



---

**Forschungszentrum Karlsruhe**  
in der Helmholtz-Gemeinschaft

---

**Wissenschaftliche Berichte**  
FZKA 6990

# **5. Statuskolloquium des Programms Mikrosystemtechnik**

**10./11. Februar 2004  
im Forschungszentrum Karlsruhe**

**Programm Mikrosystemtechnik**

**Dezember 2003**

# **Forschungszentrum Karlsruhe**

in der Helmholtz-Gemeinschaft

Wissenschaftliche Berichte

FZKA 6990

## **5. Statuskolloquium des Programms Mikrosystemtechnik**

**10./11. Februar 2004  
im Forschungszentrum Karlsruhe**

zusammengestellt von der Programmleitung

**Programm Mikrosystemtechnik**

**Impressum der Print-Ausgabe:**

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

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

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

**ISSN 0947-8620**

**Programm Mikrosystemtechnik – Status und Vision**  
**Programme „Microsystems Technology“ – Status and Vision**

1

Peter Bley, Norbert Fabricius

The Programme „Microsystems Technology“ is a well established R&D program at the Forschungszentrum Karlsruhe with a broad basis on material science and fabrication technologies. Currently 268 co-workers from 12 institutes contribute to the program. The R&D activities of the program focus on the non silicon materials polymers, metals and ceramics for the functional elements of microsystems. Major application areas are Micro Chemical Engineering, Photonics and Analytics.

The vision of the program is that the penetration of microsystems based products through the markets is just at the beginning with a strong trend to higher complexity. The mission of the program is to provide such microsystems as a part of the Personal Intelligent Environment to everyone in the society. To fulfil this mission technology trends will be evaluated within the program to provide roadmaps for the long term R&D activities. Results like materials, technologies and prototypes of microsystems will be transferred to industry for detailed product development. An important topic within the strategy of the program is the planned merger between the programs Microsystems Technology and Nanotechnology.

**Mikro-Nano-Schnittmenge**  
**"nano inside"**

11

**Potential nanoskaliger Keramikpulver für die Mikrosystemtechnik**

13

**Potential of nanosized ceramics for application in microsystem technology**

Thomas Hanemann, Hans-Joachim Ritzhaupt-Kleissl, Robert Ruprecht, Vinga Szabo,  
Jürgen Haußelt

Nanosized ceramics are of certain interest for applications in microsystems technologies. This paper will start with the synthesis the powder modification of the nanoceramics, followed by feedstock or slurry preparation and finally some applications exploiting the special features of the nanosized materials will be given.

**Nanoskalige Schichten für gasanalytische Mikrosysteme**

19

**Nanoscaled layers for gas analytical microsystems**

Joachim Goschnick, Thomas Schneider, Thomas Walter

One of the main future tasks of chemical analytics is to take the analytical capacity out of the lab and make it available onsite where the problems arise. Often continuous monitoring is required on the spot. There is an enormously growing demand for small, integral and at the same time inexpensive instruments with an appropriate analytical performance not only in industrial applications or environmental analysis but increasingly in consumer systems, as well. Here microsystems are of essential importance. Not only through their small size, their robustness and low power consumption do they meet the before mentioned requirements – microsystems are further the only systems that allow low-cost mass production. Nanoscaled layers provide the functional basis of the Karlsruhe Micronose KAMINA. It has been developed to demonstrate the versatile applicability and excellent performance of an Electronic Nose microsystem, the size of a fingernail. A layer consisting of gas sensitive metal oxide nanoparticles with 20 nm size allows detection limits of  $\leq 10$  ppb in continuous measuring mode. Gas permeable  $\text{SiO}_2$  or  $\text{Al}_2\text{O}_3$  membrane layers of only a few nanometers thickness belong to the main elements that provide gas selectivity. A thickness variation of the membrane layer across the microarray of approx. 1-2 nm/mm sees to the differentiation of the sensitivity spectrum of the sensor segments. These differences cause gas characteristic signal patterns to occur and thus provide high gas discrimination power and an excellent sensitivity.  $\text{Al}_2\text{O}_3$  turned out to provide better gas discrimination but slower response than  $\text{SiO}_2$  which allows stable signals within a few seconds.

**Innovative Prozesstechnologien zur Herstellung 2D polymerer Photonischer Kristalle** 25

**Fabrication of 2D Polymer Photonic Crystals by Innovative Processing Technologies**

J. Kando, S. Achenbach, R. Fettig, T. Mappes, J. Mohr, M. Hermatschweiler, D. C. Meisel, M. Wegener

Two-dimensional photonic crystals based on polymers, i.e. periodic nanostructures with an optical functionality, were theoretically examined by two dimensional finite difference time domain (2D FDTD) simulations. On the basis of the results, a test layout was designed to determine the process parameters needed for X-ray lithography. As an alternative process for manufacturing periodic structures in the sub micron range, holographic lithography is introduced. A further aspect to be considered is wave guiding in the third dimension. Simulations were carried out to obtain the mode distribution in asymmetric waveguides. Due to the resulting vertical field dispersion, the necessary pore depth for 2D photonic crystals can be calculated dependant on the material parameters as well as the chosen layer thicknesses.

**Multifunktionale Nanokompositschichten mit Kohlenstoff** 31

**Multifunctional Nanocomposite Coatings with Carbon**

S. Ulrich, M. Stüber, H. Holleck

Protective and functional coatings in the emerging micro-system technologies call for a nano-scale material constitution owing to the scaling feature of the systems. Of special interest are nanocomposite coatings comprising both metallic- and covalent-bonded hard substances in addition to amorphous carbon. Such nano-scale composite coatings allow a fascinating combination of superior properties from their components, i.e. the good ductility and adhesion of metallic hard materials like TiC, the excellent hardness and high-temperature performance of covalent hard materials such as c-BN, along with the special capability of amorphous carbon as a super hard solid lubricant. By means of magnetron sputtering in pure argon plasma, the coatings can be produced through controlled fluxes of neutral and ion species during growth, and their nano-scale constitution analyzed and confirmed by EPMA, REM, AES, XPS, XRD, FTIR, TEM and HRTEM. Because the nano-structure as well as the mechanical properties such as Vickers hardness of the deposited coatings are directly influenced by the flux density and energy of relevant neutral and ion species, their correlation has to be firmly established through experiments. The relation can be further qualitatively studied with the assistance of an ion implantation model specific for low-energy, near-surface processes.

**Know-How Transfer** 37  
**(Vertreter von Ausgründungen / Industriekooperationen)**

**Schwindungsfrei reaktionsgesinterte Dentalkeramiken – von der Materialentwicklung zum Produkt** 39

**Reaction-Bonded Net-Shape Dental Ceramics – from Research to a Production Line**

E. Klose, E. Knorpp, H.-J. Ritzhaupt-Kleissl, J.R. Binder, J. Haußelt

Besides metals or different polymers, ceramic materials find more and more attention in dental applications. The advantages of these materials are their mechanical stability, chemical resistance and biocompatibility. The use in technical applications in combination with a CAD/CAM system is often limited because of the inevitable sinter shrinkage. By use of a reaction-bonded, ZrSiO<sub>4</sub>-based oxide ceramic, which was developed at Forschungszentrum Karlsruhe, Institut für Materialforschung III, it is possible to produce net-shape ceramic components with high accuracy. The transfer of this innovative material to dental application requires an adequate adoption of the material properties and processing. This paper will give an overview of the development of this material, its properties, relevant forming processes and the steps which were needed to fabricate artificial denture. This development work was performed in co-operation between Forschungszentrum Karlsruhe and KaVo EWL GmbH, one of the leading companies in the dental sector.

**Elektronische Nasen als universelle Zustandsmelder: Ein Markt mit Zukunft**  
**Electronic Noses Used as Universal Condition Monitors: A Market with Future Prospects**

45

Markus Frietsch

Electronic Noses enable, just like the biological nose, a recognition and quantification of gas ensembles which odours represent in many cases. However, Electronic Noses exhibit a broader range of detectable gases and can be operated day and night. Electronic Noses can provide information on a process state, a product quality or a hazardous situation turning the Electronic Nose into a universal condition monitor. The latter supplies important information e.g. for monitoring and controlling processes and thus allows to realise smart systems in the future. Making Electronic Noses less expensive and miniaturising them without losing gas analytical power, increases the range of applications and the market volume will grow. An enormous market with a wide variety of applications in the household, automobile, building services engineering or home care area would open up if Electronic Noses the size of a matchbox were available for less than 50 € and became integrable into mass products. On the basis of the Karlsruhe Micronose KAMINA, SYSCA will manufacture and commercialise Electronic Noses, at first for applications in the high price sector, but with the prospect of making Electronic Noses suitable for integration into mass products.

**Aufbau und Kommerzialisierung von Mikro-Vibrationsschaltern**  
**Design and Commercialization of Micro Vibration Sensors**

51

Andreas Hörhold, Thomas Blank

The primary application of printed circuit boards (PCB) is to carry active and passive electronic components. The ongoing miniaturization of electronic devices leads to the integration of components like resistors or capacitors inside the circuit board. Functional or sensory elements are rarely integrated in PCBs. The "Institut für Prozessdatenverarbeitung und Elektronik (IPE)" of the "Forschungszentrum Karlsruhe" has developed a new micro vibration switch which is integrated in a PCB.

This paper describes the sensor, its properties and the difficulties when integrating sensory elements in PCBs. Furthermore several applications are proposed, which are ideally suited for the sensor due to its low price and compliance to the SMD process.

**Überführung von Ergebnissen aus der Mikrostrukturforschung in die industrielle Serienfertigung**

57

**Transfer of the results of micro structure research to industrial series production**

S. Kreuzberger, J. Mohr, W.K. Schomburg

At Forschungszentrum Karlsruhe the basis for new MST products is developed which are to be transferred into industry. This paper describes the transfer of a micro optical and a micro fluidic component from a research institute to industry. The development of a micro spectrometer and a micro degasser is presented from the first development steps, over the demonstration of feasibility and advanced development in industry up to serial production. These examples show how new products and markets evolve from the continuous development over many years and the cooperation of research institutes and industry.

## **Know-How Transfer (Plattformen)**

63

### **Zwischen Forschung und Markt: FIF und ZWM als Motoren des Technologie- und Know-how-Transfers**

65

#### **Connecting research and markets: How FIF and ZWM promote technology and know-how transfer**

Thomas Schaller, Holger Moritz

An important issue for the members of the Helmholtz Community is the dissemination of know-how, technology and information into society. An important factor consists in the transfer of scientific results to industrial application, which needs specific instruments to initiate and carry out the transfer process. In the Micro System Technology Program as one of the core competences of the Forschungszentrum Karlsruhe GmbH two organisations have been set up to achieve this goal: The Industrial Forum Microfabrication Technologies (FIF) and the Centre of Materials for Micro Technology (ZWM).

FIF enables companies as members of an exclusive 'club' to take use of a preferred access to micro fabrication technologies. By assuring quality of networking and consultancy, and highly customised services, FIF stands for competence, interdisciplinary with a comprehensive offer. FIF bases on confidential, but highly communicative cooperation with the member companies – the common mid-term goal is the initialisation of alliances in order to place new products into micro technology markets. FIF operates at the interface between science and industry, offering unique chances for industry, currently (end 2003) having 21 member companies.

On the other hand, the Centre for Materials in Micro Technology (ZWM) is a project – designed for a lifetime of 4.5 years – and focuses on the commercialisation of selected scientific results in the intersection of materials science and micro technology. The ambition of ZWM is to evolve stable, self-supporting entities out of the pre-defined scientific activities by use of consequent market orientation and a growing self-financing rate. Main instruments are – beneath the falling encouragement by the government – internal competition on project acquisition, supplemented by coordinated activities in technology marketing. The first results are showing the potential for a sustainable impact on cooperation of research and industry.

### **POLYMICRO – Beispiel für den Transfer der Kompetenz des Forschungszentrums Karlsruhe in der Mikrooptik**

71

#### **POLYMICRO – Example for Competence Transfer of Forschungszentrum Karlsruhe in Microoptics**

Jürgen Mohr, Holger Hoffmann

With the competence centre POLYMICRO established under the frame of Europractice, Forschungszentrum Karlsruhe together with its partners stimulates awareness in the European industry for the possibilities of polymer microoptics. This contributes to strengthen the European Industry, esp. SMEs. The common competence is presented under the corporate identity POLYMICRO whereas the own identity has moved to the back. This allows to make new potential customers aware of the work of Forschungszentrum. By this activity and together with the network activities Forschungszentrum has established himself as an important partner for industry and academic groups in the area of polymer microoptics.

**MikroWebFab, ein virtuelles Unternehmen zur Entwicklung und Fertigung von Mikro-systemen** 75

**MikroWebFab, a virtual enterprise for development and fabrication of microsystems**

Ulrich Gengenbach, Markus Dickerhof, Klaus Bittner, Holger Moritz

Microsystems technology is so far mainly dominated by large enterprises. Only these enterprises have all technologies in house to realise complex process chains. Small and medium enterprises on the other hand are usually specialists in only one or at best a few microtechnologies and are thus not able to realise such complex process chains. MikroWebFab is a joint research project funded by BMBF. The objective of the project is to organise a set of SMEs as a network in such away that they are able to jointly develop and manufacture complex microsystems, i.e. a kind of a virtual enterprise. Five partners in the project consortium develop methods and tools that enable five technology specialists to develop and fabricate two demonstrators, a bioanalysis system and a magnetoresistive sensor, specified by two reference customers. The project is being coordinated by Forschungszentrum Karlsruhe. A fabrication network is being set up in parallel to the project, to transfers the project results into the market.

**Wissenschaftliche Schwerpunkte I:  
"Technologien"** 81

**Lithographisch hergestellte Mikrostrukturen – Herausforderungen zwischen Innovation und Anwendung** 83

**The Fabrication of Microstructures Using Lithographic Techniques –  
Between Reliability Issues for Applications and Innovative Approaches**

Joachim Schulz

FZK's R&D programme focuses on E-Beam and X-ray lithography. Through our R&D-work X-ray lithography in the thickness range between 100 and 1000 µm is now very well understood and is commercialized via ANKA GmbH. Challenges to realize sub-µm structures with high aspect ratios are application driven and stem from photonics. Future application may result from resists filled with ceramics or made from preceramic polymers.

The author summarizes MIKRO's R&D-work in place of the many original authors

**Lasertechnik und mikromechanische Bearbeitung - Entwicklungen zur Mikrostrukturierung, Oberflächenmodifikation und Verbindungstechnik** 89

**Laser technique and microcutting – New process developments in micro structuring, surface modification and micro welding**

Wilhelm Pfleging, Magnus Rohde, Roland Heidinger, Thomas Gietzelt, Thomas Schaller

This contribution presents an overview of the scientific and technological progress in laser-assisted micromachining and micro mechanical abrasion. New developments in the laser-assisted processes is targeted to applications in micro process engineering, micro-fluidic and micro-optics. Polymeric and metallic components as well as moulding tools with micro-patterns are formed with high precision by micro welding, laser micro-caving, laser-assisted sublimation or Laser-LIGA. The local property control (LPC) of materials in micro technology is exemplified for integrated single mode waveguides (laser induced modification) and for the thermal management of ceramics (laser alloying). Innovative concepts in micro mechanical cutting are pursued by the so-called micro planing. This approach provides access to the manufacturing of bent grooves with widths smaller than the diameter of the cutters. Furthermore, the fabrication of pockets with sharp inner corners is now possible. For both patterning techniques, typical applications and process developments will be presented.



**Micro Replication in Polymers, Metals, and Ceramics**

Robert Ruprecht, Klaus Bade, Werner Bauer, Gundi Baumeister, Thomas Hanemann, Mathias Hecke, Nils Holstein, Lothar Merz, Volker Piotter, Roman Truckenmüller

Well known replication technologies for Microsystem Technology (MEMS) are hot embossing in polymers or ceramics, electroforming for microstructured parts in metals, and injection molding of micro components in polymers, metal alloys or ceramics. To complete the material range and application fields according to the need in microsystem technologies, special variants of these replication processes and new micro molding technologies were developed.

For the manufacturing of not buried hollow plastic microstructures, the thermoforming of thin films into microstructured molds was investigated by means of structures for capillary electrophoresis and for cell cultivation. By micro injection molding with isolating polymers through perforated inserted parts made of electrically conductive thermoplasts two-component lost molds were realised for the blowhole-free metal deposition by electroforming.

A common available software tool was tested for the analysis of the form filling process down to the micrometer scale by hot embossing or micro injection molding. The comparison of the results with experiments shows the demand of developments for the process simulation in micro dimensions. The simulation of the electroforming process made clear, that nickel deposition under low temperatures gives advantages for special applications.

To spread the material range of metals to the alloys common in precision engineering, powder injection molding for microparts made of steel and hard metals and investment casting with bronze and a precipitation hardened gold alloy were examined.

For the manufacturing of microparts made of oxide ceramics - besides the variants of low pressure- and high pressure powder injection molding using binders based on wax or thermoplasts - the reaction injection molding with ceramic powder filled resins based on PMMA as the binder were developed for first laboratory samples.

An up-to-date replication process comparison will conclude the overview.

**CMOS- kompatible magnetische Dünnschichten für HF- Mikroinduktoren****CMOS compatible magnetic thin films for high frequency micro inductors**

H. Leiste, K. Seemann, V. Bekker

Thin films made of ferromagnetic FeTaN, FeCoTaN and FeCoAlN have been developed for the integration in CMOS-compatible passive electronic components like micro inductors or transformers. By means of reactive magnetron sputtering in an Ar/N<sub>2</sub> atmosphere, the films have been deposited from 6" targets (Fe<sub>90</sub>Ta<sub>10</sub>, Fe<sub>47</sub>Co<sub>36</sub>Ta<sub>17</sub> and Fe<sub>49</sub>Co<sub>36</sub>Al<sub>15</sub>) onto oxidized silicon substrates. In a post conditioning process, a uniaxial anisotropy was induced in the magnetic film plane at 400°C for high frequency response to be compatible to the aluminium CMOS process. The films were characterized according to the r.f.-permeability in a stripline permeameter. By the addition of Co, the anisotropy field of 1mT at a saturation polarisation J<sub>s</sub>=1,25 T for FeTaN can be increased up to 3 – 4 mT. This results in an increase of the ferromagnetic resonant frequency from 1 GHz for FeTaN to 2 GHz for FeCoTaN.

Micro inductors have been realized by using a photolithography process with RIE for Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> and SiO<sub>2</sub> layers and by plasma beam etching for the magnetic and conductive films.

R.F. micro inductors are traditionally realized as spiral inductors in aluminium or copper technology with inductances of 1 – 10 nH. This design has the disadvantage that the quality factor is limited to 20 caused by eddy current losses in the substrate and conducting lines with high resistance. A new inductor concept with the magnetic field flux nearly parallel to the substrate and additionally with the implementation of a magnetic core material to keep comparable inductance to conventional inductors enables to realize higher quality factors at frequencies up to 2 GHz for applications in, e.g., telecommunication.

## **Wissenschaftliche Schwerpunkte II: "Anwendungen"** 109

### **Elektronische Nasen auf der Basis akustischer Sensoren: Eine kostengünstige Hochleistungsplattform für die schnelle Schadstoffüberwachung** 111

#### **Electronic Noses based on Acoustic Sensors: A Low Cost High Performance Platform for fast Pollutant Monitoring**

Karl-Heinz Lubert, Florian Bender, Nicole Barié, Achim Voigt, Michael Rapp, Heiko Bouquet, Wolfgang Eppler, Volker Hartmann

This report presents the development of a new generation of electronic noses remarkably reduced in size and with improved analytical capability to detect organic gases. Starting point of this development was a previous work in the Institute of Instrumental Analysis involving the use of polymer-coated surface acoustic wave (SAW) sensors and the resulting SAW based Aroma and Gas Analyse Systems (SAGAS). The miniaturisation of which towards a cost-effective on-board integrated SAW micro array and the development of new sampling techniques led to an immense increase of analytical performance of these sensor modules. The limits of detection for a lot of analytes could be lowered towards middle and lower ppb range. Influences of the ambient humidity could be minimised and the use of reference gas is not any more necessary. These are important preconditions for commercially successful stationary or portable systems for fast pollutant monitoring in industrial plants, indoors or in the environment.

### **Markierungsfreie Proteindetektion mit Surface Acoustic Wave Biosensoren als potentielles diagnostisches Hilfsmittel** 117

#### **Label Free Protein Detection with Surface Acoustic Wave Biosensors as a Potential Tool in Medical Diagnosis**

Kerstin Länge, Achim Voigt, Michael Rapp, Gerald Brenner-Weiß, Peter Uetz

Surface Acoustic Wave (SAW) biosensors allow the label free detection of proteins. Due to the high operating frequencies they enable the highest possible sensitivity compared to other gravimetric sensing principles. Our HPSSW (horizontally polarized surface shear waves) sensors work at an operating frequency of 433.9 MHz. They consist of gold transducers on lithium tantalate and are coupled capacitively with the driving electronics via large contact pads. The biosensors were successfully used in immunoassays, ligand-receptor-assays and protein-protein-assays. During the measurements, the SAW detector was integrated in a flow injection analysis (FIA) system. Due to the simple sensor handling and the economic sample use the sensors are particularly suitable for the design of a future cost-effective low-density array.

### **Strategische Ziele des Forschungszentrums Karlsruhe in der Mikrooptik und deren Umsetzung** 123

#### **Strategic Aims of Forschungszentrums Karlsruhe in Microoptics and related R&D activities**

Jürgen Mohr

Forschungszentrum Karlsruhe is concentrating his R&D work in micro-optics on polymer materials and realizes polymer micro-optical components and systems. The availability of a continuous development chain from the material to simulation and prototype development to characterization and assembly, with the corresponding development of equipment allows R&D problems to be worked out in a holistic approach. Targets of the R&D work are: fabrication of micro-optical sensors by a modular concept, work out solutions to the problems arising in the fabrication of optical boards, demonstration of the fabrication of photonic circuits on the base of sub-wavelength structures, last but not least fabrication of new and innovative bio-photonic sensors and adaptive micro-optics by using functional optical polymer materials. With these activities Forschungszentrum is a core competence centre in Europe, embedded in the European network of R&D centres working in the broad area of micro-optics.

**Mikroverfahrenstechnik: Modelle, Herstellung, Apparate, Applikationen**

129

**Micro Reaction Engineering: Models, Manufacturing, Devices, Applications**

Jürgen J. Brandner, Lothar Bohn, Edgar Hansjosten, Peter Pfeifer, Günter Rinke,  
Ulrich Schygulla, Klaus Schubert

Along to the application areas "Analytics" and "Photonics" within the micro systems technology program, as a third application field micro chemical engineering has proved to be an interesting and promising alternative to conventional chemical engineering. The specific advantages of micro structure devices, e.g. inherent safety, enhanced heat and mass transfer characteristic as well as the opportunities of completely new process pathways, show many perspectives to technical applications.

This publication will provide a short overview onto the standings of micro chemical engineering at the Forschungszentrum Karlsruhe with regard to the engaged institutes. All aspects of micro chemical engineering from (numerical) modelling, manufacturing and characterisation of microstructure devices built of metal alloys, ceramics and polymers up to the integration of catalytically active materials and lab-scale or industrial applications will be shortly reviewed.

**Charakterisierung und Optimierung von statischen Mikromischern**

137

**Characterization and optimization of static micro mixers**

Rainer A. Rakoczy, Andreas Hensel, Manfred Kraut, Michael Schacht, Achim Wenka,  
Klaus Schubert

At the institute of micro process engineering (IMVT) of Forschungszentrum Karlsruhe static micro mixers are designed, produced and tested for various application fields.

In the context of the IMVT project "characterization and optimization of micro mixers" the behaviour of micro mixers by mixing fluid-fluid systems is investigated using test reactions. Additionally, calculating tools are developed to support the optimization of the mixer design by precedent simulation on the computer.

**Wissenschaftliche Schwerpunkte III:  
"Systemintegration und Simulation / Modellierung"**

145

**Von der Mikrokomponente zum System - Handhabung, Maschinen und Prozesse**

147

**Micro Mechanical Components in Systems - Handling, Machinery and Processes**

Hartmut Gemmeke, Thomas Blank, Ulrich Gengenbach

Hybrid micro systems have a high potential for innovative developments. On one hand a broader choice of materials is available to fulfil the characteristic requirements of the task and to find economic solutions. On the other hand the micro system technology is still young and a portfolio of manufacturing processes and equipment is needed to fabricate systems reliably and at reasonable costs. Due to the complexity the necessary manufacturing equipment is not always commercially available. Despite these difficulties micro systems have to be fabricated already in small series with a high quality to proof the design also under economic considerations. This paper describes how to handle micro components and develop manufacturing strategies to form a complete micro system discussing several examples from the work of "Institut für Prozessdatenverarbeitung und Elektronik" (IPE) and "Institut für angewandte Informatik" (IAI).

**Zuverlässigkeitsbewertung thermomechanisch belasteter Mikrobauteile**  
**Reliability assessment of thermomechanically loaded micro components**

153

Jörg Büttner, Norbert Huber, Michael Bruns, Oliver Kraft

Based on a statistical failure analysis, the evaluation of the reliability of thermomechanical loaded ceramics used in microsystems is presented. In addition to an experimental identification of material parameters, the numerically determined stress distribution is assessed by the postprocessor STAU, which was developed at IMF II. With the aid of this tool, the reliability of the optimized GSMA-Chip of the Karlsruher Mikronase has been ensured.

**Entwurf und Simulation mikrooptischer Freistrahlsysteme**  
**Design and Simulation of microoptical Free-space systems**

159

Ingo Sieber, Uwe Hollenbach

One aim of the optical activities pursued by the Forschungszentrum Karlsruhe is the fabrication of microoptical functional modules on the basis of free-space arrangements using microoptical benches. The modular setup of hybrid systems requires an isolated manufacturing of the individual components that are often made from different groups of materials. Later assembly results in a microoptical functional module. Doing this, it must be accepted that the combination of the individual components in a single system is subject to certain geometric tolerances. Ambient influences at the place of operation, like e.g. temperature variations, may negatively affect the system's performance and must be taken into account during modeling already. Conventional optical simulation tools cannot model structures that have no optical functionality, i.e. positioning or support structures of the microoptical bench. However, such mechanical support structures may affect optical performance. Due to the absence of adequate interfaces between the individual design levels of the process chain, information transport is very difficult. To achieve a fast cycle from system design to the system's prototype to series production, a concept of a model library of microoptical fundamental elements (so-called primitives) is presented. These primitives combine the optical and mechanical functionality. Models of the primitives will be defined as reusable software units. In addition to the process knowledge, requirements of the process chain of microoptical components have to be considered, also in the individual components (design for production). Combination of the models of the primitives with well-defined I/O characteristics will result in a model of the complex microoptical setup.

**FEM-Simulationen und Validierungs-Experimente zu elektrisch erregten Mikromischern**

165

**FEM simulations and validation experiments on electrically-excited micro mixers**

P. Ehrhard, I. Meisel, H. Farangis Zadeh

We present a method for efficient mixing in micro mixers. The basic idea of this concept relies on an external oscillatory electrical field to excite secondary flows. FEM simulations demonstrate the potential of this method within a simple meander mixer channel. It is shown that the improvement of mixing is achieved via a folding and enlargement of the virtual interface between the liquids to be mixed. For the validation experiments, we capture the velocity field within the mixer channels of 100  $\mu\text{m}$  width by means of the  $\mu\text{PIV}$  technique, while the concentration field is obtained from a fluorescence intensity method. First measurements in a mixer with square glass channels confirm the simulation findings qualitatively, whereas systematic measurements are presently in progress.

**Simulation der Wärmeübertragung und Zweiphasenströmung in Apparaten der Mikroverfahrenstechnik** 171

**Simulation of heat transfer and two-phase flow in devices for micro process engineering**

Martin Wörner, Achim Wenka, Anke Halbritter, Uwe Imke, Bradut Ghidersa

Computational fluid dynamics (CFD) has become an established tool to investigate fluid flow and heat transfer phenomena in technical devices. Especially for micro process engineering CFD methods represent a useful complement to experiments. In general, application oriented and fundamental problems require computer codes with different level of detail. In this contribution CFD results for a micro heat exchanger obtained by a detailed simulation are compared with results of a simplified approach. Results of detailed simulations of the gas-liquid flow in a square single mini channel are also presented. The computational effort of the different approaches is discussed.

**Exponate und Poster** 177

**Keramische Mikrostrukturen durch Röntgentiefenlithographie** 179

**Manufacturing of ceramic microstructures by using deep X-ray lithography**

Michael Schulz, Martin Börner, Jost Göttert, Thomas Hanemann, Richard Heldele, Günter Motz, Jürgen Haußelt,

This report presents the direct manufacturing of microstructures by using ceramic precursors in combination with deep X-ray lithography. The applicability of different preceramic polymers based on polysilazane for direct structuring with synchrotron radiation was investigated. Pyrolysis of these parts yields amorphous Si-C-N or  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ceramics.

**Erhöhung der Prozesssicherheit bei der Fertigung von LIGA-Formeinsätzen** 181

**Increasing Process Reliability in LIGA Mold Insert Fabrication**

Markus Guttman, Sven Achenbach, Klaus Bade, Lothar Hahn, Achim Janssen, Uwe Köhler, Arndt Last, Joachim Schulz, Frank Winkler

A core competence at "Institut für Mikrostrukturtechnik" (IMT) is in the fabrication of microstructured mold inserts using a process combination of X-Ray lithography and electroplating (LIGA process) within the framework of our institute's QM-system. The mold inserts, used in industry as forming tools in the production of e.g. hollow waveguide spectrometers, have very high inherent demands, specifically regarding material properties, the surface conditions i.e. the lateral structure and outer dimensions. In order to meet these increasing demands, improvements were made in handling, processing and fabrication means. These have lead to significant improvements in process reliability in LIGA processing.

**Arbeitsmasken für die Röntgentiefenlithographie** 183

**Working Masks for Deep X-Ray Lithography**

H. Hein, A. Janssen, B. Matthis, P. Jakobs, S. Achenbach, D. Maas, P. Henzi, P. Meyer

At "Institut für Mikrostrukturtechnik" (IMT) deep x-ray lithography is employed routinely to a wide range of applications. Resist up to 500  $\mu\text{m}$  thickness is irradiated with alignment to create multi layer patterns. Non-vertical irradiation is utilized to produce inclined optical surfaces. A third application is the production of high precision micro components higher than 500  $\mu\text{m}$ . To fulfil the different requirements of these different applications three x-ray working mask lines have been developed and installed in the micro fabrication unit of FZK-IMT. Two types of x-ray working mask used for resist < 500  $\mu\text{m}$  are based on a 2.5  $\mu\text{m}$  titanium membrane as carrier for the patterned gold absorber. High precision irradiation of resist from 500 up to 2000  $\mu\text{m}$  is achieved by a third type of mask in which the carrier for the patterned gold absorber is a 500  $\mu\text{m}$  beryllium blank. The beryllium mask is a working standard defined in close cooperation between the German LIGA centres.

## **Metrische Genauigkeiten bei der Zahnradsfertigung mit LIGA**

185

### **Quality of optical geometry measurements for gear components made by LIGA**

Richard Thelen, Pascal Meyer, Joachim Schulz, Kerstin Schlitzer, Martin Börner, Achim Janssen, Frank Winkler, Nina Dambrowsky, Barbara Matthis, Markus Guttmann, Klaus Bade, Andreas Bacher, Doris Goldacker, Lothar Hahn, Herbert Hein, Heike Fornasier, Timo Emmert, Dieter Maas, Rudi Witteman, Rüdiger Preisung, Paul Abaffy, Sandra Wilson, Peter Jakobs, Bernd Röder, Bärbel Rapp, Uwe Köhler, Ulrich Klein, Rolf Ehnes, Jürgen Lange, Markus Arendt

The way of IMT/FZK for the feature measurement is a semi-automated vision system with additional sensors. The instrument used is an optical microscope from the company Werth, which is fully programmable. With an integrated CCD camera, it allows for automated software edge detection. The problem of proper edge lighting is being evaluated by varying lighting conditions systematically. Standards presenting the same properties of the studied parts are needed to calibrate the device; realization of these standards are on study.

## **Die Synchrotronstrahlungsquelle ANKA für Mikrofertigung und Analytik**

187

### **Synchrotron Radiation Source ANKA for Microfabrication and Analytical Services**

Michael Hagelstein, Ursula Herberger, Katrin Hertkorn, Gernot Buth, Albert Gies, Erhard Huttel, Wolfgang Mexner, Steffen Pfeifer, Montserrat Pont

Since 2003, the Synchrotron Radiation Source ANKA of Forschungszentrum Karlsruhe offers nine beamlines and experimental stations to internal and external users. Available are beamlines and experimental stations for x-ray diffraction and protein crystallography, x-ray topography, x-ray and IR spectroscopy and three x-ray lithography beamlines.

## **Miniaturisiertes Thermoelmentarray für die Verbesserung der Kunststoff-Spritzgießsimulation**

189

### **Miniaturised thermo couple array for the optimization of polymer injection simulation**

M. Guttmann, N. Holstein, K. Seemann, W. Pfleging, M. Moneke, J. Amberg

The calculation of the tool-filling step and the cooling down of the polymer melt during injection moulding requires exact knowledge of the melt temperature for every time and for every spot. For the testing of substance value models and new crystallisation models of commercial programs, high resolution sensors were developed and used to measure the temperature distribution in the injection tool cavity over several injection moulding cycles. These sensors consist of Ti/Cr thermocouple microarrays on ZrO<sub>2</sub>-substrates, and were manufactured in a multiple step process by laser ablation, PVD deposition, UV lithography and wet chemical selective etching. The sensor concept, the manufacturing process and the achieved results are described and discussed.

## **Galvanofornung mikrostrukturierter Bauteile aus Metall in Zweikomponenten-Kunststoffformen**

191

### **Electroforming of metallic microstructured components in two-component polymer moulds**

N. Holstein, J. Lorenz, J. Konys, G. Schanz, V. Piötter, K. Naumann, E. Oskotski, R. Ruprecht

A Solution for manufacturing of metallic microsystem components in larger series can be achieved by the combination of two typical mass production techniques: microstructured polymer templates made by injection moulding are replicated in nickel by electroforming. For the replication of microparts with aspect ratios > 5, the template has to show a LIGA-like composition of conducting substrate and insulating microstructured resist, which forces directed nickel deposition. Such templates can be produced according to process developments for two-component polymer injection moulding. Based on such templates, investigations were carried out for the electroforming with several polymer combinations of substrate and resist material. Aspect ratios up to 40 were replicated.

**Mechanische Mikrozerspannung zur Herstellung von mikrostrukturierten Abformwerkzeugen sowie zur Direktstrukturierung** 193

**Mechanical Micro Structuring for Manufacturing of Molding Tools as well as for Direct Structuring**

Thomas Gietzelt, Lutz Eichhorn, Dennis Scherhauser, Torsten Wunsch

By means of micro cutting prototypes and small-scale series for feasibility studies can be manufactured. Large-scale production of microstructured parts becomes possible by replication of molding or hot embossing tools made of brass or steel by micro cutting.

**Neue Ultraschallsensoren in der Computertomographie** 195

**New ultrasonic transducer arrays for ultrasound computer tomography**

Dr. R. Stotzka, T. Müller, K. Schlote-Holubek, G. Göbel, H. Gemmeke

At our institute we build a demonstration system for 2D ultrasound computed tomography. In comparison to conventional ultrasound imaging our reconstructed images show considerably higher resolution (0.1 mm) and better contrast. To image biological tissue in real-time we develop a 3D ultrasound computer tomography system with approx. 2000 transducers. Commercial transducer systems suitable for our purpose are very expensive (16 elements: € 2500) and not reliable. In the last year we developed the production engineering for transducer array systems with high quality and low costs (< € 100).

**Neuer Ultraschallgenerator für das optimierte Dünndrahtbonden** 197

**A New Ultrasound Generator for the Wire Bonding Process**

Thomas Blank, G. Göbel

The wire bonding process is despite new promising technologies like flip chip with chips bumped on wafer level still the widest commercially used interconnection method to connect silicon chips electrically to leadframes or other package substrates. Due to continuously increasing requirements concerning the bond pad pitch and the amount of I/O ports that have to be connected the possibilities to control the quality of the bonding process have to be extended.

The "Institut für Prozessdatenverarbeitung und Elektronik" (IPE) has therefore developed a new ultrasonic generator which is based on a powerful digital signal processor (DSP). Due to the outstanding processing speed of the signal processor the ultrasound generator can monitor the sound stimulation signal in real time. The instantaneous impedance is used as additional feature to improve the bond quality control.

**Montage von Mikrosystemen: Flexible und modulare Lösungen für kleine und mittlere Stückzahlen** 199

**Microsystem assembly: flexible and modular solutions for small and medium batch sizes**

Franz Eberle, Ulrich Gengenbach, Andreas Hofmann, Bernd Köhler, Susanne Maier, Henrik Skupin, Rudolf Scharnowell

In this poster the work of the microassembly group at Institute for Applied Computer Science (IAI) is presented. Starting with a holistic approach the goal of the work is to get cost effective and flexible solutions for the fabrication of hybrid microsystems. In cooperation with industrial partners e.g. the design of a system for automatic and manual tool exchange has been developed and some prototypes of gripper systems have been realised. These systems base on different modules with a standard interface. So in the future it is possible for other suppliers to offer additional components for gripper systems with this interface.

**Ein- und Mehrkomponenten-Mikro-Pulverspritzgießen: BMBF-Projekte Micro-P-PIM und 2K-PIM** 201

**One- and Multi-Component Micro Powder Injection Molding: BMBF-Projects Micro-P-PIM and 2K-PIM**

Gissur Örlygsson, Klaus Müller, Guido Finnah, Volker Piotter, Robert Ruprecht, Jürgen Haußelt

Within the 2K-PIM project, Institut für Materialforschung III (IMF III) develops the fabrication of multifunctional ceramic microcomponents employing two-component ceramic powder injection molding. Through the combination of suitable materials, at least two ceramics with different electrical conductivities are to be integrated in one part. The ultimate goal is to be able to integrate materials with different physical properties in one piece, with the purpose of a higher functional density, and a reduced assembly effort.

The aim of the Micro-P-PIM project is the development of an optimized powder injection molding technology for the fabrication of ceramic and metallic micro-precision parts, avoiding postprocessing steps. This includes work on the machine, tool, materials, and process technologies. For demonstration purposes, project partners from industrial companies have defined two metallic and two ceramic precision parts, which will be manufactured in the course of the project.

**Einfluss der Urmodelle auf die Abformung mikrostrukturierter Keramikbauteile in einer Rapid Prototyping Prozesskette** 203

**Influence of Master Models on the Molding of Micropatterned Ceramic Components within a Rapid Prototyping Process Chain**

Regina Knitter, Peter Risthaus, Thomas Greiner

In a rapid prototyping process chain for the fabrication of micropatterned ceramic components, the attainable accuracy and the molding properties are strongly affected by the quality of the used master models. If a high surface finish is required, and for patterning details smaller than 250 µm, instead of printing techniques high-resolution stereolithography techniques should be applied for the fabrication of the master models.

**Modellierung für piezokeramische Werkstoffe in der Mikrosystemtechnik** 205

**Modeling of Piezoceramic Materials in Microsystem Technology**

B. Laskewitz, M. Kamlah, U. Böhle, D. Zhou, Z. Wang

This article gives an overview of the activities on piezoceramic materials at the Institute for Materials Research II. An experimental setup has been developed for uniaxial loadings of piezoceramic specimens by a cycling electric field and mechanical compression. A simple constitutive model has been implemented in a finite element code. Meanwhile, we started working on a microscopically and thermodynamically based constitutive model.

**Materialcharakterisierung an metallischen LIGA-Proben** 207

**Materials Characterization of Metallic LIGA-Samples**

K. Bade, A. Janssen, J. Aktaa, J.-Th. Reszat, D. Exner, C.A. Volkert

To achieve high precision during fabrication in the lower µm regime, high reliability and meaningful statements concerning material changes during technical application a standardized qualification of the fabrication processes is required. Therefore micro test samples are being manufactured with precise dimensioning with the LIGA technique using standardized processing steps. After geometrical verification these samples are mechanically tested with microsample tensile testing. The fractured samples are analysed by means of scanning electron microscopy and focussed ion beam microscopy.



**Ermittlung des viskoplastischen Spannungs-Dehnungsverhaltens metallischer Werkstoffe in Mikrodimension** 209

**Determination of the viscoplastic stress-strain behavior of metals in small volumes**

Eduard Tyulyukovskiy, Dmitry Shakhvorostov, Oliver Kraft, Norbert Huber

Due to the small volume of materials being produced in micro dimensions, the investigation of the stress-strain behaviour necessitates the development of adequate measurement and analysis methods. The nanoindentation method allows mechanical testing of structures with sub micrometer dimension by locally induced deformation. Finite element simulations and neural networks are used for the analysis of the measured load depth curves with regard to the stress-strain behaviour of the material.

**Charakterisierung von elektrisch beheizten Mikrowärmeübertragern** 211

**Characterisation of electrically powered micro heat exchangers**

Torsten Henning, Jürgen J. Brandner, Klaus Schubert

Electrically powered micro heat exchangers, whose core elements are microstructured metal foils, were characterised with regard to their power conversion efficiency and wall temperature excess, using water as medium. While a reference design with mechanically microstructured foils showed the smallest wall temperature excess, variations of this design with shorter channels and wavy channels proved to be better with regard to the power conversion efficiency at small throughputs, and to their suitability as micro evaporators, respectively.

**Wasserstoffherzeugung aus Kohlenwasserstoffen mit Mikrostrukturkomponenten** 213

**Hydrogen from Hydrocarbons Using Microstructured Devices**

Peter Pfeifer, Lothar Bohn, Oliver Görke, Katja Haas-Santo

Fuel Cells are of great interest for mobile and on-site production of electricity because of legal requirements considering emission control or the saving of resources. Higher efficiency, lower noise emission and negligible amounts of pollutants can be reached by the use of fuel cells. However, a big problem for the hydrogen supply are the small energy density and the heavy storage systems for H<sub>2</sub>. An alternative could be the on-site production of hydrogen. Good dynamics and a high efficiency are demands for the chemical reactor/reformer and the heat exchangers in the system. Therefore, microsystems technology could be used because high heat and mass transfer coefficients can decrease system size and weight as well as energy loss. An overview over the developments of the Institute for Micro Process Engineering considering hydrogen production from methane, methanol, propane and gasoline will be given in the present contribution.

**Einsatz eines elektrisch heizbaren Mikrowärmeübertragers an einer Biodieselproduktionsanlage** 215

**Test of an electrically powered micro heat exchanger at a biodiesel plant**

Günter Rinke, Herbert Holpe, Achim Wenka,

An electrically powered micro heat exchanger for 20 kW was successfully tested at a biodiesel plant during production with throughputs up to 1000 kg/h.

**Herstellung von polymeren Wellenleitern – dotierte Polymere mit modifizierten optischen Eigenschaften** 217

**Fabrication of polymer waveguides - doped polymers with modified optical properties**

Johannes Böhm, Karsten Litfin, Steffi Finke, Patric Henzi, Wilhelm Pfleging,  
Lothar Steinbock, Thomas Hanemann

Plastic Optical Fibres (POF) become more and more important because of their advantageous properties like high flexibility and their cost advantage in comparison to glass fibres. Industrial applications in the automotive sector, in telecommunications and others lead to an increased request for POF in the near future.

The refractive index of polymers can be modified by adding inorganic nanosized particles or organic dyes in order to enable total reflectance at the interface of core and cladding. Therefore, the particles/dyes are homogeneously dispersed or solved in the polymer matrix with adequate stirring methods. After that test items are moulded via light-induced reaction moulding. Finally, optical properties like transmission, optical damping and refractive index have to be analysed.

**Herstellung von polymeren Wellenleitern- UV-induzierte Brechzahlmodifikation** 219

**Fabrication of Polymer Waveguides - UV-Induced Refractive Index Modification**

P. Henzi, S. Finke, E. Gaganidze, K. Litfin, U. Wallrabe; J. Mohr, R. Heidinger,  
W. Pfleging

The UV-induced fabrication of polymer waveguides is a promising method for cost effective realization of integrated optical components. Single mode optical waveguides in Polymethylmethacrylate have been realized by different structuring methods and integrated into a LIGA micro optical bench.

**Mikro-Femos: Mikrofertigungstechnik für hybride mikrooptische Sensoren: Realisierung der Prozesskette** 221

**Micro-FEMOS: Manufacturing techniques for micro optical sensors: Realisation of the process chain**

Andreas Hofmann, Ulrich Gengenbach, Ingo Sieber, Rudolf Scharnowell, Harald Dittrich, Mathias Heckeke, Uwe Hollenbach, Jürgen Mohr, Werner Schomburg, Martin Schröder, Ulrike Wallrabe, Manfred Bär, Klaus Kadel, Holger Reinecke, Hermann Utech, Torsten Stautmeister

**Mikro-FEMOS: Mikrofertigungstechnik für hybride mikrooptische Sensoren Design und Prototyping** 223

**Micro-FEMOS: Manufacturing techniques for micro optical sensors: Design and Prototyping**

U. Hollenbach, J. Mohr, U. Wallrabe, I. Sieber, T. Stautmeister, H. Reinecke

**Mikro-FEMOS: Mikrofertigungstechnik für hybride mikrooptische Sensoren: Abformtechnik für mikro-optische Bänke** 225

**Micro-FEMOS: Manufacturing techniques for micro optical sensors: Replication technology for micro-optical benches**

Mathias Heckeke, Harald Dittrich, Werner Schomburg, Martin Schröder, Hermann Utech

Mikro-FEMOS:

The BMBF joint research project Mikro-FEMOS aims at developing and setting up a production chain for a micro-optical proximity sensor. It is envisaged to establish a distributed fabrication infrastructure for the production of small and medium batch sizes. This requires a precise definition of interfaces between the elements of the process chain and a proper product specification. Design rules are being defined that take into account manufacturability issues early in the design phase to ensure a product that can be produced at competitive cost.

The Mikro-FEMOS poster presentation covers the three main aspects of the project: Concept and layout of the reference product, the hot embossing process for fabrication of the micro-optical bench and the fabrication of the unpackaged OEM product with emphasis on assembly technology.

The Micro-FEMOS project demonstrates a fully distributed manufacturing line for series production of modular micro optical sensors. Different specialized companies produce the micro modules, the subsystem and also the hybrid micro optical system. The micro optical distance sensor is the reference product in this project. The requirements due to the distributed manufacturing have to be considered already in the design phase.

**HymoSens: Hybride mikrooptische Sensoren**

227

**HymoSens: Hybrid Microoptical Sensors**

Peter Lücke, Arndt Last, Jürgen Mohr, Aiko Ruprecht, Wolfgang Osten, Hans Tiziani, Peter Lehmann, Sven Schönfelder

Increasing demands for checking tolerances of small mechanical and optical precision components require improved measurement techniques. The joint research project "HymoSens" is aided by the Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF) to develop a novel microoptical sensor concept using the chromatic confocal principle for distance gauging applications. Together with two industrial partners and the Institut für Technische Optik (ITO) at the University of Stuttgart, the Institut für Mikrostrukturtechnik (IMT) is simulating and developing the sensor concept and design, as well as afterwards fabricating the microoptical bench.

## **Formgedächtnis-Mikroscanner**

229

### **Shape Memory Microscanner**

Daniel Brugger, Manfred Kohl

An optical microscanner based on a magnetic shape memory alloy (MSMA) is presented. For this purpose a novel actuation mechanism has been developed which makes use of intrinsic magnetic forces as well as shape recovery forces at the same time in a micro component. Since no additional components for generation of force are required, extremely compact designs are possible. For an overall size of  $9 \times 3 \times 5 \text{ mm}^3$ , this actuator mechanism allows large scanning angles up to  $120^\circ$  in a wide frequency range up to 75 Hz.

## **Refractive Röntgenlinsen in Polymer nach dem LIGA - Verfahren**

231

### **X-ray refractive polymer lenses made by LIGA technology**

Vladimir Nazmov, Elena Reznikova, Sven Achenbach, Martin Börner, Jürgen Mohr

Planar refractive X-ray lenses with circular, segmented parabolic and kinoform profiles have been fabricated in SU8 resist by means of the LIGA technology. The lenses have been tested at ESRF in an energy range from 12 keV to 55 keV. The focal width achieved with the parabolic lenses was  $0.32 \mu\text{m}$ . The gain was 327. The lenses are stable against X-ray radiation at least up to a dose of  $2 \text{ MJ/cm}^3$ .

## **Ein neuer Opto-ASIC für ein hochintegriertes Spektrometer**

233

### **A New Opto-ASIC for a Highly Integrated Spectrometer**

Sascha Wüstling, Thomas Kühner

At the Institute of Data Processing and Electronics (IPE), we have developed and successfully tested a photodiode array ASIC with integrated per-pixel ADCs. In conjunction with the LIGA-fabricated micro-optical spectrometer component, developed at the Institute of Microstructure Technology (IMT), and a simple but compact assembly technology, this ASIC forms the basis for a highly integrated VIS spectrometer system. The objectives of the miniaturization effort are to integrate the spectrometer including a standard interface into e.g. an USB plug or a PCMCIA card and at the same time reduce manufacturing costs.

## **Lab-on-a-Chip Systeme für die Kapillarelektrophorese**

235

### **Lab-on-a-chip Systems for Capillary Electrophoresis**

Andreas E. Guber, Dirk Herrmann, Holger Mühlberger, Werner Hoffmann, Mathias Hecke, Alban Muslija, Andreas Gerlach, Norbert Gottschlich

Miniaturized analysis systems (lab-on-a-chip systems) increasingly gain importance in life sciences and biomedical technology. Typical fields of use are in certain areas of pharmaceutical industry and diagnostic laboratory medicine. Lab-on-a-chip systems based on the principle of capillary electrophoresis are used to separate solutions of inorganic and organic ions as well as very complex solutions of biomolecules into their constituents. By means of optical or electrochemical measurement techniques, even small concentrations can be detected. The chip systems presented here have been fabricated on the basis of microtechnically structured polymer substrates.

## **AMANDA-Flusssensor für Mikrodosieranwendungen**

237

### **AMANDA flow sensor for micro-dosage applications**

Ralf Ahrens, Dirk Dittmann, Zeno Rummler, Werner K. Schomburg, Klaus Schlote-Holubek

A flow sensor from polymer manufactured by the AMANDA-process has been developed at the Institute of Microstructure Technology. The new flow sensor with outer dimensions of  $5.5 \times 5.7 \times 1.2 \text{ mm}^3$  is based on the thermal anemometric principle and may be operated both with gasses and liquids. Depending on the cross-section of the flow channel a volume flow sensitivity of 100 nl/min for liquids was achieved.

