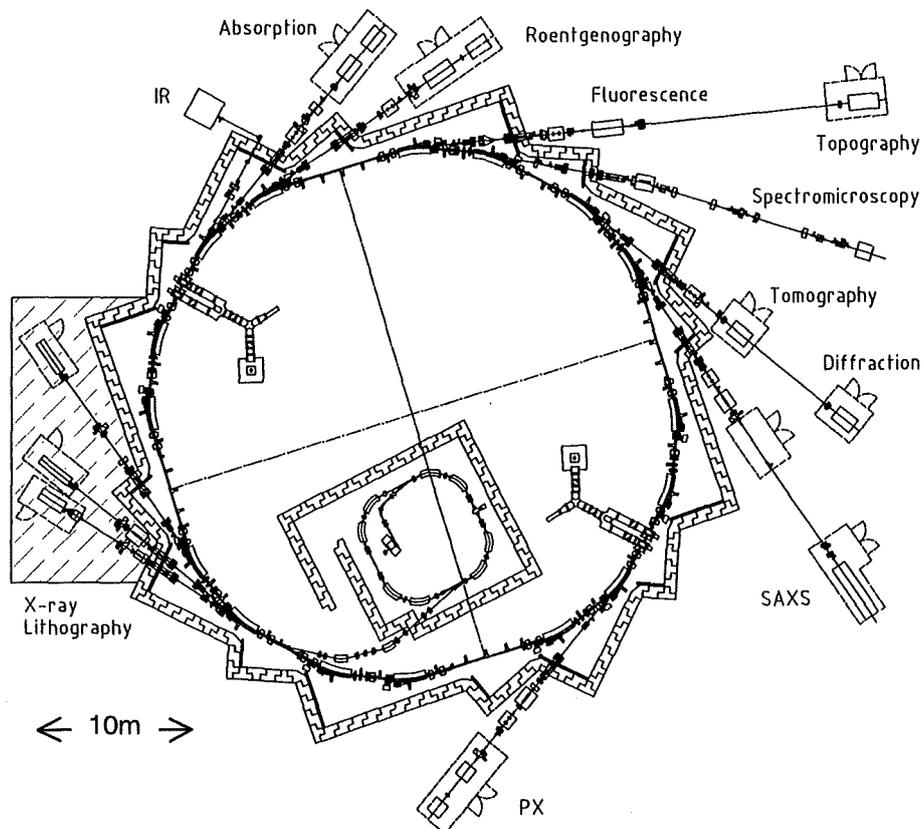


Abb. 1: ANKA-Layout mit den Meßplätzen der ersten Ausbaustufe.

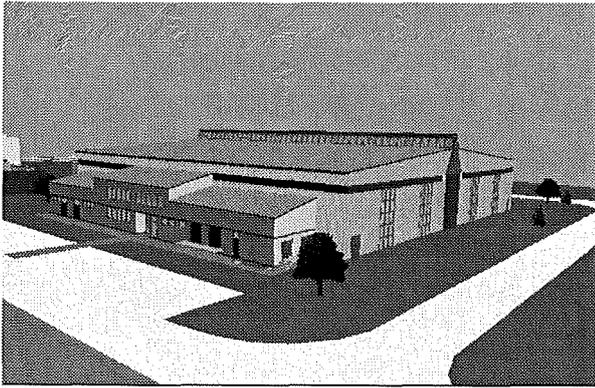


Abb. 2: Darstellung des ANKA-Gebäudes.

2. Anlagen für die Mikrofertigung

ANKA wird drei Strahlrohre mit Bestrahlungseinrichtungen für die wesentlichen Prozeßaspekte der Röntgentiefenlithographie im LIGA-Verfahren bereitstellen. Daneben ermöglichen die Analytikstrahlrohre die Charakterisierung verschiedenster Eigenschaften von Mikrostrukturprodukten und deren Fertigungsprozessen.

2.1 Lithographie-Strahlrohre

Die Ausrüstung von zwei Lithographie-Strahlrohren mit Spiegeln erlaubt es, das Bestrahlungsspektrum an den Anwendungszweck anzupassen. So wird z.B. für die Kopie von Röntgenmasken sowie für die Herstellung von Strukturen geringer Höhe ($<100\mu\text{m}$) 'weiche' Röntgenstrahlung ($E < 3\text{ keV}$) zur Verfügung gestellt, die durch Reflexion der primären Strahlung an einem planen Spiegel unter einem Einfallswinkel von ca. 15 mrad gewonnen wird. Strukturen mit einer Höhe von einigen hundert μm werden mit einer Spiegelneigung von ca. 10 mrad erzeugt, und für extrem hohe Mikrostrukturen von bis zu mehreren mm verwendet man entweder noch flachere Einfallswinkel oder nutzt das ursprüngliche ANKA Spektrum, das sog. Weißlicht [3,4]. Darüber hinaus kann an ANKA auch Lithographie mit sehr weicher Röntgenstrahlung z.B. zur Herstellung mikroelektronischer Schaltkreise betrieben werden. An den drei Strahlrohren werden kommerzielle Bestrahlungsanlagen installiert.