**Die Karlsruher Mikronase KAMINA: Universeller chemischer Zustandsmelder für Industrie, Umwelt und Haushalt als integrierbares kostengünstiges Mikrosystem** 239

**The Karlsruhe Micronose KAMINA: Universal Chemical Status Monitor for Industry, Environment and Household in Form of an Integrated Low-cost Microsystem**

Thomas Walter, Christina Arnold, Joachim Goschnick

The Karlsruhe Micronose KAMINA is based on a unique and highly integrated gradient micro-array of gas sensors. This array, developed at the Karlsruhe Research Center, consists of a single gas sensitive metal oxide film which is subdivided by a set of parallel electrodes into a number of sensor segments differentiated by gradients of the surface temperature and a gas permeable membrane deposited on top. Owing to the efficient microstructure an excellent gas sensitivity, high gas discrimination power and fast response is combined with low costs, small size and low power consumption. Development of the KAMINA focuses on an inexpensive gas analytical module that can be easily integrated into various applications. The broad bandwidth of potential applications comprises industrial uses, environmental monitoring, medical diagnostics and finally even the integration into consumer mass products to realize intelligent functions. An air quality monitor with fire warning ability is discussed in detail as one potential application of the KAMINA system.

**Liste der Institute im Programm Mikrosystemtechnik (Kurzbezeichnung und Name)** 241

**Autorenverzeichnis** 241

# Programm Mikrosystemtechnik

## - Status und Visionen -

Peter Bley und Norbert Fabricius

Programmleitung

### Zusammenfassung

Das Programm Mikrosystemtechnik ist ein wohl etabliertes FuE-Programm am Forschungszentrum Karlsruhe mit einer breiten Basis auf den Gebieten der Materialforschung, der Fertigungstechnologien und der Systemintegration. Von 268 Mitarbeiter/innen aus 12 Instituten mit unterschiedlicher Fachkompetenz werden wichtige Beiträge zum Programm geleistet. Die FuE-Aktivitäten des Programms fokussieren sich auf die Entwicklung von Mikrosystemen, deren funktionstragende Strukturen aus den Nicht-Silizium-Materialien Polymere, Metalle und Keramik gefertigt werden. Die Hauptanwendungsgebiete, auf die sich das Programm derzeit konzentriert, sind Mikroverfahrenstechnik, Photonik und Analytik.

Die Vision des Programms basiert auf der Annahme, dass die Durchdringung der Märkte mit mikro-technischen Produkten erst am Anfang steht und kontinuierlich zunehmen wird. Die Aufgabe des Programms besteht darin, solche Mikrosysteme als Teile eines „Personal Intelligent Environments“ allen Gesellschaftsschichten zur Verfügung zu stellen. Um diese Aufgabe zu erfüllen, werden innerhalb des Programms die weltweiten Technologietrends verfolgt. Die im Programm arbeitenden Wissenschaftler/innen erstellen aus diesen Analysen Roadmaps zur Planung von langfristigen FuE-Aktivitäten. Die FuE-Ergebnisse wie z.B. neue Materialien, neue Fertigungstechnologien und Prototypen von Mikrosystemen werden in die Industrie überführt, die darauf aufbauend eine detaillierte Produktentwicklung durchführen kann. Ein wichtiges strategisches Ziel des Forschungszentrums Karlsruhe ist die geplante Zusammenführung der beiden Programme Mikrosystemtechnik und Nanotechnologie.

### 1 Einleitung

Mikrosysteme vereinigen mehrere Funktionen auf engstem Raum, wobei die funktionsbestimmenden Strukturen zumeist in der Größenskala der Mikroelektronik, also im Mikrometer- und Submikrometerbereich, liegen. Damit werden sensorische und aktorische Funktionen in den Bereichen Mechanik, Optik, Fluidik, Analytik und chemische Reaktionstechnik erschlossen. Die Mikrosystemtechnik stellt ein ausgeprägt interdisziplinäres Gebiet dar, deren Entwicklung die intensive Zusammenführung unterschiedlichster Wissensgebiete erfordert.

Die Mikrosystemtechnik durchdringt als Querschnittstechnologie mit hoher Innovationskraft schon heute weite Bereiche des täglichen Lebens und der Technik. Der aktuelle Weltmarkt wird mit knapp 40 Mrd. US \$/Jahr angegeben [NEXUS Product Technology Roadmap, Sept. 2003, [www.nexus-mems.com](http://www.nexus-mems.com)], und alle Marktstudien prognostizieren hohe jährliche Wachstumsraten von etwa 20 %. Über die direkte kommerzielle Wertschöpfung hinaus entfaltet die Mikrosystemtechnik auch eine außerordentliche ökonomische Hebelwirkung, d. h. durch die Integration von Mikrosystemen in Produkte oder Anlagen wird eine Wertschöpfung erzielt, die den Wert der Mikrosysteme um ein Vielfaches übertrifft. Für eine nachhaltige kommerzielle Umsetzung mikrotechnischer

Ergebnisse erweist es sich als erforderlich, wissenschaftlich anspruchsvolle, interdisziplinäre und risikoreiche Vorlauforschung in der Mikrosystemtechnik durchzuführen, um neuartige Anwendungen ermöglichen, neue Verfahren entwickeln und bereits vorhandene Technologien so absichern zu können, dass sie auch wirtschaftlich in die Industrie, insbesondere in KMUs als die wesentlichen Innovationsmotoren, überführt werden können. Deutschland wird in der Mikrosystemtechnik eine Spitzenstellung in der Forschung zugeschrieben, was auch auf die Förderpolitik des Bundes und der Länder (institutionelle und Verbundförderung) zurückzuführen ist, die frühzeitig das hohe Potenzial dieser zukunftsweisenden Technologie erkannt hatten. In der Tat sind aus unserem Programm bereits bedeutende, industriell eingesetzte Verfahren, Produkte und Anlagen sowie Firmenausgründungen [siehe Beiträge in diesem Heft] hervorgegangen.

Als Werkstoff wurde in der Mikrosystemtechnik zunächst überwiegend das aus der Halbleiterindustrie bekannte Material Silizium erfolgreich eingesetzt, wohingegen wir Mikrosysteme auf der Basis von Polymeren, Metallen und Keramiken entwickeln. Beispiele für diese material-spezifischen Einsatzfelder sind:

- **Polymere:** Für optische und fluidische Komponenten in hohen Stückzahlen mit kostengünstigen Fertigungsmethoden
- **Metalle:** Für Komponenten mit hoher elektrischer Leitfähigkeit; magnetische Eigenschaften und gute mechanische Eigenschaften von Mikrostrukturen und -bauteilen
- **Keramiken:** Für Anwendungen mit hohen Anforderungen an Korrosions-, Verschleiß- und Hochtemperaturbeständigkeit; di-, ferro- und piezoelektrische Eigenschaften.

Die Strategie, sich auf diese Materialien zu konzentrieren, hat sich bestens bewährt: aus unserem Programm gingen weltweit die ersten Mikrostrukturen aus diesen Materialklassen hervor, und bei den "Nicht-Silizium"-Werkstoffen nimmt unser Programm eine weltweit anerkannte Stellung und in vielen Teilen auch die Spitzenposition ein. Diese heute weltweit umgesetzte Materialerweiterung hat der Mikrosystemtechnik Anwendungsbereiche erschlossen, die für Silizium-basierte Systeme prinzipiell nicht erreichbar sind. Dort wo Silizium als funktionstragendes Material für unsere FuE-Arbeiten benötigt wird, erschließen wir uns dieses durch Kooperationen mit kompetenten Partnern. Mikroelektronische Bauteile aus Silizium, die für Systeme meist unverzichtbar sind, integrieren wir mit hybriden Technologien der Aufbau- und Verbindungstechnik.

## 2 Programmorientierte Förderung innerhalb der HGF

In Deutschland haben sich 15 Großforschungszentren zur „**Hermann-von-Helmholtz-Gemeinschaft Deutscher Forschungszentren**“ (HGF) zusammengeschlossen. Sie ist mit einem Jahresbudget von rund 2,1 Mrd. Euro und 24 000 Mitarbeiterinnen und Mitarbeiter die größte Wissenschaftsorganisation Deutschlands. Die Helmholtz-Gemeinschaft identifiziert und bearbeitet große und drängende Fragen von Gesellschaft, Wissenschaft und Wirtschaft. Die HGF erforscht Systeme hoher Komplexität unter Einsatz von Großgeräten und wissenschaftlichen Infrastrukturen gemeinsam mit nationalen und internationalen Partnern. Durch Verbindung von Forschung und Technologieentwicklung mit innovativen Anwendungs- und Vorsorgeperspektiven trägt die HGF zur Gestaltung unserer Zukunft bei.

Die HGF-Zentren erbringen wissenschaftliche Spitzenleistungen in sechs Forschungsbereichen:

1. Verkehr und Weltraum
2. Gesundheit
3. Erde und Umwelt
4. Energie

5. Struktur der Materie
6. Schlüsseltechnologien.

Diese sechs Forschungsbereiche sind in Programme untergliedert, an denen sich i. A. mehrere Forschungszentren beteiligen, es ist aber auch möglich, dass ein Programm nur von einem HGF-Zentrum bestritten wird.

Der **Forschungsbereich Schlüsseltechnologien** verfolgt das Ziel, anspruchsvolle neue Technologiefelder zu erschließen und damit Beiträge zu Problemlösungen in mehreren Forschungsbereichen der Helmholtz-Gemeinschaft und zur internationalen Wettbewerbsfähigkeit der deutschen Industrie zu leisten. Er konzentriert sich auf solche Technologien, die bei der Bearbeitung von der Grundlagenforschung mit hohem wissenschaftlichem Anspruch in einer geschlossenen Kette bis zur Umsetzung in die industrielle Nutzung ein hohes Maß an Komplexität aufweisen. Der Forschungsbereich Schlüsseltechnologien ist in fünf Programme unterteilt:

1. Wissenschaftliches Rechnen
2. Informationstechnologie mit nanoelektronischen Systemen
3. Nanotechnologie
4. Mikrosystemtechnik
5. Funktionale Werkstoffsysteme.

Im Rahmen der „**Programmorientierten Förderung**“ geben die Zuwendungsgeber, d.h. Bund und Länder, für die einzelnen Forschungsbereiche die „Forschungspolitischen Vorgaben“ und auch das Budget vor, das für diesen Forschungsbereich in einer Förderperiode von fünf Jahren zur Verfügung steht. Die Programme eines Forschungsbereichs erstellen daraufhin Anträge, in denen sie die Strategie und die Ziele beschreiben, die sie innerhalb dieser Förderperiode erreichen wollen. Diese Vorschläge werden von international besetzten Gutachterkommissionen bewertet, und diese Bewertungen stellen die Basis für die Mittelvergabe dar, die durch den Senat der HGF erfolgt.

Die einzelnen Forschungsprogramme eines Forschungsbereichs stehen somit im gegenseitigen Wettbewerb um die von den Zuwendungsgebern zur Verfügung gestellten monetären Mittel. Die Programme „Verkehr und Weltraum“ sowie „Gesundheit“ wurden im Jahre 2002, die Programme „Erde und Umwelt“ sowie „Energie“ im Jahre 2003 begutachtet. Die Begutachtung der Programme „Struktur der Materie“ und „Schlüsseltechnologien“ erfolgt im Jahre 2004, wobei die mündliche Begutachtung des Programms Mikrosystemtechnik, das alleine vom Forschungszentrum Karlsruhe bestritten wird, Mitte April 2004 stattfindet.

### 3 FuE-Themen und Struktur des Programms

Die Struktur des FuE-Programms ist in Abb. 1 dargestellt. Die Basis des Programms Mikrosystemtechnik bilden die beiden technologieorientierten Arbeitsthemen „Fertigungstechnologien und Systemintegration“ sowie „Materialforschung“. Die hier erarbeiteten Ergebnisse werden in produktnahe Anwendungen umgesetzt, die sich am gesellschaftlichen und industriellen Bedarf ausrichten. Vorrangig werden drei anwendungsorientierte Themen verfolgt, auf die sich das Programm Mikrosystemtechnik zurzeit konzentriert: „Mikroverfahrenstechnik“, „Photonik“ und „Analytik“.

Alle Arbeitsthemen stehen in enger, unverzichtbarer Wechselwirkung miteinander und greifen in vielfältiger Weise auch auf die gleichen Ressourcen zurück. Eine besonders enge Verknüpfung besteht naturgemäß zwischen den beiden Basistechnologien „**Fertigungstechnologien und Systemintegration**“ und „**Materialforschung**“, da die Fertigungstechnologien an die in der Mikrosystemtechnik eingesetzten Materialien angepasst werden müssen. Ebenso müssen die Materialien so entwickelt werden, dass mit den Fertigungstechnologien die optimalen Ergebnisse hinsichtlich Qualität und Wirtschaftlichkeit erreicht werden. Die Anforderungen an Fertigungstechnologien und Materialien kommen dabei insbesondere aus den drei Anwendungsgebieten des Programms Mikrosystemtechnik, aber auch aus weiteren Anwendungen, die mit Partnern aus Forschung und Industrie bearbeitet werden:

- Die **Mikroverfahrenstechnik** zielt wesent-

lich darauf, mikrostrukturierte Apparate zu entwickeln, um chemische und physikalische Prozesse effizienter, sicherer, wirtschaftlicher sowie umwelt- und ressourcenschonender zu machen. Mikroverfahrenstechnik stellt damit die Antwort der Mikrosystemtechnik auf die Frage nach Nachhaltigkeit in der Produktion dar.

- Der Schwerpunkt des Arbeitsthemas **Photonik** liegt in der polymeren Mikrooptik mit Anwendungen in der optischen Informations- und Datentechnik sowie der optischen Sensorik und Messtechnik. Das Arbeitsthema zielt damit unter anderem auf die Bereitstellung von Kernkomponenten zum Aufbau von Systemlösungen für Anwendungen im Zukunftsfeld der Informations- und Kommunikationstechnik.
- Ziel des Arbeitsthemas **Analytik** ist es, durch die Entwicklung, Herstellung und den Einsatz neuer Mikrosysteme einen wesentlichen Beitrag zu leisten, um analytische und diagnostische Fragestellungen in industriell, gesellschaftlich und ökologisch relevanten Anwendungsbereichen zu beantworten. Solche leistungsfähigen Systeme zur Charakterisierung komplexer Zustände sind eine Voraussetzung zum Grundverständnis von biologischen, chemischen und technischen Prozessen und sind unverzichtbarer Bestandteil intelligenter Regelsysteme in industriellen Prozessen.

Ein Großteil der FuE-Arbeiten wird in enger Kooperation mit industriellen Partnern durchgeführt, um eine relativ kurzfristige **Umsetzung** der erzielten Ergebnisse sicherzustellen (vgl. Kap. 4). Ein besonders erfolgreiches Modell einer engen Kooperation zwischen For-

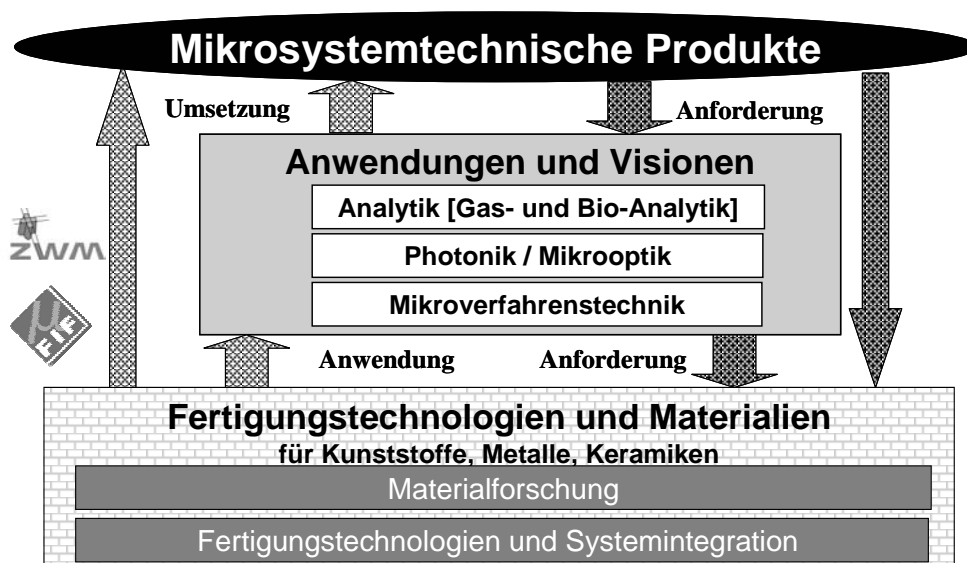


Abb. 1. Themen und Struktur des FuE-Programms



**Tabelle 1:** Am Programm Mikrosystemtechnik beteiligte Institute und Arbeitsthemen

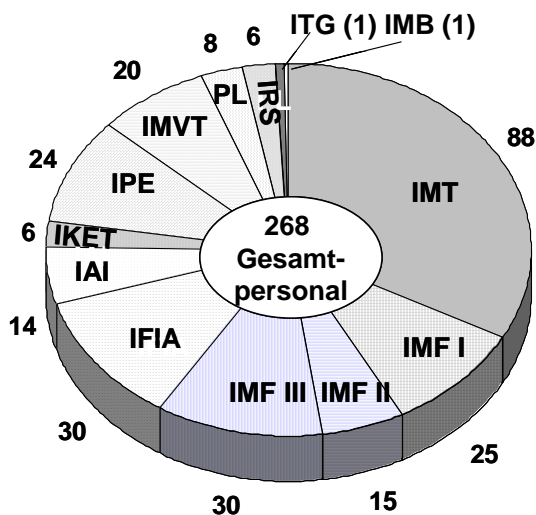
Programmthema	Technologien		Anwendungen		
	Fertigungstechnologien und Systemintegration	Materialforschung	Mikroverfahrentechnik	Photonik	Analytik
Institute für					
Mikrostrukturtechnik, IMT	•	•		•	•
Mikroverfahrentechnik, IMVT	•		•	•	•
Materialforschung III, IMF III	•	•	•	•	•
Instrumentelle Analytik, IFIA		•			•
Prozessdatenverarbeitung & Elektronik (IPE)	•			•	•
Materialforschung I, IMF I	•	•	•	•	•
Materialforschung II, IMF II		•	•	•	•
Angewandte Informatik, IAI	•			•	•
Nuklear- und Energietechnik, IKET			•		•
Reaktorsicherheit, IRS			•		
Medizin- und Biotechnik, IMB					•
Toxikologie und Genetik, ITG					•

schung und Industrie ist das „Forschungszentrum IndustrieForum Mikrofertigungstechnik“, kurz FIF [vergl. Beitrag in diesem Heft]. Durch vertrauensvolle und langfristige Kontakte sowie intensive Kommunikation ist es möglich, nicht nur die kurz-, sondern auch die mittelfristigen Ziele der Industrie in das FuE-Programm zu integrieren.

Zur intensiven Zusammenarbeit mit der Industrie auf dem Gebiet der Materialforschung wur-

de das Zentrum Werkstoffe der Mikrotechnik (ZWM) etabliert [vergl. Beitrag in diesem Heft]. Durch vielfältige Verbundprojekte, Industriekooperationen (vgl. Kap. 4) und Gremienarbeit ergibt sich die gewünschte Rückkopplung der **Anforderungen** des Marktes an das FuE-Programm.

Da die Mikrosystemtechnik ein sehr interdisziplinäres Gebiet darstellt, arbeiten im Programm Mikrosystemtechnik zwölf Institute mit unterschiedlicher Fachkompetenz sehr eng zusammen. Die Arbeitsthemen, die die 12 am Programm Mikrosystemtechnik beteiligten Institute bearbeiten, können aus der Tabelle 1 entnommen werden, Abb. 2 gibt den gesamten Personaleinsatz dieser Institute im Programm Mikrosystemtechnik an. Insgesamt arbeiten im Programm Mikrosystemtechnik 268 Mitarbeiterinnen und Mitarbeiter, davon 205 grundfinanziert und 63 finanziert über Drittmittelerwerbungen.



**Abb. 2:** Gesamt-Personaleinsatz der 12 am Programm Mikrosystemtechnik beteiligten Institute (Institutsbezeichnungen siehe Tab. 1, PL = Programmleitung)

#### 4 Externe Vernetzung des Programms

Das Programm Mikrosystemtechnik ist in vielfältige Kooperationen und Netzwerke eingebunden, um einerseits sich das in anderen Forschungsinstitutionen vorhandene Wissen durch Kooperationen zu erschließen, andererseits die Bedürfnisse und offenen Fragen direkt kennen zu lernen:

Das Programm Mikrosystemtechnik ist im Jahre 2003 insgesamt an 19 **Verbundprojekten** beteiligt, die von verschiedenen nationalen und internationalen Institutionen (BMBF, BMWi, EU, DFG) gefördert werden. Im Rahmen die-

ser Verbundprojekte arbeiten wir mit insgesamt 25 Forschungsinstitutionen in vertraglich festgelegter Form zusammen (Industriepartner in diesen Projekten s. unten).

Darüber hinaus bestehen mit insgesamt 58 nationalen und internationalen Universitäten und **Forschungseinrichtungen** bilaterale Kooperationen zur Durchführung gemeinsamer Forschungsprojekte: Formen dieser Kooperationen (vgl. Tabelle 3) sind gemeinsame, vertraglich geregelte Forschungsprojekte, vertraglich geregelte Bereitstellung von Komponenten, Systemen und Know-how durch das Programm Mikrosystemtechnik, Austausch von Wissenschaftlern, gemeinsame Diplom- und Doktorarbeiten.

Da, wie in Kap. 4 schon kurz erläutert wurde, das Programm Mikrosystemtechnik eine wesentliche Herausforderung und Aufgabe darin sieht, die wissenschaftlichen Ergebnisse rasch in industrielle Anwendung zu überführen, bestehen sehr viele Vernetzungen mit industriellen Partnern, insbesondere mit KMUs. So führt das Programm Mikrosystemtechnik seit mehreren Jahren etwa 20 % seiner Aktivitäten im Rahmen vertraglicher Kooperationen mit Industriepartnern im vorwettbewerblichen Bereich durch, weitere 10 % seiner Aktivitäten werden im Rahmen von FuE-Aufträgen direkt

von der Industrie durchgeführt. Tabelle 4 gibt für das Jahr 2003 die Anzahl der **Industriepartner** an, mit denen in verschiedenen Formen vertraglich festgelegte Arbeiten durchgeführt wurden. Neben 75 Kooperationspartnern im Rahmen von Verbundprojekten beläuft sich die Zahl der Partner mit bilateralen Kooperationen auf insgesamt 117.

Die in den Tabellen 3 und 4 angegebenen quantitativen Angaben belegen die außerordentlich hohe Vernetzung des Programms Mikrosystemtechnik sowohl mit anderen Forschungsinstitutionen als auch mit der Industrie. Die Nachfrage an den Ergebnissen des Programms Mikrosystemtechnik kann auch daran gemessen werden, dass in den letzten fünf Jahren die vom Ausschuss geforderte Einwerbung von 10 % Drittmitteln direkt aus der **Industrie** jeweils erreicht, bzw. überschritten wurde. Daneben nahm das Programm Mikrosystemtechnik auch Mittel aus Förderprogrammen (vgl. Tabelle 3) in etwa gleicher Höhe ein, so dass sich die jährlichen Drittmiteinnahmen insgesamt auf ca. 5-6 Mio. € beliefen.

**Tabelle 3:** Anzahl der **Forschungsinstitutionen** mit denen das Programm Mikrosystemtechnik im Jahre 2003 in verschiedenen Formen kooperierte

Kooperationspartner im Rahmen von Verbundprojekten	58 bilaterale Kooperationspartner			Summe
	Vertraglich festgelegte Forschungsprojekte	Vertraglich festgelegte Bereitstellung durch FZK	Diplom- & Doktorarbeiten, Wissenschaftleraustausch	
25	28	5	25	<b>83</b>

**Tabelle 4** Anzahl der **Industriepartner**, mit denen das Programm Mikrosystemtechnik im Jahre 2003 vertraglich festgelegte Arbeiten durchführte

Kooperationspartner im Rahmen von Verbundprojekten	117 bilaterale Kooperationspartner			Summe
	Im vorwettbewerblichen Bereich	Industrie forum FIF	FuE-Arbeiten im direkte Auftrag der Industrie	
75	13	21	83	<b>192</b>

## 5 Herausforderungen an die Mikrosystemtechnik

Es ist eine der grundsätzlichen Forderungen an die Forschung, zu einer nachhaltigen Entwicklung der Gesellschaft beizutragen. Dabei wird das Handeln der Menschen in den heutigen Gesellschaften in Deutschland und Europa wesentlich geprägt von dem Streben nach

- körperlicher Gesundheit
- persönlicher Sicherheit und
- wirtschaftlichem Wohlstand.

Die Befriedigung dieser Bedürfnisse stellt, insbesondere vor dem Hintergrund der vorhersehbaren demoskopischen Entwicklung mit einer problematischen Altersstruktur in der Bevölkerung, eine besondere Herausforderung dar.

Die Mikrosystemtechnik ist eine Schlüsseltechnologie, die das Potential hat, zur Befriedigung der genannten grundsätzlichen Bedürfnisse beizutragen, indem sie Produkte im Bereich Gesundheit und Sicherheit, sowie Kommunikation und Information bereitstellt und volkswirtschaftlichen Nutzen durch die Herstellung der Produkte erzeugt. Ihre herausragende Rolle leitet sich daraus ab, dass sie in der Lage ist, komplexe Funktionen in kleinen Dimensionen kostengünstig zu realisieren.

Klein und kostengünstig sind die Attribute, die letztlich sicherstellen, dass entsprechende Apparate dem Individuum zum persönlichen Gebrauch zur Verfügung gestellt werden können, und zwar für jeden, überall und jederzeit. Dafür wurde der Begriff des „**Intelligent Personal Environment**“ geprägt, in Analogie und Erweiterung des Begriffs des Personal Computers, der letztlich seinen Siegeszug der gleichen Strategie verdankt.

MST-Apparate werden in vielen Bereichen zentrale Einrichtungen ablösen. So z.B. in der medizinischen Analytik, wo heute im allgemeinen noch zentrale Großlabors die Analysen für niedergelassene Ärzte durchführen. Die Verlagerung dieser Tätigkeiten in die Praxis oder sogar zum Patienten wird zurzeit noch dadurch behindert, dass damit natürlich auch Verlagerung von Verantwortung verbunden ist. Der zunehmende Kostendruck im Gesundheitswesen wird hier aber zu einem Umdenken führen.

Aus technischer Sicht ist hervorzuheben, dass ein besonderer Vorteil der Mikrosystemtechnik ihre inhärente Zuverlässigkeit ist. Diese Zuverlässigkeit entsteht durch Integration komplexer Funktionen auf kleinem Raum. Die Produkte werden dadurch weniger empfindlich gegen harsche Umgebungsbedingungen und systemtechnisch fehlertoleranter. Das klassi-

sche Beispiel ist die Sicherheitstechnik in Automobilen. Längst beschränkt sich die Mikrosystemtechnik in Airbag-Systemen nicht mehr auf Beschleunigungssensoren zum Auslösen des Airbags. Die redundante Auswertung unterschiedlichster Messwerte, wie Stoßrichtung, Stärke des Aufpralls, Information über Fahrzeug und Fahrzeuginsassen sind bereits heute Standard. Vieles darüber hinaus kann zukünftig noch durch weitere Vernetzung von Sensoren implementiert werden, um genau die richtige Reaktion des Systems zum Schutz der Insassen auszulösen.

Darüber hinaus hat die Mikrosystemtechnik eine Brückenfunktion zwischen konventionellen und neuen Technologien, wie z.B. der Biotechnologie und Nanotechnologie. Neue oder angepasste Fertigungsverfahren und Methoden der Systemintegration sind unumgängliche Voraussetzung, neue funktionale Werkstoffe in Mikrosystemen nutzen zu können. Dazu gehören z.B. Polymere mit speziellen elektrischen und optischen Eigenschaften, Biomaterialien und nanoskalige Materialien.

Unzweifelhaft werden von der Mikrosystemtechnik auch zukünftig wichtige Impulse für technische Innovationen ausgehen. Die Durchdringung der Märkte mit MST-Produkten wird ein wichtiger wirtschaftlicher Faktor in der Europäischen Gemeinschaft und dem Produktionsstandort Deutschland sein. Es ist daher unumgänglich, große Anstrengungen zu unternehmen, damit der Standort Deutschland seine internationale Spitzenposition im Bereich der Mikrosystemtechnik erfolgreich verteidigen und ausbauen kann. Das Forschungszentrum Karlsruhe mit der deutschlandweit höchsten Konzentration an Fachkompetenz in Mikrosystemtechnik, Nanotechnologie und Materialwissenschaften und zusätzlich einer guten Position in Medizintechnik und Biotechnologie, muss dabei eine ausgezeichnete Rolle spielen. Aus dem gleichen Grund ist das Forschungszentrum Karlsruhe auch der beste Partner der Politik, wenn es um die Technikfolgenabschätzung geht. Durch kompetente Diskussionsbeiträge kann das Forschungszentrum zu einer Versachlichung der Diskussion beitragen, die Voraussetzung für die gesellschaftliche Akzeptanz neuer Technologien ist.

## 6 Zielsetzungen des Programms Mikrosystemtechnik

Die programmatischen Ziele des Programms Mikrosystemtechnik in der nächsten Periode der Programmorientierten Förderung (PoF) durch die Helmholtz-Gemeinschaft sind:

- Ausbau der anwendungsorientierten Strategie, die auf technologisch orientierten For-

schungs- und Entwicklungsarbeiten aufbaut.

- Erweiterung des Technologieportfolios (Materialien und Verfahren) durch eigene Forschungs- und Entwicklungstätigkeit und vertraglich geregelte strategische Kooperationen.
- Erschließen des Potentials der Nanotechnologie für mikrosystemtechnische Anwendungen und die Bereitstellung von Verfahren der Mikrosystemtechnik für Problemlösungen innerhalb der Nanotechnologie (z.B. „Nanohandling“).

Diese Ziele leiten sich aus der Vision ab, dass in einer nicht allzu fernen Zukunft alle Individuen der modernen Wissensgesellschaft mikrosystemtechnische Apparate als selbstverständliche Hilfsmittel des täglichen Lebens benutzen werden (Intelligent Personal Environment), so wie heute bereits Personal Computer auf jedem Schreibtisch und in fast jedem Haushalt zu finden sind. Die Funktionalität dieser Apparate wird aber weit größer sein, als bei den bereits heute verfügbaren Produkten.

Deren Funktionen sind immer noch sehr einfach und durch Zusammenfügen weniger mikrostrukturierter Teile entstanden. Der richtige Durchbruch der Technologie liegt noch in der Zukunft. MST-Apparate werden dann viel komplexer sein, wie z.B. eine implantierbare künstliche Niere, hochfunktionale optische Komponenten mit Photonischen Kristallen oder eine adaptive Optik zur Korrektur von Augenfehlern (Proposal for Additional Funding POF-Förderperiode 2004 - 2009). Es ist klar, dass bis dahin noch ein weiter Weg technischer Entwicklungen zurückzulegen ist. Wie in jeder anderen Schlüsseltechnologie ist auch in der Mikrosystemtechnik eine langfristige Strategie erforderlich. **Wer heute den FuE-Aufwand in der Mikrosystemtechnik reduziert, verspielt die Chance, den FuE-Aufwand der Vergangenheit in wirtschaftlichen Erfolg in der Zukunft umzuwandeln.**

In diesem Sinne wurden für das Programm Mikrosystemtechnik am Forschungszentrum Karlsruhe folgende strategischen Ziele festgelegt:

- Erweiterung der Fähigkeiten zur Herstellung komplexer Systeme durch Entwicklung neuer Methoden zur hybriden und monolithischen Integration.
- Erweiterung der Design-Fähigkeit von Mikrosystemen durch Simulation der Systemeigenschaften.
- Vergrößerung des Technologieportfolios um neue Materialien und Verfahren durch

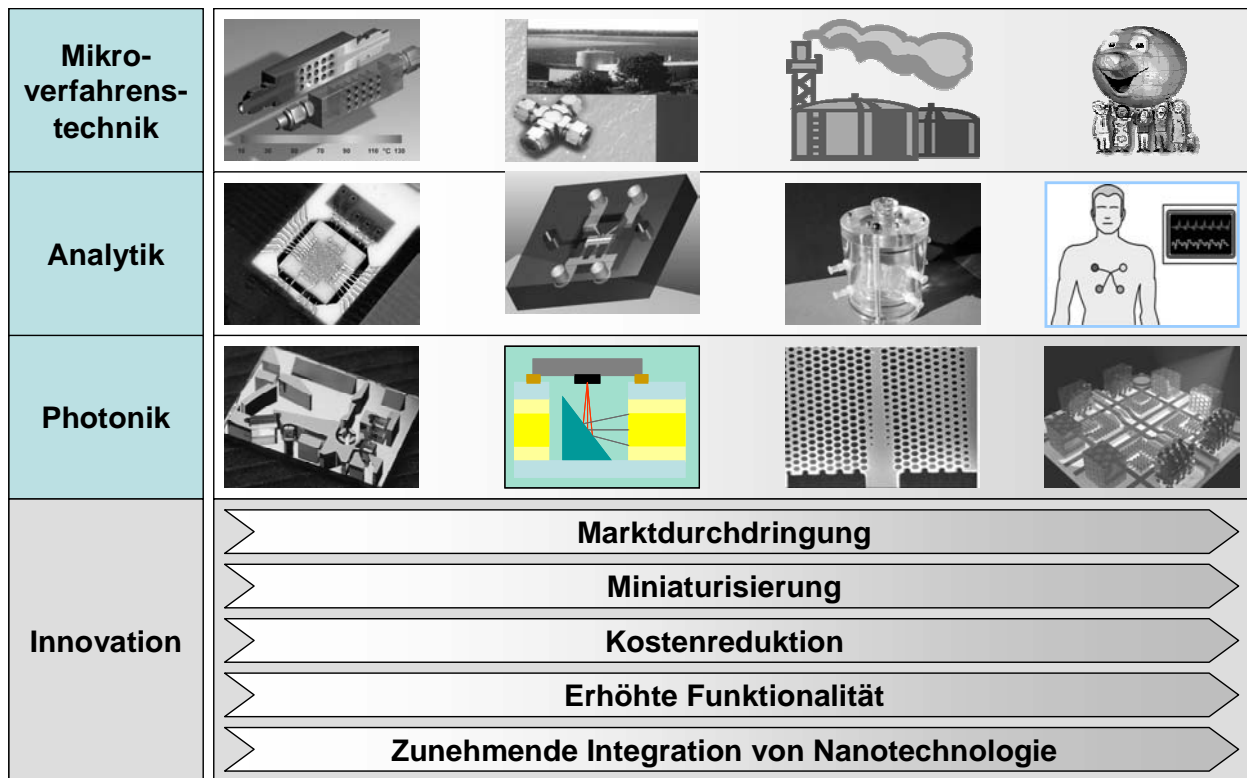
Eigenentwicklung und strategische Kooperationen.

- Entwicklung von Mikrosystemen und deren Überführung in die Industrie in den Anwendungsbereichen Photonik, Mikroverfahrenstechnik und Analytik als ausgewählte Zukunftsfelder für Mikrosysteme.
- Entwicklung von mindestens einem MST-Produkt in jedem Anwendungsfeld, bei dem nanoskalige Materialien als funktionaler Bestandteil der Komponente, der Baugruppe oder des Systems eingesetzt werden.
- Erhöhung der Systemintegration durch Entwicklung von Softwaretechnologie zur Vernetzung von Mikrosystemen. Darüber hinaus hat das Programm Mikrosystemtechnik den generellen Anspruch, in Forschung, Entwicklung und Industrietransfer eine weltweite Spitzenposition im Bereich der „nicht-Silizium“-Mikrosystemtechnik einzunehmen und dauerhaft zu halten.

Es folgen einige Gesichtspunkte, die für das Programm Mikrosystemtechnik von Bedeutung sind:

Die HGF betreibt Vorlaufforschung: Entsprechend der Ziele des Forschungsbereichs Schlüsseltechnologien der Helmholtz-Gemeinschaft wird anspruchsvolle, multidisziplinäre Vorlaufforschung im vorwettbewerblichen Bereich betrieben. Ein wichtiges Element der FUE-Strategie ist die durchgängige Geschlossenheit des Entwicklungsprozesses. Durch Untersuchung von grundlegenden, wissenschaftlich-technischen Prinzipien in der Werkstoffkunde und Entwicklung zuverlässiger Fertigungsverfahren sollen technische Problemlösungen in relevanten Anwendungsbereichen gefunden und durch Prototypen von Komponenten, Baugruppen und Systemen demonstriert werden. Kleinserien werden hergestellt, wenn das zur Überführung in die Anwendung nötig ist. Produktions- und Produktoptimierung ist die Aufgabe der Industrie, die sie nach dem Technologietransfer zu leisten hat. Darüber hinaus unterstützt das Forschungszentrum eigene Mitarbeiter, die bereit sind, durch Firmenausgründungen unternehmerische Verantwortung zu tragen.

Fokussierung der FuE-Tätigkeit auf Anwendungsbereiche: Die Anwendungsbereiche Mikroverfahrenstechnik, Photonik und Analytik wurden so gewählt, dass in möglichst vielfältigen technologischen Zukunftsfeldern relevante Beiträge zur Befriedigung von Bedürfnissen im Sinne des „Intelligent Personal Environments“ geleistet werden.



heute

2005

2010

2015

**Abb. 3:** Vereinfachte Zusammenfassung der Roadmap für die drei Anwendungsbereiche des Programms Mikrosystemtechnik

Roadmaps für die Anwendungsbereiche sollen den beteiligten Forschern und Entwicklern helfen, ein gemeinsames Bild der Zukunft zu entwickeln. Für die drei Anwendungsbereiche wurden ausführliche Roadmaps erstellt, Abbildung 3 zeigt eine vereinfachte Zusammenfassung. Die Roadmap

- zeigt Zukunftstrends der Technologie auf,
- zeigt Verknüpfungen zu anderen FuE-Bereichen, wie z.B. zur Nanotechnologie,
- hilft dabei, Diskontinuitäten der technischen Entwicklung frühzeitig zu erkennen,
- hebt Potentiale für neue FuE-Aktivitäten und Anwendungen hervor.

Die Vergangenheit hat allerdings gezeigt, dass wesentliche technologische Umwälzungen oft erst im Nachhinein erkannt werden. Trotzdem helfen Roadmaps Visionen zu entwickeln und daraus FuE-Ziele abzuleiten. Sie sind Teil eines Prozesses, in dem die Arbeitsthemen kontinuierlich auf ihre Anwendungsrelevanz überprüft und gegebenenfalls angepasst werden.

Brückenfunktion der Mikrosystemtechnik zwischen Makro- und Nanowelt: Die Nanotechnologie ist eine Querschnittstechnologie, deren wirtschaftliche Auswirkungen auf andere Technologiebereiche heute noch nicht annähernd abschätzbar ist. In enger Kooperation mit dem Programm Nanotechnologie sollen

nanoskalige Effekte genutzt werden, um weiteres Zukunftspotential aufzubauen. Dieser Aspekt ist besonders wichtig, da Mikrosystemtechnik und Nanotechnologie sich wechselseitig vielfältige Impulse geben können. Beispiele hierfür sind:

- Nanoskalige Katalysatorschichten in mikrostrukturierten Apparaten, deren katalytische Eigenschaften gesteuert werden können.
- Erhöhung der Empfindlichkeit von Gassensoren durch Verwendung nanokristalliner Sensorschichten.
- Nanopartikel als funktionale Füllstoffe in Polymeren, die als Grundlage zum Aufbau der funktionstragenden Strukturen in Mikrosystemen genutzt werden (z.B. Brechzahl-erhöhung bei Photonischen Kristallen).
- Aktoren, basierend auf funktionalisierten Molekülen (z.B. Carbon Nano Tubes). Derartige Nanoaktoren werden wohl nur mit Hilfe der Mikrosystemtechnik zu verwirklichen sein.

Die Beherrschung des Interface zwischen Makro-, Mikro- und Nanowelt ist die entscheidende Grundlage, mittelfristige und langfristige Miniaturisierungstrends in Produkte umzusetzen und damit neue Marktsegmente zu erschließen. Der Nanotechnologie kommt dabei die Aufgabe zu, Materialien mit neuen Eigenschaften durch Verbesserung des Verständ-

nisses von Struktur-Eigenschafts-Korrelationen zu schaffen. Die Mikrosystemtechnik liefert die Werkzeuge, diese Materialien handzuhaben und in Mikrosysteme zu integrieren (Beispiele: Nanoporöse Materialien für Katalysatoren, Carbon-Nano-Tube-basierte Aktoren).

## 7 Strategie

Ein wichtiges Element der FuE-Strategie des Programms Mikrosystemtechnik ist die Vorgehensweise bei der **thematischen Ausrichtung des Gesamtprogramms**. Bei diesem Prozess findet ein intensiver Austausch von Informationen und Meinungen mit Gremien und Institutionen innerhalb und außerhalb des Forschungszentrums statt. Der Austausch mit der Industrie sichert dabei die Anwendungsrelevanz, der Austausch mit Hochschulen und externen Forschungsinstituten die wissenschaftliche Qualität. Von besonderer Bedeutung sind die Beraterkreise (für anwendungsorientierte Programmthemen) und der Programmbeirat (für das Gesamtprogramm). Die Beratungsgremien sind mit hochkarätigen Persönlichkeiten aus Industrie und Hochschulen besetzt. Sie sind insbesondere eingebunden in

- die Entwicklung von Visionen bezüglich der Anforderungen an die Mikrosystemtechnik auf der Zeitskala von 10 – 15 Jahren,
- die Auswahl von Programmthemen und Erstellung von Roadmaps zur Verwirklichung der Visionen und
- die Ableitung mittel- und langfristiger Zielsetzungen auf der Zeitskala von fünf Jahren.

Materialien und Verfahren bilden die **Technologieplattform des Programms Mikrosystemtechnik**. Die stetige Verbreiterung der Technologiebasis ist ebenso Bestandteil der Strategie, wie die Bewertung der vorhandenen Technologien. Strategisch wichtige Technologien werden innerhalb des Forschungszentrums bereitgestellt und in angemessenem Umfang qualifiziert.

Das kann bis hin zu einer teilweisen ISO 9001:2000 Zertifizierung gehen. Ein Beispiel ist das HGF-Großgerät ANKA (Synchrotron Strahlungsquelle) für die Röntgentiefenlithographie. Durch den direkten Zugriff auf dieses Gerät steht dem Programm Mikrosystemtechnik ein Mikrostrukturierungsverfahren höchster Qualität zur Verfügung, mit dem z.B. dreidimensionale photonische Kristalle realisiert werden können.

**Design-Fähigkeit**, wie sie im Programm Mikrosystemtechnik verstanden wird, ist die Fähigkeit, die Anforderungen an Produkte zu verstehen und diese Produkte durch systematische FuE-Tätigkeit zu realisieren. Try and Error Methoden sind nicht zielführend, wenn die Komplexität so hoch wird, wie das bei MST-Produkten der Fall ist. In der nächsten Förderperiode soll ein Schwerpunkt bei der Bereitstellung und Systematisierung der mathematischen Simulationstechniken zum Verständnis von Mikrosystemen liegen:

- Simulation der Produkteigenschaften zur Optimierung des Produkts in Bezug auf die Anforderungen,
- Analyse der Prozessführung zur Optimierung der Herstellungsverfahren und
- Fehler-Auswirkungs-Analysen (FMEA) zur Verbesserung der Zuverlässigkeit von Mikrosystemen.

Die mittelfristige **Zusammenführung der Programme Mikrosystemtechnik und Nanotechnologie** ist eine wichtige strategische Maßnahme, mit der die Programmstruktur der Helmholtz-Gemeinschaft an den erwarteten Technologietrend angepasst werden soll. Durch die Zusammenführung wird sichergestellt, dass die FuE-Strategie beider Programme aufeinander abgestimmt ist. In dem vereinigten Programm Mikrosystemtechnik und Nanotechnologie sollen technische Anwendung und naturwissenschaftliche Grundlagenforschung in einem ausgewogenen Verhältnis betrieben werden und sich gegenseitig befruchten.



**Mikro-Nano-Schnittmenge**

**"nano inside"**





# Potential nanoskaliger Keramikpulver für die Mikrosystemtechnik

Thomas Hanemann, Hans-Joachim Ritzhaupt-Kleissl, Robert Ruprecht,  
Vinga Szabo, Jürgen Haußelt

Forschungszentrum Karlsruhe, Institut für Materialforschung III

## Zusammenfassung

Nanoskalige Keramikpulver können aufgrund ihrer besonderen Eigenschaften in verschiedenen Bereichen der Mikrotechnik Verwendung finden. Die folgende Übersicht umfasst ausgewählte Arbeiten, welche am Institut für Materialforschung III des Forschungszentrums Karlsruhe durchgeführt werden, beginnend bei verschiedenen Syntheseverfahren von keramischen Nanopulvern, deren Konditionierung, über die besonderen Aspekte zur Verarbeitung bis hin zu möglichen Anwendungen.

## 1. Einleitung

Weltweit sind eine Vielzahl von Aktivitäten im Bereich der Synthese, Verarbeitung und Anwendung von nanoskaligen Keramiken vorhanden, dieser Beitrag konzentriert sich im Folgenden auf Arbeiten, welche am Institut für Materialforschung III (IMF III), durchgeführt werden.

## 2. Synthese von nanoskaligen Keramiken

Die wichtigsten Prozesse zur Herstellung von nanoskaligen Keramikpartikeln sind neben den Gasphasensynthesen nasschemische Verfahren, spezielle Entwicklungen dieser Technologien werden hier kurz beschrieben.

### 2.1 Gasphasensynthese von beschichteten Nanopartikeln

Gasphasensynthesen zur Herstellung von nanoskaligen Keramiken wie die Flammenpyrolyse von chlorhaltigen Precursormolekülen führen meist verfahrensbedingt zu z.T. mikrometergroße Agglomeraten. Diese sind für Anwendungen beispielsweise als Füllstoffe in Lacken zur gezielten Einstellung der Fließeigenschaften bestens geeignet. Durch eine geschickte Wahl der Gasphasenprozessparameter lässt sich allerdings eine Agglomeration vermeiden [1].

Mit der am Forschungszentrum Karlsruhe entwickelten Mikrowellenplasmasynthese lassen sich sowohl agglomeratfreie Partikel als auch beschichtete nanoskalige Keramiken herstellen. Die Dissoziation und Ionisation der beteiligten Reaktanden in diesem System verhindern kinetische Hemmungen. Aus diesem Grund sind die Reaktionstemperaturen signifikant niedriger als bei konventionellen Reaktionen. Des Weiteren führt die Reaktion in einem Plasma zu ionisierten Teilchen gleicher Ladung, dies begrenzt das

Teilchenwachstum und verhindert die Agglomeration. Diese Teilchen können in einem zweiten Reaktionsschritt mit einer weiteren Phase beschichtet werden. Es entstehen Teilchen vom Typ Kern/Hülle. Die Größe der Kerne sowie die Dicke der Beschichtung sind durch die Verfahrensparameter einstellbar. Die Beschichtung kann eine zweite Keramik oder eine organische Phase sein. Mehrfachbeschichtungen sind ebenfalls möglich. Auf diese Art können Teilchen hergestellt werden, die einen funktionellen Kern (z.B. superparamagnetisches  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) haben, mit einer Monolage eines Fluoreszenzfarbstoffes beschichtet und durch ein Polymer umhüllt sind [2].

### 2.2 Funktionskeramiken über nasschemische Verfahren

Um Funktionskeramiken bester Qualität zu erhalten, ist bei der Synthese der meist multinären, oxidischen Ausgangspulver eine sehr homogene Verteilung der heterometallischen Komponenten, insbesondere der Dotierungselemente, entscheidend. Deshalb sind hierfür nasschemische Herstellungsverfahren besonders geeignet. Durch die Verwendung chemisch gelöster Edukte wird eine homogene Elementverteilung bis in den molekularen Bereich erzielt. Mit Sol-Gel- oder verwandten Verfahren, z.B. dem Thermischen Zweistufenprozess [3], erhält man keramische Pulver, die trotz nanoskaliger Primärteilchen sehr gut zu handhaben sind (Abb. 1).

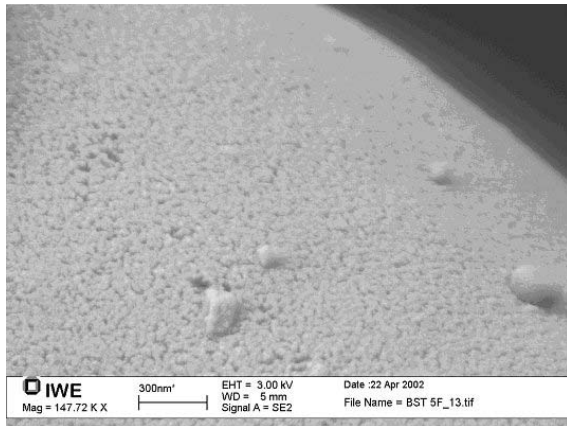


Abb. 1: Oberfläche von nanoskaligen Ferroelektrika ( $Ba_{0.6}Sr_{0.4}TiO_3$ )

Im Vergleich zu pulvertechnologischen Prozessen zeichnen sich nasschemische Syntheseverfahren durch kurze Herstellungszeiten aus. Die feinskaligen Pulver lassen sich bei niedrigeren Temperaturen zu dichten Keramiken sintern. Besonders interessant sind diese Pulver immer dann, wenn ein feinkörniges Gefüge erwünscht ist. So können z.B. die Eigenschaften von ferroelektrischen Materialien (Barium-Strontium-Titanat, BST) sowohl durch die Korngröße als auch durch Dotierungen gezielt beeinflusst werden.

### 3. Konditionierung

#### 3.1 Oberflächenmodifizierung

In Abhängigkeit von der Polarität der sie umgebenden Matrix muss die Oberfläche der keramischen Nanopartikel zur besseren physikalischen oder chemischen Ankopplung an die Matrix modifiziert werden. In polaren Medien, z.B. Wasser, können die sich an der Oberfläche befindlichen Hydroxylgruppen über Wasserstoffbrückenbindungen mit den Wassermolekülen wechselwirken, durch pH-Wert-Veränderung können diese Dispersionen zusätzlich stabilisiert werden. In unpolaren Medien, beispielweise in Reaktionsharzen oder Kunststoffen, muss die polare Oberfläche der Nanopartikel hydrophobisiert werden. Dadurch sind höhere Füllgrade möglich und eine Reagglomeration zu größeren Agglomeraten wird verhindert. Speziell für die mesoporösen Granulate mit ihren besonderen Oberflächeneigenschaften wurde eine Wirbelschicht-Silanisierung entwickelt.

#### 3.2 Mesoporöse Granulate

Die Konditionierung und Verarbeitung von nanoskaligen Pulvern konzentriert sich nicht nur auf die im IMF III synthetisierten Pulver, sondern auch auf kommerziell erhältliche. So bilden z.B. Sole der pyrogenen Kieselsäure die Basis eines

modifizierten Sol-Gel-Prozesses, mit dem sphärische, mesoporöse Granulate mit maßgeschneiderten Eigenschaften hergestellt werden können. Die verwendeten Aerosile<sup>®</sup> bestimmen die Porenstruktur, d.h. ausgehend von verschiedenen Aerosilen<sup>®</sup> können poröse Granulate mit unterschiedlichen Porenradien im Bereich von 10 nm bis 50 nm hergestellt werden (Abb. 2).