2.2 Charakterisierung von Mikrostrukturen

Die Analytikstrahlrohre können u.a. dazu eingesetzt werden, Mikrostrukturen und z.T. auch Fertigungsprozesse zerstörungsfrei, ortsaufgelöst und elementspezifisch zu charakterisieren. Abb. 3 zeigt als Beispiel, wie mit einem mikrofokussierten Röntgenstrahl ($\varnothing = 5\mu\text{m}$) eine Beschleunigungssensorstruktur auf ihre Geometrie hin abgetastet wurde. Der vertikale Scan zeigt insbe-

sondere den schmalen Spalt zwischen Substrat und seismischer Masse, der durch das Ätzen der Opferschicht entsteht. In demselben Experiment wurden auch Beugungsbilder gemessen, aus denen sich z.B. Ermüdungserscheinungen im Bereich der Biegefeder bestimmen lassen.

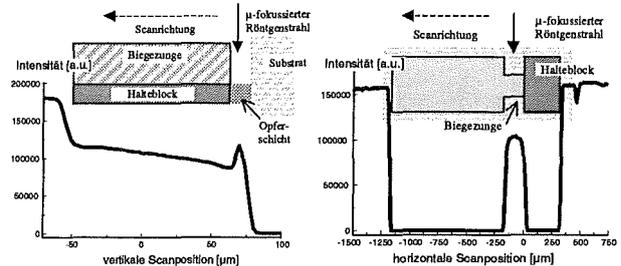


Abb. 3: Röntgen-Transmissionsprofile durch einen Beschleunigungssensors aus Ni [5].

3. Literatur:

- [1] Moser, H.O.: ANKA-Synchrotronstrahlungsquelle für die Mikrofertigung, FZK-Nachrichten, Karlsruhe, 1996, S. 269-280.
- [2] Buth, G., Doyle, S., Einfeld, D., Göttert, J., Hagelstein, M., Hagedstedt, A., Hermle, S., Huttel, E., Krüssel, A., Lange, M., Mathis, Y.-L., Mexner, W., Moser, H.O., Pellegrin, E., Perez, F., Plesko, M., Pont, M., Ristau, U., Rossmann, R., Schaper, J., Schieler, H., Simon, R., Spannagel, G., Steininger, R., Voigt, S., Walther, R.: Status of the 2.5 GeV light source ANKA, eingereicht zur Veröffentlichung bei EPAC'98, Stockholm, Juni '98.
- [3] Pantenburg, F.J., Achenbach, S., Mohr, J.: LIGA-Strukturen mit Strukturhöhen von mehreren Millimetern durch Ultratiefe Röntgentiefenlithographie (UDXRL), Vortrag 3. PMT Statuskolloquium.
- [4] Göttert, J., Coane, P., DeCarlo, F., Desta, Y., Mancini, D.: Lithographic Fabrication of Graphite-Based X-ray Masks, Vortrag auf der SPIE Conference on Micromachining and Microfabrication Process Technology, Austin, September 1997.
- [5] Moser, H.O., Eigenmann, B., Simon, R., Steininger, R., Wollersheim, O.: Investigation of fatigue induced morphology changes in metallic microstructures, eingereicht zur Veröffentlichung im ESRF Report 1997.

Liste aller ausgestellten Poster/Exponate

Evolutionäre Verfahren zur Designoptimierung für Mikrosysteme
Der Neurochip SAND in der Mammographie
Gasanalytik mit massesensitiven Sensorarrays
KAMINA - Karlsruher Mikronase für die gasanalytische Ausrüstung von Massenprodukten
Kapillar-Batch-Injektions-Analyse - Eine neue Methode für die Untersuchung von Proben im Nanoliter-Bereich
Komponenten für die Mikroverfahrenstechnik
Keramische Mikroteile aus schrumpfungsfreier, piezoelektrischer und elektrisch leitfähiger Keramik
Sensoren und Aktoren aus Dünnschichtverbundwerkstoffen mit Funktionseigenschaften (Magnetostriktion, Formgedächtnis- und Bimetalleffekt)
LIGA-Strukturen auf Piezo-Substraten als Mikroaktoren für opto- und elektromechanische Anwendungen
Anwendungen der LIGA- Mikrospektrometersysteme - vorhandene und zukünftige Produkte
Mikrokomponenten für einen Herzkatheter: Fräser, Mikroturbine und Positioniereinheit
Mikrolinsen und -zangen für die Neurochirurgie
Mikroaktoren aus Formgedächtnislegierungen
Hydraulische Muskeln als Antriebseinheit für endoluminale Systeme in der Medizin
Biegemessplatz FATIBEND - Vom werkstoffkundlichen Ermüdungsversuch zur Lebensdauer vorhersage eines Bauteils
Laserstrukturieren und Prüfen von NiTi-Mikrokomponenten
Mikrotribologische Untersuchungen an NiTi
Vorrichtung zur Mikrozugprüfung mit integrierter Dehnungsmessung
Feingießen in der Mikrotechnik
UV-induzierte Abformung von Mikrostrukturen aus Composite-Materialien
MIM und CIM - Neue pulvertechnologische Verfahren in der Mikrotechnik
Mit dem AMANDA-Prozeß (Abformung und Membranübertragung) gefertigte Mikropumpen, Druck- und Flußsensoren
RUMBA - Rechnerunterstützte Fertigung geprägter Mikrostrukturen mit digitalen Bildverarbeitungstechniken
Flexible Integration von Mikrostrukturen aus Kunststoff und Metall auf mikroelektronischen Si-Schaltkreisen
Prägen von Mikrostrukturen - Entwicklung von Komponenten und Anlagen am Beispiel von Beschleunigungssensoren und Heißpräganlagen
ALIGA: Ein Service-Center für Mikrosystemkomponenten in LIGA-Technik
Synchrotronstrahlungsquelle ANKA - fortgeschrittene Röntgenbestrahlungstechnik für die Mikrofertigung