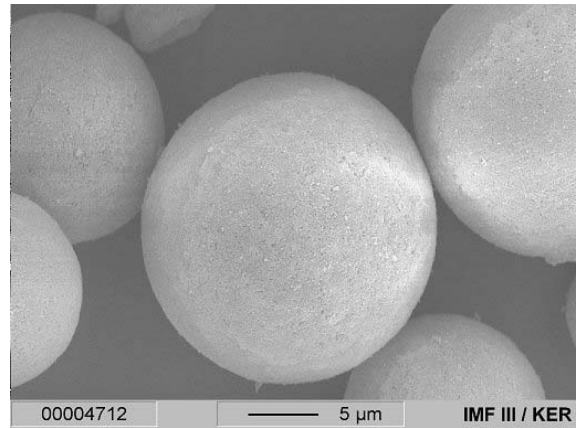


Abb. 2: Morphologie von porösen Granulaten

Die Porenverteilung ist dabei im Allgemeinen monomodal, es lassen sich aber auch Pulver mit einer bimodalen Verteilung realisieren. Unabhängig von der Porenweite kann zudem über die Kalzinierungstemperatur bzw. -zeit ein gewünschtes Porenvolumen gezielt (bis 2000 mm<sup>3</sup>/g) eingestellt werden. Verwendet man die mesoporösen Granulate, z.B. als Füllstoffe für Keramik-Polymer-Komposite, so entsteht eine mechanische Verzahnung zwischen den Füllstoffen und der organischen Matrix, was zu einer Verbesserung der Abrasionseigenschaften führt. Eine zusätzliche chemische Anbindung der Pulver an die Polymermatrix durch Oberflächenmodifizierung führt zu einer weiteren Verbesserung des Verbundwerkstoffes.

### 4. Dispergiervverfahren

#### 4.1 Rührtechniken

Für die Herstellung eines homogenen Komposits ist ein intensives Dispergieren des Pulvers in der sie umgebenden Matrix, evtl. unter Verwendung von Dispergieradditiven, zwingend notwendig. Je nach Viskosität der Dispersion sind verschiedene Rührertypen geeignet. Die Verwendung eines Dissolvrührers ermöglicht aufgrund der hohen erzeugten Scherkräfte eine gute Dispergierung von Feststoffpartikeln in wässrigen oder reaktionsharzbasierten Dispersionen auch bei höheren Viskositätswerten. Extrem hohe Scherkräfte werden im Spalt zwischen Stator und Rotor eines Hochgeschwindigkeitsrührers durch sehr hohe Umdrehungsgeschwindigkeiten bis 25000 U/min erzeugt. Dies ermöglicht Schergeschwin-

digkeiten bis 50000 1/s; Partikelagglomerate, wie sie vor allem bei nanoskaligen Keramiken auftreten, können dadurch zerstört werden. Allerdings ist diese Methode auf relativ geringe Viskositäten unter 10 Pas beschränkt.

#### 4.2 Knet- und Extrusionsverfahren

Für höhere Komposit- oder Feedstockviskositäten zur Verwendung im keramischen Spritzguss sind Knet- oder Extrusionstechniken notwendig. Abb. 3 zeigt den Verlauf des Drehmoments von Feedstocks mit Zirkonoxid-Nanopulvern in einem Messknetter. Bis zu einem Pulverfüllgrad von ca. 32Vol% lässt sich eine homogene Formmasse herstellen. Die weitere Steigerung des Füllgrads führt zu einem starken Anstieg des Drehmoments und der damit korrelierenden Viskosität, der Feedstock ist überladen. Im Vergleich zu Zirkonoxidpulvern im Submikrometerbereich, hier Tosoh 3YS-E, wo Füllgrade von 50Vol% realisiert werden, lassen sich mit Nanopulvern, bedingt durch die wesentlich größere spezifische Pulveroberfläche und den damit verbundenen höheren Binderbedarf, zur Benetzung der Partikel, nur deutlich geringere Füllgrade erzielen.

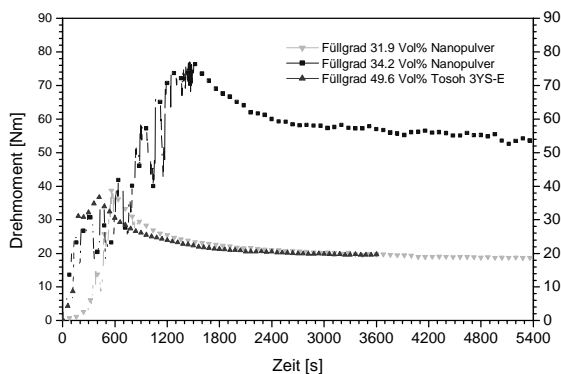


Abb. 3: Drehmomentverlauf verschiedener, nano- und mikroskalige Keramikpulver enthaltende Feedstocks

#### 4.3 Hochgeschwindigkeitsverdüsung

Weitaus höhere Scherraten können durch eine Hochgeschwindigkeitsverdüsung von niedrig viskosen Fluiden erreicht werden. Im high pressure homogenizer (Fa. Avestin) wird die Dispersion mittels einer pressluftangetriebenen Hochdruckpumpe (30-2000 bar) durch ein Ventil mit sehr hoher Geschwindigkeit auf einen Kegel beschleunigt. Durch den Aufprall entstehen sehr hohe lokale Scherraten, Partikelagglomerate werden abgebaut. Dies ist besonders von Bedeutung bei der Herstellung von mit Nanopartikel dotierten Reaktionsharzen zur Brechungsindexmodifikation von Kunststoffen.

#### 4.4 Ultraschalldispargierung

Durch Einbringen von Ultraschall in eine Suspension werden Partikelagglomerate aufgebrochen, bereits bei geringer Amplitude und kurzer aktiver Beschallungsdauer ist eine deutliche Verschiebung der Partikelgrößenverteilung zu kleineren Werten messbar. Die optimale Ultraschalldispargierung ist abhängig von der Pulverart und vom Dispergiemedium. Eine zu lange aktive Beschallungsdauer und eine zu große Amplitude kann zu einer Reagglomeration der Partikel führen.

#### 5. Formgebung von nanoskaligen Keramiken

##### 5.1 Elektrophoretische Abscheidung

Die elektrophoretische Abscheidung (EPD = Electrophoretic Deposition) von keramischen Suspensionen erweist sich für die Herstellung von mikrostrukturierten Komponenten als besonders gut geeignete Formgebungsmethode, da sie die Verarbeitung von nanoskaligen Pulvern erlaubt. Dieses auch für die Nanotechnik vielversprechende Verfahren liefert Grünkörper mit hoher Festigkeit, hoher Dichte und geringer Oberflächenrauigkeit. Das Prinzip der elektrophoretischen Abscheidung beruht darauf, dass aus einer stabilisierten Suspension die geladenen Partikel unter Einwirkung eines elektrischen Feldes auf der entgegengesetzt geladenen Elektrode abgeschieden werden, die zugleich das mikrostrukturierte Substrat darstellt (Abb. 4) [4]. Die so abgeschiedenen Strukturen sind durchgehend homogen, da sich die Partikel nahezu größenunabhängig mit derselben Geschwindigkeit bewegen. Die gesinterten Teile zeigen exakt replizierte Details und hohe Kantenschärfe (Abb. 4).

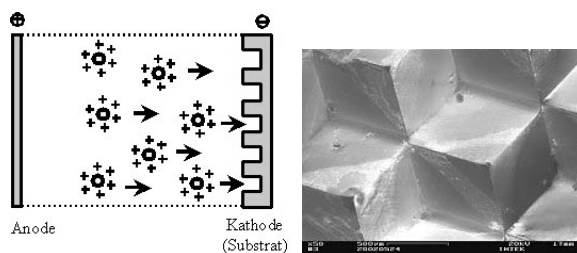


Abb. 4: Prinzip der EPD und gesinterte Aluminiumoxid-Teststruktur

##### 5.2 Siebdruck

Das Siebdruckverfahren ermöglicht es, ein in Pastenform vorliegendes Material mit definierter Schichtgeometrie auf ein Trägermaterial (Substrat) aufzubringen. Siebdruckpasten bestehen üblicherweise aus organischen Materialien (Lösungsmittel und Polymere) und darin verteilten anorganischen Partikeln. Beim Druckvorgang

wird die Siebdruckpaste mit einer Rakel über ein Sieb bewegt und dabei durch die Siebmaschen auf ein Trägermaterial gedrückt. Die Siebmaschen sind in Bereichen, die nicht gedrückt werden sollen, abgedeckt, d.h. nicht durchgängig für die Paste, wodurch eine Strukturierung möglich wird.

Konventionell werden beim keramischen Siebdruck mikro- und submikro-Pulver eingesetzt. Der Feststoffgehalt variiert dabei stark je nach Pulverqualität und organischen Zusätzen. Der Einsatz von nanoskaligen Keramiken ermöglicht die Herstellung von Schichten mit verbesserten Eigenschaften. Darüber hinaus sind zum Sintern von Nanopulvern geringere Temperaturen erforderlich, so dass bezüglich der Kompatibilität zu anderen Materialien und Prozessen eine größere Vielfalt besteht. Die Schwierigkeit bei der Verarbeitung von Nanopulvern besteht wie bei den meisten keramischen Formgebungsverfahren darin, eine hohe Gründichte in den Schichten zu erreichen. Dies stellt besondere Anforderungen an die Pastenaufbereitung und -herstellung. Beispielhaft ist in Abb. 5 eine siebgedruckte BST-Dickschicht dargestellt.

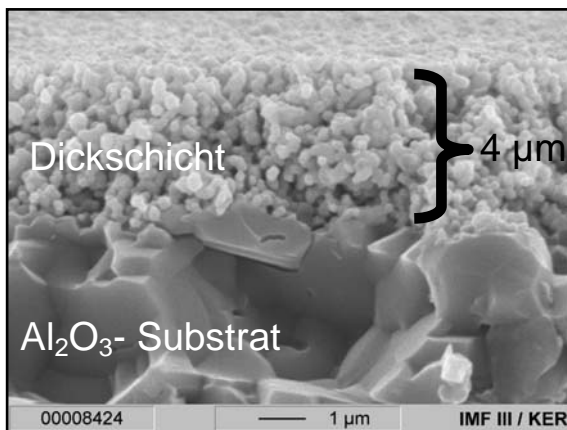


Abb. 5: BST-Dickschicht aus nanoskaligem Pulver auf  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Substrat, aufgebracht mittels Siebdruck.

### 5.3 Mikrospritzgießen

Die Pulverspritzgießen von Feedstockmassen, welche nanoskalige Keramikpulver enthalten, und die Herstellung keramischer Bauteile ist durch den derzeit nicht ausreichend hohen Pulverfüllgrad (max. 32Vol%) der Formmassen, bedingt durch die große Oberfläche der Nanopartikel, stark erschwert.

Mit abnehmender Partikelgröße steigt die spezifische Oberfläche (BET) der Pulver. Dadurch erhöht sich der Bedarf an Binder, der zum Benetzen der Pulveroberfläche nötig ist. Mit abnehmender Partikelgröße nimmt (bei gleichbleibender Viskosität) auch der erzielbare Pulverfüllgrad ab. Die Viskosität der Formmasse kann jedoch nicht beliebig gesteigert werden, da die Verar-

beitbarkeit gewährleistet bleiben muss. Für reine Nanopulver bedeutet dies daher in der Regel, dass der für einen reibungslosen Prozessverlauf nötige Pulverfüllgrad von >40Vol% (bei hinreichend niedriger Viskosität) nicht mehr erreicht werden kann (Zirkonoxide, Abb. 6).

Bei der Herstellung von Mikrobauanteilen durch das Mikropulverspritzgießen scheint daher die Verwendung einer Pulvermischung aus Submikro- und Nanopulver vielversprechender zu sein. Der hohe Anteil größeren Pulvers gewährleistet eine hinreichend gute Verarbeitbarkeit, während die Abformung kleinster Details, Kantschärfe und geringe Oberflächenrauheit durch den entsprechenden nanoskaligen Anteil bewerkstelligt werden sollen. Informationen zum keramischen Spritzgießen sind in diesem Tagungsband unter [5] zu finden.

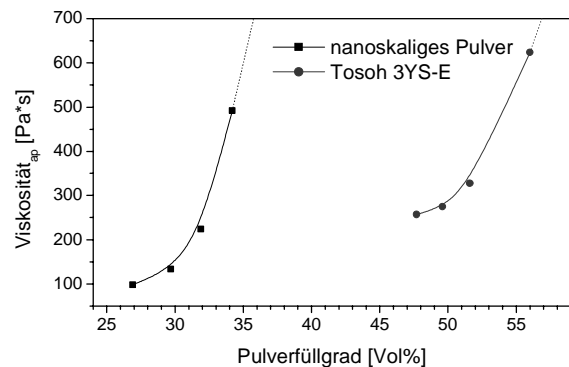


Abb. 6: Vergleich der Feedstockviskositäten als Funktion des Pulverfüllgrads für kommerzielles Submikron- und nanoskaliges Pulver bei Schergeschwindigkeiten von 1000 1/s.

## 6. Anwendungen von nanoskaligen Keramikpulvern

### 6.1 Ferroelektrische Bauteile

Mikrowellenbauelemente sind wichtige Bauteile in Kommunikations- und Sensorsystemen wie Mobiltelefonen oder Verkehrsleitsystemen. Dabei können auch elektrisch steuerbare Dielektrika, integriert beispielsweise in Phasenschiebern (Verzögerungsleitungen) Verwendung finden. Paelektrische BST-Mischoxide mit einem Curie-Punkt nahe der Raumtemperatur bzw. der angestrebten Arbeitstemperatur sind für Anwendungen in Mikrowellenphasenschiebern geeignet. Die Korngröße hat einen entscheidenden Einfluss auf die dielektrischen Eigenschaften von  $\text{BaTiO}_3$  bzw.  $\text{Ba/SrTiO}_3$  [6]. Bei einer Korngröße von etwa 260 nm ist die Temperaturabhängigkeit der Permittivität drastisch vermindert. Der ferroelektrische Phasenübergang in  $\text{Ba/SrTiO}_3$  bzw.  $\text{BaTiO}_3$  wird diffuser bei Bulkkeramiken mit Korngrößen deutlich kleiner als 1 µm. Dies bedeutet, dass man die Mikrowelleneigenschaften von Bariumtitanat bzw. Barium/Strontiumtitanat

durch kontrollierte Korngrößeneinstellung und Beeinflussung der Domänenbildung auf die Anforderungen des gewünschten Einsatzes einstellen kann.

Der technologische Ansatz zur Herstellung von steuerbaren Mikrowellenbauteilen sieht vor, dass die dielektrische Schicht per Siebdruck aufgetragen wird, da diese Methode die Möglichkeit der definierten Schichtdickeneinstellung bis hinunter zu wenigen  $\mu\text{m}$ , eine große Variabilität bei der Wahl der Strukturen und eine ausreichende Präzision der abgebildeten Strukturen erlaubt.

### 6.2 Erhöhte Verschleißbeständigkeit von Metallen durch Nanopartikel

Die Verschleißbeständigkeit von Metallen sollte sich durch den Einbau von nanoskaligen Keramiken verbessern lassen [7]. Als Konzept zur Herstellung von Metallmatrix-Nanopartikel-Komposite mit technisch relevanten Materialeigenschaften wurde die galvanische Dispersionsabscheidung zunächst an Modellsystemen  $\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$  und  $\text{Au}/\text{Al}_2\text{O}_3$  hinsichtlich der Pulverdispersion unter Berücksichtigung der Agglomeratgröße in entsprechenden galvanischen Elektrolyten untersucht. Die Mitabscheidung der  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Nanopartikel ist nach ersten Ergebnissen prinzipiell möglich, wobei die Partikel überwiegend als Agglomerate eingebaut werden.

### 6.3 Brechungsindexangepasste Füllstoffe

Zu dem in Kapitel 2.2 beschriebenen Verfahren können in gewissen Grenzen weitere Sole oder Lösungen zugegeben werden, ohne dass sich die Porencharakteristik ändert. Dadurch wird eine homogene Verteilung weiterer Komponenten innerhalb der Pulverpartikel erzielt und folglich verändern sich dadurch auch die Pulvereigenschaften. So führt beispielsweise die Zugabe von 50 Vol% nanoskaligem  $\text{ZrO}_2$  zu einer Erhöhung des Brechungsindex von 1.47 auf 1.68 (Abb. 7).

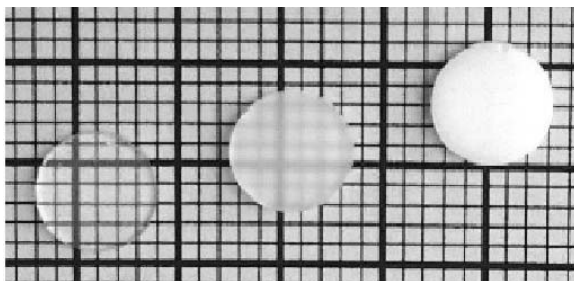


Abb. 7: Komposite mit brechungsindexangepassten Füllstoffen

### 6.4 Brechungsindexmodifikation von Polymeren

Der Brechungsindex  $n$  von Plexiglas (PMMA,  $n \approx 1.49$ ) kann durch Zugabe von nanoskaligen Keramiken entweder abgesenkt (Aerosile<sup>®</sup>,  $n=1.45$ ) oder angehoben ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $n=1.76$ ;  $\text{ZrO}_2$ ,  $n=2.13$ ;  $\text{TiO}_2$ ;  $n=2.49$ ) werden. Dies ermöglicht die Reduzierung der Fresnel-Koppelverluste bei der Anbindung eines PMMA-basierten Wellenleiters an Glasfasern ( $n=1.45$ ) bzw. Halbleiterbauteilen (z.B. GaAs,  $n=3.45$ ) wie Sende- und Empfangsdioden. Allerdings dürfen die Transmissions-eigenschaften im Wellenlängenbereich von 400-1600 nm nicht durch Streuung signifikant verschlechtert werden. Die optische Dämpfung eines nanopartikelgefüllten Kunststoffes hängt daher direkt von der eingesetzten Dispergiermethode ab. Je höher die eingetragenen Scherkräfte sind, desto stärker ist der Desaggregationseffekt und die resultierende optische Transmission. Tab. 1 listet exemplarisch für das Aerosil<sup>®</sup> R8200, für  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C}$  und Zirkonoxid (Degussa AG) die optische Dämpfung bei 1520 nm als Funktion der Konzentration und der Dispergiermethode auf. Mit steigendem Energieeintrag ist eine starke Verbesserung der Transmissions-eigenschaften zu erkennen [8].

Rührtechnik	Optische Dämpfung [dB/mm]		
	10% R8200	1% $\text{Al}_2\text{O}_3$	1% $\text{ZrO}_2$
Turbine	2.90	k.A.	16.00
Dissolver	1.70	3.29	7.43
Hochgeschw.	0.76	1.27	6.05

Tab. 1: Optische Dämpfung bei 1520 nm



Abb. 8: Plattenförmige PMMA-Proben mit unterschiedlichem Aerosil<sup>®</sup> (R8200) Gehalt

Abb. 8 zeigt hochtransparente plattenförmige PMMA-Proben mit unterschiedlichem Aerosil<sup>®</sup> Gehalt, welche durch optimierte Dispergierung und anschließendem Reaktionsgießen hergestellt wurden.

Die Modifizierung des Brechungsindex sowohl zu kleineren als auch zu höheren Werten als Funktion des Volumenanteils der nanoskaligen Keramiken im Komposit, ist in Abb. 9 klar zu erkennen. Die gezeigte Brechungsindexanhebung bzw. -absenkung reicht beispielsweise aus, eine Lichtwellenleitung durch Totalreflexion in diesem modifizierten Plexiglas zu realisieren.

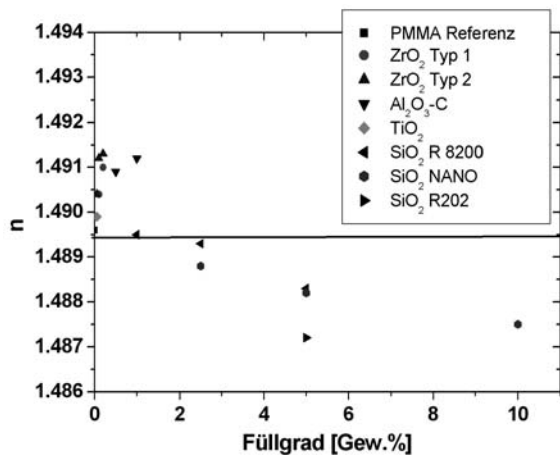


Abb. 9: Brechungsindexabsenkung und anhebung von PMMA durch Zugabe nanoskaliger Keramiken.

## 7. Zusammenfassung & Ausblick

Nanoskalige keramische Materialien haben ein sehr hohes Anwendungspotential in der Mikrosystemtechnik. Von grundlegender Bedeutung für zukünftige Anwendungen sind die verschiedenen Pulverkonditionierungs- und Dispergier-

## Literatur

- [1] Hahn, H., "Unique Features and Properties of Nanostructured Materials", *Adv. Eng. Mat.*, 5(5) (2003), pp277-284.
- [2] Vollath, D., Lamparth, I., Szabó, D.V., "Nanocomposites as New Functional Materials", *BHM*, 147 (2002) 350-358.
- [3] Binder, J.R., Günther, "Nasschemische Herstellungsverfahren für keramische Supraleiter" in J. Kriegesmann (Hrsg.): *DKG - Technische keramische Werkstoffe*, DWD, Köln 1989, Kapitel 3.2.2.0.2, 51. Ergänzungslieferung Mai 1999.
- [4] Sarkar P., Nicholson P.S., "Electrophoretic Deposition (EPD): Mechanisms, Kinetics and Application", *J. Am. Ceram. Soc.*, 79 (8) (1996), pp. 1987-2002.
- [5] Ruprecht, R., et al., "Mikroabformung in Kunststoff, Metall, und Keramik", dieser Tagungsband.
- [6] McNeal, M.P., Jang, S.-O., Newnham, R.E., "The Effect of Grain and Particle Size on the Microwave Properties of Barium Titanate ( $BaTiO_3$ )", *J. Appl. Phys.* 83(6) (1998) 3288-3297.

verfahren, damit hinreichend hohe Füllgrade in Feedstocksystemen erreicht werden können, so dass in der Mikrosystemtechnik etablierte Fertigungsverfahren, wie beispielsweise das Pulverspritzgießen zur kostengünstigen Herstellung von Bauteilen eingesetzt werden können. Das Ausnutzen spezifischer Eigenschaften, welche nur bei Partikelgrößen im Nanometerbereich auftreten, erfordert spezielle Desagglomerationstechniken. Nach dem Lösen dieser technologischen Fragestellungen sind eine Vielzahl von mikrotechnischen Produkten, welche ein Logo „nano inside“ tragen können, realisierbar.

## 8. Danksagung

Die oben beschriebenen Forschungs- und Entwicklungsarbeiten wurden von folgenden Wissenschaftlerinnen und Wissenschaftlern durchgeführt (in alphabetischer Reihenfolge):

W. Bauer, J. R. Binder, J. Böhm, S. Bonnas, M. Dauscher, T. Greiner, E. Günther, R. Knitter, J. Lorenz, L. Merz, F. Paul, S. Rath, E. Ritzhaupt-Kleissl, G. Schanz, S. Schlabach, S. Stolz.

- [7] Steinhäuser, S., "Dispersionsschichten mit nanoskaligen Teilchen – Grundlagen und erste Ergebnisse", *Galvanotechnik* 92(4) (2001), pp 940-956.
- [8] Hanemann, T., et al., "Micro and Nano Filled Ceramic Polymer Composites: Properties and Potential Applications in Microsystem Technology, Proc. MICRO.tec 2003, 2<sup>nd</sup> VDE World Microtechnologies Congress, Munich, October 13-15, 2003.

# Nanoskalige Schichten für gasanalytische Mikrosysteme

Joachim Goschnick, Thomas Schneider, Thomas Walter

Forschungszentrum Karlsruhe, Institut für Instrumentelle Analytik

## Zusammenfassung

Wesentliche Zukunftsaufgabe der Analytik ist heutzutage, die Analysefähigkeit aus dem Labor herauszutragen, vor Ort einsetzbar zu machen und häufig eine kontinuierliche Überwachung zu bieten. Kleine integrierbare und zugleich kostengünstige Instrumente mit anwendungsgerechter Analyseleistung sind nicht nur für industrielle Einsatzfelder oder in der Umweltanalytik, sondern zunehmend auch für die Verbraucherwelt gefragt. Mikrosysteme sind hierfür unabdingbar, nicht nur weil sie klein, robust und verbrauchsgünstig, sondern vor allem weil sie enorm kostengünstig herstellbar sind. Nanoskalige Schichten zählen zu den Grundbestandteilen der Karlsruher Mikronase KAMINA, die demonstriert, wie mit einem fingernagelgroßen gasanalytischen Mikrosystem eine vielseitig einsetzbare elektronische Nase realisiert werden kann. Schichten aus gasempfindlichen Zinndioxid-Nanopartikeln mit etwa 20 nm Durchmesser haben bewiesen, Nachweisgrenzen im kontinuierlichen Messbetrieb von  $\leq 10$  ppb zu erreichen. Wenige nm starke gaspermeable Membranschichten aus  $\text{SiO}_2$  oder  $\text{Al}_2\text{O}_3$  sorgen mit einem Dickengradienten für die Differenzierung der Sensorsegmente des Mikroarrays, sodass gascharakteristische Signalmuster entstehen, die ein hohes Gasunterscheidungsvermögen ermöglichen.

## 1. Schlüsselrolle Chemische Analytik: Neue Anforderungen

Chemische Analytik nimmt branchenübergreifend eine Schlüsselrolle für die Technologieentwicklung ein. So wird z.B. eine lückenlose Kontrolle der Lebensmittel „from farm to fork“ gefordert und nach einer immer eingehenderen medizinischen Diagnostik gefragt. Weiteren Bedarf begründet der systematische Aus- und Aufbau der Qualitätssicherung in der Produktion sowie der Ausbau der Umweltüberwachung. Leistungsfähiger und zugleich bezahlbarer als je zuvor muss die neue Analytik werden. Immer öfter sind kleinste Mengen von Schad- oder Wirkstoffen in komplexen Gemengen zu detektieren. Lückenlose Kontrolle, weite Verbreitung und ständige Verfügbarkeit ist volkswirtschaftlich wie für den jeweiligen Nutzer allerdings nur dann machbar, wenn die Kosten der Analyse weit niedriger sind und zugleich ihr Zeitaufwand wesentlich geringer ist als heutzutage.

Mehr noch, hohe Nachhaltigkeit und optimaler Nutzen von Prozessen lassen sich nur durch eine möglichst kontinuierliche Kontrolle vor Ort erreichen. Intelligente Systeme sind gefragt, die u.a. für inhärente Sicherheit sorgen, umwelt- und ressourcenschonende Abläufe garantieren, Gesundheit sichern und optimale Funktionalität gewährleisten. Zu den wesentlichen Zukunftsaufgaben der Analytik zählt deshalb, die Analysefähigkeit aus dem Labor herauszutragen, vor Ort einsetzbar zu machen und kontinuierliche Überwachung zu bieten. Kleine integrierbare und

zugleich kostengünstige Instrumente mit anwendungsgerechter Analyseleistung gilt es nicht nur für industrielle Einsatzfelder, sondern zunehmend auch für die Verbraucherwelt zu entwickeln. Die aber lässt sich nur dann erobern, wenn das Analytikmodul (inklusive Betriebselektronik) deutlich unter € 50 und das Sensorsystem selbst gar nur wenige Euros kostet.



**Abb. 1:** Auf PGA-Gehäuse montierter KAMINA-Chip mit 38 Sensorsegmenten auf Si-Substrat (links) sowie in einer Keramikträgerkarte an Golddrähten aufgehängter KAMINA-Chip mit 16 Sensorsegmenten auf  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Substrat (rechts). Auf der Rückseite (jeweils links oben) befinden sich vier Heizmäander zur kontrolliert inhomogenen Beheizung des Mikroarrays.

## 2. Chemoanalytische Mikrosysteme: Integraler Bestandteil intelligenter Systeme der Zukunft

Eine immense Herausforderung, der mit herkömmlichen Analysekonzepten nicht beizukommen ist, stellt die Entwicklung neuartiger analytischer Sensorsysteme dar, die als unverzichtbarer Bestandteil intelligenter Systeme in Haushalt, Industrie und Medizintechnik Einzug halten werden. Chemische Zustandsmelder mikrotechnischen Zuschnitts sind gefordert, die ihr Objekt



(z.B. Lebensmittel, Raumluft oder Haushaltsheizung) ständig observieren und abhängig vom Objektzustand intelligente Reaktionen – sei es eine optimale Prozessführung oder die Antwort auf einen Störfall – ermöglichen.

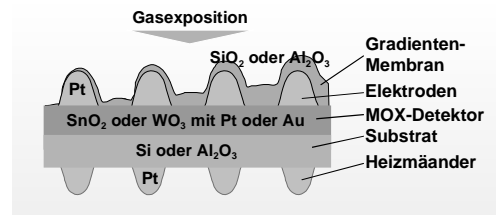
Mikrosysteme sind hierfür unabdingbar, nicht nur weil sie klein, robust und verbrauchsgünstig, sondern vor allem weil sie unvergleichlich kostengünstig herstellbar sind. Der Vorreiter der Mikrosystemtechnik, die Mikroelektronik, hat dies eindrucksvoll vorgemacht: Je mehr Chips die Siliziumscheibe beherbergt, d.h. je mehr Schaltkreise auf der vorhandenen Fläche untergebracht werden können, desto stärker lassen sich die Kosten pro Chip senken. Der prinzipiell gleiche Fertigungsablauf ergibt eine größere Anzahl an Chips.

### 3. Die Karlsruher Mikronase KAMINA

Elektronische Nasen (EN), eine noch junge Gattung chemoanalytischen Instrumentariums zur momentanen Charakterisierung komplexer Gasensembles, haben als Mikrosystem das Potential, nicht nur gasanalytisch hohes Leistungsvermögen zu realisieren, sondern zugleich klein und enorm kostengünstig herstellbar zu sein. Da auch flüssige und sogar feste Stoffe häufig einen ausreichend hohen Dampfdruck besitzen oder Gase in Form flüchtiger Nebenkomponenten in die Umgebungsluft abgeben, sind mittelbar vielfach auch Flüssigkeiten und Feststoffe charakterisierbar. Infolgedessen erschließt eine EN als Mikrosystem eine enorm breite Anwendungspalette. Luftqualitätsüberwachung, Zubereitung und Lagerung von Lebensmitteln, Kontrolle von Heizungsanlagen, Gasleck-Detektion, Umweltanalytik oder Atem- und Hautgeruchsanalyse für die medizinische Diagnostik geben nur einen kleinen Ausschnitt der Einsatzmöglichkeiten wieder. Die Karlsruher Mikronase KAMINA ist angetreten zu demonstrieren, wie ein neuartiges hochintegriertes Gassensorarray auf Basis einer einfachen Mikrostruktur realisiert werden kann, das sogar Ansprüchen der Massenproduktintegration gerecht wird [1].

Herzstück der KAMINA ist ein fingernagelgroßer Chip (Abb. 1), der auf nur einem einzigen halbleitenden Metalloxidfeld (z.B.  $\text{SnO}_2$ ,  $\text{WO}_3$ ) aufbaut, dessen elektrische Leitfähigkeit bei erhöhter Temperatur reversibel von Art und Konzentration der Gase in der Umgebung abhängt [2]. Durch Unterteilung des Metalloxidfelds mit einem Satz paralleler Elektrodenstreifen wird eine Reihe von Sensorsegmenten gebildet (Abb. 2), deren Empfindlichkeitsspektrum für Gase gezielt differenziert wird. Jedes Segment reagiert zwar auf nahezu alle Gase (reaktionsträge Gase wie Edelgase und Stickstoff ausgenommen), aber mit einer anderen Empfindlichkeitsverteilung.

Infolgedessen rufen einzelne Gase oder Gasensembles charakteristische Muster von Leitfähigkeitswerten an den Sensorsegmenten hervor, deren Art und Intensität die Zusammensetzung des Umgebungsgases widerspiegelt.

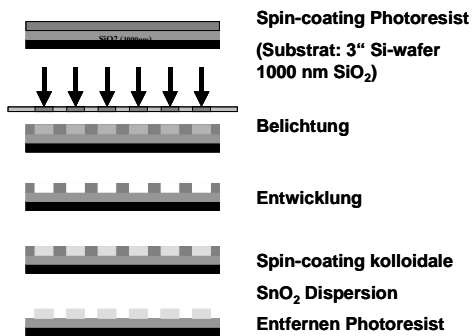


**Abb. 2:** Prinzipskizze des Gradienten-Gassensor-Mikroarrays. Die Darstellung ist nicht maßstabsgetreu: Die Dicke der Membranschicht variiert typischerweise von 2 auf 20 nm. Die Metalloxid-Gasdetektorschicht liegt bei etwa 100 nm. Die Elektroden haben eine Höhe von etwa 1000 nm.

Die Differenzierung der Sensorsegmente erfolgt auf besonders einfache Weise: Eine über der Metalloxidschicht und den Elektroden aufgebraute gaspermeable Membran aus  $\text{SiO}_2$  oder  $\text{Al}_2\text{O}_3$  regelt den Zugang der Gase zur gasempfindlichen Metalloxidschicht. Die Passage der Gase durch die Membranschicht ist von der Größe und Wechselwirkung der Gasmoleküle mit dem Membranmaterial abhängig und somit charakteristisch für die jeweilige Gasart. Die Dicke der Membran darf einige 10 nm nicht übersteigen, da sonst der Gasdurchgang zu stark gehemmt wäre. Durch die gezielte Variation dieser Schichtdicke über der Segmentstruktur (typischerweise 2 – 20 nm) wird eine graduelle Variation des Empfindlichkeitsspektrums der einzelnen Sensorsegmente erreicht. Eine weitere Differenzierung der Sensorsegmente bewirkt ein Temperaturgradient. Vier Heizelemente dienen nicht nur dazu, die Betriebstemperatur bei (üblicherweise) etwa 300°C einzustellen, sondern erlauben außerdem, eine Temperaturdifferenz über der Segmentstruktur aufrechtzuerhalten, die jedem Sensorsegment eine graduell andere Temperatur verleiht.

### 4. Nanopartikelschichten

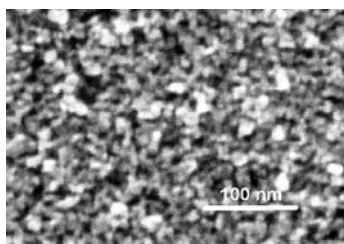
Der Fertigungsprozess des Gassensor-Mikroarrays baut auf der Metalloxidschicht auf, die die Gasdetektion bewerkstelligt. Die Abscheidung des Metalloxidfelds erfolgt bei konventioneller Herstellungsmethode durch einen Hochfrequenz(HF)-Reaktivsputterprozess [3,4]. Der Gasnachweis an Halbleiter-Metalloxiden wird durch die besondere Gasempfindlichkeit ihrer Oberflächenzone bestimmt. Diese ist bei den n-Halbleitern  $\text{SnO}_2$  und  $\text{WO}_3$  an Leitungselektronen verarmt, insbesondere weil Sauerstoff in Form verschiedener negativer Ionen adsorbiert ist, deren Ladung aus dem Pool der Leitungselektronen aufgebracht wird [2].



**Abb. 3:** Herstellung der nanogranularen  $\text{SnO}_2$ -Schichten durch eine Kombination von Photolithographie und Spin-Coating

Schon die alleinige Chemisorption von Gasen beeinflusst die Ladungsverteilung mit der Folge einer sich ändernden elektrischen Leitfähigkeit. Häufig tritt zusätzlich eine katalytische Oxidation adsorbierender Gase – wie bei Kohlenwasserstoffen – auf, bei der der Oberflächensauerstoff durch Reaktion (solange das Gas präsent ist) dezimiert wird und seine negative Ladung als Elektron für die Stromleitung verfügbar wird. Wegen der Reversibilität des Vorgangs bei Betriebstemperatur regeneriert sich die Sauerstoffphase unmittelbar nach Verschwinden des adsorbierten Gases.

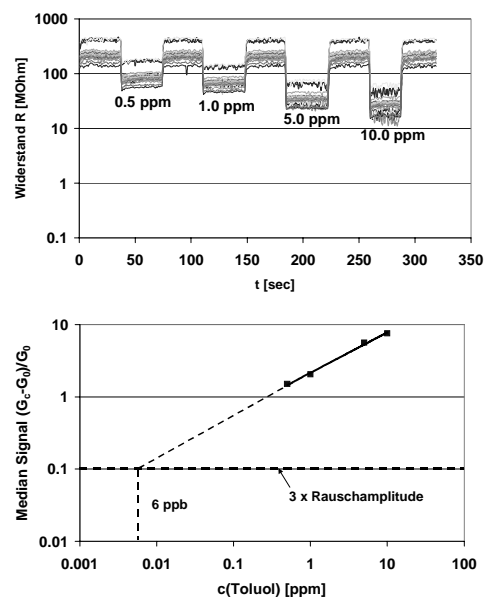
Eine polykristalline Metalloxidschicht – wie sie auch beim Sputtern entsteht – hat eine Oberfläche, die aus vielen Kristalliten besteht, deren elektronenverarmte Randzonen aufeinanderstoßen. Diese intergranularen Zonen hohen elektrischen Widerstands sind Träger der Gasempfindlichkeit, weil dort die relative Änderung der Konzentration der Leitungselektronen durch den Gaseinfluss am größten ist. Die Dichte dieser Übergangszonen in der Metalloxidschicht bestimmt wesentlich die Gasempfindlichkeit.



**Abb. 4:** FE-REM-Bild einer bei 400°C getemperten nanogranularen  $\text{SnO}_2$ -Schicht.

Um die Dichte der intergranularen Kontaktzonen drastisch zu erhöhen und so die Gasempfindlichkeit substantiell zu steigern, sind Schichten aus Nanopartikeln hergestellt worden, die mit einem Durchmesser von etwa 20 nm um etwa eine Zehnerpotenz kleiner sind als die Kristallite in den standardmäßig gesputterten Metalloxidschichten [3]. Zur Herstellung dünner nanogranularer  $\text{SnO}_2$ -Schichten (Abb. 3) in einem massenfertigungstauglichen Verfahren wurden oberflächenoxidierte 3"-Siliziumwafer mit Photolack versehen und photolithografisch so strukturiert, dass sich 26 Fenster (Größe  $4 \times 8$  mm) für

Detektorfelder in der Lackschicht ergaben [5]. In diese Fenster wurden mittels Spin-Coating aus einer wässrigen kolloidalen Dispersion nanogranulare  $\text{SnO}_2$ -Partikel abgeschieden. Die Dispersion wurde mit 2-Hydroxyethylcellulose auf eine geeignete Viskosität eingestellt und zur besseren Benetzbarkeit des Substrats mit einem nicht-ionischen Tensid (Polydimethylsiloxan-Polyethylenoxid Blockcopolymer) versetzt. Anschließend sind die nanogranularen  $\text{SnO}_2$ -Felder 1h bei 75°C vorgetrocknet und nach Entfernung des Photolacks mit Aceton für 3h bei 400°C in Reinfluft fertig getempert worden. Die Charakterisierung der Morphologie der getemperten  $\text{SnO}_2$ -Schichten mittels Feldemissions-Rasterelektronenmikroskopie (FE-REM) ergab eine mittlere Partikelgröße von 20 nm (Abb. 4).

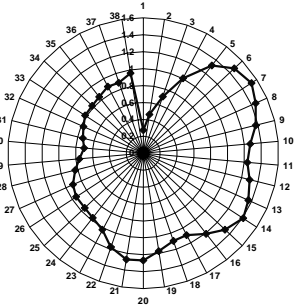


**Abb. 5:** Oben die 38 Sensorwiderstände eines Mikroarrays mit nanogranularer  $\text{SnO}_2$ -Schicht (bei 250...300°C), das wechselweise Toluol-haltiger oder reiner Feuchtluft (50% Luftfeuchte) ausgesetzt wurde. Unten der Median der relativen Leitfähigkeitsänderung  $\Delta G/G_0$  der Sensorsegmente als Funktion der Toluol-Konzentration. Zur Bestimmung der Nachweisgrenze siehe Text.

Darauf wurden die Elektroden inklusive der Temperatur-Messstreifen und Heizmäander aus Platin durch HF-Sputtern aufgebracht. Nach Vereinzelung der so hergestellten Mikroarrays, Gehäusemontage, elektrischer Kontaktierung mit Gold-Bonddrähten und Konditionierung durch mehrtägiges Tempern im typischen Betriebstemperaturbereich von 300 – 350°C erfolgten Tests zur gassensorische Funktion.

Die sensorischen Eigenschaften der Mikroarrays mit nanogranularen  $\text{SnO}_2$ -Schichten wurden in Pulsexpositionsmessreihen ermittelt, in denen der zu prüfende Chip abwechselnd befeuchteter Luft mit verschiedenen Konzentrationen an Testgas oder reiner Feuchtluft ausgesetzt wird.

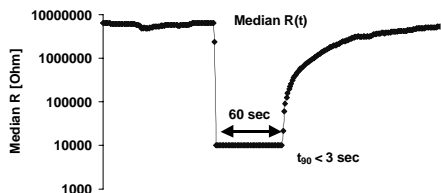
In Abb. 5 ist der Verlauf der elektrischen Widerstände der 38 Sensorsegmente während einer Serie von Testgaspulsen dargestellt. Wie auch andere Kohlenwasserstoffe führt Toluol in Luft zu einem Anstieg der elektrischen Leitfähigkeit, dessen Ausmaß abhängig von der Konzentration (c) ist.



**Abb. 6:** Mediannormiertes Leitfähigkeitsmuster der 38 Sensorsegmente für 10 ppm Toluol (50% Luftfeuchte, Betriebstemperatur 250...300°C).

Als Signal (S) wird die relative Leitfähigkeitsänderung genutzt, das Verhältnis aus der Leitfähigkeitsdifferenz Toluol-haltiger und reiner Luft ( $G_c - G_0$ ) zum Referenzwert bei reiner Luft ( $G_0$ ). Die Abhängigkeit folgt der Funktion  $S \sim \alpha \cdot c^\beta$  mit  $\alpha$  und  $\beta$  als Konstanten [6], die in logarithmierter Form eine Kalibriergerade ergibt. Durch Extrapolation dieser Gerade auf das Niveau der Signifikanzschwelle  $S \approx 0.1$ , entsprechend der dreifachen Rauschamplitude, ergeben sich die Nachweisgrenzen (Abb. 5). Für Benzol, Toluol, 2-Nitrotoluol und Isopropanol wurden auf diese Weise Nachweisgrenzen von 10 ppb oder sogar weniger ermittelt.

Die Aufrechterhaltung eines Temperaturunterschieds, wie z.B. 250 – 300°C, bewirkt eine graduelle Differenzierung der gassensorischen Eigenschaften der Arraysegmente, deren Signale normiert auf ihren Medianwert ein für das jeweilige Gas charakteristisches Signalmuster ergeben. Beispielhaft ist in Abb. 6 das mediannormierte Signalmuster für 10 ppm Toluol an der nanogranularen  $\text{SnO}_2$ -Schicht dargestellt, wie es sich bereits ohne Gradientenmembran ergibt.



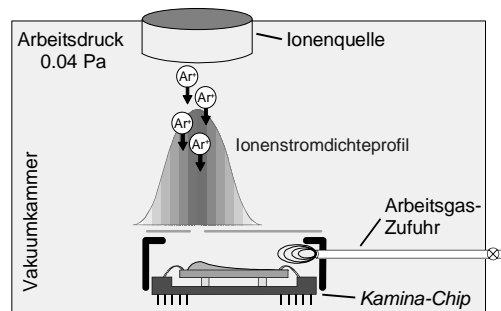
**Abb. 7:** Zeitliches Ansprechverhalten ( $t_{90}$ ) auf 100 ppm Isopropanol in Umgebungsluft (50% Luftfeuchte, Betriebstemperatur 250...300°C).

Wegen der offenen Struktur der nanogranularen Schicht ist ein hervorragender Gaszugang zu allen gasempfindlichen intergranularen Kontaktstellen möglich (s.o.). Infolgedessen ergeben sich exzellente Ansprechzeiten. Für einen Testgaspuls von 100 ppm Isopropanol wurde nach weniger als drei Sekunden 90% des Endwertes

( $t_{90}$ -Zeit) erreicht (Abb. 7) und selbst für Konzentrationen unter 1 ppm war die  $t_{90}$ -Zeit noch kleiner als 60 Sekunden.

## 5. Gradientenmembran: Nanokeil und Nanoglocke

Das Aufbringen der gaspermeablen Gradientenmembran durch eine ionenstrahl-gestützte Gasphasenabscheidung (IBAD = Ion Beam Assisted Deposition) ist in Abb. 8 schematisch dargestellt. Die Methode ermöglicht eine kontrollierte Abscheidung der Membran mit einem Dickengradienten im Bereich von nur wenigen nm/mm. Die Gasphasenabscheidung beruht auf der Kondensation einer gasförmigen Ausgangssubstanz (Precursor) auf dem Substrat, die durch Beschuss mit einem Ionenstrahl in eine haftende Schicht umgewandelt wird. Durch Steuerung von Position und Dichteprofil des Ionenstrahls lässt sich die gewünschte Form der Gradientenmembran aus  $\text{SiO}_2$  oder  $\text{Al}_2\text{O}_3$  abscheiden und damit die Gasselektivität und das Gasunterscheidungsvermögen des Mikroarraychips gezielt steuern.

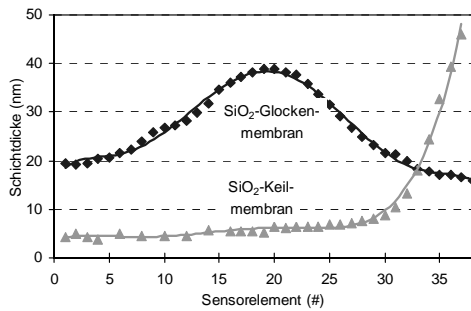


**Abb. 8:** Prinzip der ionenstrahlgestützten Gasphasenabscheidung (IBAD) zum Aufbringen der gaspermeablen Gradientenmembran.

Die Abscheidung der Gradientenmembranen aus  $\text{SiO}_2$  erfolgt bei Raumtemperatur aus Phenyltriethoxysilan als Precursor. Im Zuge der Optimierung wurde untersucht, welchen Einfluss Form und Orientierung der Gradientenmembran aus  $\text{SiO}_2$  auf das Gasunterscheidungsvermögen des Mikroarrays ausübt. Hierzu sind Mikroarrays mit "glockenförmiger" (max. Schichtdicke in der Mitte des Mikroarrays) und mit "keilförmiger" (max. Schichtdicke am Rand des Mikroarrays) Gradientenmembran beschichtet und vergleichende gassensorische Tests durchgeführt worden. Die Bestimmung der Schichtdicken und damit der genauen Gradientenform erfolgte ellipsometrisch (Abb. 9).

Die aus den sensorischen Tests erhaltenen mediannormierten Signalmuster der Sensorsegmente wurden einer Hauptkomponentenanalyse (PCA = Principal Component Analysis) unterzogen (Abb. 10), welche die Signalmuster der Sensorsegmente aus dem n-dimensionalen Raum der n Sensorsegmente auf wenige

Dimensionen (Hauptkomponenten) so projiziert, dass die Unterschiede der Signalmuster optimal dargestellt werden [7].



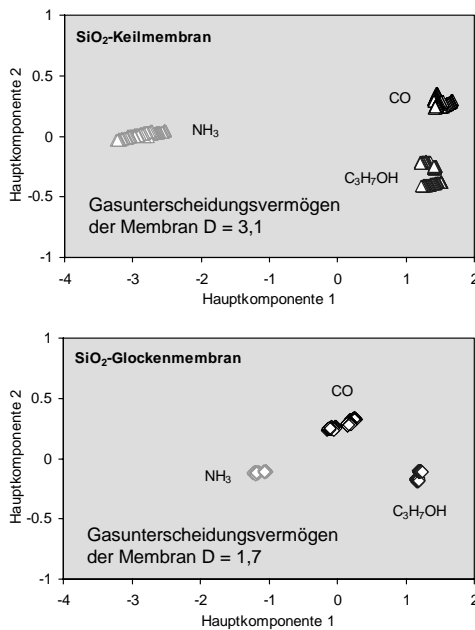
**Abb. 9:** Ellipsometrisch bestimmter Schichtdickenverlauf einer glockenförmigen und einer keilförmigen Gradientenmembran aus  $\text{SiO}_2$

Jeder Punkt der Hauptkomponentendarstellung stellt ein Signalmuster dar, das sich umso mehr von einem anderen Signalmuster unterscheidet, je weiter es von diesem entfernt ist. Deshalb wird als Maß für den durch die Gradientenmembran hinzugefügten Teil des Gasunterscheidungsvermögens der Quotient

$$D = \frac{d_{\text{beschichtet}}}{d_{\text{unbeschichtet}}}$$

als Verhältnis des mittleren

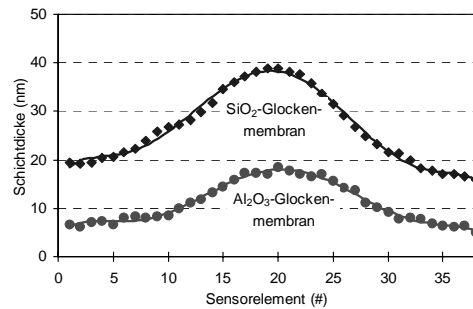
Abstands der Datencluster eines beschichteten Mikroarrays ( $d_{\text{beschichtet}}$ ) zum entsprechenden Abstand im unbeschichteten Zustand ( $d_{\text{unbeschichtet}}$ ) benutzt.



**Abb. 10:** Signalmusteranalysen von Mikroarrays mit  $\text{SiO}_2$ -Keilmembran (oben) und mit  $\text{SiO}_2$ -Glockenmembran (unten) für  $\text{CO}$ ,  $\text{NH}_3$  und Isopropanol (Mikroarrays mit Pt-dotierter gesputterter  $\text{SnO}_2$ -Detektorschicht, Temperatur min/max =  $300^\circ\text{C}/350^\circ\text{C}$ , jeweils 100 ppm Testgas in Reinluft, 50% relative Feuchte)

Bei vergleichbarer Schichtdicke der beiden Membranformen (Schichtdicke der Keilmembran

min/max = 4 nm/46 nm und der Glockenmembran min/max = 16 nm/40 nm) ergab sich auch etwa gleiche Sensitivität der beiden in Abb. 10 verglichenen Mikroarrays bezüglich der Testgase  $\text{CO}$ ,  $\text{NH}_3$  und Isopropanol. Hinsichtlich des Gasunterscheidungsvermögens ist ein leichter Vorteil der Keilmembran zu bemerken ( $D = 3,1$  für die Keilmembran und  $D = 1,7$  für die Glockenmembran). Dies dürfte allerdings darauf zurückzuführen sein, dass die keilförmige Membran einen größeren Schichtdickenunterschied nutzt als die glockenförmige Membran.

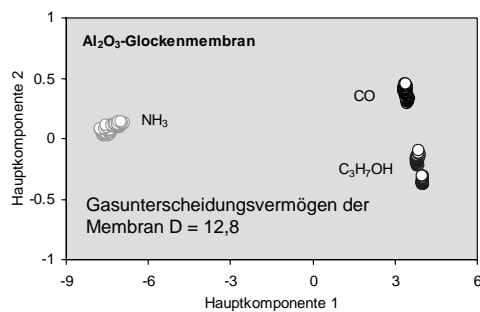


**Abb. 11:** Ellipsometrisch bestimmter Schichtdickenverlauf glockenförmiger Gradientenmembranen aus  $\text{SiO}_2$  und aus  $\text{Al}_2\text{O}_3$

Zur Weiterentwicklung der chemischen Ausrüstung des Gassensor-Mikroarrays wurde nach entsprechender Umstellung des IBAD-Verfahrens probeweise  $\text{Al}_2\text{O}_3$  als Membranmaterial eingesetzt. Während  $\text{SiO}_2$  bekanntermaßen saure Eigenschaften zeigt, reagiert  $\text{Al}_2\text{O}_3$  basisch und sollte deshalb signifikant andere Selektionseigenschaften aufweisen. Anders als bei der bei Raumtemperatur hergestellten  $\text{SiO}_2$ -Membranschicht erfordert der für die Abscheidung von  $\text{Al}_2\text{O}_3$  eingesetzte Precursor Aluminium-tri-*sec*-butylat die Beheizung sowohl der Zuführung zur Erzeugung eines ausreichend hohen Dampfdrucks als auch des Substrats, um zu starke Kondensation darauf zu verhindern.

Ein mit einer  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Gradientenmembran in Glockenform beschichtetes Mikroarray wurde gasensorisch untersucht und die Ergebnisse mit der glockenförmigen  $\text{SiO}_2$ -Membran verglichen. Bei vergleichbarer Sensitivität der Mikroarrays mit den beiden gaspermeablen Membranen bewirkt die  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Membran trotz geringerer Schichtdicke (min/max = 5 nm/18 nm, s. Abb. 11) ein erheblich stärkeres Gasunterscheidungsvermögen bezüglich der Testgase  $\text{CO}$ ,  $\text{NH}_3$  und Isopropanol (s. Abb. 12), wie die Kennwerte für das Unterscheidungsvermögen,  $D = 12,8$  für die glockenförmige Membran aus  $\text{Al}_2\text{O}_3$  und  $D = 1,7$  für die glockenförmige  $\text{SiO}_2$ -Membran, ausweisen. Das zeitliche Ansprechverhalten des Mikroarrays mit  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Membran war dagegen trotz deutlich dünnerer Schicht wesentlich langsamer als das des entsprechenden Mikroarrays mit  $\text{SiO}_2$ -Membran, indem es etliche Minu-

ten benötigte, bis der Nachweis auf einen Konzentrationsprung mit einem stationären Signal reagierte.



**Abb. 12:** PCA-Signalmusteranalyse eines Mikroarrays mit  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Glockenmembran für  $\text{CO}$ ,  $\text{NH}_3$  und Isopropanol (Mikroarray mit Pt-dotierter gesputterter  $\text{SnO}_2$ -Detektorschicht, Temperatur min/max =  $300^\circ\text{C}/350^\circ\text{C}$ , jeweils 100 ppm Testgas in Reinfluft, 50% relative Feuchte)

Augenscheinlich ist die Wechselwirkung zwischen  $\text{Al}_2\text{O}_3$  und den Testmolekülen deutlich intensiver als bei  $\text{SiO}_2$ , was einerseits zu einem besseren Gasunterscheidungsvermögen führt, aber andererseits auch das Ansprechverhalten verzögert. Durch weitere Reduzierung der Schichtdicke der Gradientenmembranen aus  $\text{Al}_2\text{O}_3$  wird derzeit versucht, ein schnelleres Ansprechverhalten der Mikroarrays zu erzielen.

## 6. Fazit

Die gasanalytische Leistungssteigerung durch Einführung nanogranularer Metalloxidschichten und gaspermeabler  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Membranschichten in das Gradienten-Mikroarray bedeutet eine enorme Ausweitung des Anwendungspotentials der Karlsruher Mikronase KAMINA. Gradientenmikroarrays mit nanogranularer  $\text{SnO}_2$ -Schicht haben eine weitaus höhere Gasempfindlichkeit bewiesen als die bislang eingesetzten gesputterten Metalloxidfilme. Nachweisgrenzen von 10 ppb und weniger konnten für verschiedenste organische Gase erreicht werden. Zugleich verkürzten sich die Ansprechzeiten auf nur wenige bis zu höchstens einigen 10 Sekunden, abhängig von der Gaskonzentration.

$\text{Al}_2\text{O}_3$ , in einer Dicke von wenigen nm, ermöglicht als neues Material für die Gradientenmembran eine weitaus stärkere Differenzierung der Sensorsegmente. Eine Variation der Dicke von einigen nm über der Segmentstruktur des Mikroarrays erlaubt, die Ausprägung der gascharakteristischen Signalmuster zu verstärken und so ein weit höheres Gasunterscheidungsvermögen zu realisieren als mit der herkömmlichen  $\text{SiO}_2$ -Gradientenmembran, allerdings zum Preis einer langsameren Nachweisreaktion.

Der Nachweis gasförmiger Stoffe noch bei Konzentrationen von einigen ppb in sekunden-

schneller Reaktion ermöglicht, weitere Anwendungen zu erschließen, bei denen die Messung niedrigster Konzentrationen – z.B. bei der Luftqualitätsüberwachung in Raum- oder Außenluft – oder schnelle Reaktionen – wie in sicherheitsrelevanten Kontrollfunktionen – gefragt sind. Das gesteigerte Unterscheidungsvermögen für Gasbestandteile durch Einsatz einer  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Nanomembran bietet zudem die Möglichkeit, feine Differenzen in Gasensembles, seien es Gerüche oder für den Menschen nicht riechbare Gasgemischungen, besser zu unterscheiden, wie es z.B. bei der Qualitätsprüfung oder der Prozessüberwachung in der Verarbeitung von Lebensmitteln wesentlich ist. Es kommt nun darauf an, die neue chemische Ausrüstung des KAMINA-Gradientenmikroarrays auf ihre Langzeitstabilität und Robustheit im praktischen Einsatz eingehend zu prüfen.

## Danksagung

Unser Dank gilt W. Habicht (ITC-CPV) für die Durchführung der FE-REM Untersuchungen sowie Dr. Schulz und Fr. Fornasier (IMT) für die Durchführung photolithographischer Arbeiten.

## Literatur

- [1] Tschulena, G.R., Lahrmann, A. (Hrsg.), „Sensors in household appliances“, in: Hesse, J., Gardner, J.W., Göpel, W. (Hrsg.), „Sensors applications, Volume 5“, Verlag Wiley-VCH Weinheim (2003)
- [2] Madou, M.J., Morrison, S.R., „Chemical sensing with solid state devices“, Academic Press Boston, San Diego, New York, Berkeley, London, Sydney, Tokyo (1989)
- [3] Goschnick, J., „An electronic nose for intelligent consumer products based on a gas analytical gradient microarray“, *Micro-electronic Engineering*, 57-58 (2001) S. 693-704
- [4] Goschnick, J., Walter, T. (Hrsg.), „ELMINA: Elektronische Mikronasen für Überwachungs- und Regelaufgaben in Gebäuden und Produktionsanlagen“, *Wissenschaftliche Berichte, FZKA-6893* (2003)
- [5] Goschnick, J., Betsarkis, K., Schneider, T., „Fabrication conditions and detecting properties of a metal oxide gradient microarray based on nanocrystalline tin dioxide“, *Micro.tec München*, 13-15.10.2003, *Proceedings VDE-Verlag* (2003) S. 221-224
- [6] Schierbaum, K.D., Göpel, W., „ $\text{SnO}_2$  Sensors: Current status and future prospects“, *Sensors & Actuators B*, 26 (1995) S. 1-12
- [7] Pearce, T.C., Schiffmann, S.S., Nagle, H.T., Gardner, J.W. (Hrsg.), „Handbook of machine olfaction: electronic nose technology“, Verlag Wiley-VCH Weinheim (2003)

# Innovative Prozesstechnologien zur Herstellung 2D polymerer Photonischer Kristalle

J. Kando<sup>1</sup>, S. Achenbach<sup>1</sup>, R. Fettig<sup>1</sup>, T. Mappes<sup>1</sup>, J. Mohr<sup>1</sup>, M. Hermatschweiler<sup>3,4</sup>, D. C. Meisel<sup>2,4</sup>, M. Wegener<sup>2,3,4</sup>

<sup>1</sup> *Institut für Mikrostrukturtechnik, Forschungszentrum Karlsruhe*

<sup>2</sup> *Institut für Nanotechnologie, Forschungszentrum Karlsruhe*

<sup>3</sup> *Institut für Angewandte Physik, Universität Karlsruhe (TH)*

<sup>4</sup> *DFG-Center for Functional Nanostructures (CFN)*

## Zusammenfassung

Zweidimensionale (2D) Photonische Kristalle auf Polymerbasis, d.h. periodische Nanostrukturen mit optischer Funktionalität wurden theoretisch mit Hilfe von zweidimensionaler *Finite Difference Time Domain* (2D FDTD) Simulationen analysiert. Anhand der daraus resultierenden Ergebnisse wurden Testlayouts erstellt, um die Parameter der einzelnen Prozessschritte für die Röntgenlithographie zu bestimmen. Als alternatives Verfahren zur Herstellung periodischer Strukturen im submikrometer Bereich wird die holographische Lithographie vorgestellt. Ein weiterer Aspekt, der theoretisch untersucht wurde, war die Wellenführung in der dritten Dimension. In Simulationen wurde die Modenausbreitung in assymetrischen Wellenleitern berechnet. Anhand der vertikalen Feldverteilung in solchen Wellenleitern lässt sich die notwendige Porentiefe für 2D Photonische Kristalle, in Abhängigkeit von Materialparametern als auch der gewählten Schichtdicke, bestimmen.

## 1. Einleitung

Während der letzten 15 Jahre sind Photonische Kristalle immer mehr in den Mittelpunkt des Interesses gerückt. Dabei geht es nicht nur um theoretische Grundlagenforschung, die ein besseres Verständnis für diese Materie entwickelt, sondern auch um die Herstellungstechnologien. Aufgrund der Strukturdimensionen im Submikrometerbereich, erfordern diese photonischen Komponenten eine besonders hohe Herstellungsgenauigkeit mit geringen Toleranzen, da kleinste Veränderungen schon ein anderes Übertragungsverhalten zur Folge haben.

Bei Photonischen Kristallen handelt es sich um künstliche periodische Strukturen, die eine wesentlich flexiblere Form der Wellenleitung ermöglichen und somit ungeahntes Potential für optische Datenverarbeitung beinhalten. Die Strukturdimensionen liegen dabei in der Größenordnung der zu beeinflussenden Wellenlängen.

Die Arbeiten am Institut für Mikrostrukturtechnik (IMT) beschäftigen sich in 1. Linie mit der Herstellung von Luftporen in Polymeren. Diese Materialien mit moderatem Brechungsindex liefern im Gegensatz zu Materialien mit großem Brechungsindex keine sogenannte Bandlücke [1] sondern bestenfalls Stopbänder für einen Teil

der Ausbreitungsrichtung der Welle [2]. Die Wahl von Polymeren als Dielektrikum eröffnet die Möglichkeit zwei innovative Herstellungstechnologien, Röntgenlithographie und holographische Lithographie zu nutzen, die für ihre Präzision sowie ihr hohes Auflösungsvermögen bekannt sind.

Oft werden diese Möglichkeiten der Herstellung hochpräziser Polymerstrukturen genutzt, um die eigentliche Struktur mittels elektrochemischer Verfahren herzustellen. In diesem Fall dienen die Polymere nur als Formwerkzeug [3, 4]. Dabei wird vernachlässigt, dass Materialien mit geringerem Brechungsindex vielfältige Anwendungsmöglichkeiten eröffnen. Zum einen ist es für funktionale Bauteile nicht zwingend notwendig, dass sich eine vollständige Bandlücke öffnet, zum anderen bieten Polymere mit Eigenschaften wie elektro- oder akustooptischer Empfindlichkeit mannigfaltige Anwendungsmöglichkeiten.

In diesem Artikel wird in einer theoretischen Betrachtung mittels 2D FDTD Simulationen auf die geforderten Eigenschaften von polymeren Strukturen und auf die oben erwähnten Herstellungstechnologien eingegangen.

## 2. 2D polymere Photonische Kristalle

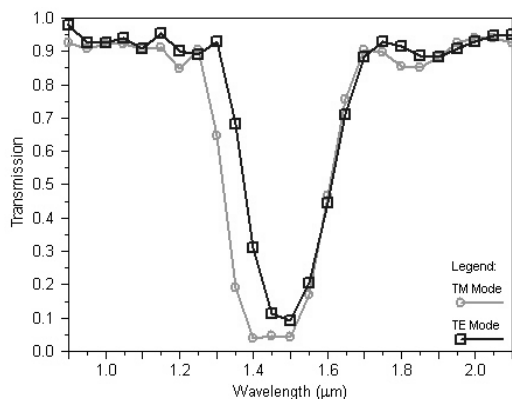
Die Übertragungseigenschaften von 2D Photonischen Kristallen lassen sich durch die geometrischen Parameter wie Porendurchmesser  $d$  und Periodizität  $g$ , als auch durch die Wahl des Polymers und somit des Brechungsindex  $n$  beeinflussen. Diese wurden mit Hilfe von 2D Simulationen bestimmt, wobei Ziel war dass sich im Telekommunikationsfenster von  $1550\text{ nm}$  ein Stoppband ergibt. Die Wellenführung und das Ausbreitungsverhalten der Welle innerhalb des Kristalls wird außerdem entscheidend von der Porentiefe beeinflusst. Zur Bestimmung der notwendigen Porentiefe wurde die Feldverteilung der Welle berechnet.

### 2.1 2D Simulationen zur Evaluierung der geometrischen Parameter

Zur Bestimmung der geometrischen Parameter für 2D Strukturen gilt eine einfache Faustregel, die besagt, dass die Periodizität ungefähr der halben Wellenlänge, bei der eine Bandlücke sich öffnen soll, entspricht. Den daraus resultierenden Wert kann man als Startwert für die 2D Simulationen nehmen. Als Materialien wurden Polymethylmethacrylat (PMMA) mit einem Brechungsindex von  $1,48$  bei  $1550\text{ nm}$  und SU-8 mit  $1,58$  ausgewählt, da beide als Resists für die Röntgenlithographie und SU-8 auch in der holographischen Lithographie eingesetzt werden.

Ziel der Simulationen war es eine Anordnung zu finden, bei der sich ein möglichst großes Stoppband sowohl für den TE als auch den TM Mode öffnet. Um dieses zu erreichen gibt es zwei Ansätze. Zum einen durch Variation der Porenform und zum anderen Verwendung eines Polymers mit höherem Brechungsindex (z.B. SU-8). Diese hat nach Hillebrand et al [6] eine nicht zu vernachlässigende Auswirkung auf die Größe Bandlücke.

Abb. 1: Transmissionsdiagramm in willkürlichen Einheiten für runde Luftporen in quadratischer Anordnung (Periodizität  $g=550\text{ nm}$ , Porendurchmesser  $d=350\text{ nm}$ )



Die durchgeführten Simulationen beinhalteten quadratische und hexagonale Anordnungen von Luftporen sowie verschiedene Porenformen. Abbildung 1 zeigt das Transmissionsverhalten am Beispiel von quadratisch angeordneten runden Luftporen in PMMA. Virtuell wurde eine wellenlängenabhängige Transmissionsmessung durchgeführt, bei der das eingestrahle Licht sich parallel zur Normalen ausbreitet. Sowohl für den TE als auch den TM Mode deutet sich ein Stoppband an. Auffällig ist, dass gerade bei dem TM Mode das Stoppband deutlich breiter ist als bei dem TE Mode. Dies kann mit den unterschiedlichen Ausbreitungscharakteristiken der beiden Modentypen in periodischen Dielektrika erklärt werden [5]. Weiter hat sich gezeigt, dass sich bei hexagonaler Anordnung der Löcher ein größeres Stoppband öffnet als bei quadratischer.

Ändert man den Einfallswinkel, so ändert sich das Übertragungsverhalten in der Hinsicht, dass weniger Licht transmittiert wird bei größeren Einfallswinkeln. Am Beispiel von hexagonal angeordneten runden Luftporen in PMMA (Abb.2) ist zu erkennen, dass bei größeren Einkoppelwinkeln, der Transmissionskoeffizient abnimmt und sich ein kleineres Stoppband bei niedrigeren Wellenlängen öffnet.

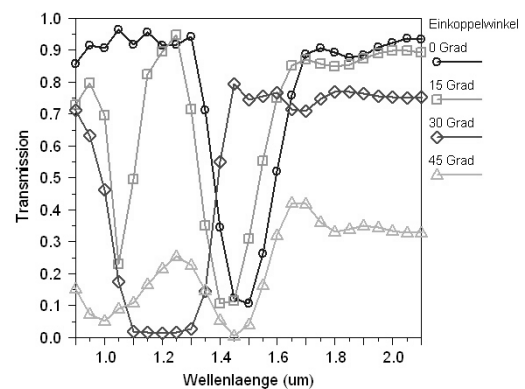


Abb. 2: Winkelabhängigkeit der Transmission für den TE Mode bei hexagonal angeordneten Luftporen in PMMA ( $g=650\text{ nm}$ ,  $d=450\text{ nm}$ )

Die Auswirkung der Verwendung eines Polymers mit höherem Brechungsindex ist in Abbildung 3 zu erkennen. Das Stoppband hat sich bei  $1550\text{ nm}$  weiter geöffnet und die Überlappung ist nicht nur für TE und TM Mode gegeben, sondern es existiert auch ein schmales Überlappungsband zwischen den Einkoppelwinkeln von  $0^\circ$  und  $15^\circ$ .

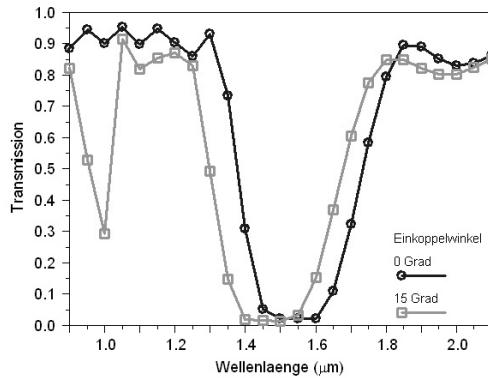


Abb. 3: Überlappung im Einkoppelwinkel des TE Modes bei quadratisch angeordneten hexagonal-förmigen Luftporen in SU-8 ( $g=550nm$ ,  $d=450nm$ )

Die Röntgenlithographie ermöglicht es jede beliebige Porenform und Anordnung herzustellen, da diese als lithographisches Schattenverfahren eine mittels Elektronenstrahlschreiber hergestellte Maske verwendet. Im Gegensatz dazu steht die holographische Lithographie, die wie in 3.2 gezeigt wird, auf einem Interferenzverfahren basiert. Die daraus resultierenden Muster limitieren die Möglichkeiten an Poren, bzw. Säulenformen auf quasi runde. Hierbei wurden die bisherigen Tests auf hexagonale Anordnungen beschränkt. Die Ergebnisse sind vergleichbar mit den Simulationen für hexagonal geformte Luftporen in quadratischer Anordnung (vergl. Abb. 3), bis auf die Tatsache, dass sich die geometrischen Parameter ändern. Die Periodizität beträgt für runde Luftporen in hexagonaler Anordnung  $650nm$  und der Durchmesser der Luftporen  $450nm$ .

## 2.2 Wellenführung in der dritten Dimension

Um Verluste in vertikaler Richtung zu vermeiden müssten 2D Photonische Kristalle ein Aspektverhältnis von 1:20 aufweisen. Solche Strukturen sind zwar in Silizium schon vom Max Planck Institut in Halle hergestellt worden [1], aber in Polymeren lassen sich die geforderten Aspektverhältnisse nicht realisieren. Es ist deshalb notwendig ein Konzept für die Wellenführung in der dritten Dimension zu entwickeln. Hierbei bietet sich eine Realisierung in einem zweischichtigen, asymmetrischen Wellenleitern an, der zum einen die Brechungsindexdifferenz zwischen Polymer und Luft zur Wellenführung nutzt und zum anderen zum Substrat die zu einem Polymer mit niedrigerem Brechungsindex. Wichtig neben der Wahl der geeigneten Schichtdicken ist die Bestimmung der Porentiefe. Es ist zu beachten, dass Luftporen in einer Polymer-schicht den effektiven Brechungsindex herab-

setzen und somit die lichtführende Schicht der Kristallstrukturen nicht mehr die notwendige Brechzahl-differenz zur unteren Schicht aufweist. Dies würde dazu führen, dass die Welle in die untere Schicht überkoppelt. [7] Aus diesem Grund müssen die Poren in beide optische Schichten vordringen (Abb. 4).

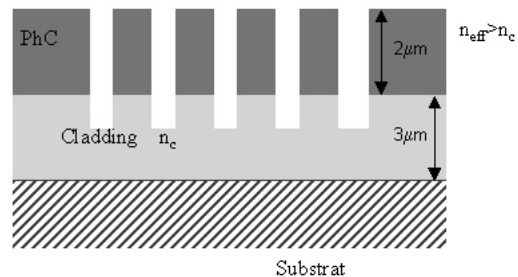


Abb. 4: Aufbau eines asymmetrischen Schichtwellenleiters mit periodischer Strukturierung

Zur Bestimmung der notwendigen Porentiefe wurde die vertikale Feldverteilung der Welle bestimmt. Als Beispiel wurde von einem Zweischicht System aus SU-8 und PMMA ausgegangen, bei dem die obere Schicht  $2\mu m$  und die untere  $3\mu m$  dick ist. In Abbildung 5 ist die vertikale Feldverteilung zu erkennen. Aus diesem Diagramm ist die Porentiefe abzulesen, bei der der Betrag des Feldes auf einen Wert von  $1/e^2$  abgefallen ist. In diesem Falle müsste eine Porentiefe von  $3\mu m$  erreicht werden (Abb. 5).

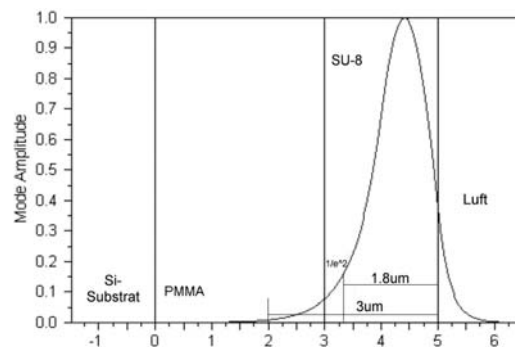


Abb. 5: Vertikales Modeprofil der Welle in einem asymmetrischen SU-8/PMMA Wellenleiter

## 3. Herstellungstechnologien

Die durch die Simulation ermittelten Daten für 2D Photonische Kristalle auf Polymerbasis sollen sowohl mit der Röntgenlithographie als auch mit der holographischen Lithographie realisiert werden. Der wesentliche Unterschied beider Verfahren ist, dass für die Röntgenlithographie eine Maske notwendig ist, während es sich im



anderen Fall um ein Interferenzverfahren handelt.

### 3.1 Röntgenlithographie

Bei der Röntgenlithographie wird parallele und intensive Synchrotronstrahlung, beispielsweise aus dem Karlsruher Elektronenspeicherring ANKA, verwendet, um das Layout einer Röntgenmaske mittels Schattenwurfprojektion in einen strahlungsempfindlichen Resist zu übertragen. Dabei wird der Resist, typischerweise PMMA, lokal chemisch verändert und kann in einem anschließenden Entwicklungsschritt selektiv entfernt werden. Die verschiedenen Parameter der Prozesskette, wie die Beschichtung des Substrates bzw. die Bestrahlung und Entwicklung haben einen entscheidenden Einfluss auf die resultierende Strukturqualität, insbesondere auf die Maßhaltigkeit und auf die minimal zu erreichenden Strukturgrößen.

Vorraussetzung für eine erfolgreiche Röntgenlithographie ist in jedem Fall die Verfügbarkeit einer geeigneten Maske. Diese besteht aus einer  $2\mu\text{m}$  dicken röntgentransparenten Membran aus Siliziumnitrid oder Titan, die die notwendigen Goldabsorberstrukturen trägt, welche eine 1:1 Darstellung des gewünschten Resistbildes wiedergeben. Bei den am IMT verfügbaren Prozessbedingungen beträgt die geforderte Mindestdicke der Goldabsorber etwa  $1,5\mu\text{m}$ , wobei die Strukturbreiten im Bereich weniger  $100\text{ nm}$  liegen.

Solche hochauflösenden Masken werden am IMT in Anlehnung an die Fertigung von Zwischenmasken für die Röntgentiefenlithographie entwickelt. Das Layout wird seriell mit einem Elektronenstrahlschreiber in eine ca.  $2\mu\text{m}$  dicke PMMA Schicht übertragen, anschließend entwickelt und galvanisch ausgehend von einer Chrom/Gold Startschicht auf der Membran mit Gold aufgefüllt. Zur Bestimmung der einzelnen Prozessparameter wurden verschiedene Testlayouts aus runden, hexagonalen und quadratischen Waben- sowie Säulenmustern in einem Größenbereich von  $400\text{ nm}$  bis  $2\mu\text{m}$  erstellt. Bei der Elektronenstrahlolithographie stellte sich heraus, dass jedes Muster mit einer anderen Dosis, d.h. Energie pro Flächeneinheit geschrieben werden muss, um optimale Ergebnisse zu erzielen. Diese Dosen befinden sich in einem Wertebereich von  $600$  bis  $2000\text{ kJ/cm}^2$ . Bei einem Strahldurchmesser von  $100\text{ nm}$  wurde eine Beschleunigungsspannung von  $100\text{ kV}$  genutzt, um die Strahlaufweitung zu minimieren. Des Weiteren ist darauf zu achten, dass die einzelnen Layoutfelder eine Größe von  $500\mu\text{m} \times 500\mu\text{m}$  nicht überschreiten, da dieses der Scanfeldgröße

entspricht und so sogenannte Stitchingfehler vermieden werden können [8].

Bei der Layoutgestaltung ist auch der Prozessschritt der Goldgalvanik zu beachten. Um das gleichmäßige Aufwachsen der Goldabsorberstrukturen zu gewährleisten, muss eine minimal prozessierbare Galvanikfläche zur Verfügung stehen. Abbildung 6 zeigt fertig galvanisierte hexagonale Goldsäulen mit einer Höhe von  $1,5\mu\text{m}$ , einem Durchmesser von  $1\mu\text{m}$  und einem Abstand von  $400\text{ nm}$ , wozu vorher als negative Struktur, ein Lochmuster in PMMA mittels Elektronenstrahlolithographie hergestellt wurde.

Erste Testmasken wurden nach diesem Verfahren erfolgreich hergestellt. Die Maskenmembran besteht zum einen aus Titan und zum anderen aus Siliziumnitrid.

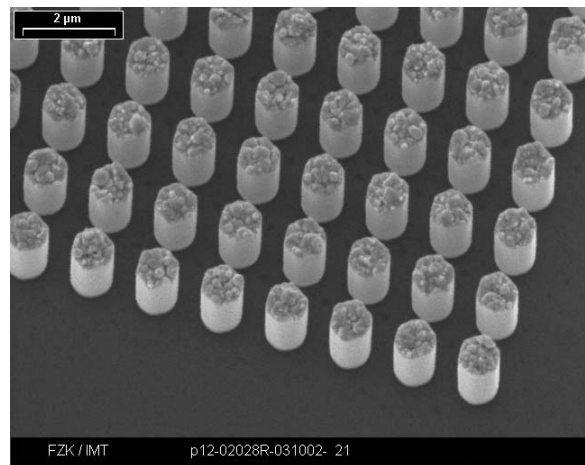


Abb. 6: Hexagonal geformte Goldsäulen mit einem Durchmesser von  $1\mu\text{m}$  und einem Abstand von  $400\text{ nm}$

Neben der Bestimmung der Prozessparameter bei der Maskenherstellung müssen auch die Parameter zur Herstellung von Strukturen im Submikrometerbereich mit Röntgenlithographie optimiert werden. Die Untersuchungen erfolgten an den zwei Strahlrohren Litho 2 und Litho 3 am Elektronenspeicherring ANKA. Zur Bestrahlung von dünnen Resistschichten wird dieser bei einer Elektronenenergie von  $1,3\text{ GeV}$  betrieben und das Maximum der Strahlungsleistung liegt bei einer Wellenlänge von  $0,4\text{ nm}$ . Für die Röntgenlithographie ist interessant: Was für Aspektverhältnisse, d.h. in was für Resistdicken können solche Strukturen übertragen werden? Wie sind die Haftungseigenschaften des Resists auf Substraten und treten Spannungen im Resist auf? Erste Experimente wurden in PMMA mit Resisthöhen von  $1,6\mu\text{m}$  bis  $10\mu\text{m}$  durchgeführt. Dabei konnten Strukturen mit minimalen Abmessungen von  $400$  bis  $500\text{ nm}$  realisiert werden. Auftretende Spannungs- und Haftungsprob-

leme wurden durch eine Zwischenschicht aus Polyimid vermindert [9].

Erste Versuche in Richtung Photonischer Kristalle erfolgten mit einem Design in Form eines Wabensystems bestehend aus großen Waben, die einen Durchmesser von  $40\mu\text{m}$  haben und die ausgefüllt sind mit einer kleinen Wabenstruktur, deren Durchmesser  $900\text{nm}$  beträgt (Abb. 7). Dabei wurde eine  $1,9\mu\text{m}$  dicke PMMA Schicht auf einem mit Polyimid bedeckten vier Zoll Si-Substrat belichtet.

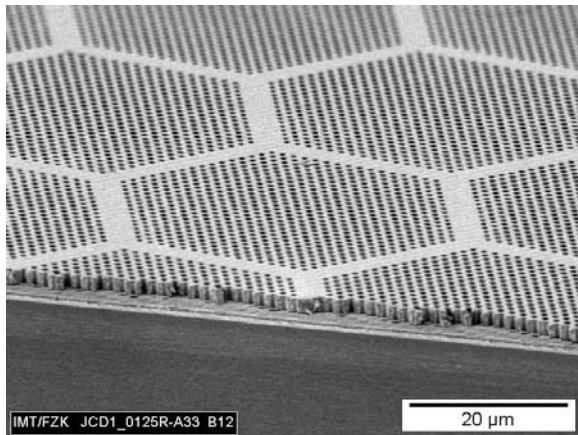


Abb. 7: Erste Ergebnisse in der Röntgenlithographie, Wabenstrukturen mit einer Schlüsselweite von  $900\text{nm}$  und einem Abstand von  $600\text{nm}$

Zur Dokumentation wurde die Wabenstruktur durchgebrochen um die saubere Entwicklung der Waben zu demonstrieren.

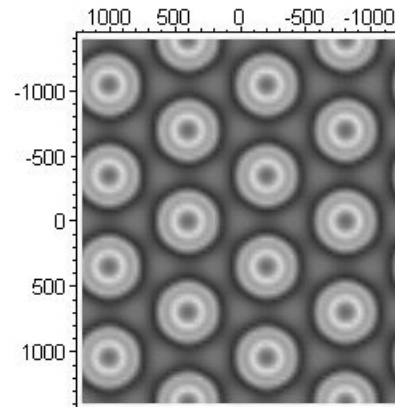
### 3.2 Holographische Lithographie

Bei der holographischen Lithographie wird eine Photolackschicht mit einem Interferenzmuster belichtet [10]. Der Photolack besitzt eine Schweleneigenschaft: Im sich anschließenden Entwicklungsprozess werden die unterbelichteten Bereiche aufgelöst und die überbelichteten Bereiche bleiben stehen (der verwendete Photolack SU-8 ist ein sog. negativer Photolack). Man erhält eine poröse Photolack-Luft-Struktur, deren Oberfläche der Isodosisfläche für den Wert der Schwelendosis entspricht.

Die Einstrahlrichtungen der interferierenden Laserstrahlen bestimmen den Gittertyp des Interferenzmusters. Für zweidimensional periodische Interferenzmuster benötigt man mindestens drei Strahlen. Hexagonale Interferenzmuster erhält man, wenn man die drei Einstrahlrichtungen gleichmäßig auf einem Kegelmantel verteilt. Die Kegelachse wurde senkrecht zur Photolackschicht gelegt. Der Öffnungswinkel des Kegelmantels bestimmt die Gitterkonstante, und er wurde so eingerichtet, dass sich ca.  $620\text{nm}$  ergeben.

Die Polarisierungen und Intensitäten der Strahlen bestimmen die Form der Poren. Der Einfluß der Strahlparameter wurde mit Hilfe von Computersimulationen untersucht. Für gleichsinnig zirkular polarisierte und gleich intensive Strahlen ist in Abb. 8 eine Simulation der Dosisverteilung in Falschfarbendarstellung zu sehen. Rot bzw. Lila bedeuten dabei die höchste bzw. niedrigste Belichtungsdosis.

Abb. 8: Simulation der Belichtungsdosis in Falschfarbendarstellung. Rot bedeutet die



höchste, Lila die niedrigste vorkommende Belichtungsdosis. Die Zahlenwerte am Rand sind Koordinatenangaben in nm.

Die Rasterelektronenmikroskop-Aufnahme in Abb. 9 zeigt eine Aufsicht auf das entsprechende experimentelle Resultat. Die höchste Dosis (rot in Abb. 8) befindet sich in jeder Säulenmitte. Bemerkenswert sind die Verbindungsstege zwischen den einzelnen Säulen, welche die Struktur mechanisch stabilisieren. Die dunkelblaue Isofläche aus Abbildung 8 entspricht ungefähr der Oberfläche der Photolackstruktur.

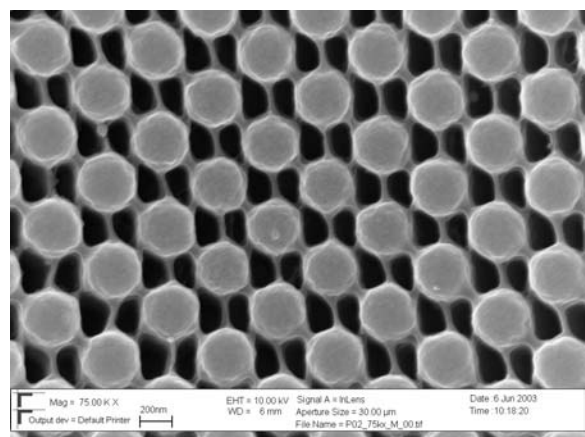


Abb. 9: Hexagonal angeordnete Säulen aus SU-8 ( $g=620\text{nm}$ ,  $d=400\text{nm}$ ) und zugehörige Simulationsergebnisse, die Resisthöhe betrug  $10\mu\text{m}$

Als Lichtquelle dient ein gepulster Nd:YAG-Laser mit frequenzverdreifachter Ausgangsstrahlung von  $355\text{nm}$ . Zur Belichtung wird ein einzelner

6ns-Impuls verwendet. Der Ausgangsstrahl wird in drei Teilstrahlen aufgeteilt, die innerhalb der ca.  $10\mu\text{m}$  dicken Photolackschicht zur Überlagerung gebracht werden (vgl. Abb. 10). Die belichtete Fläche hängt vom Strahldurchmesser ab, sie beträgt einige Millimeter. Um Rückreflexe zu unterdrücken, die sich dem Interferenzmuster störend überlagern würden, befindet sich die Photolackschicht auf einem Glassubstrat. Aus diesem wird die durchgehende Strahlung ausgekoppelt; sie trifft anschließend auf einen Absorber.

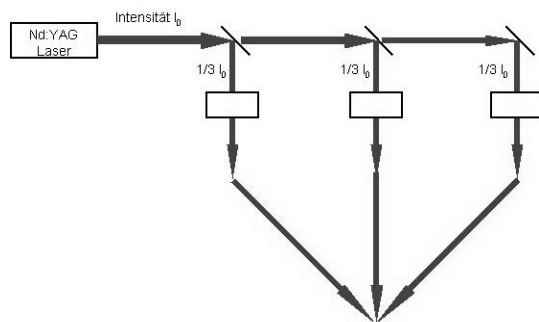


Abb. 10: Schema des optischen Aufbaus für die holographische Lithographie.

## Literatur

- [1] A. Birner, K. Busch, F. Müller *Photonische Kristalle Physikalische Blätter* 55, 27-33 (1999)
- [2] C. Liguda, G. Böttger, M. Eich et al *Polymer photonic crystal slab waveguides Appl. Phys. Lett.* Vol. 78, No 17, 2434-2436 (2001)
- [3] C. Cuisin et al *Sub-micrometer dielectric and metallic yablonovite structures fabricated from resist templates, Optical and Quantum Electronics* Vol. 34, No 13, 13-26 (2002)
- [4] F. Romanato, L. Businaro, E. Di Fabrizio et al *Fabrication by means of x-ray lithography of two-dimensional AsAs/AlGaAs photonic crystals with an unconventional unit cell, Nanotechnology* 13 644-652 (2002)
- [5] J.D. Joannopoulos, R.D. Meade, J.N. Winn, *Photonic Crystals: Molding the flow of light, Princeton Univ. Press* (1995)
- [6] R. Hillebrand, W. Hergert *Band gap studies of triangular 2D photonic crystals with varying pore roundness, Solid State Communications* 115, 227-232 (2000)

## 4. Zusammenfassung und Ausblick

Die Ergebnisse der Simulationen sowie die Ergebnisse erster Belichtungsexperimente zeigen, dass es möglich ist, in Polymeren hochpräzise Strukturen herzustellen, die für Anwendungen in der Nanooptik eingesetzt werden können. In zukünftigen Arbeiten wird es neben einer weiteren Prozessoptimierung und der Realisierung angepasster Strukturen notwendig sein, sich auch experimentell mit der Strukturierung von mehrschichtigen Systemen zu befassen. Nur dadurch können die Verluste in 2D photonischen Kristallen soweit vermindert werden, dass sie auch für technische Anwendungen interessant sind. Dazu gehört die Charakterisierung neuer Polymere, sowohl hinsichtlich ihrer optischen Eigenschaften als auch ihrer prozesstechnischen Eignung..

Weiterführende Arbeiten in der Röntgenlithographie werden sich neben einer Verbesserung der Maskentechnik auf die Optimierung des Resistsystems und die Bestrahlungstechnik konzentrieren, um noch kleinere Strukturen herzustellen

- [7] G. Böttger, C. Liguda, M. Schmidt, M. Eich *Improved transmission characteristics of moderate refractive index contrast photonic crystal slabs Appl. Phys. Lett.* Vol. 81, No 14, 2517-2519 (2002)
- [8] A. Last, J. Mohr (Dissertation vom 12.12.2002) *Fehllicht in LIGA-Mikrospektrometern, Wissenschaftliche Berichte der Forschungszentrum Karlsruhe GmbH, FZKA 6885, ISSN 0947-8620, 2003*
- [9] S. Achenbach *Deep Sub Micron High Aspect Ratio Polymer Structures Produced by Hard X-Ray Lithography, to be published Microsystems Technology*
- [10] Y.V. Miklyaev, D.C. Meisel, A. Blanco et al *Three-dimensional face-centered-cubic photonic crystal templates by laser holography: fabrication, optical characterisation and band structure calculations, APL* 82, 1284 (2003)

# Multifunktionale Nanokompositschichten mit Kohlenstoff für tribologische Anwendungen in der Mikrosystemtechnik

S. Ulrich, M. Stüber, H. Holleck

Institut für Materialforschung I, Forschungszentrum Karlsruhe

## Zusammenfassung

Multifunktionale Nanokompositschichten sind aufgrund ihrer herausragenden Eigenschaften als Schutz- und Funktionsschichten für tribologische Anwendungen in der Mikrosystemtechnik von besonderem Interesse, insbesondere Nanokompositschichten, bei denen sowohl metallische als auch kovalente Hartstoffe mit amorphem Kohlenstoff kombiniert werden. In diesen nanoskaligen Stoffverbunden sollen die positiven Eigenschaften der metallischen Hartstoffe (hier: TiC) oder der kovalenten Hartstoffe (hier: c-BN) mit den Eigenschaften des amorphen Kohlenstoffs, der die Funktion eines superharten Festschmierstoffs in das Schichtsystem einbringt, kombiniert werden. Die Herstellung der Nanokompositschichten erfolgt mittels Magnetronzerstäuben mit kontrollierten Neutralteilchen- und Ionenflüssen während der Schichtabscheidung. Die nanoskalige Konstitution wird durch EPMA, REM, AES, XPS, XRD, FTIR, TEM und HRTEM nachgewiesen. Die Neutralteilchen- und Ionenflüsse während des Schichtwachstums müssen dabei auf der Nanometerskala hinsichtlich der Stromdichte und Energie der jeweiligen Teilchenspezies gezielt eingestellt werden, weil diese neben den Materialparametern letztlich die mechanischen Eigenschaften wie beispielsweise die Vickershärte bestimmen. Dieser Zusammenhang konnte mit Hilfe des Modells der oberflächennahen, niederenergetischen Ionenimplantation qualitativ modelliert werden.

## 1. Einleitung

Nanokompositschichten besitzen aufgrund ihrer nanoskaligen Konstitution, ihrer herausragenden tribologischen und multifunktionalen Eigenschaften und ihrer hohen Schichtqualität ein großes Potential als Schutz- und Funktionsschichten für Komponenten der Mikrosystemtechnik. Durch ihren Einsatz sollten sowohl die Zuverlässigkeit wesentlich verbessert als auch die Lebensdauer der Produkte der Mikrosystemtechnik entscheidend erhöht werden. Eine Übersicht über BCN-Schichten ist in [1-3] und über TiC/C in [4,5] gegeben.

## 2. Experimentelles

Nanokompositschichten, bestehend aus kubischem Bornitrid und amorphem Kohlenstoff wurden mittels H.F.-Magnetronzerstäuben (400 W<sub>H.F.</sub>, 13,56 MHz) eines BCN-Targets in einem Argon/Stickstoffplasma (30 vol% Ar, 70 vol% N<sub>2</sub>) hergestellt. Der Druck beträgt 0,35 Pa, der Target-Substrat-Abstand 33 mm und die Substrattemperatur 250°C. Die Ionenergie wurde systematisch zwischen 25 eV und 300 eV für ein jeweils konstant gehaltenes Flußverhältnis von Ionen zu zerstäubten Boratomen (0,14; 0,23; 0,25; 0,27; 0,32 und 0,43) variiert [2]. Die TiC/C-Nanokomposit-schichten

wurden durch Gleichstrom-Magnetronzerstäuben (500 W<sub>D.C.</sub>) in einem reinen Argonplasma bei einem Druck von 0,6 Pa abgeschieden. Auch hier wurde der Einfluß der Argonionenenergie, die durch Anlegen einer Substratvorspannung gezielt eingestellt wurde, untersucht [4].

Zur Bestimmung des Schichtaufbaus wurde die Schichtdicke mit dem Kalottenschleifverfahren (Kalottenschleifgerät aldest der Firma LSRH), die Analyse der chemischen Zusammensetzung mit einer Mikrosonde (EMPA, Typ Cameca Camebax Mikrobeam), Röntgenphotoelektronenspektroskopie (XPS, PHI Modell 5600ci) und Augerelektronenspektroskopie (AES, Typ Auger Nanoprobe PHI 680), die Schichtmorphologie mittels Rasterelektronenmikroskopie (REM, Jeol, SM 840), die Struktur mittels Transmissionselektronenmikroskopie (TEM, HR-TEM, Phillips, CM30) und Röntgendiffraktometrie (XRD, Seifert, PAD II) analysiert.

Als Schichteigenschaften wurden die Vickershärte, die plastische Härte und der reduzierte Elastizitätsmodul (Fischer AG, Fischerscope H-100) sowie die Eigenspannung mit der Methode der Durchbiegung eines Siliziumbalkens durch die Eigenspannung der Schicht (Tencor, P-10 Surface Profiler) ermittelt.

Zur Bestimmung der Schichtverhaltens wurde die kritische Last des Versagens im Scratchtest (Firma CSEM, Revetest) bestimmt und Verschleißuntersuchungen (Firma CSEM, Pin-on-disk Tribometer) durchgeführt [4].

### 3. Ergebnisse und Diskussion

#### 3.1 c-BN/a-C-Nanokompositschichten

Der Schichtaufbau als Nanokomposit konnte durch die Kombination verschiedener Analyseverfahren eindeutig nachgewiesen werden:

Die atomare Kohlenstoffkonzentration wurde mittels AES zu 13,3 At% und das Verhältnis von Bor zu Stickstoff durch XPS zu 1,02 bestimmt. Desweiteren ergaben die AES-Untersuchungen, dass keine karbidischen B-C-Bindungen nachweisbar und die B-N-Bindungen  $sp^3$ -hybridisiert sind. Die XPS-Analysen zeigen, dass die Kohlenstoffatome hauptsächlich an Kohlenstoffatome und die Boratome an Stickstoffatome gebunden sind. Die Auswertung des FTIR-Spektrums (Abb. 1) zeigt, dass eine c-BN- Reststrahlenbande, keine C/N-Doppel und Dreifachbindungen und keine H-Bindungen nachgewiesen werden können. Röntgenbeugungsuntersuchungen (Abb. 2) zeigen eine nanokristalline Zinkblendestruktur (c-BN) und keine Signale, die von kristallinem Bor oder Borcarbide stammen könnten. Das HRTEM (Abb. 3) zeigt die Nukleation von c-BN ((111)-Ebenen) auf hexagonalem ternärem BCN ((002)-Ebenen).

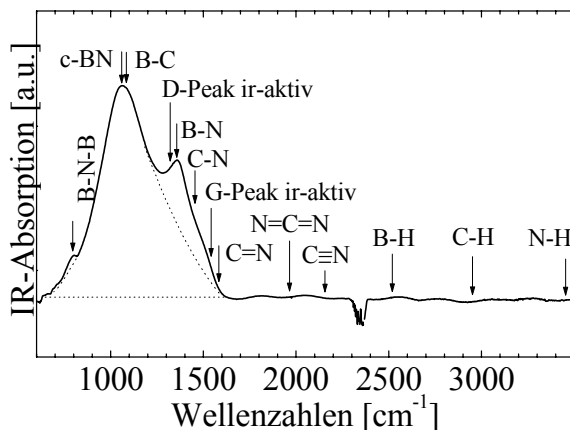


Abb. 1: FTIR-Spektrum einer c-BN/a-C-Nanokompositschicht.

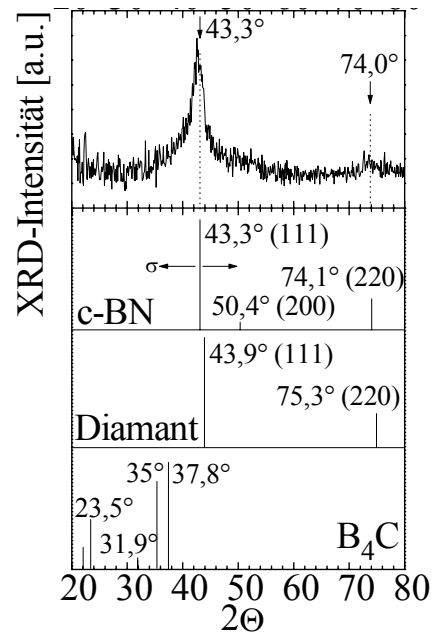


Abb. 2: XRD-Spektrum einer c-BN/a-C-Nanokompositschicht.

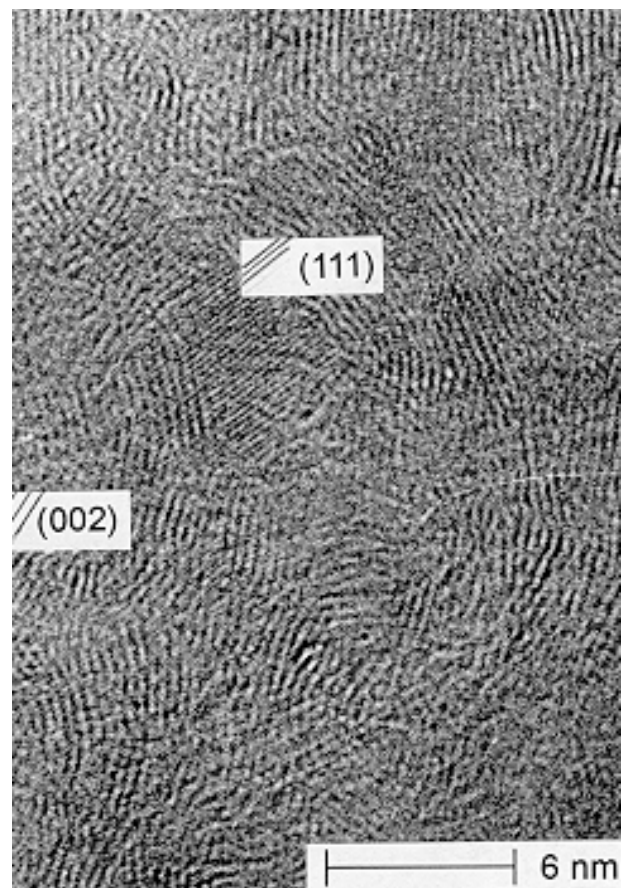
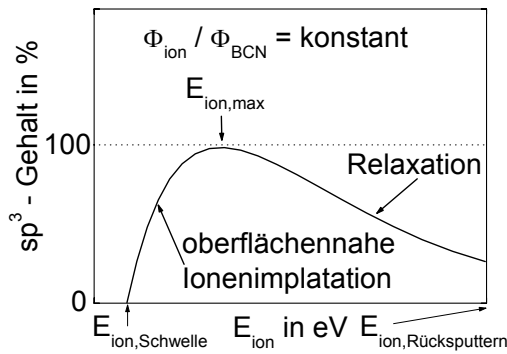
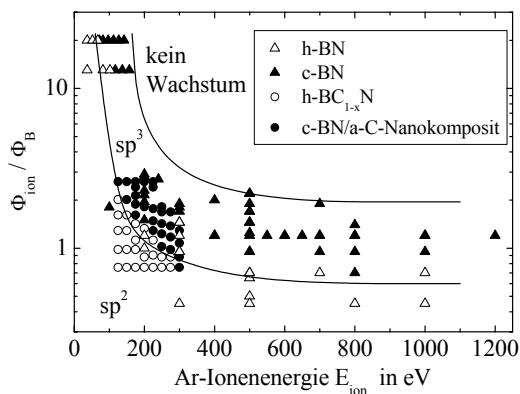


Abb. 3: HRTEM-Bild eines 50 nm dicken Schichtsystems senkrecht zur Oberfläche, bestehend aus einer c-BN/C-Nanokompositschicht ((111)-Ebenen) auf einer h-BCN-Nukleationschicht ((002)-Ebenen).