Liste der am Projekt Mikrosystemtechnik beteiligten Organisationseinheiten

Institut für Mikrostrukturtechnik, IMT
Institut für Materialforschung I, IMF I
Institut für Materialforschung II, IMF II
Institut für Materialforschung III, IMF III
Institut für Instrumentelle Analytik, IFIA
Institut für Angewandte Informatik, IAI
Hauptabteilung Prozeßdatenverarbeitung und Elektronik, HPE
Hauptabteilung Versuchstechnik, HVT
Projektleitung Mikrosystemtechnik, PMT-PL

Autoren

Achenbach, S., 77	Gengenbach, U., 17
Adelhelm, C., 95	Goll, C., 173
Ahrens, R., 173	Gorges-Schleuter, M., 189
Aktaa, J., 95, 213	Goschnick, J., 191
Bacher, W., 89, 103, 173, 221	Götttert, J., 225
Backofen, U., 193	Guber, A., 181
Bade, K., 103	Gugenberger, F., 195
Baumgärtner, S., 207	Guth, H., 131
Behringer, U., 11, 223	Hagena, O.F., 47
Benzler, T., 83	Hanemann, Th., 217
Besser, H., 205, 209	Haußelt, J., 83, 109, 215, 217
Betz, J., 69, 195	Heckele, M., 89, 219, 221
Bley, P., 1	Heinzmann, G., 151
Blumhofer, M., 209	Hoffmann, W., 193
Börner, M., 223	Holleck, H., 195
Bülow, O., 157	Ilzhöfer, A., 213
Czolk, R., 41	Jakob, W., 131, 189
Debéda, H., 197	Karl, B., 223
Dürr, S., 205	Kohl, M., 115, 205
Eberle, F., 219	Köhler, B., 219
Eggert, H., 131	Kolbe, G., 211
Ehrlich, K., 103, 207	Konys, J., 109
Ehrmann, S., 191	Krippner, P., 167
Engelhardt, F. 17	Kühner, T., 167
Eppler, W., 137	Ludwig, A., 69, 195
Fahrenberg, J., 25, 199	Ludwig, T., 121
Faubel, W., 145	Maas, D., 223
Feit, K., 95	Martin, J., 173
Fichtner, M., 121	Matysik, F.-M. ¹⁾ , 193
Fischer, T., 137	Meinzer, S., 131
Gemmeke, H., 137	Mohr, J., 33, 167, 181, 201

Moser, H.O., 225
 Müller, K., 215
 Müller, K.-D., 221
 Müller, M., 199
 Pantenburg, F.J., 77
 Pfleging, W., 205, 209
 Piotter, V., 83
 Plietsch, R., 207
 Quandt, E., 69, 195
 Rapp, M., 157
 Reibel, J., 157
 Reichert, J., 151
 Reimann, G., 217
 Ritzhaupt-Kleissl, H.-J., 63
 Rohde, M., 95, 209
 Rötting, O., 219
 Rummler, Z., 173
 Ruprecht, R., 83, 215, 217
 Ruther, P., 17, 181
 Ruzzu, A., 181, 199, 203
 Schanz, G., 109
 Scharnowell, R., 17
 Schloßmacher, P., 103, 207
 Schneider, H., 213
 Schomburg, W.K., 173
 Schubert, K., 53, 121
 Schulz, J., 223
 Schulz, S., 205
 Seemann, K., 195
 Seidel, B.S., 145
 Seidel, D., 17
 Sesterhenn, M., 77
 Sieber, I., 131, 189
 Skrobánek, K., 115
 Stoelcker, G.²⁾, 207
 Stotzka, R., 137
 Süß, W., 131
 Thies, A., 109
 Voges, U., 205
 Voigt, A., 157
 Walch, E., 109
 Wallrabe, U., 181, 197, 199, 201
 Weddigen, A., 197
 Winzek, B., 195
 Wöllmer, H., 215
 Wunsch, R., 121
 Wyzgol, R.³⁾, 167
 Yamasaki, T.⁴⁾, 103
 Zimmermann, H., 95, 209
 Zum Gahr, K.-H., 95, 211

¹⁾ Universität Leipzig

²⁾ Dr. Ing. G. Wazau Meß- und Prüftechnik GmbH

³⁾ microParts GmbH

⁴⁾ Dept. of Materials Science and Engineering, Himeji Institute of Technology, Himeji (Japan)