**Abb. 4:** Abhängigkeit des  $sp^3$ -Gehaltes von der Ionenenergie.

Die Ausbildung der kubischen Bornitrid- sowie der harten amorphen Kohlenstoffphase kann mithilfe des Modells der oberflächennahen, niederenergetischen Ionenimplantation modelliert werden [6-9]. Oberhalb einer energetischen Schwelle werden Oberflächenatome durch den Ionenbeschuss aus dem Plasma in tiefere Lagen versetzt, wodurch eine Erhöhung der Dichte und damit der  $sp^3$ -hybridisierten Bindungszustände erreicht wird. Im Falle des Bornitrids wird hier ein Übergang von der hexagonalen in die kubische Struktur hervorgerufen. Bei höheren Ionenenergien wird durch das Einbringen von Energie in den oberflächennahen Bereich eine Rückdiffusion zur Oberfläche angeregt und durch diesen Relaxationsprozess die Dichte und der  $sp^3$ -Gehalt wieder verringert. Durch die Überlagerung dieser beiden Effekte kommt es bei konstantem Verhältnis von Ionen zu schichtbildenden Teilchen zur Ausbildung eines Verdichtungsmaximums (Abb. 4). Erhöht man das Verhältnis von Ionen zu schichtbildenden Teilchen so verschiebt sich das Verdichtungsmaximum zu kleineren Werten der Ionenenergie. Abb. 5 zeigt dieses Verhalten für c-BN/a-C-Nanokompositschichten sowie für reine Bornitridschichten.

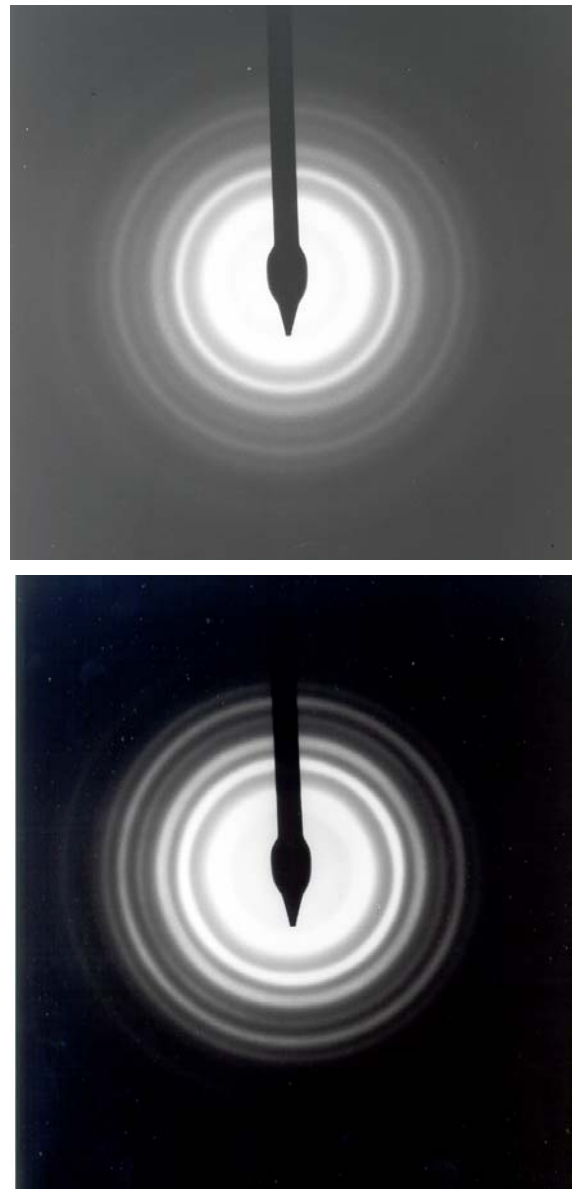


**Abb. 5:** Abhängigkeit der Ausbildung der kubischen Bornitridphase für reine Bornitrid- sowie für Borcarbonitridschichten.

### 3.2 TiC/C-Nanokompositschichten

Auch im Falle der Abscheidung von TiC/C-Schichten konnte der Schichtaufbau als Nanokomposit durch die Kombination verschiedener Analyseverfahren nachgewiesen werden:

Die mit XPS und EPMA bestimmte chemische Zusammensetzung der Schichten von [TiC] : [C] ergab sich zu 50 mol% : 50 mol%. Mittels Röntgenbeugungsuntersuchungen konnten drei Signale detektiert werden, die der (200)-, (111)- und (220)-Textur von Titancarbid zugeordnet werden konnten. Dieses Ergebnis wurde durch TEM-Analysen bestätigt (Abb. 6).



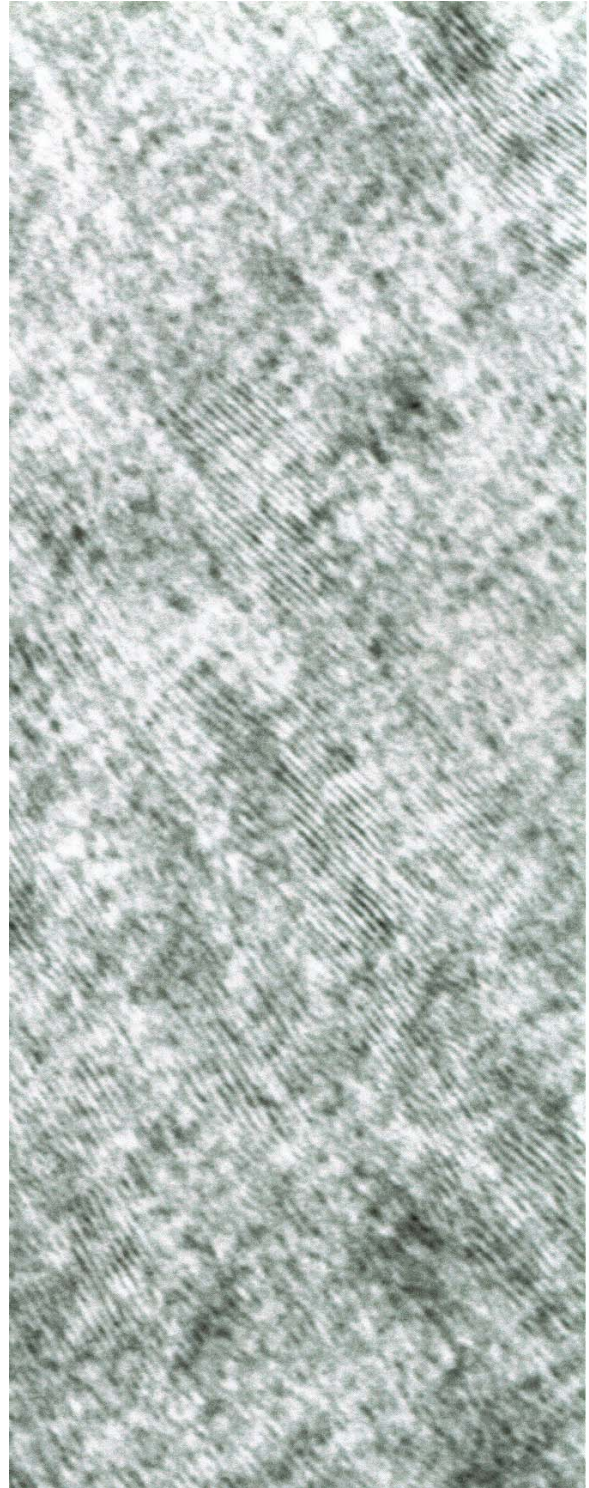
**Abb. 6:** TEM-Beugungsbild von TiC/C-Nanokompositschichten. Die Schichtherstellung erfolgte bei einer Substratvorspannung von 0 V (oben) bzw. -300 V (unten).



**Abb. 7:** TEM-Dunkelfeldaufnahmen von TiC/C-Nanokompositschichten. Die Schichtherstellung erfolgte bei 0 V (oben) und bei -300 V (unten) Substratvorspannung. Die hellen Streifen besitzen eine Breite von ungefähr 800 nm.

In Abb. 7 sind Dunkelfeldaufnahmen der TiC/C-Nanokompositschichten dargestellt. Bei der Schichtherstellung ohne Anlegen einer Substratvorspannung beträgt die Kristallitgrößenver-

teilung zwischen 6 nm und 17 nm. Wird bei der Schichtabscheidung eine Substratvorspannung von -300 V angelegt, so liegt die Kristallitgröße unter 6 nm. Abb. 8 zeigt einer HRTEM-Aufnahme dieser TiC/C-Nanokompositschicht.



**Abb. 8:** HRTEM-Aufnahme einer TiC/C-Nanokompositschicht. Die Herstellung erfolgte bei einer Substratvorspannung von -300 V

Die Erhöhung der Substratvorspannung bzw. der Ionenenergie bewirkt eine Verdichtung der Schicht und eine Erhöhung der Eigenspannung. Damit einhergehend steigt auch die Härte auf Werte über 4000 HV<sub>0,05</sub> (Abb. 9) an. Somit konnten superharte TiC/C-Nanokomposit-schichten synthetisiert werden. Im Vergleich zu den c-BN/a-C-Nanokomposit-schichten erfolgte die Abscheidung der TiC/C-Schichten bei einem geringeren Verhältnis von Ionen zu schichtbildenden Teilchen, da die Aufwachsrate größer ist und die Intensität des Plasmas am Substrat durch den höheren Target-Substrat-Abstand und durch den Wechsel vom H.F.- in den D.C.-Modus erhöht wird.

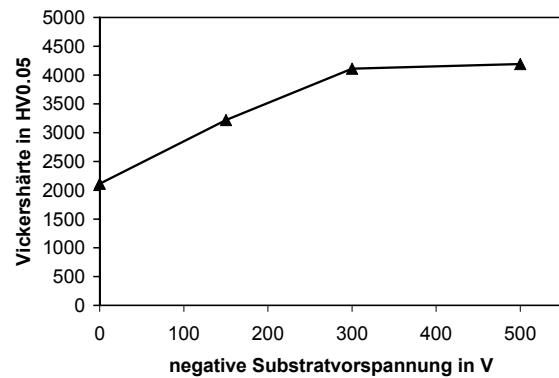


Abb. 9: Vickershärte von TiC/C-Nanokomposit-schichten in Abhängigkeit von der Substratvorspannung.

## Literatur

- [1] Holleck, H., Leiste, H., Stüber, M., Ulrich, S., „Nanoskalige Schutzschichten für hochbeanspruchte Werkzeuge und Bauteile“, *Z. Metallkd.* 94 (5) (2003) 621-627
- [2] Ulrich, S., Kratzsch, A., Leiste, H., Stüber, M., Schloßmacher, P., Holleck, H., Binder, J., Schild, D., Westermeyer, S., Becker, P., Oechsner, H., „Variation of carbon concentration, ion energy, and ion current density of magnetron-sputtered boron carbonitride films“, *Surf. Coat. Technol.* 116-119 (1999) 742-750
- [3] Ulrich, S., Ehrhardt, H., Theel, T., Schwan, J., Westermeyer, S., Scheib, M., Becker, P., Oechser, H., Dollinger, G., Bergmaier, A., „Phase separation in magnetron sputtered superhard BCN thin films“, *Diam. Relat. Mater.* 7 (1998) 839-844
- [4] Stüber, M., Leiste, H., Ulrich, S., Holleck, H., Schild, D., „Microstructure and properties of low friction TiC-C nanocomposite coatings deposited by magnetron sputtering“, *Surf. Coat. Technol.*, 150 (2002) 218-226
- [5] Voevodin, A.A., O'Neill, J.P., Zabinski, J.S., „Nanocomposite tribological coatings for aerospace applications“, *Surf. Coat. Technol.* 116-119 (1999) 36-45
- [6] Davis, C.A., „A simple model for the formation of compressive stress in thin films by ion bombardment“, *Thin Solid Films* 226 (1993) 30-34
- [7] Robertson, J., „The deposition mechanism of diamond-like a-C and a-C:H“, *Diam. Relat. Mater.* 3 (1994) 361-368
- [8] Lifshitz, Y., Kasi, S.R., Rabalais, J.W., Eckstein, W., „Subplantation model for film growth from hyperthermal species“, *Phys. Rev. B* 41 (1990) 10468-10480
- [9] Kulisch, W., Ulrich, S., „Parameter spaces for the nucleation and the subsequent growth of cubic boron nitride films“, *Thin Solid Films* 423 (2003) 183-195





## **Know-How Transfer**

**(Vertreter von Ausgründungen /  
Industriekooperationen)**



# Schwindungsfrei reaktionsgesinterte Dentalkeramiken – von der Materialentwicklung zum Produkt

E. Klose<sup>1)</sup>, E. Knorpp<sup>2)</sup>, H.-J. Ritzhaupt-Kleissl<sup>3)</sup>, J.R. Binder<sup>3)</sup>, J. Haußelt<sup>3)</sup>

<sup>1)</sup> KaVo Material GmbH, Im Forschungszentrum Karlsruhe, Postfach 3640, D-76021 Karlsruhe

<sup>2)</sup> KaVo Elektrotechnisches Werk GmbH, Wangener Str. 78, D-88299 Leutkirch

<sup>3)</sup> Forschungszentrum Karlsruhe, Institut für Materialforschung III, Postfach 3640, D-76021 Karlsruhe

## Zusammenfassung

Neben metallischen Legierungen oder unterschiedlichen Polymeren finden auch keramische Werkstoffe zunehmend Anwendung in der Dentaltechnik. Die Vorteile liegen in der mechanischen und chemischen Beständigkeit sowie der Biokompatibilität. Die technische Anwendung in Verbindung mit einem CAD/CAM System ist jedoch oft begrenzt wegen der unvermeidlichen Sinterschwindung. Durch Einsatz einer am Institut für Materialforschung III entwickelten reaktionsgesinterten Oxidkeramik auf ZrSiO<sub>4</sub>-Basis ist es jedoch möglich, keramische net-shape Komponenten herzustellen. Um dieses innovative Material erfolgreich in die Anwendung zu überführen, ist eine Anpassung der mechanischen Eigenschaften und des Formgebungsverfahrens an das Anforderungsprofil der Dentaltechnik unumgänglich. Im vorliegenden Beitrag wird eine kurze Übersicht über die Entwicklung dieses Materials, seine Eigenschaften und das Formgebungsverfahren gegeben sowie der Weg zur Anwendung als „festsitzender Zahnersatz“ dargestellt. Um den Transfer zu realisieren, arbeiten das Forschungszentrum Karlsruhe und die Firma KaVo, eine der führenden Hersteller auf dem Dentalsektor, als Kooperationspartner zusammen.

## 1. Einleitung

Im Jahr 2000 startete eine Kooperation zwischen der Firma KaVo EWL GmbH und dem Forschungszentrum Karlsruhe. Ziel der gemeinsamen Aktivitäten war es, eine im Institut für Materialforschung III entwickelte schwindungsfrei sinternde und im ungesinterten Zustand leicht spanabhebend bearbeitbare Oxidkeramik an die Anforderungen der Dentaltechnik anzupassen und diese Keramik als Produkt für festsitzenden Zahnersatz (HPC high-performance ceramic) auf den Markt zu bringen. Materialeitig waren dazu folgende Voraussetzungen zu erfüllen:

- Die keramischen Rohlinge (Grünkörper) müssen leicht und exakt mit Genauigkeiten im Mikrometerbereich mechanisch bearbeitbar sein und sollten nach dem Sintern entsprechende Dimensionstreue aufweisen.
- Die Gesamtprozesszeit vom Grünling zum Sinterteil soll nicht länger als einen Tag betragen.
- Die Biegebruchfestigkeit muss die Anforderungen zur Herstellung von Einzelkronen sowie von dreigliedrigen Frontzahnbrücken erfüllen.
- Die thermische Prozessführung muss an die Gegebenheiten eines Dentallabors angepasst sein, d.h. sicher und unempfindlich sein (Ofentoleranzen).

- Insgesamt sollte am Ende der Entwicklung ein wirtschaftlich zu fertigendes und vertreibbares Produkt stehen. Hierbei war eine Fertigungslinie für entsprechende Grünkörper ("Blanks") aufzubauen, die, an Dentallabors ausgeliefert, sich mit dem von KaVo EWL entwickelten CAD/CAM System "KaVo Everest" auf Maß fräsen und anschließend nachbearbeitungsfrei sintern lassen.

Die Erreichung dieser Ziele sollte im Rahmen eines Kooperationsabkommens zwischen KaVo EWL GmbH und dem Forschungszentrum Karlsruhe realisiert werden.

## 2. Wissenschaftlicher Stand zu Beginn der Kooperation

Den günstigen Eigenschaften der Oxidkeramiken für die Anwendbarkeit in der Dentaltechnik steht ein gewisser Fertigungsaufwand entgegen. Ein spezieller Nachteil ist die unvermeidbare Sinterschwindung. Um geringe Fertigungstoleranzen zu realisieren, ist oft eine aufwendige Nacharbeit an der Sinterkeramik nötig. Diese Endbearbeitung kann aber bis zu 70% der Fertigungskosten ausmachen. Eine Möglichkeit zur Verbesserung der Genauigkeit bei der Herstellung keramischer Komponenten kann durch die Vermeidung der Sinterschwindung durch Reaktionssintern erreicht werden.

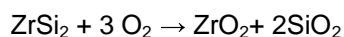
Im Institut für Materialforschung III des Forschungszentrums Karlsruhe wurden reaktions-

gesinterte Keramiken auf Zirkoniumsilikat-Basis (ZircoDur®) entwickelt, bei denen die Sinterschwindung völlig kompensiert werden kann. Hierbei wird Zirkoniumdisilicid unter Volumenzunahme oxidiert [1] und im gleichen Prozess dicht gesintert. Weiterhin konnte gezeigt werden, dass die Grünkörper sich einfach und sehr genau spanabhebend formen lassen.

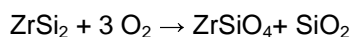
## 2.1 Prinzip des Reaktionssinterverfahrens

Zunächst wurde im Rahmen einer Dissertation die Basis für das Verfahren zur Herstellung von reaktionsgesinterten  $ZrSiO_4$ -Keramiken entwickelt [2]. Weitere grundlegende Untersuchungen wurden von Hennige et al. [3,4] durchgeführt. Ausgangspunkt dieses Reaktionsbindungsverfahrens sind Mischungen aus Zirkoniumdisilicid ( $ZrSi_2$ ), Zirkoniumdioxid ( $ZrO_2$ ) und ein Si-organischer Binder, nämlich Polymethylsilsesquioxan. Die aktive Komponente  $ZrSi_2$ , auch „Precursor“ genannt, findet hier Verwendung, weil dessen Oxidation gut kontrollierbar ist und zudem mit einer Volumenzunahme von ca. 106 % verbunden ist. Durch berechnete Anteile der inerten Komponente  $ZrO_2$  kann die Zusammensetzung der Sinterkeramik variiert und damit die Werkstoffeigenschaften beeinflusst werden. Der speziell für die Formgebung wichtige Binder ist hier ein low loss Binder, der während der Temperaturbehandlung mit Luftsauerstoff reagiert und weitgehend zu  $SiO_2$  pyrolysiert.

Bei der Oxidation von Zirkoniumdisilicid  $ZrSi_2$  laufen formal folgende Reaktionen ab:



bzw.



Hierbei ergeben sich aus 1  $cm^3$   $ZrSi_2$  ca. 2  $cm^3$  ( $ZrSiO_4 + SiO_2$ ). Die Volumenanteile dieser beiden Phasen betragen 62,7 %  $ZrSiO_4$  und 37,3%  $SiO_2$ . Die erforderliche Gründichte wiederum wäre in diesem Fall 50%. Der Ausbrand des Binders erhöht den  $SiO_2$  Anteil. Das zugegebene  $ZrO_2$  reagiert mit überschüssigem  $SiO_2$  ebenfalls weiter zu  $ZrSiO_4$ .

Bei konstanter Sinterdichte wird die Schwindungsfreiheit stets über eine genau einzuhalten- de Gründichte erreicht. Durch geeignete Abstimmung der Ausgangsstoffe lassen sich so die Zusammensetzung und damit auch die Eigenschaften der durch den Reaktionssinterprozess entstehenden Keramik einstellen. Gleichzeitig beeinflusst die gewählte Materialzusammensetzung aber auch die notwendige Formgebungstechnik und zwar über die erforderlichen Gründichten. Ist bei der Zusammensetzung aus 100%  $ZrSi_2$  als Ausgangsprodukt und mit dem Reaktionsprodukt  $ZrSiO_4 + SiO_2$  noch eine Gründichte

von 50% erforderlich, um einen schwindungsfreien, dichten Sinterkörper zu erhalten, erhöht sich diese bei einem gewünschten Endprodukt von 100%  $ZrSiO_4$  und der entsprechenden Ausgangsmischung auf 66%. Berücksichtigt man noch die zur Formgebung oder zum Sintern erforderlichen Press- und Sinterhilfsmittel, erhöht sich die erforderliche Gründichte weiter.

## 3. Verfahrensweiterentwicklung zur Herstellung maßgetreuer Keramikkomponenten

### 3.1 Zirkoniumsilikat-Keramiken

Zirkoniumsilikat  $ZrSiO_4$ , bekannt in Form des Minerals Zirkon, kristallisiert in einer tetragonalen Kristallstruktur. Die Dichte beträgt 4,67  $g/cm^3$ .  $ZrSiO_4$  weist einen sehr niedrigen thermischen Ausdehnungskoeffizienten von ca.  $4 \times 10^{-6}$  auf. Von Mori [5] wurden Biegebruchfestigkeiten von ca. 400 MPa und Risszähigkeiten im Bereich von  $3,4 - 4 \text{ MPa} \sqrt{m}$  gemessen. Für Anwendungen im Dentalbereich interessant sind die hohe Biegebruchfestigkeit, Abrasionsbeständigkeit, sowie der geringe thermische Ausdehnungskoeffizient von ca.  $4 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ , was im Allgemeinen eine gute Thermoschockbeständigkeit erwarten lässt.

Neben der Reaktionssynthese war und ist deshalb eines der Entwicklungsziele das Erreichen bestmöglicher Festigkeiten innerhalb dieser Keramikklasse. Dies kann erreicht werden durch gezielte Änderung der Material- und damit der Phasenzusammensetzung im Dreistoffsystem  $Zr-Si-O$ , vorzugsweise in Richtung auf höhere Anteile von  $ZrO_2$ . Auch die Sinterdichte und die Verwendung von Sinterhilfen können Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften haben.

So wurden hinsichtlich der Ausgangsmaterialien, mit Hinblick auf die Phasenanteile im Endprodukt, unterschiedliche Zusammensetzungen getestet [6].

### 3.2 Formgebung durch mechanische Bearbeitung vorverdichteter Rohlinge

Zunächst wurden die beiden Komponenten  $ZrSi_2$  und  $ZrO_2$  mischgemahlen. Anschließend wurde der Si-organische Binder gelöst und mit dem vorgemahlten Pulver gemischt, so dass eine homogene Suspension erzielt wurde, die sich dann durch Sprühtrocknen granulieren ließ.

Das so erhaltene Granulat dient als Grundlage zur Herstellung von Formkörpern, die sich durch spanabhebende Verfahren im ungesinterten Zustand (als Grünkörper) strukturieren lassen. Die Herstellung der Formkörper erfolgte durch einen zweifachen Pressvorgang. Zuerst wurde das Granulat durch axiales Pressen zu zylinder-

förmigen Rohlingen vorgeformt. Die endgültige Formgebung auf die gewünschte Grunddichte, die jeweils von der Materialzusammensetzung abhängt, und auf die ebenso notwendige homogene Dichteverteilung wurde in einem zweiten Schritt durch Isostatpressen bei Drücken zwischen 300 und 500 MPa durchgeführt. Die erreichten Grunddichten lagen hier bei Werten um 80% th.D. Durch den hohen Anteil an organischen Substanzen im Granulat lassen sich diese hohen Dichtewerte problemlos erreichen. Die anschließende Formgebung findet in der Regel durch Fräsen mit Werkzeugen aus Werkzeugstahl oder Hartmetall statt. Beispiele für spanabhebend hergestellte Mikroteile sind in Abb. 1 zu sehen.



Abb.1: Spanabhebend gefertigte Grünkörper und daraus schwindungsfrei gesinterte Mikroteile

### 3.3 Thermische Prozessführung

Der wichtigste Prozessschritt für die Einhaltung der Dimensionstreu bei der Herstellung von keramischen Komponenten durch Reaktionssintern ist die thermische Prozessführung. Hierbei müssen nicht nur die bei der Formgebung eingebrachten Hilfsstoffe wieder entfernt und der poröse Körper dichtgesintert werden, sondern es ist dafür zu sorgen, dass die gewünschte, die Sinterschwindung kompensierende, volumenvergrößernde Reaktion gezielt ablaufen kann. Dabei ist insbesondere zu gewährleisten, dass der gasförmige Reaktand, im vorliegenden Falle Luftsauerstoff, ungehindert die Precursorpartikel erreichen kann, die zur keramischen Phase reagieren sollen. Ausführliche Untersuchungen zur Reaktionskinetik von  $ZrSi_2$ , mit Sauerstoff zu  $ZrO_2$ ,  $SiO_2$  und  $ZrSiO_4$ , wurden am Institut für Mikrosystemtechnik der Universität Freiburg durchgeführt [7]. Aufgrund dieser Untersuchungen konnte die ursprünglich benötigte Prozesszeit von bis zu 120 h auf unter 20 h verkürzt werden.

Ganz bedeutend ist hierbei, dass die Pyrolyse des Binders und der Sintervorgang möglichst in getrennten Temperaturbereichen ablaufen (Abb. 2).

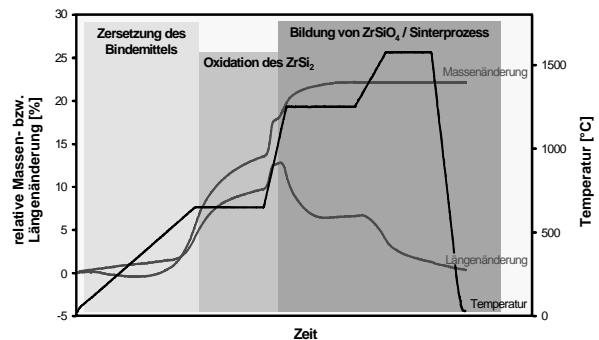


Abb.2: Schematische Darstellung der thermischen Prozessführung beim Reaktionssintern von Zirkonkeramiken

### 3.4 Charakterisierung

Nach dem Reaktionssinterprozess wurden die keramischen Proben mittels folgender Charakterisierungsmethoden untersucht:

- Chemische Analyse durch Röntgenfluoreszenzanalyse RFA
- Röntgenfeinstrukturanalyse zur Identifizierung der auftretenden Phasen
- Quecksilberporosimetrie zur Messung der Sinterdichte bzw. der resultierenden offenen Porosität
- Messung der mechanischen Eigenschaften Biegebruchfestigkeit und Risszähigkeit

Im binären Schnitt  $ZrO_2 - SiO_2$  des ternären Phasendiagramms  $Zr-Si-O$  existiert  $ZrSiO_4$  als einzige ternäre Phase. Diese zersetzt sich peritektoid bei einer Temperatur von  $1676^\circ C$  zu  $ZrO_2$  und  $SiO_2$  [8]. In Abhängigkeit von der Stöchiometrie kann sich entweder  $ZrO_2$  oder  $SiO_2$  als weitere Phase bilden. In der Praxis wird das chemische Gleichgewicht nicht erreicht. Es sind immer 3 Phasen koexistent. Röntgenographisch lassen sich die Hauptphase Zirkoniumsilikat und wenig  $ZrO_2$  jeweils in tetragonaler Modifikation nachweisen, während die dritte Phase sowohl als kristallines  $SiO_2$  (Cristobalit) erscheint als auch überwiegend als Si-reiche, röntgenamorphe Glaspase vorliegt. Das Gefüge einer gesinterten Keramik mit dem entsprechenden Phasenbestand zeigt Abb. 3.

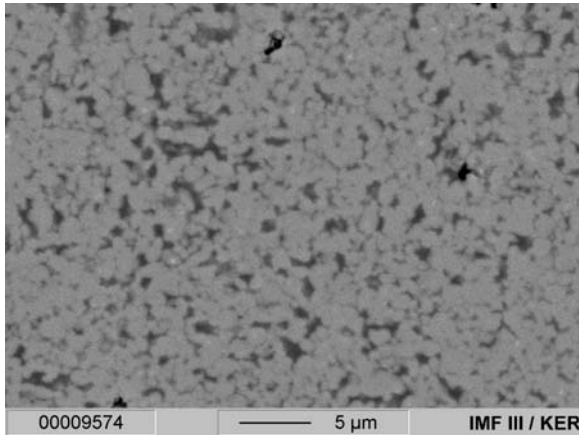


Abb. 3: REM-Aufnahme des Gefüges einer reaktionsgesinterten Zirkonkeramik (Materialkontrast) Sichtbare Phasen: dunkel -  $\text{SiO}_2$ ; hellgrau -  $\text{ZrSiO}_4$ ; weiß -  $\text{ZrO}_2$ .

#### 4. Industrielle Anwendung der schwindungsfreien Keramik

##### 4.1 Das KaVo Everest System

1994 begann die Firma KaVo EWL GmbH als einer der europaweit führenden Hersteller von Dentalausstattungen mit der Entwicklung des KaVo Everest® Systems [9]. Mit diesem hochmodernen CAD/CAM System sollte ermöglicht werden, diverse Zahnersatzmaterialien äußerst präzise und sehr wirtschaftlich an einem Arbeitsplatz fertigen, also höchste Wertschöpfung im eigenen Labor betreiben zu können. Mittlerweile ist der Vertrieb der gefragten Komplettlösung sehr erfolgreich angelaufen. Als ein zentraler Bestandteil der verarbeitbaren Materialangebotspalette sollen die in verschiedenen Größen als HPC-Blanks erhältlichen Grünkörper markteingeführt werden. Das KaVo Everest System (Abb. 4) besteht aus drei Systemkomponenten: einer Messeinheit (KaVo Everest® scan), der Fräs- und Schleifeinheit (KaVo Everest® engine) und dem Sinterofen (KaVo Everest® therm). Das System ist so konzipiert, dass das vom Zahn-techniker erstellte Wachsmodell in beliebigem Verhältnis auf verschiedene Materialien übertragen werden kann (im Fall der HPC-Keramik 1:1). Nach Erfassung der Modelldaten und Übersetzung in einen CAD/CAM Datensatz können mittels der 5-achsigen Fräseinheit die HPC-Blanks im Grünzustand präzise in die Endform gefräst und anschließend gesintert werden. Der Sinterofen wurde speziell auf die schwindungsfreie Keramik hin optimiert. Die erzielbare Detailtreue wird vor allem bei der Gestaltung der Kauflächen deutlich (Abb. 5).



Abb. 4: Das KaVo Everest-System als spanabhebende Mikrostrukturierungseinheit.

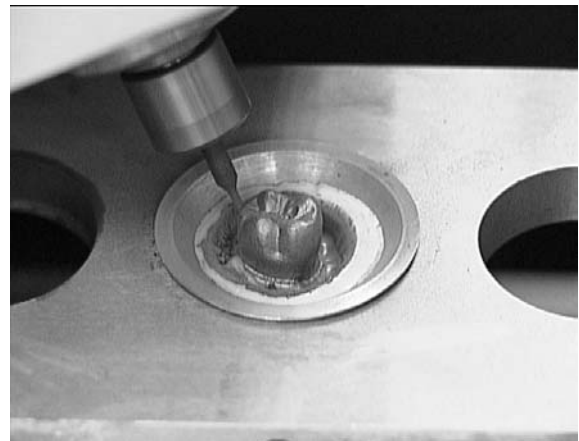


Abb. 5: Fräsen eines HPC-Grünkörpers mittels der KaVo Everest engine Fräseinheit.

##### 4.2 Wissenstransfer und Upscaling

Die Entwicklungen, die zuvor in Abschnitt 3 beschrieben wurden, wurden in der Abteilung Keramik am Institut für Materialforschung III im Forschungszentrum Karlsruhe im Rahmen des Programms „Mikrosystemtechnik“ durchgeführt. Eigenes, vorzugsweise materialeitiges Forschungsinteresse des Institutes konnte in der Entwicklungskooperation mit den Belangen des Industriepartners positiv vereint werden. Es wurde eine vollständige Prozesskette von der Auswahl der Grundsubstanzen über die Synthese der Keramik bis hin zur Grünbearbeitungsstrategie entwickelt. Für eine erfolgreiche Produktentwicklung, d. h. die Übertragung der Resultate in die industrielle Anwendung und für die geplante Serienfertigung wurde eine Tochterfirma der KaVo GmbH, die Firma KaVo Material GmbH gegründet und eine entsprechende Produktionslinie aufgebaut. Sämtliche im Labor ermittelten Prozessparameter wurden auf diese „großen Maschinen“ als fortan festgelegte Produktionsparameter übertragen. Diese weitere Zusam-

menarbeit gewährleistet eine reibungslose Übertragbarkeit vom Labormaßstab- in die industrielle Fertigung. Zusammen mit dem Wechsel eines an der Entwicklung der Keramik maßgeblich beteiligten Wissenschaftlers zur Firma KaVo Material GmbH in eine verantwortliche Position stellt sich hier das Modell einer Firmengründung dar, die auf Entwicklungsergebnissen des Forschungszentrums Karlsruhe beruht.

## 5. Festsitzender Zahnersatz aus HPC-Keramik

Wie bereits erwähnt werden zur Verarbeitung von HPC-Keramik mit dem KaVo Everest System werden weder aufwendige Diamantwerkzeuge benötigt (standardmäßig werden Hartmetallfräser eingesetzt) noch tritt ein signifikanter Werkzeugverschleiß auf [10]. Ein weiterer Vorteil des Materials ist, dass auch eine manuelle Bearbeitung möglich ist. Dadurch kann der Zahn-techniker die Arbeit im Artikulator überprüfen und bis zum Schluss Korrekturen vornehmen. Nach dem Sinterschritt bedarf es in der Regel keiner weiteren Hartbearbeitung des eingliedbaren Zahnersatzes.

Zahnkronen aus diesem Material vor und nach dem Sintern zeigt Abb. 6.



Abb. 6: Gefräste, passgenaue Dentalkronen vor und nach dem Reaktionssintern.

## 6. Zusammenfassung und Ausblick

Die Kommerzialisierung eines leistungsfähigen keramischen Materials, das für Anwendungen in der Mikrotechnik erforscht wurde, konnte erfolgreich weiterentwickelt und in den Dentalbereich überführt werden. Dies gelang mittels einer Kooperation des Forschungszentrums Karlsruhe GmbH und der Firma KaVo EWL GmbH als Hersteller von Dentalprodukten. Wesentliche Grundsteine für den Gesamterfolg waren einerseits kompetente und anwendungsorientierte

F+E Aktivitäten des Forschungsinstitutes und andererseits die technische Entwicklungsleistung und vertrauensvolle Zusammenarbeit seitens KaVo.

Zukünftige Weiterentwicklungen auf dem Dentalsektor sind angedacht, z. B. für die Herstellung vollkeramischer Brücken, wo höhere Festigkeiten gefordert sind. Hier ist insbesondere an eine Material-Weiterentwicklung zu denken, d.h. an den Einsatz anderer Zusammensetzungen oder Precursoren. Erste ermutigende Ergebnisse hierzu liegen derzeit bereits vor.

## 7. Literatur

- [1] J. R. Binder, S. Ray, E. Klose, *Schwindungsfrei Keramiken im System Zr-Si-O*, J. Kriegesmann DKG Technische Keramische Werkstoffe, 70 (2002) 3.6.4.4.
- [2] V. D. Hennige: *Verfahrens- und Werkstoffentwicklung zur Herstellung oxidkeramischer Mikroformteile mit minimiertem Sinterschrumpf*, Dissertation Shaker-Verlag Aachen, 1998.
- [3] V. D. Hennige, H.-J. Ritzhaupt-Kleissl, J. Haußelt: *Verfahren zur Herstellung schrumpfungsfreier ZrSiO<sub>4</sub>-Keramiken*, *Keram. Z.* 50 (1998), 262 – 265.
- [4] V. D. Hennige, H.-J. Ritzhaupt-Kleissl, J. Haußelt, *Deutsches Patent DE 195 47 129*, 1995, sowie *Europäisches Patent EP 0779 259*.
- [5] T. Mori, M. Hoshino, H. Yamamura, H. Kobayashi, T. Mitamura, *J. Ceram. Soc. Japan, Int.Ed.* 98 (1990), 1023 – 1028.
- [6] E. Klose, J.R. Binder, H.-J. Ritzhaupt-Kleissl, J. Haußelt, *Symposium D4: "Biomaterials: Mechanical Properties, Degradation and Interface to the Biosystem"*, *Materials Week 2001, München*.
- [7] K. Honnef, *Untersuchung und Optimierung des Reaktionsverhaltens schwindungsfreier Zirkoniumsilikat-Keramiken*, Dissertation Universität Freiburg, 2002.
- [8] L. Doerner, J. Gauckler, H. Krieg, H.L. Lukas, G. Petzow, J. Weiss, *CALPHAD* 3 (1979), 241.
- [9] F. Trauth und U. Busch: *Everest- Das einzige komplette System für die wirtschaftliche Fertigung von Zahnersatz*, *dental dialogue spezial issue* (2002) 1-8.
- [10] J. R. Binder, H.-J. Ritzhaupt-Kleissl, J. Haußelt: *Keramischer Zahnersatz aus einer schwindungsfreien Zirkonkeramik*, *dental dialogue* 6 (2001), 684 – 686.





# Elektronische Nasen als universelle Zustandsmelder: Ein Markt mit Zukunft

Markus Frietsch  
SYSCA AG, Knittlingen

## Zusammenfassung

Elektronische Nasen gestatten wie die biologische Nase eine Erkennung und Quantifizierung von Gasensembles, wie sie Gerüche häufig darstellen, allerdings mit größerer Bandbreite detektierbarer Gase und Einsetzbarkeit rund um die Uhr. Elektronische Nasen können z.B. Aufschluss geben über einen Prozesszustand, eine Produktqualität oder eine Gefahrensituation. So wird die Elektronische Nase zu einem universellen chemischen Zustandsmelder, der wichtige Informationen liefert, um beispielsweise Prozesse zu überwachen und zu regeln, so dass intelligente Systeme der Zukunft damit realisiert werden können. In dem Maße, wie es gelingt, Elektronische Nasen kostengünstiger und kleiner zu machen ohne gasanalytische Leistung einzubüßen, erweitert sich die Anwendungspalette und steigt das Marktvolumen. Ein immenser Markt mit einer großen Vielfalt von Anwendungen in Haushalt, Automobil, Gebäudetechnik oder im Homecare-Bereich eröffnet sich gar, wenn Elektronische Nasen in Größe einer Streichholzschachtel für unter 50 € erhältlich sind und in Massenprodukte integrierbar werden. Auf Basis der Karlsruher Mikronase KAMINA will SYSCA Elektronische Nasen fertigen und vermarkten, die zunächst Anwendungen höherer Preiskategorie bedienen, aber in der Perspektive zur Integration in Massenprodukte fähig gemacht werden sollen.

## 1. Einleitung

Wie viele technische Entwicklungen hat auch die Elektronische Nase ein Vorbild in der Natur: die Nase von Mensch und Tier. Das gasanalytische Organ Nase erlaubt es z.B. uns Menschen, chemische Zustände in unserer Lebensumwelt empfindlich und schnell zu erfassen und entsprechend darauf zu reagieren. Beeindruckend ist dabei die Vielseitigkeit unserer Nase, die für verschiedenste Gase empfindlich ist und auch feine Unterschiede in der Art der Gase feststellen kann. Selbst Flüssigkeiten und feste Körper lassen sich per Geruchssinn unterscheiden, da sie fast immer auch flüchtige Bestandteile enthalten und damit Gase abgeben.

### 1.1 Was leistet eine Elektronische Nase?

In gleicher Weise wie beim Riechvorgang mit der biologischen Nase erfolgt die Gasanalyse mit der Elektronischen Nase nicht im Sinne der klassischen chemischen Analytik, die Gasatmosphäre möglichst in alle Einzelbestandteile zu zerlegen, sondern vielmehr integral, d.h. ein Geruch, der ein Ensemble aus verschiedenen Gasen darstellt, wird durch seine Art qualitativ und durch seine Intensität quantitativ bestimmt. Dies bedeutet jedoch nicht, dass die Information über die Einzelkomponenten eines Geruchs und deren quantitative Anteile verloren ginge, denn ein Geruch wird durch die Art der Komponenten

und ihre Konzentrationsverhältnisse bestimmt. So werden Änderungen der Art der Komponenten, aber auch bloße Unterschiede in den Anteilen, bei sonst gleicher Zusammensetzung, als unterschiedliche Geruchsnoten wahrgenommen.

Häufig ist ein Geruch sozusagen ein Fingerabdruck, über den eine Produktqualität, ein Prozesszustand oder eine Gefahrensituation erkannt werden kann. Beispielsweise warnt der typische Geruch vor verdorbenen Lebensmitteln oder zeigt an, wenn beim Braten oder Backen etwas anbrennt, oftmals sind auch gesundheitsschädliche Gase an einem unangenehmen Geruch erkennbar. In analoger Weise wie die biologische Nase, kann die Elektronische Nase als universeller chemischer Zustandsmelder fungieren, der über eine Geruchserkennung wichtige gasanalytische Informationen für entsprechendes Handeln, Reagieren oder Eingreifen liefert.

### 1.2 Bedarf an Elektronischen Nasen

Mehr und mehr wird heute eine flächendeckende allumfassende Analytik gefordert, sei es z.B. bei einer lückenlosen Kontrolle der Lebensmittel beginnend bei der Erzeugung bis hin zum Endverbraucher, beim systematischen Aus- und Aufbau der Qualitätssicherung in der Produktion, bei einer umfassenderen Umweltüberwachung oder bei der Realisierung einer immer eingehenderen medizinischen Diagnostik. Es besteht daher ein

beträchtlicher Bedarf an adäquaten Analysemethoden und -instrumenten. Dabei ist eine lückenlose Kontrolle, weite Verbreitung und ständige Verfügbarkeit der Analytik gewünscht, dies ist jedoch nur dann realisierbar, wenn die Kosten der Analyse weit niedriger als heutzutage sind und auch der Zeitaufwand minimal ist. In Hinblick auf optimalen Nutzen ist zudem eine möglichst kontinuierlich und vor Ort einsetzbare Analytik gefordert. Es sind daher zugleich leistungsfähige, mobile, einfach handhabbare und preisgünstige Analyseinstrumente gefragt.

Intelligente Systeme, die anhand analytischer Informationen Prozesse autonom führen, die überwachen, regeln und ohne menschliches Zutun auf Zustandsveränderungen reagieren, können die Bewältigung der unterschiedlichsten Aufgaben aus den oben genannten Bereichen enorm erleichtern. Dies betrifft nicht nur industrielle Einsatzfelder sondern immer mehr auch den Verbraucher, dessen Sicherheit, Versorgung und Gesundheit durch eine autonom agierende Technik gewährleistet werden soll. Bei der Entwicklung einer, den genannten Aufgaben angemessenen Analytik ist zu beachten, dass diese außer einem anwendungsgerechten Preis geringe Anforderungen an Platzbedarf und Energieverbrauch stellt. Mit herkömmlichen Analysekonzepten (wie etwa der Gaschromatographie, der IR-Spektroskopie oder der Massenspektrometrie) ist dies nicht zu schaffen, hier sind neuartige analytische Sensorsysteme gefordert.

Ein solch neuartiges Sensorsystem ist die Elektronische Nase, die den oben genannten Anforderungen hervorragend gerecht wird und auch beste Voraussetzungen mitbringt, um in technische Systeme integriert zu werden und diese mit gasanalytischer Intelligenz auszustatten. Eine Elektronische Nase hat nicht nur ein hohes gasanalytisches Leistungsvermögen zu bieten, sie ist darüber hinaus in Mikrosystembauweise herstellbar und somit zugleich klein und enorm kostengünstig zu realisieren. Sie ermöglicht eine schnelle kontinuierliche Messung und damit den Zugang zu Analyseinformationen in Echtzeit, die für Regelungsmechanismen genutzt werden können. Davon abgesehen ist die Elektronische Nase dem biologischen Pendant in einigen Punkten überlegen: sie besitzt ein breiteres Empfindlichkeitsspektrum, bietet eine objektive Analyseleistung, kann kontinuierlich und langzeitstabil arbeiten und ist auch in rauen Umgebungsbedingungen (z.B. im Abgas) einsetzbar.

Die Einsatzfelder Elektronischer Nasen sind dabei äußerst vielfältig: sei es Luftqualitätsüberwachung, Baustoffprüfung, Zubereitung von Lebensmitteln, Kontrolle von Heizungsanlagen, Gasleckdetektion oder Atem- und Hautgeruchsanalyse für die medizinische Diagnostik, all dies

sind mögliche Anwendungen Elektronischer Nasen, die die enorme Bandbreite der Anwendungspalette demonstrieren.

## 2. Marktposition und Markterwartungen

Die ersten kommerziellen Elektronischen Nasen kamen etwa 1992 auf dem Markt. Für den Labor- und Industrieinsatz entwickelt, hatten diese Geräte noch etwa die Größe einer Waschmaschine und einen Preis von ca. 50.000 €. Im Zuge der Weiterentwicklung wurden kleinere und preiswertere Instrumente möglich, so dass heute Tischgeräte zu einem Preis von 15 – 20.000 € erhältlich sind.

Seit etwa 2 Jahren sind erste mobile Elektronische Nasen für ca. 10.000 € auf dem Markt, diese Geräte arbeiten mit Arrays aus separaten Sensoren, die in Mikrosystemtechnik hergestellt werden. Meist werden als gassensitives Material leitfähige Polymere eingesetzt, die den Betrieb bei Raumtemperatur erlauben, womit sich ein geringer Energieverbrauch realisieren lässt. Nachteil der Polymersensoren ist jedoch die niedrige Empfindlichkeit; die hohe Luftfeuchteanfälligkeit und die geringe chemische Resistenz.

Der Trend bei der Weiterentwicklung Elektronischer Nasen wird in Zukunft hin zu noch kleineren und noch kostengünstigeren Systemen gehen, denn trotz des bestehenden Bedarfs sind z.B. Einbaumodule ("embedded systems") oder in Masseprodukte integrierbare Module bisher auf dem Markt nicht verfügbar. Entscheidend für die Verbreitung der Elektronischen Nasen wird jedoch vor allem der Preis sein: schon ab etwa 1000 € erschließt sich ihnen eine weite Palette von Anwendungen beispielsweise in Industrie, Umweltanalytik oder Medizintechnik. Wenn es allerdings gelingt, Elektronische Nasen zu einem Preis deutlich unter 50 € oder gar 10 € herzustellen, die außerdem nur noch etwa Streichholzschachtelgröße haben, so eröffnet sich ihnen der Massensektor mit einer immensen Vielfalt von Anwendungen in Haushalt, Automobil oder im Homecare-Bereich.

Das mobile System KAMINA (Karlsruher Mikronase), welches am Forschungszentrum Karlsruhe entwickelt wurde und von SYSCA in Lizenz gefertigt und vertrieben wird, hat in der momentanen Version (inkl. Betriebselektronik) etwa die Größe eines klassischen Mobiltelefons. Herzstück der KAMINA ist ein etwa fingernagelgroßes Sensorarray mit einer Detektorschicht aus halbleitendem Metalloxid ( $\text{SnO}_2$  oder  $\text{WO}_3$ ), die eine wesentlich höhere Empfindlichkeit und Luftfeuchtestabilität als bei Sensoren auf Polymerbasis bewirkt. Das Metalloxid weist darüber hinaus eine hohe chemische Resistenz und mechanische Robustheit auf. Bei einem momenta-

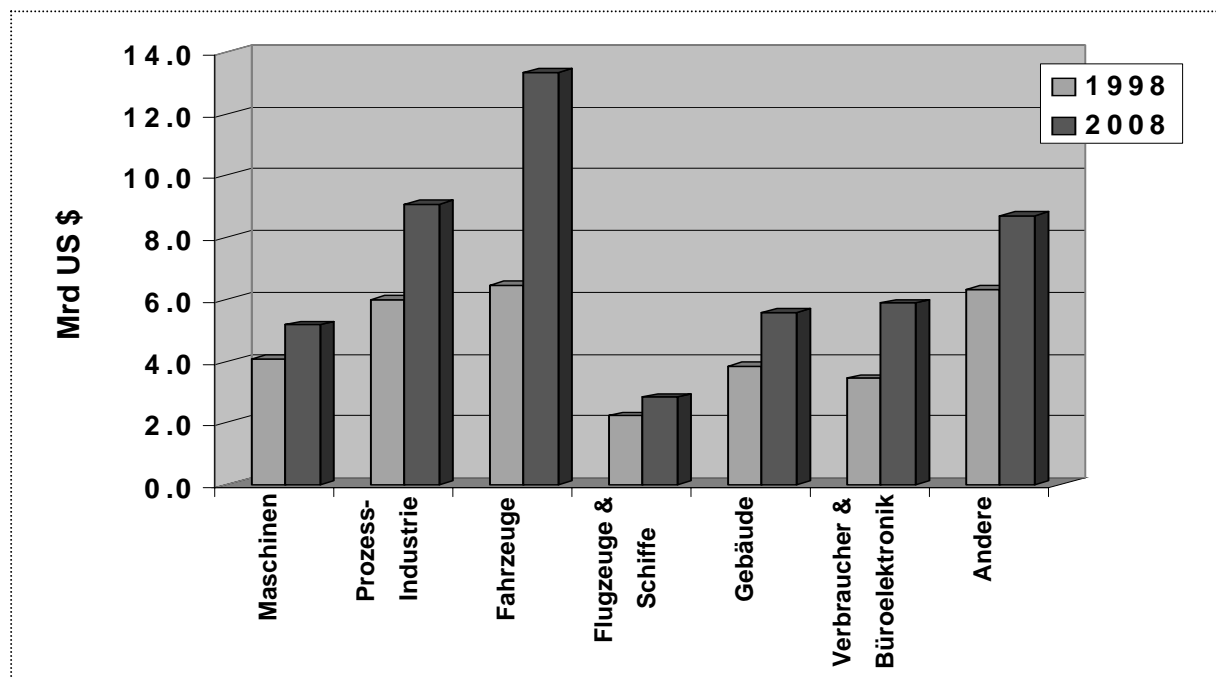
nen Preis von ca. 3500 € ist die KAMINA deutlich kostengünstiger als andere mobile Elektronische Nasen, wodurch sich schon heute mehr Anwendungsmöglichkeiten als bei Konkurrenzsystemen ergeben. Die Fertigung des Gassensor-Mikroarrays erfolgt in Mikrosystemtechnik mit gängigen Prozessen der Halbleiterindustrie, was ein enormes Kostensenkungspotential in sich birgt, daher erscheint ein Preis von unter 5 € für das Mikroarray durchaus realistisch [1]. Die Betriebselektronik der KAMINA wird sich in absehbarer Zeit ebenfalls mit deutlich niedrigeren Kosten herstellen lassen. Bei der neuesten Elektronikversion, die sich noch in der Testphase befindet, ist zudem schon heute die Verkleinerung auf Zigarettenschachtelgröße gelungen. Die KAMINA bringt damit sowohl preislich als auch bezüglich der Baugröße beste Voraussetzungen mit, um nach entsprechender Weiterentwicklung zukünftig in Masseprodukten eingesetzt werden zu können.

### 3. Markt für Sensorik / Marktentwicklung

Abb. 1 zeigt eine Übersicht zur Entwicklung des weltweiten Sensormarkts aufgeschlüsselt nach den Hauptanwendungsbereichen, entnommen aus einer Studie der INTECHNO CONSULTING aus dem Jahre 1999 [2].

dem Gesamtvolumen des Sensor-Weltmarktes (für nicht-militärische Zwecke) von 32,5 Milliarden US-\$ im Jahre 1998, sagt die Studie ein Wachstum des Marktes auf 42,2 Milliarden US-\$ im Jahre 2003 und auf 50,6 Milliarden US-\$ im Jahre 2008 bei einem jährlichen Wachstum von 3,7 % zwischen 2003 und 2008 voraus. Wobei etwa ein Drittel des Absatzes in Westeuropa erwartet wird. Die Einschätzung des Wachstums wird dabei ausdrücklich als konservativ bezeichnet und es wird darauf hingewiesen, dass neue, heute noch unbekannte Anwendungen zu einem plötzlichen Wachstumssprung von zusätzlich mehr als 1 % pro Jahr führen könnten. Die INTECHNO-Studie erwartet für die Zukunft jedoch auch einen anhaltenden Preisdruck für die Sensorhersteller, der zu einem starken Preisverfall für viele Typen von Sensoren führen wird. Es wird demnach von zunehmender Bedeutung sein, dem Preisdruck entsprechend entgegen zu können. Wie bereits ausgeführt, ist die KAMINA durch ihr Sensorkonzept, bzw. das hohe Kostensenkungspotential bei der Herstellung auch für diese Herausforderung bestens gewappnet.

In einer Marktanalyse für Mikrosysteme aus dem Jahre 2002, erstellt von der NEXUS Task Force [3], wurde u.a. speziell der Markt für Elektronische Nasen untersucht. Die Studie erwartet hier



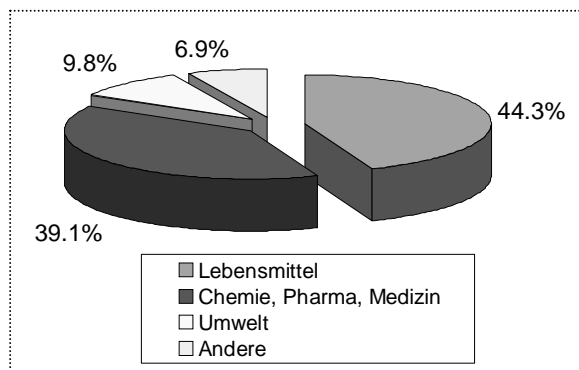
**Abb. 1:** Entwicklung des Weltmarkts für Sensoren bis 2008, Unterteilung nach Industrien, Quelle: INTECHNO CONSULTING [2].

In allen Anwendungsbereichen wird von den Marktforschern ein teils stark zunehmender Bedarf an Sensoren erwartet. Ausgehend von ei-

ein Wachstum des Weltmarkts von 8 Mio. US-\$ in 2000 auf 140 Mio. US-\$ in 2005 und schätzt damit die Entwicklung des Marktes für Elektronische Nasen ähnlich positiv ein wie die INTECHNO-Studie die Entwicklung des Sensormarktes insgesamt. Die NEXUS-Studie macht sich für ihre Prognosen u.a. die Aussagen von Herstellern

Elektronischer Nasen zunutze, so wird z.B. die Fa. ALPHAMOS zitiert, die ab 2000 jedes Jahr eine Verdopplung des Marktes erwartet.

Eine weitere Studie, welche 2001 von ATTACC RESEARCH erstellt wurde [4], prognostiziert für das Jahr 2005 ein weltweites Marktvolumen für Elektronische Nasen (ohne Haushaltsanwendungen) von 54 Mio. €, wovon auf den westeuropäischen Markt 26 Mio. € entfallen.



**Abb. 2:** Der Markt Elektronischer Nasen in Westeuropa für das Jahr 2005, aufgeschlüsselt nach Anwendungsgebieten, Quelle: ATTACC RESEARCH [4].

Die Aufschlüsselung nach Anwendungsgebieten des für 2005 erwarteten westeuropäischen Marktes Elektronischer Nasen ist in Abb. 2 dargestellt. Die ATTACC-Studie sieht demnach die größten Marktanteile in den Hochpreisbereichen "Lebensmittel" und "Chemie/Pharma/Medizin", d.h. in Bereichen, in denen kein ausgeprägter Preisdruck existiert.

Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass alle ausgewerteten Studien für die nächsten 5 bis 10 Jahre eine äußerst positive Entwicklung des Marktes sowohl für Sensoren allgemein als auch für Elektronische Nasen im Speziellen vorhersagen. Diese ermutigenden Prognosen waren u.a. Anlass für die Ausgründung der Fa. SYSCA aus dem Forschungszentrum Karlsruhe.

#### 4. Strategie der Aufbauphase bei SYSCA

In der Aufbauphase des Unternehmens sollen die bestehenden Produkte kontinuierlich weiterentwickelt werden, wobei darauf geachtet wird, dass dies anwendungsgerecht und vorausschauend geschieht. Die Anwendungsorientierung wird durch Kooperation mit Pilotkunden gewährleistet werden. Dies bedeutet in erster Linie eine Zusammenarbeit mit renommierten Systemherstellern oder Anwendern, die sich in den angestrebten Anwendungsgebieten mit entsprechenden Marktanteilen bereits etabliert haben. Die bezüglich der Anwendungsorientierung

vorhandene gute Basis soll durch weitere Anwendungsstudien und Demonstratorentwicklungen weiter ausgebaut werden.

Die Leistungsfähigkeit der KAMINA sowie Kapazität und Qualität der Fertigung sollen in einer Kooperation mit dem Forschungszentrum Karlsruhe über die nächsten 3,5 Jahre sukzessive verbessert werden. Im Bereich der Leistungssteigerung der KAMINA werden dabei die Materialauswahl, die Mikrostrukturierung und die Gradiententechnik des Gassensor-Mikroarrays fortentwickelt. Die Fertigung, die momentan noch auf einer Pilotlinie des Forschungszentrums stattfindet, wird nach und nach „massefähig“ gemacht, d.h., dass die Routine des Fertigungspersonals, der Output und die Qualität erhöht und Kosten gesenkt werden sollen. Zusätzlich soll die Bedienbarkeit der KAMINA durch ein konfigurierbares Datensystem mit einer selbstkontrollierten Online-Auswertung verbessert werden.

Die Weiterentwicklung der Produkte und Anwendungen soll sich jedoch auch nach der Preis-machbarkeit richten. So werden als Nahziel hochpreisige industrielle Anwendungen angestrebt, in denen sich zunächst nur kleinere Stückzahlen absetzen lassen. Mittelfristig sollen integrierbare Module (mobile Einheiten) für Industrie und Umwelt verfügbar gemacht werden, hier wird mit dem Verkauf von deutlich höheren Stückzahlen gerechnet. Als Fernziel ist der Markt der Massenprodukte zu sehen, mit nochmals gesteigerten Verkaufszahlen.

#### 5. Perspektive

Wie die Nase für den Menschen, so kann in analoger Weise die Elektronische Nase als universeller chemischer Zustandsmelder dienen, der Masseprodukten gasanalytische Intelligenz verleihen oder für Komfort und Sicherheit sorgen kann. Durch die vielen Anwendungsmöglichkeiten eröffnet sich hier ein immenser Markt, die Weiterentwicklung der Elektronischen Nasen stellt allerdings auch eine große technologische Herausforderung dar. Wie dargelegt, hat die KAMINA ein exzellentes Potential, Spitzenreiter im zukünftigen Markt der Elektronischen Nasen zu werden.

## **Literatur**

- [1] „Wirtschaftliche Produktionstechnik für oxidische Mehrschichtsysteme mit lateraler Mikrostruktur am Beispiel eines Mikrogassensensorsystems (PROXI)“; Joachim Fuchs, Michael Bruns, Joachim Goschnick (Hrsg.); Reports des Forschungszentrums Karlsruhe, FZKA 6523, 2000.
- [2] „SENSOR MARKETS 2008: Worldwide Analyses and Forecasts for the Sensor Markets until 2008“, Report der INTECHNO CONSULTING, Basel, Schweiz, 1999.
- [3] „Market analysis for microsystems II 2000 – 2005“ NEXUS Task Force Report, Berlin, Germany, 2002.
- [4] „The Market of Electronic Noses (ENs) in Western Europe 2001-2005-2010“, Marktstudie, attacc research, Tübingen, Germany, 2001.



# Aufbau und Kommerzialisierung von Mikro-Vibrationsschaltern

Andreas Hörhold <sup>1)</sup>, Thomas Blank <sup>2)</sup>

<sup>1)</sup> Heger GmbH Leiterplatten Schnellservice, Norderstedt

<sup>2)</sup> Institut für Prozessdatenverarbeitung und Elektronik (IPE), Forschungszentrum Karlsruhe

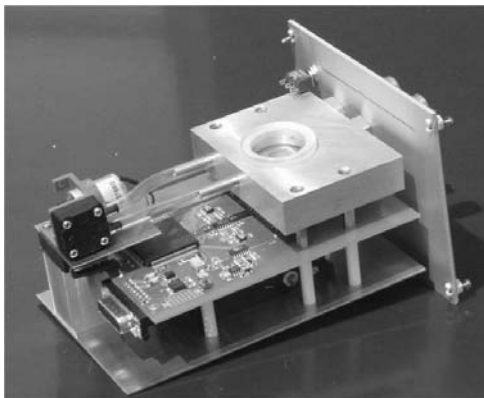
## Zusammenfassung

Vibrationsschalter werden seit ca. 30 Jahren in Form von Kugelschaltern aufgebaut und als bedrahtete Bauteile mit einer Kugel oder einer Quecksilberperle, die sich in einem Becher befindet, für elektronische Produkte angeboten. Kugelschalter detektieren geringste Bewegungen, indem die Kugel zwei elektrische Kontakte überbrückt.

Am Forschungszentrum Karlsruhe wurde durch das Institut für Prozessdatenverarbeitung und Elektronik (IPE) eine neuartige Aufbautechnologie für Kugelschalter in Leiterplatten entwickelt. Herzstück der neu entwickelten Aufbautechnik ist die Integration einer funktionellen Schicht in einer Leiterplatte, wobei die Funktionsschicht aus einem Schaltkontakt besteht und gleichzeitig ein Teil des Gehäuses für die Kugel bildet. Die Integration der Schalter in Leiterplattentechnik erlaubt den Aufbau sehr preisgünstiger Schalter, die Anwendung in Fahrradrücklichtern, optischen Computermäusen oder portablen GPS-Rettungstelefonen für Wanderer [1] finden. Der Schalter steuert in diesen Systemen maßgeblich den Betriebszustand (ein/aus), um den Energieverbrauch der Systeme zu reduzieren. Nach der erfolgreichen Markteinführung der Schalter in batteriebetriebenen Fahrradrücklichtern durch die Fertigung einer Kleinserie von ca. 100000 Kugelschaltern wird die Leiterplattentechnologie und das Aufbaukonzept in einer Kooperation der Heger GmbH und des Forschungszentrums für die Massenfertigung tauglich gemacht, um hochvolumige Märkte zu erschließen.

## 1. Aufbau von Leiterplatten

Die klassische Leiterplatte wurde bereits 1903 durch den Deutschen „Albert Hanson“ patentiert [2,3]. Heute ist die Leiterplatte ein Schlüsselement elektronischer Systeme. Sie dient zum Transport elektrischer Energie, zur Übertragung elektrischer Signale, zur Wärmeabfuhr und als mechanischer Träger für elektronische Bauteile, wie in Bild 1 dargestellt.



*Bild 1: Die Leiterplatte als Träger für ein kompaktes Mikro-Gassensor-System*

Die Herstellung moderner Leiterplatten ist ein komplexer und vielschichtiger Prozess. Er um-

fasst chemische Prozesse wie Ätzen oder galvanische Abscheidungen von Kupfer, Nickel und Gold, lithographische Schritte zur Strukturierung der Metallflächen, mechanische Arbeitsschritte wie Bohren, Fräsen, Stanzen und Verpressen sowie Sieb- und Fotodruckprozesse [4]. Zum Aufbau der Leiterplatte werden in Abhängigkeit der Anwendung unterschiedliche Substratmaterialien eingesetzt. Die Energie- und Signalübertragung erfolgt meist durch Kupferbahnen, die durch subtraktive Strukturierungstechniken (Ätzen) hergestellt werden. Leiterplatten für aufwendige elektronische Schaltungen bestehen zumeist aus mehreren kupferkaschierten Basisplatten, die nach der Herstellung zusammengeklebt werden. Sie werden als so genannte Multilayerschaltungen bezeichnet. Durch die kontinuierliche Zusammenführung der Fertigungsprozesse auf Chip- und Baugruppenebene und der zunehmenden Verfügbarkeit mikromechanischer und -optischer Komponenten muss die Leiterplattentechnologie auf ein Niveau weiterentwickelt werden, das mit der Halbleiter- und Mikrotechnologie vergleichbar ist.

Funktionelle Schichten werden heute, verglichen mit dem gesamten Leiterplattenumsatz, noch sehr selten in Leiterplatten integriert. Dabei kann auf den Leiterplattenprozess im Gegensatz zu den mikromechanischen Siliziumprozessen



schnell und einfach zugegriffen werden. Er bietet somit insbesondere für kleine und mittlere Unternehmen eine Alternative für den Aufbau kostengünstiger, mikromechanischer sensorischer Elemente.

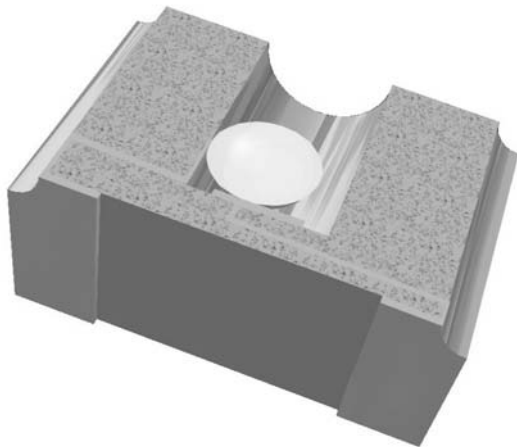
## 2. Integration funktioneller Schichten in Leiterplatten

Funktionelle Schichten, die in Leiterplatten integriert werden, bestehen überwiegend aus Innenschichten, die passive Komponenten wie Widerstände oder Kondensatoren aufnehmen. Widerstände werden zumeist aus leitfähigen kohlenstoffhaltigen Polymeren im Siebdruck auf die Leiterplatte aufgebracht [5].

Treibende Kraft der Integration von Widerständen und Kondensatoren in die Leiterplatte ist die Erhöhung der Packungsdichte auf der Leiterplatte, um die Baugröße der Systeme zu verkleinern.

Funktionelle sensorische Schichten oder Elemente haben bisher in Form fluidischer Kanäle für Mikro-Gassensoren [6] oder zur Kühlung [7] Einzug in die Leiterplattentechnik gefunden.

Das Institut für Prozessdatenverarbeitung und Elektronik (IPE) des Forschungszentrums Karlsruhe hat eine neuartige Aufbautechnik für Mikro-Vibrationsschalter in Leiterplattentechnik entwickelt, die es ermöglicht, eine bewegungsempfindliche sensorische Schicht in die Leiterplatte zu integrieren [8]. Die bewegungsempfindliche Schicht dient zur Aufnahme einer frei beweglichen Kugel, die zwei elektrische Kontakte leitfähig überbrückt und von einer nachgeschalteten Elektronik ausgewertet wird (siehe Bild 2).



*Bild 2: Schnitt durch einen einzelnen Mikro-Vibrationsschalter in Plattenbauweise*

Mit dem Aufbau der Mikro-Vibrationsschalter-Leiterplatten wurde bereits zu einem frühen Entwicklungsstadium die Heger GmbH betraut, die verschiedenste Leiterplattenmaterialien in sehr hoher Qualität verarbeitet. Das Produktspektrum

umfasst die Herstellung klassischer Leiterplatten aus glasfaserarmierten Epoxydharz (FR4), flexibler Polyimid-Schaltungsträger (Flex-Boards) sowie spezieller keramikgefüllter, glasfaserverstärkter Polymer-Schaltungsträger für den HF-Bereich. Auf Präzisionsmaschinen werden Multi-Layer Schaltungen mit bis zu 24 Lagen hergestellt, die Mikro-Vias unter 100 µm Durchmesser und Feinstleiterbahnen bis zu 80 µm aufweisen können.

Trotz der modernen Fertigungseinrichtungen gelingt die Herstellung von Mikro-Vibrationsschaltern in Leiterplattentechnik mit einer hohen Ausbeute nur dann, wenn die Fertigungsprozesse zur Herstellung der Leiterplatten modifiziert werden. Obwohl das grundlegende Konzept für den Aufbau der Vibrationsschalter in Plattentechnik zunächst einfach erscheint, ist eine technologische und kommerziell erfolgreiche Umsetzung aufwendig und bringt den klassischen Leiterplattenprozess an die Grenzen des Machbaren. Einerseits bewegt man sich im Randbereich der heute üblichen Fertigungstoleranzen, andererseits sind gegenwärtig kaum Materialien verfügbar, die für die Integration funktioneller Schichten in Leiterplatten wirklich gut geeignet und optimiert worden sind. Kritische und abzuändernde Prozessschritte sind insbesondere die Klebung und die Galvanik, für welche die verfügbaren Standardprozesse wenig geeignet sind. Trotz dieser Einschränkungen gelang es der Heger GmbH in Zusammenarbeit mit dem Forschungszentrum die Prozessparameter und Betriebsmodi der Maschinen derart zu optimieren, dass nunmehr die grundlegenden Fragestellungen und Probleme zur Herstellung größerer Serien von Mikro-Vibrationsschaltern in Plattenbauweise gelöst scheinen.

## 3. Aufbau der Leiterplatten und der Einzelschalter

Ein einzelner Mikro-Vibrationsschalter besteht aus einer Leiterplatte, in die eine Kavität zur Aufnahme einer Kugel gebohrt wird. Die Innenwandung der Bohrung wird mit Kupfer, Nickel und Gold überzogen. Diese Funktionsschicht wird auf eine weitere Platte laminiert, auf der sich die elektrischen Anschlüsse für den Schalter befinden (siehe Bild 2).

Nach dem Einbringen der Kugel in die Kavität wird das Element hermetisch gedeckelt. Bei der Herstellung der Schalter im Mehrfachnutzen ist es absolut erforderlich, sehr plane Leiterplatten aufzubauen, damit die nachfolgende Vereinzelung und der Test problemlos durchgeführt werden können.

Die Herstellungskosten für einen einzelnen Schalter lassen sich reduzieren, indem viele

Schalter gleichzeitig im Nutzen aufgebaut werden (Bild 3). Neben der Materialersparnis kann die Anzahl der Bohrungen reduziert und somit die Maschinenlaufzeit verkürzt werden. Darüber hinaus vereinfachen sich der Test und die anschließende Vereinzelung erheblich.



*Bild 3: mehr als 1000 Schalter werden gleichzeitig im Mehrfachnutzen hergestellt.*

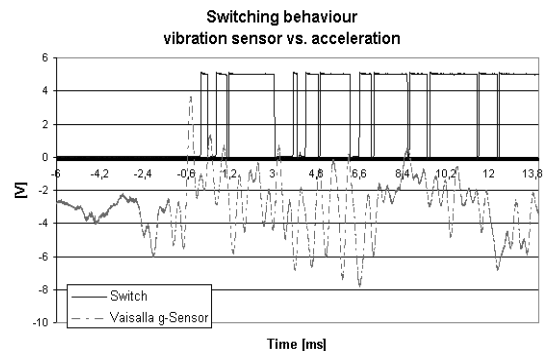
Der Test der Vibrationsschalter erfolgt im Leiterplattenverbund auf einem automatisierten Testroboter. Die Schalter werden anschließend mit einer Präzisionssäge vereinzelt und für den Kunden in kundenspezifische Trays verpackt. Die Testergebnisse und die Rückmeldungen der Kunden dienen dem Forschungszentrum als Grundlage für die Weiterentwicklung der Schalter und der Leiterplattentechnologie. Kurzfristige Ziele der Weiterentwicklung bestehen in der Modifikation des Aufbaukonzeptes sowie der verwendeten Materialien, um die Schalter unter industriellen Temperaturbedingungen von  $-40^{\circ}\text{C}$  bis  $+85^{\circ}\text{C}$  einsetzen zu können.

Die Anforderungen an den Test der Schalter können dabei für jede Applikation unterschiedlich sein. Sie sind insbesondere von der zu erwartenden Stärke der Erschütterung abhängig. Zu diesem Zwecke hat das IPE einen universellen, pneumatisch gesteuerten Testplatz entwickelt, mit dem die Vibrationsschalter im Platten-

verbund auf in weiten Grenzen frei definierbaren Bahnkurven bewegt werden können. Die spezielle Konstruktion des Testplatzes ermöglicht eine präzise Nachbildung des Anregungsspektrums realer Anwendung.

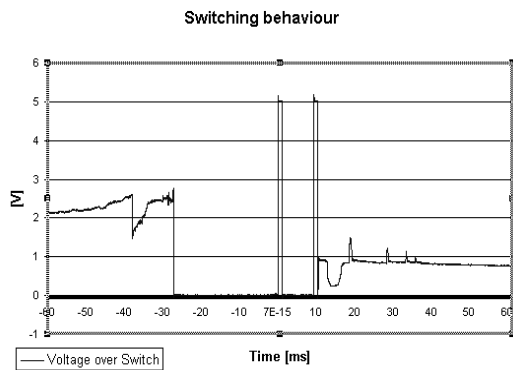
#### 4. Kommerzialisierung der Schalter und Vorbereitung der Fertigung für den Massenmarkt

Der Mikro-Vibrationssensor ist ein einfacher und preiswert zu fertigender Schalter, der jedoch nur für eine bestimmte Klasse von Anwendungen geeignet ist. Technologisch bedingt variiert die Ansprechschwelle der Schalter in einem größeren Bereich, wobei die geringsten Erschütterungen, die detektiert werden können, bei  $100 \cdot 10^{-3} \text{ m/s}^2$  liegen (vergleiche Bild 4). Darüber hinaus ist die Ansprechschwelle frequenzabhängig. Sie fällt oberhalb von 20 Hz stark ab.



*Bild 4: Vergleich des Schaltverhaltens eines analogen Beschleunigungssensors (Vaisalla 500mV/mg) und des Schaltverhaltens eines Mikro-Vibrationssensors. Der Vibrationssensor ist in Serie mit einem 10 Kilo Ohm Widerstand an +5V angelegt. Ein Beschleunigungsimpuls (rote Kurve, gestrichelt) von ca. 10 mg genügt, um die Kugel in Bewegung zu versetzen. Der Vibrationssensor antwortet mit Schaltimpulsen (blaue, durchgezogene Kurve).*

Neben der Ansprechschwelle variiert auch der Widerstand im eingeschalteten Zustand. Üblicherweise ist der Widerstand im eingeschalteten Zustand niedriger als 30 Ohm, im offenen Zustand größer als 30 Mega Ohm. In der realen Anwendung kann die Kugel jedoch in eine Position geraten, in der der Schalter einen mittleren Widerstandswert zwischen 10 Kilo Ohm und ca. 300 Kilo Ohm aufweist (siehe Bild 5).



*Bild 5: analoges Widerstandsverhalten eines Vibrationsschalters in Serie mit einem 10 Kilo Ohm Widerstandes an +5V.*

Die Auswertung des Schalters erfolgt deswegen vorzugsweise mit Hilfe einer speziellen elektronischen Auswerteschaltung, die durch das Forschungszentrum entwickelt und zum Patent angemeldet wurde.

Trotz dieser technisch bedingten Einschränkungen ist der Schalter für eine Vielzahl von Anwendungen prädestiniert. Verschiedenste Anfragen beispielsweise aus der Sicherheits-, der Haushalts-, der Konsumer- und Computertechnik werden gestellt und befinden sich bereits zum Teil in der Entwicklung (siehe Bild 6).



*Bild 6: Anwendungsbeispiele für den Mikro-Vibrationsschalter.*

Die originäre Anwendung, für welche die Schalter entwickelt wurden, sind batteriebetriebene Fahrradrücklichter. Neben dem Vibrationssensor verfügen sie über einen Helligkeitssensor. Mit Hilfe der Sensorik wird das Rücklicht nur bei Dunkelheit und Bewegung des Fahrrades eingeschaltet. Bei Stillstand des Rades wird das

Rücklicht ausgeschaltet. Diese Rücklichter werden hauptsächlich für den Erstausrüstermarkt in den Niederlanden produziert, aber auch Fahrräder im Vertrieb der Handelskette ALDI Süd sind mit diesen Lichtern ausgerüstet worden. Der Deutsche Zubehörhandel führt die Leuchten nicht.

Eine weitere, aussichtsreiche Anwendung für Vibrationsschalter sind kabellose, optische Computermäuse, die mit Hilfe der oben erwähnten Auswerteschaltung ausgeschaltet werden, wenn sie sich in Ruhe befinden. Geht man von einer effektiven täglichen Nutzungsdauer der Maus von einer Stunde aus und berücksichtigt, dass in Deutschland das Arbeitsjahr ca. 200 Arbeitstage hat, so kann die Maus etwa 97% der Zeit, in der sie gegenwärtig eingeschaltet ist, in einen Standby-Betrieb versetzt werden. Dies führt zu einer drastischen Energieersparnis und Abfallvermeidung, wie in Bild 7 dargestellt.



*Bild 7: Die Steuerelektronik ermöglicht im Zusammenspiel mit dem Vibrationssensor eine Energie- und Abfallersparnis von ca. 97% bei optischen Computermäusen. Statt bisher vierzig wird nur noch eine Batterie benötigt.*

Das in der Prototypphase für die Fahrradrücklichter entwickelte Aufbaukonzept ist jedoch nicht geeignet, um der Diversifikation der Einsatzbereiche und der damit einhergehenden wachsenden Nachfrage zu genügen. Die anfangs geplante Stückzahl von ca. 20.000-50.000 Sensoren pro Jahr (ca. 20-50 Leiterplatten) wurde schnell überschritten und beläuft sich mittlerweile auf ca. 300.000 Sensoren im Jahr (300 Leiterplatten). Die Steigerung der Produktion auf ca. 3,5 Millionen Schalter in den nächsten ein bis zwei Jahren sowie eine weitere Steigerung auf über 20 Millionen Schalter pro Jahr scheinen realistisch und erreichbar.

Die Nachfrage kann nur dann bedient werden, wenn das Aufbaukonzept weiterentwickelt wird hin zu niedrigeren Herstellungskosten bei gleich bleibender oder besserer Qualität. Neben der Vergrößerung des Nutzens und der sich damit signifikant verschärfenden Probleme der Fertigungstoleranzen sind neue und billigere Materialien einzusetzen sowie schnellere und preiswertere Testverfahren zu entwickeln. Ferner muss die gesamte Auftragsabwicklung und Logistik den neuen Erfordernissen angepasst werden.

## 5. Ausblick

Die Integration funktioneller Schichten in Leiterplatten schreitet stetig voran. Sie dient vornehmlich dem Ziel, Systemkomponenten in die Leiterplatte zu integrieren, um die Systemfunktionalität zu erhöhen beziehungsweise deren Baugröße zu reduzieren. Der Aufbau sensorischer Mikro-Komponenten mit Hilfe der Leiterplattentechnik stellt eine preiswerte Ergänzung und Alternative zu Mikrokomponenten aus Silizium dar, wie am Beispiel des Mikro-Vibrationsschalters gezeigt werden konnte. Die Erschließung und Modifikation der Leiterplattenfertigungsprozesse zum Aufbau von Vibrationsschaltern hat sowohl bei der Heger GmbH als auch im Forschungszentrum ein enormes Know-How generiert, das bereits erfolgreich in anderen Projekten wie beispielsweise der Integration von Kabeln in Leiterplatten genutzt werden konnte. Die gewonnenen Erkenntnisse werden zukünftig für den Aufbau fluidischer und elektro-akustischer Komponenten genutzt werden.

Die Entwicklung stabiler und preiswerter Fertigungsprozesse für elektro-optische Leiterplatten aber auch für die breitere Integration funktioneller Elemente und Schichten in Leiterplatten erfordert die Weiterentwicklung von Materialien und Maschinen sowie des gesamten Systemaufbaus und der Einrichtungen hierfür. Insbesondere die automatische Bestückung und das Löten elektronischer Bauelemente bei erhöhten Temperaturen bis zur 240°C wirft viele noch unbeantwortete Fragen auf, die nur durch eine enge interdisziplinäre Zusammenarbeit von Materialwissenschaft, Mikrostrukturtechnik, Maschinenbau, Simulations-, Handhabungs- und Elektrotechnik beantwortet werden können. Ne-

ben den wissenschaftlichen, institutionellen Arbeiten des Forschungszentrums sind industrielle Eingaben unbedingt erforderlich. Das Forschungszentrum Karlsruhe hat durch den engen Kontakt zu den Mitgliedern des Industrieforums [9] und verschiedener industrieller Beiräte optimale Voraussetzungen, um die Weiterentwicklung der Leiterplattentechnik und der Integration funktioneller Schichten in Leiterplatten deutlich voranzutreiben.

## Literatur

- [1] Blank, T., „Functional Layers and Elements in Printed Circuit Boards“; AMA Sensor Kongress, 2003, Nürnberg
- [2] Scheel, W.; „Leiterplatte als High-Tech Bauelement“, <http://www.elektroniknet.de/topics/elektromechanik/fachthemen/2003/0005/index.htm>
- [3] Schnorr, D.; Wyndmoor, P.: „The History of Printed Wiring Boards“, IPC Fall Meeting, Rhode Island 1995
- [4] Huschka M., „Leiterplattentechnik in Frage und Antwort“, Saulgau, 1993, 235 Seiten, ISBN 3-87480-092-X
- [5] Klause, M.; „Widerstandsdruck – Eine Technologie für hochwertige Leiterplatten“, Firmenschrift der Firma hmp HEIDENHAIN-MICROPRINT GmbH, 2002, Berlin, [http://www.hmp-heidenhain.de/bthfiles/widerstandsdruck\\_2002.pdf](http://www.hmp-heidenhain.de/bthfiles/widerstandsdruck_2002.pdf)
- [6] Goschnick, J.; Walter T.; „ELMINA - Elektronische Mikronasen für Überwachungs- und Regelaufgaben in Gebäuden und Produktionsanlagen“, Wissenschaftliche Berichte FZKA 6893, Karlsruhe, 2003
- [7] Ilfa GmbH, „ILFACool“, Firmenschrift [http://www.ilfa.de/publikationen/publikationen\\_ilfacool.pdf](http://www.ilfa.de/publikationen/publikationen_ilfacool.pdf), 1999
- [8] Blank, T.; „Multi-Kugelschalter-Anordnung in Schicht-/Plattenbauweise“, Deutsches Patent DE10158416, 2001
- [9] Industrieforum des Forschungszentrum Karlsruhe, <http://www.fzk.de/fif>



# Überführung von Ergebnissen aus der Mikrostrukturforschung in die industrielle Serienfertigung

S. Kreuzberger <sup>1)</sup>, J. Mohr <sup>2)</sup>, W.K. Schomburg <sup>2)\*</sup>

<sup>1)</sup> STEAG microParts, Dortmund

<sup>2)</sup> Institut für Mikrostrukturtechnik

## Zusammenfassung

Am Forschungszentrum Karlsruhe werden die Grundlagen für neue mikrotechnische Produkte gelegt mit dem Ziel, dass sie später in die industrielle Anwendung überführt werden. Der vorliegende Artikel beschreibt die Überführung einer mikrooptischen und einer mikrofluidischen Komponente aus der Forschung in die Industrie. Die Entwicklung eines Mikrospektrometers und eines Mikroentgasers wird von der Grundlagenentwicklung über die Demonstration der prinzipiellen Machbarkeit und die Weiterentwicklung in der Industrie bis hin zur Serienfertigung dargestellt. An diesen Beispielen wird deutlich, wie durch eine über viele Jahre hin kontinuierliche Entwicklung und Zusammenarbeit zwischen Forschung und Industrie neue Produkte und Märkte entstehen.

## 1. Einleitung

Die Entwicklung vieler bedeutender Industrieprodukte nahm ihren Anfang in einer verheißungsvollen Idee und sich daran anschließenden jahrelangen Vorversuchen. Man denke nur an die zahllosen Versuche, die nötig waren, bevor Thomas Edison auf Wolfram für den Faden der Glühbirne gestoßen war. Im Nachhinein wird auch oft vergessen, mit wievielen Fehlversuchen und Misserfolgen die Entwicklung einer neuen Technologie einhergeht. Wer weiß denn heute noch, dass sich der Otto-Motor gegen die mit hohem Aufwand vorangetriebenen Entwicklungen des Elektro- und des Dampfwagens durchgesetzt hat?

Diese Beispiele zeigen, warum eine langfristige Förderung neuer Technologien von den Grundlagen bis zur Realisierung erster Anwendungen der Motor für die wirtschaftliche Entwicklung ist. Kleine und mittlere Unternehmen können solche Entwicklungen nicht finanzieren und für große Firmen lohnt sich dies erst, nachdem sich ein Millionenmarkt deutlich abzeichnet.

Im Hinblick hierauf ist es erstaunlich, in wievielen Produkten des täglichen Lebens, von der Öffentlichkeit weitgehend unbeachtet, Komponenten der Mikrosystemtechnik heute schon eine zentrale Rolle spielen. Tintenstrahldrucker, Festplatten, moderne Hörhilfen und Airbags sind nur die bekanntesten Beispiele für Produkte, die ohne die Mikrosystemtechnik nicht vorstellbar wären.

Der vorliegende Artikel beschreibt die erfolgreiche Entwicklung eines mikrooptischen und eines mikrofluidischen Produktes von den ersten Ideen und Versuchen im Forschungszentrum bis hin zur Serienfertigung bei STEAG microParts. Die Entwicklung eines Mikrospektrometers und eines Mikroentgasers zeigt, wie durch die Zusammenarbeit von Forschung und Industrie innovative Produkte mit neuen Märkte entstehen.

## 2. Mikrospektrometer

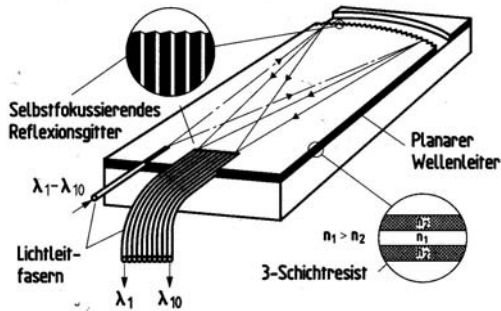
### 2.1 Grundlagenentwicklung

Als man sich Ende der 80ziger Jahre bewusst wurde, dass die herkömmliche Koaxialtechnik nicht mehr ausreichen würde, um die sich abzeichnende Datenrate zu übertragen, trat die Möglichkeit der Datenübertragung mit Licht immer mehr in den Vordergrund. Um das Potential der gleichzeitigen Übertragung von Lichtsignalen unterschiedlicher Wellenlängen nutzen zu können, bestand die Notwendigkeit Wellenlängenmultiplexer und -demultiplexer zu realisieren. Stimuliert durch unterschiedliche Publikationen, die die Verwendung von Gitterspektrographen für diese Zwecke postulierten [1], wurde am Forschungszentrum die Idee geboren, mit Hilfe des LIGA-Verfahrens ein miniaturisiertes planares Mikrospektrometer mit selbstfokussierendem Reflexionsgitter herzustellen (Abb. 1) [2]. Da man sowohl bzgl. der optischen Grundlagen als auch bzgl. der Prozesstechnik Neuland betrat, wurde die Idee im Rahmen einer Dissertation

---

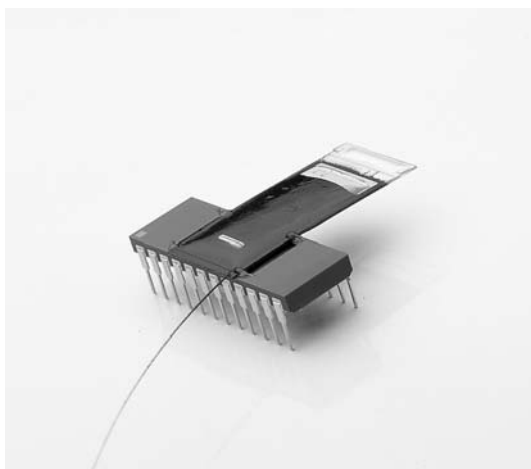
\* seit Januar 2004 an der RWTH Aachen

angegangen. Mit dieser wurden einerseits geeignete Simulationswerkzeuge entwickelt, mit denen das Layout der Spektrometer erarbeitet werden kann. Andererseits wurden Techniken erarbeitet, die die Herstellung von entsprechend präzisen Absorberstrukturen des Gitters auf der Röntgenmaske sowie die Herstellung und Strukturierung eines polymeren Wellenleiters erlaubten.



**Abb. 1:** Prinzipieller Aufbau des Mikrospektrometers für den Einsatz als Demultiplexer

Obwohl mit der Arbeit die wesentlichen Grundlagen für die späteren Erfolge erarbeitet wurden, war im Nachhinein betrachtet die Fokussierung auf ein Element für nachrichtentechnische Anwendungen eine unnötige Hürde auf dem Weg zum heutigen Mikrospektrometer für spektroskopische Anwendungen. Die Änderung des Fokus erfolgte mit der Folgearbeit, mit der ein miniaturisiertes Spektrometersystem, das nicht nur den Gitterbaustein sondern auch Detektor und Auswerteelektronik mit in den Aufbau einbezogen, realisiert wurde [3]. Die Herausforderung bestand bei dieser Arbeit allerdings darin, den Strukturierungsprozess so zu optimieren, dass auch kleinste Detailstrukturen im Bereich weniger zehntel Mikrometer über Strukturiefen von einigen hundert Mikrometern mit der notwendigen Präzision hergestellt werden können (Abb. 2).



**Abb. 2:** Folienwellenleiterspektrometer auf einer Silizium-Detektorzeile (STEAG microParts)

Bereits zu diesem Zeitpunkt erkannte die Firma microParts das Potential, das das Mikrospektrometer in dem gerade anspringenden Markt der Mikrospektrometrie besitzt, und sicherte sich die ausschließliche Lizenz an dem Bauteil. Der erfolgreiche Abschluss der Arbeit im Jahre 1995 und der Nachweis der Leistungsfähigkeit des Mikrospektrometersystems [3] war für die Firma microParts dann der Auslöser eigene Aktivitäten in diesem Bereich aufzubauen.

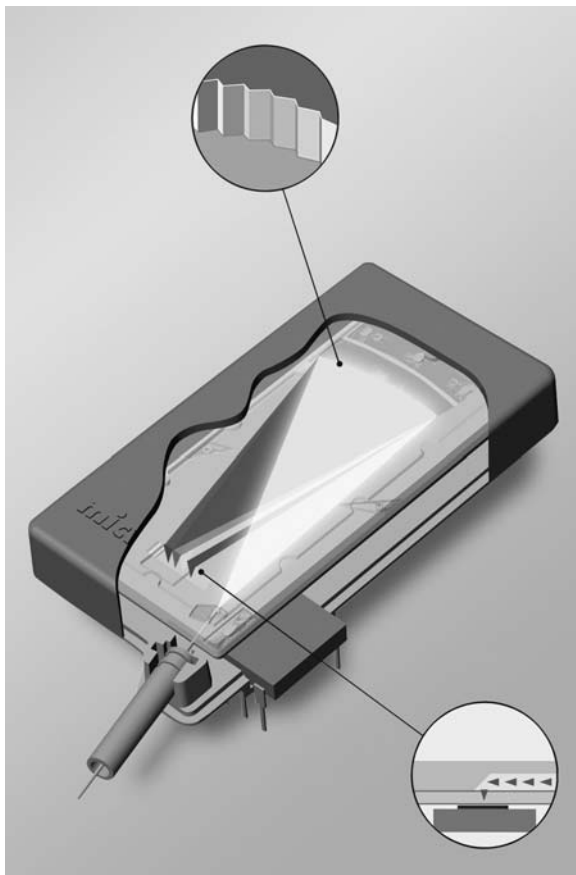
## 2.2 Weiterentwicklung zu einem industriellen Verfahren

Die Arbeiten des IMT im Rahmen der Dissertationen beruhten auf einfachen Laborprozessen und universell einsetzbaren Maschinen, auf der eine sichere und kostengünstige Fertigung nicht möglich war. Im Hinblick auf die von microParts geplante industrielle Fertigung war es deshalb notwendig, eine geeignete Technik zur Herstellung von abgeformten Mikrospektrometerbausteinen zu etablieren und die dafür notwendigen Heißprägemaschinen zu entwickeln. Um das Risiko und die notwendigen Mittel zu minimieren, erteilte microParts dem IMT einen entsprechenden Entwicklungsauftrag. Parallel dazu wurde bei microParts das Marketing aufgebaut. Im Rahmen dieses zweijährigen Projektes stellte das IMT etwa 5000 Spektrometerbausteine her und entwickelte gemeinsam mit der Fa. JenOptik Heißprägeanlagen, die so ausgelegt wurden, dass sie nicht nur für die Fertigung von Spektrometern geeignet sind (Abb. 3). Basierend auf diesen Entwicklungen konnte die Firma JenOptik ein eigenes Geschäft mit der Herstellung und dem Verkauf von Heißprägeanlagen aufbauen.



**Abb. 3:** Heißprägeanlage der Firma JenOptik entwickelt im Rahmen der Spektrometerentwicklung

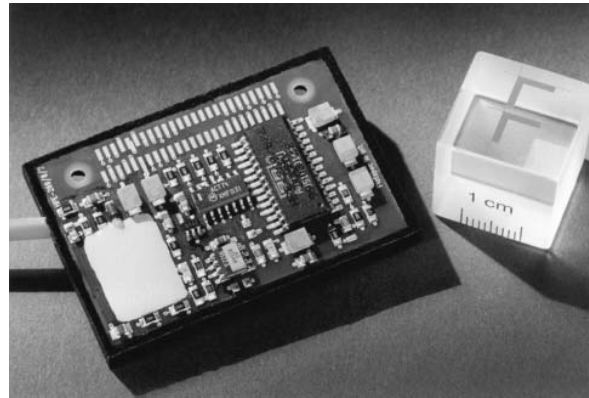
Nach Abschluss dieses Projektes wurde die Fertigungstechnik an die Firma microParts transferiert und basierend auf den Erkenntnissen des IMT eine eigene Fertigungslinie aufgebaut. Parallel dazu wurden vom IMT weitere Forschungs- und Entwicklungsarbeiten durchgeführt, wobei man sich einerseits mit der Verbesserung des Streulichtverhaltens auseinandersetzte – das Streulichtverhalten erwies sich aufgrund der Marketingaktivitäten von microParts als das größte Problem in Bezug auf die Akzeptanz des Spektrometers bei Endanwendern – andererseits aber auch im Rahmen einer weiteren Dissertation unterstützt durch die Fa. microParts die Möglichkeiten des Aufbaus eines Spektrometersystems im nahen Infraroten analysierte [4]. Aufgrund der mangelnden Transmission der Polymere in diesem Bereich gab man das Wellenleiterkonzept auf und verfolgte ein sogenanntes Hohlwellenleiterkonzept, bei dem die Lichtführung in vertikaler Richtung durch Fresnelreflektion an Deckel und Boden eines Hohlraumes erfolgt (Abb. 4). Diese Entwicklung führte zu einem leistungsfähigen NIR-Spektrometersystem, das ab 2000 ebenfalls von der Fa. microParts vermarktet wird (Abb. 5).



**Abb. 4:** Prinzipieller Aufbau des Hohlleiterspektrometers (STEAG microParts)

Im Rahmen dieser Entwicklung wurde auch das Montageverfahren am IMT entwickelt und gemäß den Regeln des QM-Systems dokumen-

tiert, so dass ein nahtloser Übertrag an die Firma microParts ermöglicht wurde.

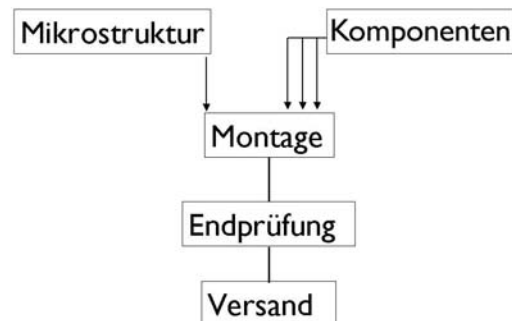


**Abb. 5:** NIR-Spektrometersystem in der Größe einer Streichholzsachtel mit Spektrometerbaustein und Auswertelektronik

Das Hohlleiterkonzept besitzt in Bezug auf Streulicht deutliche Vorteile gegenüber dem Wellenleiterkonzept, so dass dieses Konzept im Folgenden auch auf die Spektrometer im sichtbaren Wellenlängenbereich übertragen wurde. Insofern stellt dieses Konzept heute die Basis für die Fertigung einer ganzen Familie von Spektrometern dar. Vom IMT wird die damit verbundene Aufbaustrategie – modulare Fertigungstechnik – auch auf andere Sensorsysteme erfolgreich übertragen [5].

### 2.3 Industrielle Fertigung

Heute ist man dazu übergegangen die Spektrometer als Hohlwellenleiter im Spritzguss herzustellen, weil die Untersuchungen des IMT gezeigt haben, dass sich so eine höhere Streulichtdämpfung (Steigerung um ca. 40 %) erzielen lässt, die Empfindlichkeit um etwa den Faktor 3 zunimmt und weil die mechanischen Spannungen im Formteil bei diesem Design keine Rolle mehr spielen.



**Abb. 6:** Fertigungsablauf Mikrospektrometer

Das LIGA-Mikrospektrometer kommt als Schlüsselkomponente vor allem in mobilen Handgerä-



ten und bei der Prozesskontrolle zum Einsatz. Das Anwendungsspektrum reicht von der instrumentellen Analytik über biologische und klinische Systeme, Farbmessgeräte bis zu Systemen zur Fluoreszenzmessung.



**Abb. 7:** UV/VIS-Mikrospektrometermodul (STEAG microParts)

Typische Applikationen sind das Bilirubin-Messgerät BiliCheck zur Detektion von Gelbsucht bei Neugeborenen der amerikanischen Firma Respironics, das Zahnfarbenmessgerät der dänischen Firma Identa oder ein System zur Bestimmung der Qualität von Diamanten (Fa. Gran, Israel).



**Abb. 8:** Untersuchung von Neugeborenen auf Gelbsucht mit dem Handgerät BiliCheck (STEAG microParts)

### 3. Mikroentgaser

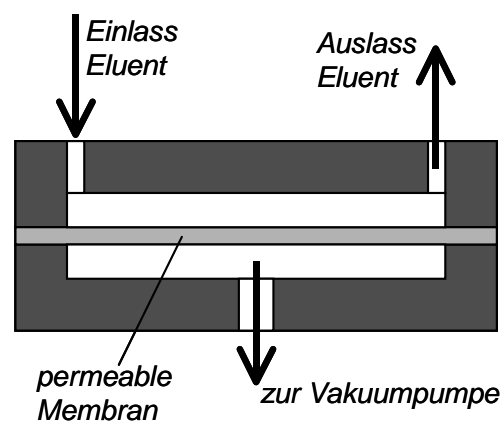
Die Hochdruck-Flüssigkeitschromatografie (englisch: High Performance Liquid Chromatography HPLC) ist heutzutage ein unverzichtbares Werkzeug vor allem bei der Entwicklung neuer pharmazeutischer Produkte wie z.B. von Medikamenten, findet aber auch Anwendung in der Überprüfung von Lebensmitteln und der kriminalistischen Spurensuche.

Für die Analyse wird ein Lösungsmittelgemisch, der sogenannte Eluent, unter hohem Druck durch eine Trennsäule gepumpt. Vor der Trennsäule wird die zu untersuchende Probe in diesen Flüssigkeitsstrom injiziert. Die chemischen Be-

standteile der Probe passieren die Trennsäule unterschiedlich schnell, sodass sie hinter der Säule anhand der Zeit identifiziert werden können, zu der sie einen Detektor passieren.

Im Eluenten enthaltene Gase werden auch vom Detektor erfasst und müssen deshalb vor der Einleitung in die Trennsäule entfernt werden. Dazu dient ein Entgaser, der in die Zuleitung der HPLC eingebaut wird. Das üblichste Entgasungsverfahren bestand in der Vergangenheit darin, dass der Eluent durch ein Bündel von Kapillarschläuchen geleitet wurde, durch deren Wände die Gase mit Hilfe eines außen anliegenden Vakuums abgeführt wurden. Aus technischen Gründen ist es jedoch nicht möglich, die Wandstärke dieser Schläuche auf weniger als 100 µm zu reduzieren. Dadurch ergaben sich relativ große äußere Abmessungen und ein großes inneres Volumen (Totvolumen) der Kapillarschläuche, das zu einer langen Anlaufzeit für die Umstellung auf einen neuen Eluenten führte.

Die Firma Agilent Technologies aus Waldbronn, wandte sich deshalb an das Forschungszentrum Karlsruhe mit der Frage, ob mit den Methoden der Mikrosystemtechnik nicht Entgaser gebaut werden könnten, in denen eine dünnere Membran angebracht ist, sodass sich das Totvolumen und der Platzbedarf im Gerät deutlich reduzieren ließen (vgl. Abb. 9). Erschwerend kam zur Aufgabenstellung hinzu, dass in dem zu entwickelnden Mikroentgaser alle benetzten Teile aus chemisch inerten Materialien gefertigt werden mussten, damit nicht vom Eluenten angelöste chemische Bestandteile die sehr empfindliche Analyse beeinträchtigen.



**Abb. 9:** Prinzipieller Aufbau eines Mikroentgasers

Es wurde vereinbart, dass im Rahmen eines Entwicklungsauftrages untersucht werden sollte, welche Möglichkeiten es für die Erzeugung dünner, chemisch inerte Membranen gibt und wie sich daraus ein Mikroentgaser aufbauen lässt.

### 3.1 Grundlagenentwicklung

In einer Dissertation wurden verschiedene Konzepte für die Erzeugung dünner, inerter Membranen untersucht. Schon bald zeigte sich, dass nur wenige Mikrometer dicke Membranen aus PTFE auf einer Trägerplatte hergestellt und in Anlehnung an das im Forschungszentrum entwickelte AMANDA-Verfahren [6] auf ein Kunststoffgehäuse übertragen werden können. So dünne Membranen können der Druckdifferenz zu einem Vakuum nur standhalten, wenn sie in kurzen Abständen unterstützt werden, deshalb wurden auch verschiedene Konzepte zur Unterstützung der Membran untersucht und hierfür schließlich eine speziell präparierte Glasfritte ausgewählt. Außerdem wurde ein Schweißverfahren entwickelt, mit dem die Membranen chemisch inert mit einem Gehäuse verbunden werden können. FEM-Rechnungen dienten schließlich dazu, die optimale Höhe der Innenräume im Mikroentgaser zu ermitteln. Abbildung 10 zeigt den Demonstrator, mit dem die Machbarkeit des neuen Konzeptes nachgewiesen wurde [7, 8].

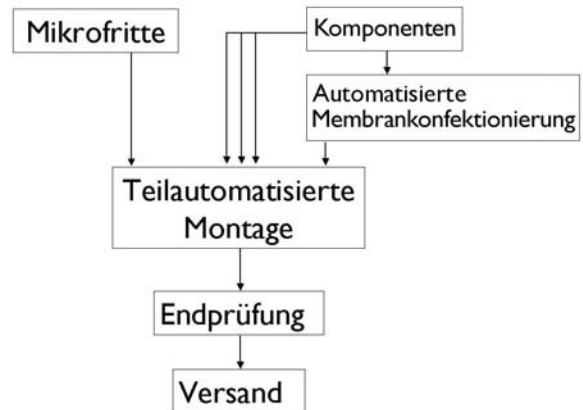


**Abb. 10:** Erster Demonstrator eines funktionstüchtigen Mikroentgasers

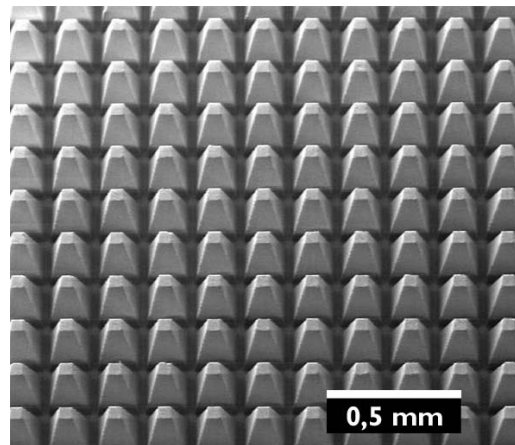
### 3.2 Weiterentwicklung zu einem industriellen Verfahren

Die Weiterentwicklung zu einem serienfertigungstauglichen Entgasungssystem und der Fertigungsprozesse wurden vom Industriepartner STEAG microParts durchgeführt. Verwendung findet eine bei STEAG microParts konfektionierte PTFE-Membran. Statt einer Glasfritte als Stützstruktur kommt eine mikrostrukturierte, spritzgegossene PEEK-Fritte zum Einsatz. Auf einer Fläche von 46 x 82 mm<sup>2</sup> stützen ca. 111.000 Mikropyramiden die Membran ab. Die mit diesen Mikroentgasern erreichbare Leistung entspricht einer Extinktionsdifferenz von 200 mAU und entspricht damit derjenigen von bisherigen Entgasungssystemen. Das Totvolumen konnte um den Faktor 12 auf 1 ml reduziert werden. Damit kann der Wechsel von einem Eluenten auf einen anderen innerhalb von 2,5

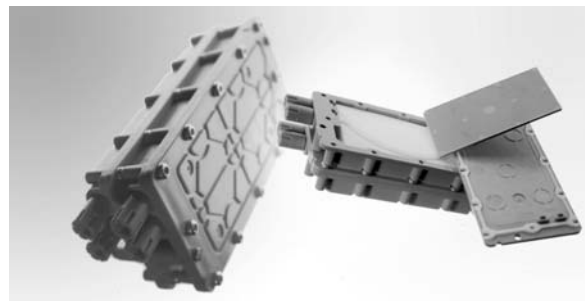
Minuten vollzogen werden. Konventionelle Entgaser benötigen dagegen ca. 30 Minuten, zusätzlich mit einem deutlich erhöhten Handhabungsaufwand. Das neue Entgasungssystem benötigt zudem einen um den Faktor 2,5 geringeren Platzbedarf.



**Abb. 11:** Produktionsablauf Mikroentgaser



**Abb. 12:** Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme der PEEK-Mikrofritte (STEAG microParts)



**Abb. 13:** Im Vordergrund zwei zu einem System gekoppelte Entgasungskammern, im Hintergrund mit geöffneter Kammer (STEAG microParts)

Die Firma Agilent Technologies setzt den Mikroentgaser heute serienmäßig in allen HPLC-Produktlinien erfolgreich ein. Zudem können ältere

HPLC-Geräte mit dem neuen Mikroentgaser nachgerüstet werden.

## **Literatur**

- [1] Yen H.W., Friedrich H.R., Morrison R.J., Tangonan G.L.; „Planar Rowland Spectrometer for Fiber-Optic Wavelength Demultiplexing“, *Opt. Lett.*, Vol. 6/12 (1981) 639
- [2] Anderer B., Ehrfeld W., Münchmeyer D.; „Development of a 10-Channel Wavelength-Division-Multiplexer/Demultiplexer Fabricated by an X-Ray Micromachining Process“, *Proc. SPIE, Micro Optics* (1998) 17 – 24
- [3] Müller C., Mohr J.; „Microspectrometer fabricated by the LIGA-Process“, *ISR – Interdisciplinary Science Reviews* 18 (1993) 273 – 279
- [4] Krippner P., Kühner T., Mohr J., Saile V.; „Microspectrometer System for the Near Infrared Wavelength Range based on LIGA Technology“, *Proc. SPIE*, Vol. 3912 (2000) 141 -149
- [5] Mohr J., Last A., Hollenbach U., Oka T., Wallrabe U.; „A Modular Fabrication Concept for Microoptical Systems“, *JLWT*, Vol. 21, No. 3 (2003) 643 – 647
- [6] Schomburg W.K., Ahrens R., Bacher W., Martin J., Saile V., „AMANDA – Surface Micromachining, Molding, and Diaphragm Transfer“, *Sensors and Actuators A* **76** (1999) 343 - 348
- [7] Maute A., Schomburg W.K., „Mikrofluidische Komponenten für die chemische Analysentechnik“, *Wissenschaftliche Berichte FZKA* **6423** (2000) 87 - 90
- [8] Rummel Z., Berndt M., Härtl H.-G., Hempel M., Peters R., Schomburg W.K., „Micro Degasser Made of Inert Polymers for HPLC Devices“, *ASME Winter Annual Meeting*, 5. - 10.11.2000 in Orlando, Florida, USA (2000)

# **Know-How Transfer (Plattformen)**



# Zwischen Forschung und Markt: FIF und ZWM als Motoren des Technologie- und Know-how-Transfers

Thomas Schaller<sup>1)</sup>, Holger Moritz<sup>2)</sup>

<sup>1)</sup> Forschungszentrum Karlsruhe IndustrieForum Mikrofertigungstechnik (FIF)

<sup>2)</sup> Zentrum Werkstoffe der Mikrotechnik (ZWM) im Forschungszentrum Karlsruhe

## Zusammenfassung

Ein wesentlicher Auftrag deutscher Großforschungseinrichtungen ist die Verfügbarmachung von Know-how und Technologien für die Gesellschaft. Bei der Umsetzung von Forschungsergebnissen in die industrielle Produktion werden Instrumente benötigt, mit denen diese Prozesse initiiert und organisiert werden. In der Mikrosystemtechnik als eine der Kernkompetenzen des Forschungszentrums wurden zu diesem Zweck das IndustrieForum Mikrofertigungstechnik (FIF) und das Zentrum Werkstoffe der Mikrotechnik (ZWM) eingerichtet.

FIF ermöglicht seit 5 Jahren einem exklusiven „Club“ beitragszahlender Mitgliedsunternehmen besonderen Zugang zu den Mikrofertigungstechniken. FIF hat sich dabei als kompetenter und interdisziplinärer technologischer Dienstleister einen Namen gemacht, bietet aber auch eine umfassende Palette von Networking und Beratung. Grundlage des FIF ist eine vertrauliche und gleichzeitig hoch kommunikative Zusammenarbeit mit den Mitgliedsunternehmen; mittelfristiges Ziel ist die Initiierung von Allianzen zur Platzierung neuer Produkte auf dem Mikrosystemtechnik-Markt. FIF ist an der Schnittstelle zwischen Forschung und Industrie ein einzigartiges Angebot, das von 21 Mitgliedsunternehmen (Stand 2003) genutzt wird.

Demgegenüber konzentriert sich ZWM als ein auf 4,5 Jahre angelegtes Projekt auf die Vermarktung ausgewählter Ergebnisse des Forschungszentrums im Bereich zwischen Mikrotechnik und Werkstoffwissenschaft. Ziel des ZWM ist es, aus diesen Forschungsergebnissen durch konsequente Marktorientierung bei zunehmender Eigenfinanzierungsquote sich dauerhaft selbstfinanzierende Geschäftsfelder (des Forschungszentrums oder von Kooperationspartnern) zu entwickeln. Wichtigste Instrumente sind neben der fallenden Förderquote ein interner Wettbewerb um Auftragsakquisition, ergänzt um gemeinsame und koordinierte Anstrengungen im Technologie-Marketing. Die bisherigen Ergebnisse lassen eine fortbestehende Wirksamkeit dieser Initiative auch nach dem Ende der geförderten Anlaufphase erwarten.

## 1. Forschung und Industrie – zwei Welten begegnen sich (oder auch nicht)

In der deutschen Forschungslandschaft war die Forschung über lange Jahre technologiegetrieben. Viel zu häufig wurden dabei Spitzenergebnisse erarbeitet und beeindruckende Funktionsmuster vorgestellt, die keinen Weg in den Markt fanden. Auf dem Wege dieses *Technology Push* wurden – gemessen am enormen Forschungsaufwand – trotz beachtenswerter Einzelerfolge insgesamt zu wenige Produktinnovationen im Markt platziert. Umgekehrt fand seitens der Industrie auch kein nennenswerter *Market Pull* statt, also Forschung zur zielgerichteten Produktentwicklung nach Marktvorgaben. Start und erfolgreiche Durchführung von Entwicklungen und Kooperationen waren demnach vielfach von Zufällen abhängig, zudem gelegentlich belastet von Vorbehalten beider Seiten, beispielsweise Zweifel an der Effizienz und Vertraulichkeit in

Forschungseinrichtungen der öffentlichen Hand einerseits, oder andererseits eine bisweilen kritische Bewertung anwendungsbezogener Forschung durch Wissenschaftler.

Zur Überwindung dieser unbefriedigenden Situation wurden seit Ende der 90er Jahre im Forschungszentrum mehrere Maßnahmen ergriffen; als besonders erfolgreich im Programm Mikrosystemtechnik haben sich zwei Einrichtungen erwiesen: Das IndustrieForum Mikrofertigungstechnik (FIF) und das Zentrum Werkstoffe der Mikrotechnik (ZWM). Beide Einrichtungen sollen den Transfer wissenschaftlicher Erkenntnisse in die industrielle Anwendung beschleunigen. FIF verfügt als feste Einrichtung des Forschungszentrums über sämtliche vor Ort angesiedelten Mikrofertigungstechniken; FIF legt in seinem Kooperationsmodell großen Wert auf eine intensive Kommunikation und individuellen Service bei gleichzeitig langfristiger Bindung der Indus-

tripartner. ZWM arbeitet als befristetes Angebot stärker projektorientiert bei deutlicher Fokussierung auf materialwissenschaftliche Zusammenhänge. Hinter beiden Einrichtungen stehen motivierte, praxiserprobte Mitarbeiter/innen, deren wissenschaftliche Kompetenz und Erfahrung für industrielle Fragestellungen verfügbar sind, und die Industrie kann – neben den klassischen Möglichkeiten der Entwicklungsaufträge und des Technologietransfers – zwei neue Kooperationsmodelle für den Zugriff auf wissenschaftliche Dienstleistungen nutzen.

## 2. Grundlagen der Kooperation

Angebote der Forschung an die Industrie können sich – sehr zum Bedauern manches Vollblutwissenschaftlers – nicht in erster Linie an akademischen Wünschen orientieren, sondern müssen vor allem Bedürfnisse des Marktes befriedigen. Die Erfahrung zeigt, dass ein durchaus beeindruckender Bauchladen von Technologien, Entwicklungen und Funktionsmustern häufig die industriellen Erfordernisse verfehlt. Auch nur knapp daneben bedeutet dann zwangsläufig: kommerziell erfolglos.

Für erfolgreiche Kontakte und Kooperationen zwischen Forschung und Industrie ist auf Seiten des wissenschaftlichen Angebots eine konsequente Konzentrierung auf Kernkompetenzen unerlässlich, hinterfüllt durch effiziente Organisationsstrukturen bei ausgeprägter Kundenorientierung. Bewährt hat sich die Einrichtung eines „roten Telefons“: Kunden werden durch einen Ansprechpartner betreut; er fungiert als „Strippenzieher“ innerhalb des vernetzten Angebots. Diese Vermittlerfunktion erleichtert nicht nur den Kunden den Zugang zum Angebot, sondern dient auch den Mitarbeitern des Netzwerkes als Filter für externe Anfragen. So kann durch die Anwendung einer klaren Regelkommunikation und durch Sicherstellung der Kontinuität des Angebotes eine vertrauensvolle Zusammenarbeit etabliert werden.

Großforschungseinrichtungen können mit einem breiten, interdisziplinären Angebot aufwarten. Sie laufen jedoch Gefahr, bei externen Partnern einen Eindruck der Unübersichtlichkeit zu hinterlassen. Die Einrichtungen müssen mit ihren Angeboten nicht nur inhaltliche Anforderungen erfüllen, sondern Berührungspunkte abbauen und den Kunden begleiten. Nicht „one size fits all“ ist angesagt, sondern die Eröffnung von Wegen zu tragfähigen Kooperationen durch maßgeschneiderte Formen der Zusammenarbeit. FIF und ZWM sind solche Angebote des Forschungszentrums; sie lassen sich kurz wie folgt charakterisieren: FIF ist für Industriepartner der First-Class-Einstieg in die Mikrosystemtechnik-Spitzenforschung mit intensiver Rundum-

betreuung, ZWM ist Schaltstelle zwischen Instituten und Industrie für die projektbezogene Bearbeitung materialbezogener Fragestellungen der Mikrosystemtechnik.



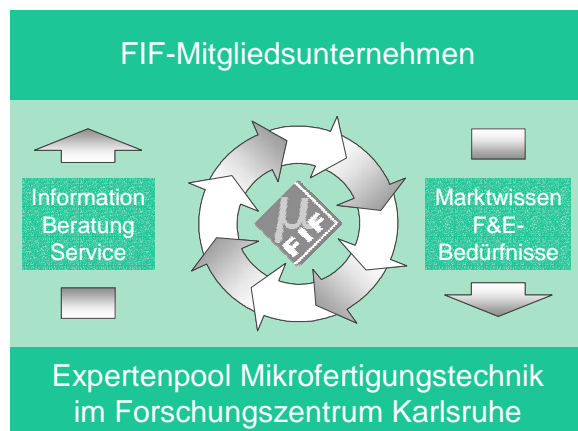
### 2.1 FIF

Das Forschungszentrum Karlsruhe IndustrieForum Mikrofertigungstechnik – kurz FIF – ist eine Plattform zur Verbesserung der Kommunikation und Kooperation zwischen Industrie und Forschung, eingerichtet für die interessierte Industrie zur Förderung des Wissens- und Technologietransfers im Bereich der Mikrofertigungstechniken. FIF schöpft aus dem Know-how der rund 250 Wissenschaftler und Ingenieure in 12 Instituten des Programms Mikrosystemtechnik und aus einer Vielzahl verfügbarer Messeinrichtungen und technischer Anlagen. Als eigens geschaffene Einrichtung bietet FIF den Mitgliedsunternehmen seit seiner Gründung im Jahr 1999 durch besondere, persönliche Betreuung einen erstklassigen Zugang zu einem breiten Informations-, Beratungs- und Dienstleistungsangebot.

Die FIF-Expertise umfasst interdisziplinär vernetztes Technologie- und Prozesswissen in folgenden Bereichen der Mikrosystemtechnik:

- Ultraviolett- und Röntgentiefenlithographie, Laserbearbeitung und Mikrozerspanung als *primäre Fertigungstechniken* zur direkten Mikrostrukturierung von Bauteilen oder Abformwerkzeugen.
- Mikrospritzguss, Heißprägen, Galvanik und keramische Formgebung als *Replikationstechniken* zur kostengünstigen Vervielfältigung der erzeugten primären Strukturen.
- LIGA und AMANDA als *Verfahrenskombinationen* zur Erzeugung komplexer Strukturen oder Komponenten.
- Dünnschichttechnik, Mikromontage, Mikrohandhabung und Mikroelektronik als *Systemtechniken* zum Aufbau von Mikrosystemen.
- Werkstoffprüfung und Mikrobereichanalytik als Leistungen der *Materialforschung* zur Beantwortung spezifischer Fragestellungen zu Materialien der Mikrosystemtechnik.

Das Expertenwissen über diese Mikrofertigungstechniken wird den FIF-Mitgliedsunternehmen nicht nur einfach abstrakt angeboten, vielmehr steht hinter jeder Technologie ein Experte, der mit Rat und Tat verfügbar ist. Wesentlich für den Praxisbezug des Wissenstransfers ist die zusätzlich angebotene Möglichkeit des Zugriffs auf Geräte und Anlagen des Forschungszentrums, zum Beispiel zur Durchführung von Messungen oder für die Herstellung von Funktionsmustern. Somit bietet FIF auf der Basis seines Expertenpools den Mitgliedsunternehmen ein breites Spektrum von Dienstleistungen: Fachliche Information, individuelle Beratung und technischen Service.



Die Betreuung der Mitgliedsunternehmen obliegt einem speziell geschulten Team, das eine schnelle, unkomplizierte und kompetente Bearbeitung aller Anfragen gewährleistet. Umgekehrt fließen die marktgetriebene Bedürfnisse der Mitgliedsunternehmen in die Forschungsarbeiten des Forschungszentrums ein und führen zu deren anwendungsgerechteren Ausrichtung. Dem Industrieforum FIF als Institution kommt dabei die Aufgabe zu, als Motor der Kommunikation den Informationsfluss in beide Richtungen aufrecht zu erhalten und Impulse für Kooperationen zu setzen. So entsteht in vertrauensvoller und längerfristiger Zusammenarbeit ein Netzwerk aus Anwendern und Wissenschaftlern, das als gemeinsames strategisches Ziel die Schaffung neuer Allianzen zur Einführung und Anwendung innovativer Technologien und Produkte verfolgt. Die Leistungen sind in direkter Absprache mit dem FIF-Büro und den Experten in den Instituten abrufbar, zeitsparend und nervenschonend durch Verzicht auf aufwändige Formalitäten. An jedem Punkt der Wertschöpfungskette von der Vision bis zum Produkt können Mitgliedsunternehmen in direktem Zugriff auf interdisziplinäres Expertenwissen das umfangreiche Potenzial des Forschungszentrums zu ihrem Wettbewerbsvorteil nutzen.

Bausteine des FIF-Angebots sind u. a. ein viermal jährlich erscheinender Newsletter, zwei Workshops pro Jahr, individuell nach Kundenwunsch erstellte Messe- und Konferenzberichte, Beratung und Analyse in mikrofertigungstechnischen Fragestellungen, und die Nutzung technischer Einrichtungen des Forschungszentrums bei stets intensiver, individueller und persönlicher Betreuung.



FIF gehören 21 Mitgliedsunternehmen aus dem deutschsprachigen Raum an (Stand 2003). Sie decken ein breites Branchenspektrum ab und sind in unterschiedlichem Maße in der Mikrosystemtechnik aktiv. Allen gemeinsam ist jedoch der Wille, den Mikrosystemtechnik-Markt mit zu gestalten. Bei FIF kommunizieren die Mitgliedsunternehmen intensiv untereinander und mit Wissenschaftlern. Die Kooperation von Partnern aus Industrie und Forschung im Industrieforum Mikrofertigungstechnik stellt dabei einen Erfolgsfaktor dar, den es zu nutzen gilt. Ob „alter Hase“ oder Neueinsteiger: Die Abkürzung auf dem Weg in die Mikrosystemtechnik heißt FIF.



## 2.2 ZWM

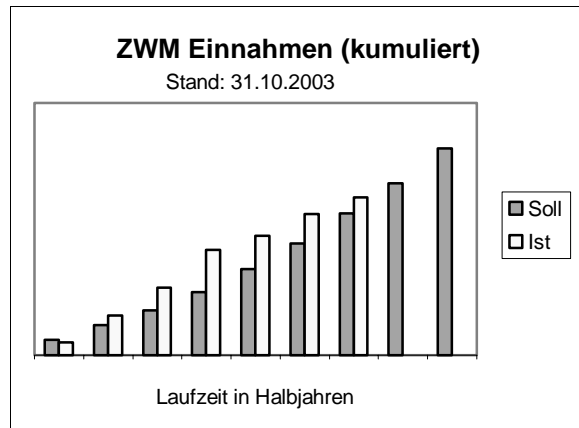
Das Zentrum Werkstoffe der Mikrotechnik Karlsruhe (ZWM) ist eine interdisziplinäre Arbeitsgruppe auf Zeit. Eingerichtet mit der Unterstützung des Bundesministeriums für Bildung und Forschung (Fördernummer 03N6018), hat es folgende Zielsetzung:



„Ziel des ZWM ist die beschleunigte Umsetzung von wissenschaftlichen Erkenntnissen im Bereich zwischen der Mikrotechnik und den Werkstoffwissenschaften in die industrielle Praxis.“

Maß und Hebel der Umsetzung sind folgende Mittel:

- Bearbeitung von Industrieaufträgen
- Firmengründungen
- Marketing
- Fortbildung in der Mikrotechnik

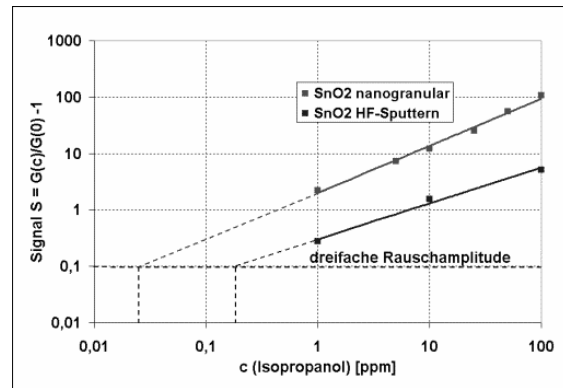


Das Diagramm zeigt anhand der ZWM-Einnahmen, wie der Wissenstransfer über den Verkauf von Forschungs- und Entwicklungsdienstleistungen und -ergebnissen erfolgt. In den ersten 3 Jahren seit der Gründung des ZWM wurden über 200 Aufträge zur Zufriedenheit der Kunden abgewickelt.

Möglich wurde dies, weil ein Teil der zur Verfügung stehenden Fördergelder als Bonus an die in der Projektakquisition besonders erfolgreichen Institute ausgeschüttet wurde und wird. Die damit mögliche Einstellung zusätzlicher Mitarbeiter treibt einen internen Wettbewerb zum allseitigen Nutzen an – und die Erfahrung zeigt, dass diese Motivation hoch wirksam ist.

ZWM bietet seinen Kunden Beratung, Forschungsprojekte, schnelle Produktion von funktionsfähigen Teststücken und Prototypen an. Dahinter steht ein umfangreiches Wissen über Produktionsmethoden und -einrichtungen. ZWM bietet beispielsweise Materialien und Beschichtungsverfahren zum Schutz vor Verschleiß und chemischer Korrosion, Methoden zum schnellen und präzisen Laserschneiden von Stahl und Hartmetall, Mikrospritzguss und Mikroprägen in Kunststoff, Metall und Keramik. Mikrostrukturierte Formeinsätze werden hierfür galvanisch aus Nickel und Nickellegierungen oder für das schnelle und preiswerte Prototyping aus Kunststoff gefertigt. Ebenfalls im Angebot: eine elektrisch leitfähige Keramiklegierung mit (auch in-

nerhalb eines Bauteils variierend) einstellbaren Widerständen zum Einsatz in Heizelementen und Rapid Prototyping für keramische Mikrokomponenten.



*Deutliche Empfindlichkeitssteigerung durch Materialverbesserung: nanogranulare Sensorschicht eines Gasanalyse-Mikrosystems*

Durch die interdisziplinäre Struktur und Arbeitsweise können auch komplexe Problemstellungen schnell und kompetent bearbeitet werden. Durch die Nutzung des ZWM können Industriepartner auf das Wissen, die Erfahrungen und die Ideen der 5 mit werkstoffkundlichen Fragestellungen an ZWM beteiligten Instituten zurückgreifen und die Kreativität der Mitarbeiter für ihre eigenen Fragestellungen einsetzen.

Mit ZWM-Unterstützung können auch kleine und mittelständische Firmen ohne große eigene Forschungsabteilung die Chancen der Mikrotechnik nutzen. Die erzielten Ergebnisse, der Umsatz und die Zahl der Aufträge zeigen, dass dieses Angebot von industriellen Anwendern angenommen und intensiv genutzt wird.

### 3. Herausforderungen und Perspektiven

Mit FIF und ZWM sind im Forschungszentrum Karlsruhe zwei Einrichtungen etabliert, die bereits über Jahre hinweg nahe am Markt operieren. Beide können mit Fug und Recht als Erfolgsmodelle betrachtet werden. Die Mitglieder- und Umsatzzahlen sprechen für sich, wie auch die durchweg positiven Rückmeldungen der Kunden. Im Laufe der Zeit ändern sich jedoch Forschungsinhalte ebenso wie die Angebotslandschaft der immer zahlreicher werdenden Netzwerke der Mikrosystemtechnik. In jüngster Zeit tritt beispielsweise die Nanotechnik immer stärker in den Vordergrund des Interesses, was sich bereits in der vorgesehenen Zusammenlegung der Programme MIKRO und NANO des Forschungszentrums Karlsruhe zeigt. Auch FIF

und ZWM werden davon nicht unbeeinflusst bleiben und müssen sich stets im Wettbewerb behaupten.

FIF hat sich als Musternetzwerk im Zentrum entwickelt, wird aber intern und extern ständig hinterfragt. Solange FIF allen beteiligten Instituten und Unternehmen Nutzen bringt – Stärkung der zentrumsinternen, interdisziplinären Vernetzung, Förderung marktbezogener Industriekontakte, erstklassiger Forschungsdienstleistungen für die Industrie – wird sein Erhalt kaum in Frage gestellt werden. Nicht zu unterschätzen ist jedoch die Konkurrenz anderer Netzwerke, die in immer größerer Zahl aus dem Boden schießen. Hier gilt es, das Profil von FIF zu schärfen und, wo nötig, geänderten Erfordernissen anzupassen, ohne die eigenen Kernkompetenzen aufzugeben. Neben der beständigen Pflege und Entwicklung des FIF-Teams gehören dazu Anknüpfungen an Partnernetzwerke, die Überarbeitung des Portfolios und die Besetzung neuartiger Angebote. Konkrete Ansätze hierfür sind die behutsame Heranführung der Unternehmen an die Nanotechnologie und die Etablierung eines proaktiven Innovationsmanagements, ergänzt durch beständige Mitgliederpflege und intensive Akquisitionstätigkeit.

Beim ZWM ist noch ungeklärt, wie die erfolgreiche Transferarbeit nach Ende der Förderung durch das BMBF fortgesetzt werden kann – oder ob dieses überhaupt in der jetzigen Form möglich ist. Ohne zusätzliche Fördermittel fehlt der wesentliche Antrieb des internen Wettbewerbes.

## Literatur

[1] [www.fzk.de/fif](http://www.fzk.de/fif)

[2] [www.fzk.de/zwm](http://www.fzk.de/zwm)

[3] Th. Schaller: *Kooperation von Forschung und Industrie am Beispiel FIF, RICONESeminar „Schnittpunkt Kunststoff- und Mikrosystemtechnik“*, 5./6. September 2002, Prien am Chiemsee

[4] Th. Schaller: *Passt haargenau! Das Industrieforum Mikrofertigungstechnik FIF – ein Unternehmensclub der etwas anderen Art*, HGF-Jahresheft 2003, 49-52

Auch die geschaffene interinstitutionelle Infrastruktur wird keinen Bestand haben. Verschärft wird dies durch die Tatsache, dass diejenigen Geschäftsfelder, die in der Lage sind, Überschüsse zu erzielen, die logischen Kandidaten sind, um wirtschaftlich tätige Unternehmen zu gründen. Mit der SYSCA AG (Geschäftsfeld Gasanalyse-Mikrosysteme) und der KaVo Material GmbH (Geschäftsfeld schwindungsfrei sinternde Keramik) ist dieses in der Folge der Aktivitäten des ZWM bereits geschehen. Das ist durchaus gewünscht und wurde so auch in der Planung des ZWM erwartet, schmälert jedoch als Nebeneffekt die Ertragskraft des ZWM, das auch aus diesem Grunde weiterhin auf externe Unterstützung angewiesen sein wird.

Das Forschungszentrum Karlsruhe hat mit FIF und ZWM im Bereich der Mikrosystemtechnik ein Angebot geschaffen, das, angesichts der Fülle der verfügbaren Technologien und dem Maß der Ausrichtung auf industrielle Bedürfnisse, in Europa einzigartig ist. Die weitere Entwicklung der beiden Einrichtungen wird davon abhängen, und der zukünftige Erfolg wird daran gemessen werden, wie stark die Industrie FIF und ZWM als Instrumente für die eigenen Aktivitäten am Markt nutzen wird. Nur bei klarer Nachfrage seitens der Industrie können die Angebote erhalten und weiter ausgebaut werden. Wir fordern Unternehmen auf, diese Chance aktiv zu ergreifen und die eigens für die Industrie etablierten Dienstleistungsangebote des Forschungszentrums Karlsruhe zu nutzen. Mit uns kommen Sie weiter.

[5] H. Moritz, C. Ettl, A. Schubert: *Centres of Excellence, Materials for Microsystem Technology*, *mstnews* 4 (2001) 44

[6] P. Bley, J. Haußelt, H. Moritz: *Center for materials for microtechnology in Karlsruhe. 6th Internat. Conf. on the Commercialisation of Microsystems (COMS 2001)*, Oxford, GB, 2.-6.9.2001

[7] H. Moritz: *From Scientists' Vision to Citizens' Benefit, Micro-Moulding 2002*, 4.7.2002, University of Warwick, Coventry



# POLYMICRO – Beispiel für den Transfer der Kompetenz des Forschungszentrums Karlsruhe in der Mikrooptik

Jürgen Mohr, Holger Hoffmann

Institut für Mikrostrukturtechnik

## Zusammenfassung

Mit dem im Rahmen von Europractice etablierten Kompetenzzentrum POLYMICRO für polymere Mikrooptik versucht das Forschungszentrum mit seinen Partnern das Bewusstsein für die Möglichkeiten und den Einsatz polymerer Mikrooptik bei der europäischen Industrie zu schaffen um damit die europäische Industrie, insbesondere KMU's zu stärken. Dabei werden die gemeinsamen Kompetenzen unter dem Corporate Identity POLYMICRO unter Zurückstellung der eigenen Identität vermarktet. Dies eröffnet neue Zugangsmöglichkeiten zu potentiellen Interessenten an den Arbeiten des Forschungszentrum. Mit dieser Aktivität und mit seinen Netzwerkaktivitäten hat sich das Forschungszentrum als wichtiger Partner für Wissenschaft und Industrie im Bereich polymerer Mikrooptik etabliert.

## 1. Einleitung

Mikrooptik wird weltweit als eine der wichtigsten Disziplinen der Mikrosystemtechnik angesehen und besitzt einen besonders großen Hebeleffekt. Dies liegt daran, dass mikrooptische Komponenten und Subsysteme in der Regel Bestandteil eines komplexeren Systems sind und mit dazu beitragen, dass dessen Qualität verbessert und in der Regel auch der Preis vermindert wird. Ein Beispiel sind die am Forschungszentrum entwickelten Mikrospektrometersysteme, die in verschiedene Anwendungen Eingang finden, dort aber als Einzelteil nicht mehr zu erkennen sind [1]. Insofern spielen mikrooptische Systeme eine ähnliche Rolle wie mikroelektronische Schaltkreise (vgl. z.B. Intel inside). In der Regel sind sich die Systemhersteller der Bedeutung, die mikrooptische Komponenten und Subsysteme bei der Verbesserung ihrer Geräte spielen können nicht bewusst, da der Geräteentwickler in der Regel die Möglichkeiten innovativer Entwicklungen gar nicht gewahrt wird. Es besteht somit die Notwendigkeit durch geeignete Werbe- und Marketingmaßnahmen neue Entwicklungsergebnisse innovativer Technologien möglichst schnell potentiellen Interessenten nahe zu bringen und ihnen auch die Möglichkeit zu geben auf die Technologien zuzugreifen.

## 2. Europractice

Die oben geschilderte Problematik wurde frühzeitig von der Europäischen Gemeinschaft erkannt. Man hat deshalb mit der Initiative "Europractice" darauf reagiert und zunächst für die Mikroelektronik und seit 1997 auch für die Mikrosystemtechnik ein Umfeld geschaffen, mit dem

die Hemmnisse abgebaut werden sollen ([www.europractice.com](http://www.europractice.com)). Europractice hat das Ziel, die Wettbewerbsfähigkeit der europäischen Industrie zu stärken. Dazu wurden drei verschiedenen Handlungselemente eingerichtet:

- Design Houses
- Competence Centres
- Manufacturing Clusters

Begleitet wird das gesamte durch ein umfassendes Trainingsangebot im Bereich Mikrosystemtechnik über Eurotraining ([www.eurotraining.net](http://www.eurotraining.net)).

Mit diesem Konzept wird der europäischen Industrie (insbesondere KMU's) aber auch entsprechenden Forschungseinrichtungen ein kompletter Service im Zuge des Einsatzes und der Realisierung von Mikrosystemen gegeben. Er umfasst:

- kundenspezifisches Design unter Verwendung spezieller für die Mikrosysteme erarbeiteten Simulationsprogramme
- Machbarkeitsstudien und Beratung im Bereich Prozess, Werkzeuge und Equipment
- Konzeptverifizierung durch Prototypenherstellung und Kleinserienfertigung
- Zugang zu industrieller Fertigung von Mikrosystemkomponenten
- Ausbildung und Schulung notwendiger Mitarbeiter

Damit bietet Europractice einen risikoarmen und kostengünstigen Einstieg in neue innovative Entwicklungen im Bereich der Mikrosystemtechnik.

### 3. POLYMICRO

Speziell für Fragestellungen im Zusammenhang mit polymerer Mikrooptik wurde im Rahmen von Europractice das Kompetenzzentrum POLYMICRO etabliert ([www.polymicro-cc.com](http://www.polymicro-cc.com)). Damit wurde der Tatsache Rechnung getragen, dass mikrooptische Anwendungen weltweit zunehmendes Interesse finden.

Der heutige Weltmarkt für optische Komponenten und Systeme hat ein Volumen von mehreren Milliarden Euro und befindet sich in einem kontinuierlichen Wachstum getrieben durch Tele- und Datenkommunikation, Sensortechnik und Visualisierung. Diese Anwendungsbereiche erfordern neue und innovative Produkte, die den Ansprüchen nach geringer Größe und Gewicht, größerer Komplexität und höherer Zuverlässigkeit und insbesondere billigerer Produktion gerecht werden können. Insbesondere im Hinblick auf den letzten Punkt bietet sich der Einsatz von Polymeren an, aus denen mit lithographischen Verfahren und durch Abformtechniken kostengünstige Komponenten in großen Stückzahlen hergestellt werden können.

#### 3.1 Kompetenz und Partner

Zur Bereitstellung der notwendigen Kompetenz im Bereich der Herstellung mikrooptischer Komponenten aus Polymer haben sich in POLYMICRO die fünf europäischen Partner Forschungszentrum Karlsruhe GmbH (Deutschland), Heptagon Oy (Finnland/Schweiz), Epigem Ltd. (England), Daren Laboratories Ltd. (Israel) und sgt Sensorberatung (Deutschland) zusammengeschlossen. Mit dieser Partnerwahl lassen sich alle Fragestellungen entlang der Entwicklung einer mikrooptischen Komponente vom Material über Prozesstechnik bis hin zur Fertigung bearbeiten. Daren Laboratories & Sci. besitzt Expertise und Kompetenz im Bereich optischer Materialien und ist in der Lage, diese hinsichtlich mechanischen und optischen Eigenschaften zu modifizieren. Forschungszentrum Karlsruhe trägt mit umfangreicher Erfahrung in Design, Layout und Prototypenherstellung von mikrooptischen Komponenten sowie deren Montage zu Systemen zur Kompetenz in POLYMICRO bei. An Technologien zur Herstellung von mikrooptischen Komponenten sind am Forschungszentrum alle Lithographiemethoden sowie Heißprägetechnik und Spritzguss verfügbar. Die Firma Heptagon besitzt umfassende Kenntnis im Bereich des Designs und der Herstellung mikrooptischer Komponenten durch Laserstrahl schreiben und Elektronenstrahl lithographie sowie im Bereich der Abformung von großen Flächen durch UV-Belichtung. Die englische Firma Epigem bringt ihre Kompetenz im Bereich der Herstellung von Strukturen durch Rolle-zu-Rolle-Technik oder durch Laminier-

technologien ein. Sowohl Heptagon als auch Epigem sind in der Lage mikrooptische Komponenten auch in größerer Stückzahl zu fertigen. Marktstudien und Wirtschaftlichkeitsfragen können durch die Beraterfirma sgt Sensorberatung abgedeckt werden.



**Abb. 1:** Schematische Darstellung des Serviceangebots von POLYMICRO

Insofern stehen POLYMICRO verschiedene Technologien zur Verfügung, die von der Prototypenfertigung bis hin zur Produktion von Millionenstückzahlen wirtschaftlich eingesetzt werden können. Diese Technologievielfalt erlaubt es POLYMICRO verschiedenste refraktive und diffraktive Komponenten und Produkte zu fertigen, wie z.B. Mikrospektrometer, Mikrolinsenarrays, Polymer-Wellenleiter, Abstandssensoren oder Stecker für Glasfasern, die Eingang in die verschiedenen Anwendungsgebiete der Mikrooptik finden.

#### 3.2 Marketingmaßnahmen

Um das Bewusstsein der europäischen Industrie für polymere Mikrooptik zu wecken, betreiben die Partner des Kompetenzzentrums POLYMICRO Marketing unter einer gemeinsamen corporate Identity. Dies hat den Vorteil, dass mit dem Begriff eine umfassendere Kompetenz assoziiert wird, als es jede Einrichtung für sich bieten könnte. Dies bietet jedem einzelnen die Möglichkeit Interessenten anzusprechen, die sonst nicht erreicht würden weil man die einzelne Einrichtung unter einem ganz anderen Erkennungszeichen einordnet. So erhalten beispielsweise die mehr im Bereich der Entwicklung agierenden Partner Zugang zu Interessenten, die ursprünglich nur an der Fertigung einer Komponente interessiert waren. Durch eine Analyse unter diesen neuen Gesichtspunkten (z.B. Material, Design, Konzept) können bisher nicht berücksichtigte Lösungsansätze vorgeschlagen werden, die zu einer Verbesserung des Produktes führen. Insofern hat der an einer Entwicklung oder Fertigung interessierte „Kunde“ den Vorteil, dass sein Problem wesentlich breiter betrachtet

wird und somit in der Regel auch eine optimalere Lösung zu erwarten ist. Ein weitere Vorteil für die Partner besteht darin, dass die Marketingmaßnahmen koordiniert und gebündelt durchgeführt werden, was sie für jeden Einzelnen kostengünstiger machen und somit in der Summe für den gleichen Aufwand des Einzelnen mehr Marketingmaßnahmen möglich sind.

Gemeinsame Marketingmaßnahmen, die POLYMICRO derzeit durchführt sind:

- Newsletter zu polymerer Mikrooptik: Durch Interessante Informationen, die an einen breiten Interessentenkreis geschickt wird, wird das Bewusstsein an polymerer Mikrooptik gestärkt und POLYMICRO ruft sich mit seiner Kompetenz immer wieder in Erinnerung.
- gemeinsame Messeauftritte: Auch durch Messeauftritte werden die Möglichkeiten polymerer Mikrooptik einer breiten Öffentlichkeit ins Bewusstsein gerufen.
- Seminare und Workshops: Sie dienen dazu, interessierte Personen, insbesondere Entwickler bei Systemfirmen, detaillierter über die Grenzen und Möglichkeiten der polymeren Mikrooptik zu informieren (bottom up)
- Kurzveranstaltungen: Mit Ihnen wird im Umfeld von Messen oder anderen Events das Management von Firmen, die potentielle Anwender von polymerer Mikrooptik sind, angesprochen (top down)

Die bisherigen Erfahrungen zeigen, dass diese Ansätze relativ erfolgreich sind, wobei sich der größte Erfolg im Sinne eines späteren Projekts aus den Seminaren und Workshops ergibt.

#### 4. Netzwerkaktivitäten

Neben den Aktivitäten in POLYMICRO nutzt das Forschungszentrum weitere Möglichkeiten um seine Exzellenz in polymerer Mikrooptik externen Interessenten aus Industrie aber auch Wissenschaft darzustellen und zugänglich zu machen. Von besonderer Wichtigkeit ist dabei die Einbindung in europäische (NEMO), nationale (AMA – Fachverband für Sensorik) und GMM [VDI/VDE Gesellschaft für Mikroelektronik, Mikro- und Feinwerktechnik] Fachgremium) und lokale Netzwerke (Photonics BW) zum Thema Mikrooptik.

Das europäische Netzwerk NEMO ist ein Zusammenschluss von mehr als 25 europäischen Einrichtungen, die wissenschaftliche und anwendungsorientierte Fragestellungen im Bereich der Mikrooptik bearbeiten. Aufgrund der Tatsache, dass das Forschungszentrum einige Kerntechnologien zur Herstellung mikrooptischer Komponenten entwickelt und betreibt, leitet es die Gruppe „Prototyping, Mastering and Replication“, in der neben den Fertigungstechnologien

auch entsprechende Materialfragen bearbeitet werden. Durch die Tatsache, dass die applikationsorientierten Gruppen in NEMO auf diese Fertigungstechnologien zurückgreifen hat das Forschungszentrum auch einen sehr guten Bezug zu den Anwendungsfeldern. Dieser wird insofern noch verstärkt, als dass die Leitung der „Industrial Valorization Cell“ ebenfalls beim Forschungszentrum liegt. Mit diesen Aktivitäten stellt das Forschungszentrum einen Grundpfeiler dieses Netzes dar und generiert durch die Arbeit im Netz zusätzliche Kompetenz, die auch anderen Aktivitäten zugute kommt.

In den Fachgremien der AMA und der GMM sowie in Photonics BW beteiligt sich das Forschungszentrum aktiv an der Fachausschussarbeit. Dabei hat das Forschungszentrum die Möglichkeit seine Kompetenz darzustellen und dadurch insbesondere das Interesse der Industrie zu wecken. Dass das Forschungszentrum dabei als kompetenter Partner im Bereich der polymeren Mikrooptik angesehen wird, zeigt sich daran, dass mit Partnern aus diesen Gremien im letzten halben Jahr insgesamt 4 Anträge für öffentlich geförderte Projekte eingereicht wurden, in denen die Technologie des Forschungszentrums im Mittelpunkt stand.

#### 5. Zusammenfassung

Mit den Marketingmaßnahmen im Bereich der Mikrooptik wird bewusst die spezielle Kompetenz und Expertise in einem klaren eingegrenzten Themenfeld dargestellt. Damit ist dies eine Ergänzung zu den allgemeinen Marketingmaßnahmen im Forschungszentrum von MAP und Mikro. Insbesondere POLYMICRO versucht dabei, das Forschungszentrum etwas in den Hintergrund zu rücken und mit polymerer Mikrooptik eine neue Identifikationsmöglichkeit zu schaffen. Dieses Vorgehen hat sich bisher bewährt, indem die Ziele bzgl. neu generierter Projekte und Mittel nicht nur erfüllt sondern sogar übererfüllt wurden.

Nicht nur mit POLYMICRO sondern auch mit den Netzwerkaktivitäten hat sich das Forschungszentrum in der europäischen Forschungslandschaft als kompetente Einrichtung für polymere Mikrooptik etabliert. Mit seinem Technologie- und Entwicklungsangebot ist das Forschungszentrum ein wichtiger Partner für andere Forschungseinrichtungen aber auch für die in diesem Themengebiet aktive Industrie.

#### Literatur

- [1] [http://www.microparts.de/?rubrik=p\\_u\\_a&lang=d](http://www.microparts.de/?rubrik=p_u_a&lang=d) mit den Beispielen BiliCheck<sup>TM</sup>, Diamantenmessgerät Gran DC3000<sup>TM</sup>, Analyser for den Lilliput®-Chip, Near Infrared Analyzer HN 1100



# MikroWebFab, ein virtuelles Unternehmen zur Entwicklung und Fertigung von Mikrosystemen

Ulrich Gengenbach<sup>1)</sup>, Markus Dickerhof<sup>1)</sup>, Klaus Bittner<sup>1)</sup> Holger Moritz<sup>2)</sup>

<sup>1)</sup> Institut für Angewandte Informatik

<sup>2)</sup> Zentrum für Werkstoffe der Mikrotechnik

## Zusammenfassung

Die Mikrosystemtechnik ist eine Technologie, die bisher von einigen wenigen Großunternehmen dominiert wird. Nur diese Großunternehmen haben alle Technologien zur Verfügung, um die komplexen Prozessketten zu realisieren, die zur Entwicklung und Produktion von Mikrosystemen notwendig sind. Klein- und mittelständische Unternehmen sind hingegen im Allgemeinen Spezialisten in einer oder wenigen Technologien. Ihr Anteil an der Wertschöpfungskette auf die Zulieferung einzelner Dienstleistungen oder Komponenten beschränkt, weil sie nicht im Stande sind ähnlich komplexe Prozessketten zu realisieren. MikroWebFab ist ein BMBF-Verbundprojekt, das sich zum Ziel gesetzt hat, ein Entwicklungs- und Fertigungsnetzwerk von klein- und mittelständischen Unternehmen zu realisieren, das durch gemeinsame Entwicklung und Produktion im Stande ist, Mikrosysteme zu realisieren. Innerhalb des Konsortiums werden von fünf Partnern Methoden und Werkzeuge entwickelt, die es fünf Technologiepartnern erlauben gemeinsam zwei Demonstratoren, ein Bioanalyse-system und einen magnetoresistiven Sensor, die von zwei Referenzkunden spezifiziert werden, zu entwickeln. Das Projekt wird vom Forschungszentrum Karlsruhe koordiniert. Parallel zum Projekt wird ein Fertigungsnetzwerk aufgebaut, das die Projektergebnisse am Markt umsetzt.

## 1. Einleitung

Die Mikrosystemtechnik ist eine Technologie, die bisher von einigen wenigen Großunternehmen dominiert wird. In der Silizium-Mikrosystemtechnik ist dies in den hohen Investitionskosten für die Fertigungsgeräte begründet. Die Nicht-Silizium-Mikrotechnik bietet jedoch gerade für klein- und mittelständische Unternehmen große Chancen, da hier die notwendigen Investitionen in die Fertigungstechnik im Allgemeinen überschaubarer sind. Diese Chance wird in Deutschland zunehmend genutzt, so dass eine Vielzahl von Unternehmen am Markt tätig ist, die Entwicklungs- und Fertigungsdienstleistungen in einer Mikrotechnologie (z.B. Lasermikrostrukturierung, mechanische Mikrofertigung, Mikrospritzguss) anbieten. Dennoch ist es für diese Firmen als reine Dienstleister schwierig an der Wertschöpfung im Mikrosystemtechnikmarkt zu partizipieren, wenn sie nur Fertigungsdienstleistungen anbieten. Dies liegt ist in der Regel darin, dass sie nicht über die vertrieblichen und organisatorischen Möglichkeiten verfügen, um firmenübergreifend komplexe Prozessketten zur Produktion von Mikrokomponenten oder -systemen aufzubauen.

## 2. Das MikroWebFab-Konzept

Der organisatorische Kerngedanke des virtuellen Unternehmens MikroWebFab besteht im Aufbau eines Netzwerks von gleichberechtigten Partnern mit sich ergänzenden Kompetenzen und mit zentraler Koordinationsstelle das am Markt wie ein „virtuelles Mikrosystemtechnikunternehmen mit hoher eigener Fertigungstiefe agiert.

Das Ziel ist es, dem Kunden gegenüber nicht mehr nur als Dienstleister für einen Einzelprozess sondern als kompetenter Partner für Entwicklungs- und Fertigungsdienstleistungen entlang des gesamten Produktentstehungsprozesses aufzutreten.

Das Portfolio der MikroWebFab reicht dabei von der reinen Fertigungsdienstleistung, wie sie in heutigen Unternehmenskooperationen üblich ist, bis hin zur Entwicklung neuer Produktideen zusammen mit dem Kunden – ein Angebot, das weit über übliche Kooperationen hinausgehende Anforderungen an die Zusammenarbeit der Partner stellt.

Die Rollen in einem solchen Verbund sind wie folgt verteilt:





**Abb. 1:** MikroWebFab-Konzept

Technologiepartner bringen ihre Kompetenz und Standard-Mikrofertigungsprozesse in den Verbund ein.

Die zentrale Koordinationsstelle übernimmt Vertrieb und Außendarstellung des Netzwerkes und koordiniert die Auftragsabwicklung.

Ein Designbüro wird hinzugezogen, wenn bei Entwicklungsprojekten zusätzliche Kompetenzen oder prozessübergreifendes Know-how erforderlich sind.

Zur Realisierung eines solchen Netzwerkes sind eine effiziente Organisation und eine leistungsfähige Infrastruktur notwendig, die moderne Kommunikationschnittstellen-, Softwarewerkzeuge und Materialflusslösungen bereitstellt.

Dieses Konzept wird im Rahmen des BMBF-Verbundprojektes MikroWebFab entwickelt und beispielhaft an Hand von zwei Referenzprodukten erprobt.

Die oben genannten Rollen sind im Rahmen des Projektes folgendermaßen besetzt:

1. Technologiepartner
  - Fa. HE-Hybrid: Aufbau- und Verbindungstechnik
  - Fa. HL-Planar: Dünnschichttechnik
  - Fa. I-sys Automationstechnik: Mikrozerspanung
  - Fa. Microcoat Biochemische Produkte: Biobeschichtungstechnik
  - Fa. Reiner: Mikrospritzguss
2. Koordinationsstelle und Projektleitung: Forschungszentrum Karlsruhe/Institut für Angewandte Informatik
3. Designbüro: Forschungszentrum Karlsruhe/FIF-Team

4. Neben diesen drei Gruppen gibt es im Projekt das sogenannte „Dienstleisterteam“, das die Methoden und Werkzeuge für den Aufbau und den Betrieb des Netzwerkes entwickelt:

- Fa. Infoman: Informationsmanagementsystem für die Steuerung des Vertriebssystemes
- Fa. Infor: Verteiltes Produktionsplanungs- und Steuerungssystem (ERP-System) für das Fertigungsnetzwerk
- Fa. Pecon: Definition der firmenübergreifenden Geschäftsprozesse und Organisationsentwicklung.
- Fa. ACR: Materialflusslogistik
- Forschungszentrum Karlsruhe/Institut für Angewandte Informatik: Prozesswissensmanagementsystem und Leitung des Dienstleisterteams

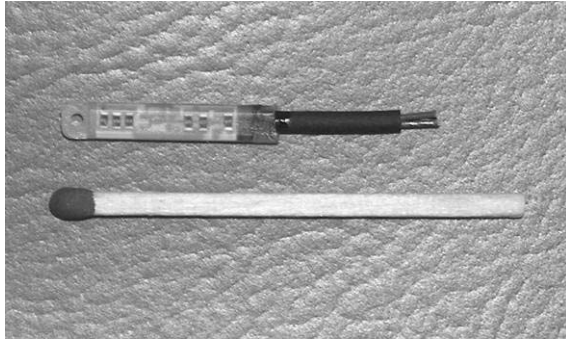
### 3. Beschreibung der Referenzprodukte

Das Spektrum von Dienstleistungen, das ein solches Netzwerk von Technologiespezialisten wie MikroWebFab bearbeiten kann, reicht von Machbarkeitsstudien, über Entwicklungsaufträge und Prototypen bis hin zu Serienproduktionsaufträgen. Bereits die beiden im Projekt bearbeiteten Referenzprodukte illustrieren die Breite an potentiellen Branchen und Produkten denen sich ein solches Netzwerk gegenüber sieht. Neben deutlich unterschiedlichen technologischen Schwerpunkten differieren die beiden Referenzprodukte auch im Detaillierungsgrad der Spezifikation.

#### 3.1 Referenzprodukt XMR-Sensor

Beim Referenzprodukt XMR-Sensor der Fa. Sick handelt es sich um einen Sensor, der an Pneumatikzylindern zur Kolbenendlageerkennung eingesetzt wird (siehe Abb. 2). Auf dem Kolben sitzt ein Ringmagnet, dessen Magnetfeld von einem im Sensor integrierten magnetoresistiven Aufnehmer gemessen wird. Die im Sensor integrierte Elektronik wertet das Aufnehmersignal aus und erlaubt eine Parametrierung des Schaltpunktes. Bei diesem Sensor handelt es sich um die Weiterentwicklung eines bereits bei Sick vorhandenen Produkts mit dem Ziel der weiteren Miniaturisierung und der Integration von zusätzlicher Funktionalität.

Der Input an das Konsortium war ein vollständiges Pflichtenheft. Auf dieser Grundlage wurden die Prozesskette zur Realisierung dieses Systems und die involvierten Technologiepartner spezifiziert:



**Abb. 2:** AVT-Muster des XMR-Sensors (Quelle: HE-Hybrid)

- Fa. HL-Planar entwickelt einen magneto-resistiven Aufnehmer in AMR-Technologie und führt eine Machbarkeitsstudie zu einem Aufnehmer in GMR-Technologie durch.
- Fa. HE-Hybrid entwickelt die AVT-Prozesse und das Layout für die Elektronikplatine des Sensors.
- Fa. Reiner entwickelt die Häusung des Sensors in Form eines spritzgegossenen Gehäuses, in das die Platine eingelegt und vergossen wird. Weiterhin führt Reiner eine Machbarkeitsstudie zum direkten Umspritzen des Sensors durch.
- Das FIF-Team unterstützt die Entwicklung des Mikrospritzgussprozesses durch Beratungen zu Materialfragen und durch Moldflow-Simulationen.

### 3.2 Referenzprodukt BioDisk

Fa. Stratec-Biomedical ist ein OEM-Hersteller von Analyseautomaten für die klinische Diagnostik und für die Biotechnologie. Die bisherigen Analyseautomaten basieren auf dem Mikrotiterplattenformat. Fa. Stratec entwickelt nun ein neues Format, die sogenannte BioDisk, das durch Miniaturisierung weit geringere Analyt- und Reagenzienmengen sowie den Bau kompakterer Analyseautomaten erlaubt.

Die BioDisk ist ein rotationssymmetrischer Träger mit einer Zentralkammer in die die zu analysierende Flüssigkeit dosiert wird (siehe Abb. 3). Von dort wird die Flüssigkeit über Kapillarkräfte auf 32 auf dem Umfang angeordneten Analyse-kammern verteilt, in denen die Analysereagenzien vorgelegt sind. Der Hauptinput an das Konsortium von diesem Referenzkunden war das Patent über das BioDisk-Design.

Zur weiteren Detaillierung der Aufgabenstellung wurden von den Technologiepartnern umfangreiche Vorversuche und Machbarkeitsstudien durchgeführt. Zusammen mit dem Kunden wurde dabei die Anforderungsliste an das Produkt

spezifiziert. Daraus ergibt sich folgende Prozesskette:



**Abb. 3:** Mikrogefrästes Funktionsmuster der BioDisk

- Fa. I-Sys Automationstechnik stellt Funktionsmuster der BioDisk und einen BioDisk-Formeinsatz mit Mikrozerspannung her.
- Fa. Reiner stellt den BioDisk-Formeinsatzes mit Mikrofunkenerosion her und entwickelt den Mikrospritzgussprozess mit verschiedenen Polymeren.
- Fa. Microcoat Biochemische Produkte: untersucht Deckelungsverfahren, führt Biobeschichtungen, fluidische Untersuchungen und mikrobiologische Tests durch.
- Das FIF-Team führt Machbarkeitsstudien zur Fluidik (Hydrophilisierung) durch und unterstützt die Entwicklung des Spritzgussprozesses durch Moldflow-Simulationen.

Beide Referenzprodukte haben inzwischen das Funktionsmuster-Stadium erreicht. Mit der Industrialisierung der Produkte wird im Jahr 2004 begonnen.

### 4. MikroWebFab-Organisation und Infrastruktur

Neben der technischen Kompetenz der Partner ist für den Kunden eine schnelle, effiziente und den industriellen Standards entsprechende Bearbeitung seines Auftrags von entscheidender Bedeutung. Dies bedingt neben dem Aufbau einer flexiblen und schlanken Organisationsstruktur auch die Bereitstellung einer entsprechenden Infrastruktur.

Die im Projekt untersuchten Aspekte umfassen im Wesentlichen die Klärung des Geschäftsmodells und der Kerngeschäftsprozesse des gemeinsam entwickelnden und fertigenden mittelständischen Unternehmensnetzwerks.

Damit eng in Zusammenhang stehen die Entwicklung der Aufbau- und Ablauforganisation

und die Frage des Vertrauensmanagements in solchen Konsortien.

Zur Aufbauorganisation gehören Aspekte wie:

- Definition des Geschäftsmodells der Mikro-WebFab
- Organisationsform, d.h. Aufgaben, Kompetenzen und Verantwortung der Organe des Netzwerks (Koordination, Technologiepartner, Designbüro)
- Qualitätssicherung
- Schutz geistigen Eigentums
- Haftung
- Kalkulation
- Rechtsform

Im Rahmen der Definition der Ablauforganisation wurden die Kerngeschäftsprozesse Vertrieb, Entwicklung und Produktion der MikroWebFab definiert. Diese bauen im Wesentlichen auf Standard-Geschäftsprozessen auf, die im Hinblick auf die Anforderungen der Virtualität untersucht und mit Methoden des Business Process Reengineering ergänzt wurden.

#### **4.1 MikroWebFab-Infrastruktur**

Parallel zur Lösung der technisch anspruchsvollen Probleme bei der Realisierung der Referenzprodukte im Service-Team wurde daher – aufbauend auf den Ergebnissen der Organisationsentwicklung die MikroWebFab-Infrastruktur aufgebaut, die es einem solchen Netzwerk erst ermöglicht als virtuelles Unternehmen neben „monolithischen“ Unternehmen am Markt zu bestehen.

##### **4.1.1 Materialfluss Logistik**

Um eine Prozesskette über verschiedene Technologiepartner, mit über Deutschland verteilten Standorten, aufrecht zu erhalten, ist ein ausgeklügeltes Logistikkonzept erforderlich. Dies wird von Fa. ACR ausgearbeitet. Grundlage hierfür ist, dass es sich um Mikrosystemprodukte mit geringer Baugröße handelt, von denen eine große Anzahl in kompakten Behältnissen (z.B. Reinraumtransportbehälter) transportiert werden können. In diesen Transportbehältern werden die Produkte in unterschiedlichen Produktionszuständen mittels Kurierdiensten von Technologiepartner zu Technologiepartner transportiert. Mittels daran angebrachten Identifikationssystemen werden die „Warenbegleitpapiere“ vom Technologiepartner elektronisch erfasst und in seine Instanz des PPS-Systems übernommen. Dies übergibt die Daten an das zentrale PPS-System, so dass in der Koordination die Auf-

tragsabwicklung verfolgt werden kann. Weiterhin übernimmt Fa. ACR die Optimierung der technologiepartnerinternen Materialflussprozesse.

##### **4.1.2 Kommunikationswerkzeuge**

Um die Kommunikation zwischen den deutschlandweit verteilten Technologiepartnern auch ohne physische Treffen zu ermöglichen, wurde eine Reihe von Werkzeugen auf ihre Anwendbarkeit hin untersucht. Eingesetzt werden mittlerweile:

- Ein zentrales Dokumentenmanagementsystem
- ein PC basiertes Videokonferenzsystem
- Eine Shared Workspace“ genannte Termindienste Software als Plattform für die gemeinsame Nutzung von verschiedenen Anwendungsprogrammen wie CAD-Viewer, Grafikviewer etc..

Das Zusammenspiel dieser Kommunikationswerkzeuge ermöglicht einen schnellen Informationsaustausch sowohl während der Treffen im „virtuellen Besprechungszimmer“, bei dem alle Partner zur gleichen Zeit miteinander interagieren, als auch zur Schaffung eines gemeinsamen Informationsraums im Arbeitsalltag.

Über die gemeinsame Kommunikation hinausgehend kommen noch die nachfolgend näher beschriebenen Werkzeuge zum Einsatz, die die Kernaufgaben der Koordination

- Marketing, Akquise
- Vertrieb und Überwachung der Gesamtprozesskette
- Machbarkeitsabschätzung Begleitung der Entwicklung

effizient unterstützen.

##### **4.1.3 Infonection – das Vertriebsmodul der MikroWebFab**

Mit Hilfe von Infonection werden in der MikroWebFab vertriebliche Informationen verwaltet und miteinander verknüpft. Infonection ermöglicht einen schnellen Zugriff auf relevante Informationen für alle Mitarbeiter des Netzwerks, beispielsweise um Kunden effizient betreuen zu können, um Wissen untereinander auszutauschen, oder um zielgerichtet Projektinformationen abzurufen.

Im Rahmen der MikroWebFab werden in Infonection Informationen zu folgenden Bereichen verwaltet:

- Kunden- und Interessentendaten

- Produkte bzw. Leistungsangebote der MikroWebFab
- Leistungsprofile der einzelnen Technologiepartner sowie der Fähigkeiten der Mitarbeiter

Durch ein Projektverfolgungs-Zusatzmodul wird der Koordinator der MikroWebFab bei der Auftragsabwicklung unterstützt. Über elektronisch hinterlegte Checklisten, die Vertriebs- und Entwicklungsprozesse workflowbasiert unterstützen, werden Verantwortlichkeiten verteilt und Termine gesetzt, bzw. überwacht.

Die Verknüpfung von Kundendaten, Auftragsinformationen und Informationen zum eigenen Portfolio, bzw. dem der Partner im Netzwerk, ermöglicht zum einen die Verfolgung der verteilten vertrieblichen Aktionen, sowie in Kombination mit dem PPS System auch die Verfolgung der Kundenaufträge für Steuerungszwecke.

#### 4.1.4 Speicherung von Fertigungs- und Prozesswissen in ProWiDa

Ein Entwicklungs- und Fertigungsnetzwerk wie MikroWebFab –insbesondere wenn es sich als Anbieter von komplexen Systemlösungen ansieht- ist in einem wesentlichen Maße auf sein Wissen über die Fertigungsprozesse und prozessschritt-übergreifende Zusammenhänge angewiesen, da diese sein eigentliches „Kapital“ darstellen. Das hierzu notwendige Prozesswissen beinhaltet neben den voranstehend genannten Informationen auch explizite Prozessdaten, bzw. Parameter, in der Mikrosystemtechnik oft auch Design Rules genannt.

Kernelement des ProWiDa-Systems ist dabei ein neuartiger Ansatz der Datenstrukturierung durch Kombination und Erweiterung von Generalisierungshierarchien, der am Forschungszentrum Karlsruhe in Zusammenarbeit mit der FH Karlsruhe entwickelt wird. Dieser Ansatz soll die bisherige Art und Weise der Prozessdokumentation, die wie in fast allen Branchen auftragsbezogen ist, durch einen fertigungsprozessorientierten Ansatz ersetzen, der dann um auftragsspezifische, „irreversible“ Parameter ergänzt wird. Der Vorteil eines solchen Ansatzes ist die Vereinfachung der Wiederverwendung von Prozessparametern und eine vereinfachte Beschreibung von Fertigungsparametern.

Eine Möglichkeit zur Erfassung dieser Parameter ist die Erfassung und Aufbereitung der während des Entwicklungs- und Fertigungsprozesses erfassten Messdaten. Diese Daten können – zusammen mit einem Modul zur Los-/ Chargenverfolgung somit einerseits zur Prozessdokumentation im Sinne der Qualitätssicherung aber andererseits auch mit Hilfe geeigneter Verfahren

des Data Mining für Machbarkeitsabschätzungen herangezogen werden.

#### 4.1.5 Abwicklung kaufmännischer Prozesse durch Einsatz einer INFOR ERP Applikationsserver Farm

Neben Kommunikation, Informations- und Wissensmanagement sind die kaufmännischen Abläufe innerhalb des Konsortiums, bzw. die zentralisierte Auftragsabwicklung gegenüber dem Kunden, ein wesentlicher Eckpfeiler der effizienten Angebotserstellung/Auftragsabwicklung im virtuellen Unternehmen. Die hierbei generierte Integrationsleistung wird auch vom Kunden als ein wesentlicher Benefit der Beauftragung eines Netzwerks angesehen. Grundidee im MikroWebFab-Projekt war es, ein System zu etablieren, das zum einen für eine Vereinfachung der kaufmännischen Abläufe gerade während der Angebotsphase sorgt, aber auch zur Auftragsverfolgung (Monitoring) und zur Abwicklung des Lieferprozesses dient. Zu berücksichtigen ist dabei, dass die Technologiepartner in der Regel schon über Produktionsplanungs- und Steuerungssysteme verfügen, und somit eine lokale Infrastruktur vorhanden ist, die insbesondere bei einem geringen Anteil des Netzwerks am Gesamtumsatz des einzelnen Partners auch nicht in Frage gestellt werden sollte.

Als Lösung für das PPS-System des Netzwerks wurde hierzu eine auf dem Softwaresystem Infor.Com basierende vollständig bei der Koordinationsstelle angesiedelte Applikationsserverfarm eingerichtet, auf die jeder Partner über einen Terminaldienste-Client auf seine eigene Instanz zugreifen kann. In diese Instanz pflegt der Partner seine kalkulatorischen Daten ein, wickelt die internen Angebote/Aufträge mit der Koordination ab und meldet den Fertigungsstatus zurück. Die Infor.Com Instanzen sind über einen Connector verknüpft, der einen vereinfachten Datenaustausch zwischen den Instanzen und der zentralen Instanz ermöglicht. Der Grad an Transparenz zwischen den Teilsystemen kann entsprechend den Vereinbarungen im Rahmen der Organisationsentwicklung variiert werden.

### 5. MikroWebFab-Geschäftsmodell

Zur Umsetzung des MikroWebFab-Konzepts in ein real existierendes Unternehmen wurden drei verschiedene Geschäftsmodelle untersucht, die sich hinsichtlich des Grades der Verantwortung, den die MikroWebFab bei der Projektabwicklung übernimmt, unterscheiden:

Agenturmodell: Die MikroWebFab ist hier im Wesentlichen eine Marketings- und Vertriebs-

plattform. Ihre Aufgabe ist es nach Akquisition eines Auftrags das zu seiner Bearbeitung notwendige Projektteam zusammenzustellen und die weitere Abwicklung an einen der Technologiepartner als Generalunternehmer abzugeben. Dieser Generalunternehmer übernimmt die Gesamtverantwortung und Haftung für den Auftrag und bindet die anderen Technologiepartner als Unterauftragnehmer ein. Bei Bedarf bindet er die MikroWebFab als Unterauftragnehmer für das Projektmanagement ein.

Föderalistisches Modell: Im föderalistischen Modell übernimmt die MikroWebFab neben Marketing und Vertrieb auch die Koordination der Entwicklungsphase. In dieser Rolle übernimmt sie das Wissensmanagement in der Auftragsabwicklung und koordiniert die Einbindung des Design-Büros. Für die Produktionsphase wird zur Begrenzung der Haftungsrisiken die Koordination wiederum an einen der involvierten Technologiepartner als Generalunternehmer abgegeben. Auch hier kann der Generalunternehmer bei Bedarf die MikroWebFab als Unterauftragnehmer für das Projektmanagement einbinden.

Zentralistisches Modell: Im zentralistischen Modell ist die MikroWebFab ein Unternehmen, das hinreichend kapitalisiert ist, um die Auftragsabwicklung einschließlich aller Haftungsrisiken vollständig zu übernehmen. Sie bindet die zur Projektabwicklung notwendigen Technologiepartner sowie ggfs. das Designbüro als Unterauftragnehmer ein.

Dieses Geschäftsmodell ist die Grundlage für die methodischen Arbeiten im Projekt. Realistischerweise ist jedoch davon auszugehen, dass das zentralistische Modell auf Grund der dafür

zu erbringenden erheblichen finanziellen Vorleistungen in der Umsetzung eines solchen Netzwerks eher der Endzustand einer evolutionären Entwicklung ausgehend vom Agenturmodell sein wird.

## **6. Ausblick**

Nach ca. einem Jahr Projektlaufzeit war das Vertrauen der Projektpartner untereinander und in das MikroWebFab-Konzept soweit gewachsen, dass einige der Technologiepartner beschlossen parallel zum Projekt eine kommerzielle „MicroWebFab“ [1] zu etablieren und so gemeinsam als Anbieter von Entwicklungs- und Fertigungsdienstleistungen am Markt aufzutreten. Dies führte im Jahr 2003 zu einem ersten Auftritt auf der Hannover Messe Industrie mit sehr positiven Reaktionen vom Markt. Inzwischen werden von MicroWebFab erste Kundenprojekte abgewickelt.

Außerdem bietet das Dienstleisterteam seine Methoden und Werkzeuge zum Aufbau und zum Betrieb von Netzwerken ebenfalls kommerziell als Web-For-Work [2] an.

## **7. Danksagungen**

Die Autoren danken allen Projektpartnern und dem Projektträger VDIVDE-IT für die gute und vertrauensvolle Zusammenarbeit.

## **8. Literatur**

[1] <http://www.microwebfab.com>

[2] <http://www.web-for-work.de>

**Wissenschaftliche Schwerpunkte I:**

**"Technologien"**



# Lithographisch hergestellte Mikrostrukturen – Herausforderungen zwischen Innovation und Anwendung

Joachim Schulz

Institut für Mikrostrukturtechnik / Forschungszentrum Karlsruhe

## Zusammenfassung

Im Programm MIKRO stehen die E-Beam- und die Röntgenlithographie im Vordergrund der F&E-Arbeiten. Als Strukturierungsmethode auf dem Stand der Technik werden die UV-Lithographie und die Stereolithographie eingesetzt. Während die Röntgentiefenlithographie (Resisthöhe 100-1000  $\mu\text{m}$ ) durch unsere Arbeiten sehr gut verstanden ist und der industriellen Vermarktung durch die ANKA GmbH zur Verfügung steht, gehen die neuen Forschungsimpulse hin zu neuen Materialien und zu sub- $\mu\text{m}$ -Strukturen mit hohen Aspektverhältnissen für photonische Anwendungen.

Der Autor fasst hier die Arbeiten des Programmes MIKRO stellvertretend zusammen.

## 1. Einführung

Die Lithographie als Strukturierungsmethode ist aus der Elektronikwelt nicht mehr wegzudenken. Dies trifft ebenso auf die Silizium-Mikromechanik zu. In der Mikrosystemtechnik von Metallen, Polymeren, Keramiken auf die sich das Programm MIKRO konzentriert, konkurriert die Lithographie mit anderen Techniken wie z.B. der Laserablation, dem Laserschweißen, dem Erodieren und der zunehmend kleiner und genauer werdenden Fräs- und Bohrtechnik (mechanische Mikrofertigung). Im Gegensatz zu den letztgenannten Technologien, hat man es im Bereich der Lithographie typischerweise mit langen Prozessketten zu tun: Maskenherstellung, Belichten, Entwickeln, Ätzen oder galvanisch Auffüllen und Strippen, um nur die Basischritte zu nennen. Die zugehörigen Forschungs- und Entwicklungsarbeiten aber auch der schlichte Betrieb standardisierter Fertigungsschritte sind daher sehr gut in großen Forschungseinrichtungen aufgehoben, die die nötige interdisziplinäre Zusammenarbeit ermöglichen.

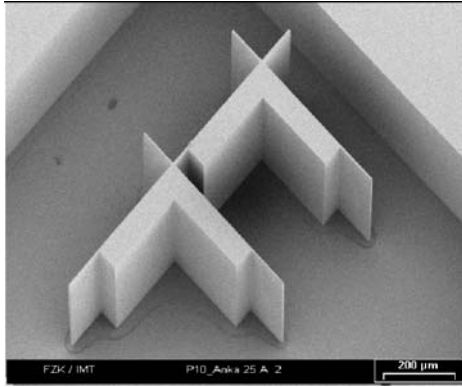
In den Abschnitten 2 und 3 werden die Röntgen-UV- und E-Beam-Lithographie als „Quasi-Standards“ behandelt. Abschnitt 4 geht auf Impulse ein, die auf neue Materialien und Materialkombinationen zurückgehen. In Abschnitt 5 werden einige Arbeiten zum Erfüllen der neuen Herausforderungen aus dem Anwendungsbereich Photonic beschrieben.

## 2. Röntgenlithographie im LIGA-Verfahren

Das LIGA-Verfahren zeichnet sich noch heute, knapp 20 Jahre nach den ersten Veröffentlichungen und vielen Jahren der Forschung an Alternativen wie UV-Lithographie mit SU-8-Resist [1] oder ASE [2], immer noch durch hohe Aspektverhältnisse und hohe laterale Präzision bei extrem guter Seitenwandqualität aus. Diese gleichzeitige Qualität aller Parameter beruht auf zwei Säulen des Prozesses: PMMA und GG-Entwickler als Materialien sowie der hochparallelen und sehr tief eindringenden Synchrotronstrahlung. Vor allem mit dem Errichten der Bestrahlungseinrichtungen an ANKA und den technologischen Arbeiten zum Verständnis von Sekundärstrahlung [3] und thermischen Effekten [4] sind nun die Voraussetzungen geschaffen, eine (quasi-) standardisierte Prototypenfertigung für Resistdicken zwischen 100 und etwa 1000  $\mu\text{m}$  an ANKA zu etablieren [5]. Die folgende Tabelle gibt den Status der Strukturierungsmöglichkeiten an ANKA wieder und das Bild untermauert die hohe Qualität der Strukturen.

Beam-Line	Dickenbereich/ $\mu\text{m}$	Status	Bemerkungen
Litho 1	<100	Im Aufbau	Doppelspiegel
Litho 2	100<D<600	OK	X-ray Spiegel
Litho 3	<100 100<D<800 1000<D	OK OK Forschung	1.3GeV 1.8GeV 2.5GeV





**Abb. 1:** 500 µm hohe Resiststruktur mit 5 µm breiten Resistwänden. Die Abbildung verdeutlicht die bislang unerreichte Qualität des LIGA-Verfahrens hinsichtlich Präzision und Seitenwandqualität.

Die Entwicklungsarbeiten in diesem Bereich betreffen zum Einen spezifische Anpassungen, die in vielen Fällen die Schnittstellen zu den vor- und nachgelagerten Prozessschritten betreffen. So erfordert beispielsweise die Herstellung von Formeinsätzen das Polieren der Resistoberfläche und der späteren Formeinsatzstirnfläche mit Aus- und Rückwirkungen auf den Lithographieprozess [6]. Zum Zweiten steht die Entwicklung von Simulations- und Handhabungswerkzeugen im Vordergrund, die den Umgang mit LIGA-Technologie auch Nichtexperten ermöglichen soll [7]. Zum Dritten erfordert die Anwendungsnähe ggf. eine spezifische Entwicklung der Messtechnik zur Überprüfung der Qualitätsparameter. Dies ist am Beispiel der metrischen Genauigkeiten in [8] ausgeführt. Weitere Arbeiten konzentrieren sich auf die Erhöhung der Fertigungsausbeute und damit der Verfügbarkeit von qualitativ höchstwertigen Röntgenmasken [9], deren Preise und Lieferunsicherheiten ein wesentliches Innovationshemmnis darstellen.

### 3. UV- und E-Beam-Lithographie im LIGA-Verfahren

Beide lithographischen Techniken erfüllen im Wesentlichen eine Service-Funktion. UV-Lithographie dient der Strukturierung von Hilfsschichten wie der elektrischen Leiterbahnen im LIGA und AMANDA-Verfahren und der Opferschichten [10]. Die Entwicklungsarbeiten in diesem Bereich konzentrieren sich auf individuelle Anpassungen, die von der Gesamtprozesskette spezifisch gefordert werden.

Die E-Beam-Lithographie zur Herstellung von Röntgenmasken [11] gehört zu den Routineprozessen am IMT. Kleinste Strukturen, die sicher hergestellt werden können, liegen bei 2 µm Brei-

te. Neue Herausforderungen bezüglich kleineren Strukturen sind in Abschnitt 5 beschrieben.

### 3.1 UV-Lithographie für Formeinsätze

Als Ergänzung zu den IMT-Formeinsätzen mit Röntgenlithographie wurden in den letzten Jahren großformatige Nickel-Formeinsätze entwickelt, die mit UV-Lithographie in SU8 hergestellt werden. Die Anwendungsgebiete liegen vor allem in den Bereichen Fluidik / Biotechnologie und Mikrooptik. Referenzkunde ist die Fa. Greiner Bio-One [12]. Folgende Merkmale sind hervorzuheben:

- Layout-Durchmesser bis 125mm
- Strukturhöhen 10 bis 100 µm
- Auswerferschräge exemplarisch bei 50 µm Strukturhöhe: 1 µm je Kante
- Toleranz der Strukturbreite: 2 µm
- Rauigkeiten an Stirn- und Grundfläche besser 20 nm
- Rauigkeiten an Seitenwand besser 100nm
- Aspektverhältnis max. 2
- Ggf. Einschränkungen durch „Layoutregeln“

### 4. Neue Materialien in der Röntgentiefenlithographie (RTL)

Die Arbeiten in diesem Bereich entstammen der Erforschung und der Verfügbarkeit von neuen Materialien.

#### 4.1 Präkeramische Polymere

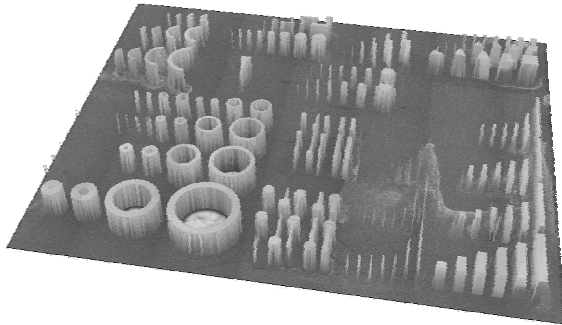
Präkeramische Polymere sind siliziumorganische Verbindungen (z.B. Polysilazane), welche durch Pyrolyse bei Temperaturen bis ca. 1400 °C in amorphe Si-(C-)N Keramiken umgewandelt werden können und so zu chemisch und thermisch sehr stabilen Materialien mit breiten Anwendungsgebieten führen. Beispielsweise werden sie bei hohen Temperaturen (ca. 400 °C) auch durch Dämpfe konzentrierter Säuren nicht angegriffen.

Diese Polymere können neben der thermischen Umwandlung auch strahlungsinduziert zu Duroplasten vernetzt werden. Diese Vernetzung führt schon zu einer sehr hohen chemischen Stabilität, die durch einen anschließenden Pyrolyseschritt erheblich erhöht werden kann.

Dieser Sachverhalt führte zur Untersuchung der Strukturierbarkeit von keramischen Precursor-materialien durch Röntgentiefenlithographie [13]. Durch Spincoating bzw. Gießen auf Aluminiumoxid-Substrate wurde die Polymerlösung bzw.

-suspension aufgebracht, nach der Trocknung belichtet und in einem Lösemittel entwickelt. Strukturen mit einer Breite von  $5\ \mu\text{m}$  bei einer Höhe von bis zu  $100\ \mu\text{m}$  konnten mit der eingesetzten Lithographiemaske erzeugt werden (Abb. 2).

Zur Erhöhung der keramischen Ausbeute des abschließenden Pyrolyseschrittes kann  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Pulver zugesetzt werden.



**Abb. 2:** Oberflächentopographie des entwickelten präkeramischen Polymers nach der Röntgentiefenlithographie. Aufnahme durch optische Mikroskopie in mehreren Ebenen.

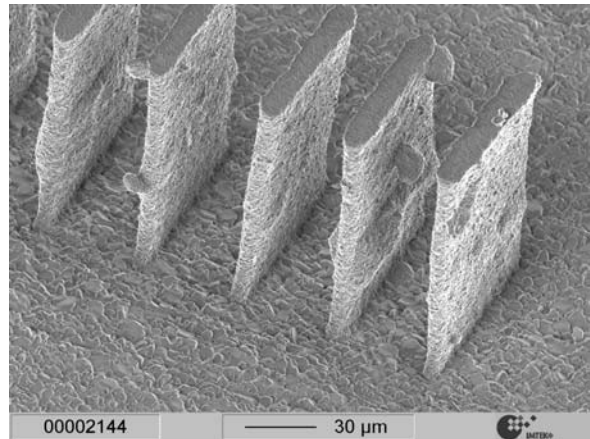
#### 4.2 SU8-Aluminiumoxid-Komposite

Der epoxidbasierte Negativresist SU8 zeigt in der UV-Lithographie hervorragende Eigenschaften bezüglich Empfindlichkeit und Abbildungstreue. Seit kurzer Zeit wird SU8 ebenfalls in der Röntgentiefenlithographie zur Herstellung von Mikrostrukturen mit Aspektverhältnis bis zu 100 verwendet.

Zur Realisierung von keramischen Mikrostrukturen wurde eine neue Prozesskette mit folgenden Schritten entwickelt [14]:

- a) Erzeugung eines hochgefüllten, noch fließfähigem  $\text{SU8-Al}_2\text{O}_3$ -Komposits (42 Vol% Keramikanteil)
- b) Gießen von homogenen Filmen (Schichtdicke bis  $400\ \mu\text{m}$ )
- c) Röntgentiefenlithographie inkl. Entwickeln
- d) Entbindern und Sintern zur keramischen Mikrostruktur

Freistehende Teststrukturen mit einem Aspektverhältnis von 16 (Höhe:  $160\ \mu\text{m}$ , Breite:  $10\ \mu\text{m}$ , Tiefe:  $100\ \mu\text{m}$ ) sind realisierbar. Die Struktur wurde auf dem Aluminiumoxid-Wafer direkt entbindern und gesintert, Abb. 3 zeigt die entsprechende keramische Teststruktur.



**Abb. 3:** Frei stehende  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Teststrukturen nach dem Entbindern und Sintern.

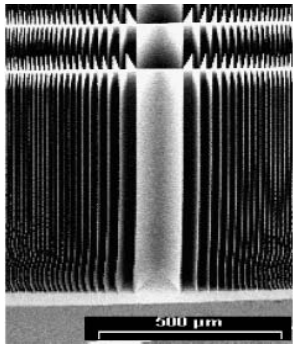
#### 4.3 RTL mit SU8 für Röntgenlinsen

Zur Erhöhung der Auflösung vieler Experimente an Synchrotrons ist es interessant, die Strahlung zu fokussieren. Da der Brechungsindex aller Materialien bei diesen Wellenlängen sehr nahe bei 1 liegt, ist die Brechwirkung sehr klein. Nutzt man allerdings die Möglichkeit der Mikrotechnik, viele „schwache“ Linsen hintereinander zu schalten, lässt sich eine Fokussierung erreichen. Dieser Gedanke wurde in den vergangenen Jahren systematisch am IMT verfolgt [15] und technisch in SU8-Resist in  $1000\ \mu\text{m}$  Dicke umgesetzt. Folgende Eigenschaften macht man sich zu nutze:

- Parallele Fertigung von hunderten präziser, schwacher Linsen auf einem Substrat
- Extreme Beständigkeit von SU8 gegen Synchrotronstrahlung
- Geringe Absorption von Synchrotronstrahlung durch SU8 im Vergleich mit metallischen Linsen.

Die besondere Herausforderung besteht bei SU8-Resist in der Definition und Beherrschung der Beschichtungstechnik für solch große Dicken. SU8 ist ein Flüssigresist, der durch Ausstreuen des Lösemittels durch einen Prebake fest wird und dessen lithographische Eigenschaften extrem vom Restlösemittelgehalt abhängen. Die hier gewonnenen Erkenntnisse sind auch für die Anwendung des SU8-Resists in der UV-Lithographie von herausragender Bedeutung [16]. Weiterhin ist SU8 ein chemisch verstärkender Negativresist, der auch bei kleinsten Intensitäten von Streu-, Fluoreszenz- oder Beugungsstrahlung zu vernetzen beginnt. Dies ist voraussichtlich die Ursache der gegenüber PMMA festzustellenden erhöhten Seitenwandrauigkeit und

kann zu unsaubereren Strukturen führen. Die Qualität der am IMT hergestellten Strukturen ist der folgenden Abbildung oder besser den zitierten Originalarbeiten zu entnehmen. Ein Fokus von  $3\ \mu\text{m}$  FWHM wurde nachgewiesen.

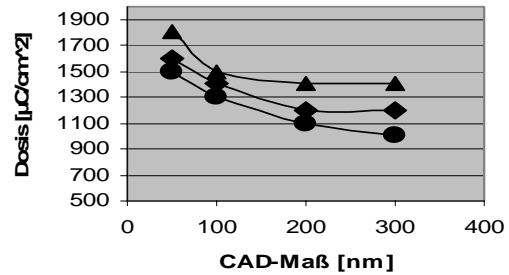


**Abb. 4:** REM-Aufnahme einer Kinoformlinse zur Fokussierung von Synchrotronstrahlung bis in den unteren  $\mu\text{m}$ -Bereich. Strukturhöhe:  $1000\ \mu\text{m}$ , Material: SU8.

## 5. Neue Anforderungen an die Lithographie aus der Photonik: sub- $\mu\text{m}$ -Strukturen

Im Zusammenhang mit dem Schwerpunkt „Photonische Kristalle“ entstehen neue Forderungen an die Lithographie. Periodische Strukturen sollen genutzt werden, um das Ausbreiten von Licht entlang gezielter Störungen zu lenken. Die Dimension dieser Strukturen muss deutlich kleiner als die Wellenlänge sein, die für die Kommunikationstechnik bei  $1550\text{nm}$  liegt. Daraus leitet sich die Forderung nach Auflösungen bis hinunter zu  $0.2\ \mu\text{m}$  ab. In der Halbleiterlithographie ist dies Stand der Technik. In der Photonik führt aber die Kopplung mit den Forderungen nach (A) strenger Periodizität über viele Einheitszellen, (B) Rauigkeiten kleiner  $30\ \text{nm}$  und (C) einem hohen Aspektverhältnis von 10, besser 20, zu neuen Herausforderungen. Die Arbeiten zu Grenzen des Aspektverhältnisses bei der sub- $\mu\text{m}$ -Kopie in Röntgenlithographie sind an anderer Stelle in diesem Band beschrieben [17].

Für die primäre Mustererzeugung mit E-Beam-Lithographie gerät ein grundsätzliches Problem in den Vordergrund: durch Streuung der Elektronen im Resist erfordert jede Geometrie eine eigens optimierte Dosis (Abb. 5). Weiterhin treten beim Aneinanderreihen der Schreibfelder des E-Beam ( $500 \times 500\ \mu\text{m}^2$ ) üblicherweise leichte „Stitchingfehler“ ( $<80\text{nm}$ ) auf, die gerade für optische Anwendungen zu nicht tolerablen Verlusten führen. Dies kann und muss durch geschickte Geometrieoptimierung umgangen werden.



**Abb. 5:** Bei sehr kleinen Strukturen wird die optimale Dosis in der E-Beam-Lithographie stark abhängig vom Layout. Die obere Kurve zeigt die Grenzdosis, oberhalb derer die Strukturen beschädigt werden (z.B. mangelnde Haftung). Die untere Kurve zeigt die Grenzdosis, unterhalb derer die Strukturen nicht sauber entwickelt sind. Die mittlere Kurve zeigt das IMT-Optimum.

## 6. Schlussbemerkungen und Ausblick

Auf den Untertitel des Beitrages soll hier noch eingegangen werden. Das Erarbeiten einer Fertigungstechnik für Anwendungen erfordert vornehmlich eine Beherrschung der Technologie, die sich am Erreichen technischer Spezifikationen für die Anwendung orientiert. Notwendige Bedingungen hierfür sind: festgelegte Prüfkriterien und Prüfmethode, festgelegte Fertigungsabläufe und die Kenntnis der Fertigungsrisiken und ggf. der –ausbeuten. Ein detailliertes Prozessverständnis ist hilfreich aber nicht notwendig. Als Leitsprüche können gelten: (A) never change a running process oder (B) variation is the enemy of quality [18]. Im Gegensatz hierzu stehen oft die Wünsche der Forscher, die nach dem Motto handeln (sollen): ein Mal ist kein Mal, zwei Mal ist immer. Der Herausforderung, diese scheinbaren Gegensätze zu einem konstruktiven und kreativen Miteinander zu führen, stellt sich das Programm MIKRO sehr erfolgreich [19].

## Literatur

- [1] US Patent 4882245, Gelorme, Cox, Guterrez, "Photoresist composition and Printed Circuit Board and Packages made Therewith" November 1989, IBM
- [2] Deutsches Patent EDE19736370-A1; Lärmer, F. Schilp, A. Anisotropically etching micro-and nano-structures in silicon substrates BOSCH GMBH ROBERT (BOSC), 1999

- [3] 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 Engineering*, 23(1994) S.223-26
- [4] Achenbach S., Pantenburg F.J., Mohr J. (2003) "Numerical simulation of heating and thermal distortions during exposure in deep X-ray lithography microstructures" *Microsystems Tech.* 9(3): 220-224
- [5] Mohr, J.; Achenbach, S.; Börner, M.; Pantenburg, F.J.; Saile, V, *Röntgentiefenlithographie an ANKA. Nachrichten - Forschungszentrum Karlsruhe*, 32(2000) S.333-40
- [6] J. Schulz, K. Bade, M. Guttmann, L. Hahn, A. Janssen, U. Köhler, P. Meyer, F. Winkler *Ensuring Reliability and Repeatability in LIGA Mould Insert Fabrication, Microsystem Technologies*, accepted for publication
- [7] P. Meyer, J. Schulz, L. Hahn, *DoseSim: A Microsoft-Windows graphical user interface for using synchrotron x-ray exposure and subsequent development in the LIGA process, Review of Scientific Instruments*, 74, No.2, February 2003, pp. 1113-1119
- [8] Thelen, R. et. al. "Metrische Genauigkeiten bei der Zahnradfertigung mit LIGA", 5. Statuskolloquium des Programms MIKRO am FZK, dieser Band
- [9] A. Janssen, H. Hein, B. Matthis, P. Jakobs, S. Achenbach, M. Börner, D. Maas, „Arbeitsmasken für die Röntgentiefenlithographie“ 5. Statuskolloquium des Programms MIKRO am FZK, dieser Band
- [10] Schulz, J. Mohr, J. *Optische Lithographie als Strukturierungsmethode der Mikrotechnik und spezielle Anwendungen fuer den LIGA-Prozess. 1. Statuskolloquium des Projektes Mikrosystemtechnik, Karlsruhe*, 23.-24. September 1993 KfK-5238 (September 93) S.127-31
- [11] HEIN, H.; BLEY, P.; GOETTERT, J.; KLEIN, U. *Elektronenstrahlolithographie zur Herstellung von Roentgenmasken fuer das LIGA-Verfahren. Feinwerktechnik und Messtechnik*, 100(1992) S.387-90
- [12] Greiner Bio-One GmbH, Maybachstraße 2 D-72636 Frickenhausen
- [13] Schulz, M. „Mikrostrukturierung präkeramischer Polymere mit Hilfe der UV- und Röntgentiefenlithographie“ *Dissertation 2003; FZKA Bericht 6901*
- [14] Mueller, C., Hanemann, T., Wiche, G., Kumar, C., Goettert, J., "Fabrication of Ceramic Microcomponents Using Deep X-ray Lithography", *Proceedings of HARMST 2003*, eingereicht zur Publikation bei *Microsystem Technologies*
- [15] *Fabrication and Preliminary Testing of X-Ray Lenses in thick SU-8 Resist Layers* V.Nazmov, E.Reznikova, J.Mohr, A.Snigirev, I.Snigireva, S.Achenbach, V.Saile
- [16] REZNIKOVA, E.; NAZMOV, V.; MOHR, J. *Deep photo-lithography characterization of SU-8 resist. 5th Biennial High Aspect Ratio Micro-Structure Technology Workshop (HARMST 2003), Monterey, Calif., June 15-17, 2003*
- [17] *Innovative Prozesstechnologien zur Herstellung zweidimensionaler polymerer Photonischer Kristalle* J. Kando, S. Achenbach, R. Fettig, J. Mohr, U. Wallrabe (alle IMT), M. Herrmatschweiler, D.C. Meisel, M. Wegener“, 5. Statuskolloquium des Programms MIKRO am FZK, dieser Band
- [18] Rinke, H., Mittag, H.J. "Prozessfähigkeitsmessung für die industrielle Praxis, Hanser 1999, hier: Seite v.
- [19] Jain, R.K.; Triandis, H.C.: *Management of Research and Development Organizations*, Wiley, 1990



# Lasertechnik und mikromechanische Bearbeitung - Entwicklungen zur Mikrostrukturierung, Oberflächenmodifikation und Verbindungstechnik

Wilhelm Pfleging<sup>1)</sup>, Magnus Rohde<sup>1)</sup>, Roland Heidinger<sup>1)</sup>, Thomas Gietzelt<sup>2)</sup>, Thomas Schaller<sup>3)</sup>

<sup>1)</sup> Institut für Materialforschung I (IMF-I)

<sup>2)</sup> Institut für Materialforschung III (IMF-III)

<sup>3)</sup> Forschungszentrum IndustrieForum Mikrofertigungstechnik (FIF)

## Zusammenfassung

Der Beitrag liefert einen Überblick über den wissenschaftlichen und technologischen Entwicklungsstand der Mikrobearbeitung durch lasergestützte Verfahren und spanende Verfahren. Die Weiterentwicklung der lasergestützten Verfahren erfolgt in den Anwendungsfeldern der Mikroverfahrenstechnik, Mikrofluidik und Mikrooptik. Polymere und metallische Bauteile und Formeinsätze mit Mikrostrukturen können durch Lasermikroschweißen, Lasermikrospanen, Sublimationsabtrag oder durch Laser-LIGA hochpräzise gefertigt werden. Die lokale Eigenschaftsänderung von Werkstoffen der Mikrotechnik (LPC local property control) wird am Beispiel integrierter Monomodewellenleiter (laserinduzierte Modifikation) sowie anhand des thermischen Managements von Keramiken (Laserlegieren) demonstriert. Neue Wege in der spanabhebenden Bearbeitung werden mit dem sogenannten Mikrohobeln beschriftet. Dieses Verfahren bietet Lösungen für die Fertigung von gekrümmten Nuten mit Breiten kleiner als die verfügbaren Schaftfräserdurchmesser oder für die Fertigung von Taschen mit scharfen Innenecken. Für beide Strukturierungsmethoden werden typische Anwendungsbeispiele und Verfahrensentwicklungen aufgezeigt.

## 1. Einleitung

Im Gegensatz zur mechanischen Bearbeitung, wo Werkzeug und Material in direktem Kontakt stehen, ist die Lasermaterialbearbeitung berührungslos und daher „verschleißfrei“. Die Dimension der Werkzeuge ist vergleichbar, wenn man Fokusdurchmesser und Fräs Werkzeug betrachtet. Allerdings ist die Auswahl des Werkzeugs „Laser“, mehr noch als bei der mikromechanischen Bearbeitung, von vielen werkstoffspezifischen Faktoren abhängig. Für den Anwender kommt es darauf an, beide Werkzeuge sinnvoll und auf das Strukturierungsproblem angepasst einzusetzen, evtl. auch kombiniert mit anderen Technologien.

### 1.1 Lasermaterialbearbeitung

Die ersten Strukturierungsanwendungen von Laserstrahlung waren schon in den 60er Jahren gefunden worden, als in hoher Stückzahl Saphir- und Rubinuhrlagersteine gebohrt wurden. Die Bohrdurchmesser betragen weniger als 100 µm. Ende der 70er Jahre wurde der Laser zunehmend im Bereich der Elektronik zum Gravieren, Trimmen, Markieren und Mikrofügen eingesetzt. Schneiden, Schweißen mit Laserstrahlung wurden in den 80er Jahren als industrietaugliche Fertigungsverfahren entwickelt. Heute finden Laser als Werkzeuge in nahezu allen Bereichen

der industriellen Fertigung ihre Einsatzgebiete. So wird z.B. beim neuen VW-Golf das Laserschweißen routiniert eingesetzt: Die Schweißnahtlänge pro Fahrzeug beträgt 70 m und bis zu 1400 Laserschweißpunkte werden gesetzt. In der Optoelektronik und der Datenverarbeitungsindustrie werden Laser zur Bearbeitung im Submikrometerbereich eingesetzt. Typische etablierte mikrotechnische Anwendungen liegen in der Excimer-Lasermaterialbearbeitung von Polymeren, Keramiken und Gläsern: Düsen für Tintenstrahlköpfe, TFT-LCD Bildschirme, Faser-Bragg-Gitter oder Computer-Chips. Im Bereich der Mikrotechnik werden am Forschungszentrum Laserprozesstechniken für den Mikroformenbau, die Mikroverfahrenstechnik, Mikrofluidik und für die Mikrooptik mit Abmessungen im µm-Bereich entwickelt.

### 1.2 Mikrozerspanung

Zu *High-Tech* wurde die spanabhebende Bearbeitung spätestens seit den 70er Jahren, als nach Verfahren gesucht wurde, die eine Fertigung von Trenndüsen mit Umlenkradien kleiner als 100 µm zur Uran-Isotopentrennung erlaubten. Heute ist die Herstellung optischer Oberflächen durch mechanische Bearbeitung eine Selbstverständlichkeit. Beispiele sind ultrapräzisionsgedrehte Kontaktlinsen oder Abformwerk-

zeuge für Linsen der Laseroptiken in CD-Laufwerken mit Rauwerten und Formfehlern im Nanometerbereich. Für die Mikrobearbeitung mit Strukturen und Toleranzen im Mikrometerbereich reichen konventionelle Hochpräzisionsmaschinen aus. Die am Forschungszentrum Karlsruhe durchgeführten Arbeiten zur Mikrozerspannung befassen sich mit der anwendungsnahen Entwicklung und Erprobung von Werkzeugen, der Bearbeitung gängiger technischer Werkstoffe zur Herstellung von Prototypen und Formeinsätzen für die Kunststoffabformung, und der Optimierung von Bearbeitungsverfahren.

## 2. Aktuelle Entwicklungen in der Laserprozessertechnik

### 2.1 Laserlegieren von Keramiken

Keramische Werkstoffe werden häufig eingesetzt als Substrate in der Mikrotechnik oder Sensortechnologie für aktive Elemente. Im Allgemeinen haben diese Materialien ausreichende dielektrische und mechanische Eigenschaften. Für spezielle Anwendungen, die mit hohen lokalen thermischen Belastungen verbunden sind, ist jedoch die Wärmeleitfähigkeit der eingesetzten Keramiken zu niedrig, so dass ausgeprägte Temperaturgradienten und lokalisierten mechanischen Spannungen auf dem Substrat hervorgerufen werden können. Um diese Nachteile kompensieren zu können, ist ein thermisches Management erforderlich, das in der Regel durch eine aufgebraute Metallisierung geleistet wird. Als Standardverfahren werden dafür Dünn- und Dickschichttechniken angewendet, um die elektrischen und thermischen Eigenschaften auf der keramischen Oberfläche zu modifizieren. In diesem Abschnitt wird nun die Entwicklung eines lasergestützten Verfahrens vorgestellt, das erlaubt, thermische und elektrische Leitpfade mit definierten Eigenschaften in der Oberfläche herzustellen mit freier Formgebung und einer guten thermischen und mechanischen Anbindung an das Substrat [1]. Die Oberfläche der Keramik wird mit Hilfe eines Hochleistungslasers lokal aufgeschmolzen. In das Schmelzbad werden dann metallische Partikel eingebracht. Nach der Erstarrung entsteht ein Metall-Keramik Komposit mit deutlich veränderten Eigenschaften im Vergleich zum Ausgangsmaterial. Für die Oberflächenmodifikation wurde ein CO<sub>2</sub>-Laser mit einer maximalen Leistung von 500 W eingesetzt mit einem minimalen Fokusdurchmesser von etwa 250 µm. Kleinere Strukturbreiten der erzeugten Leitpfade konnten mit einem Nd:YAG-Laser hergestellt werden, der die Einstellung von deutlich kleineren Fokusdurchmessern erlaubt. Unterschiedliche Substratwerkstoffe wurden untersucht: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Cordierite (2MgO·2 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·SiO<sub>2</sub>) und LTCC (Low Temperature Cofired Ceramics). Zur

Einstellung von definierten thermischen und elektrischen Eigenschaften wurden verschiedene Zusatzstoffe verwendet (W, Cu, WC, TiC). Typische Ergebnisse eines lasergestützten Modifikationsprozesses sind in Abb. 1 dargestellt.

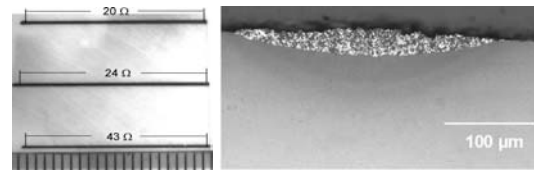


Abb. 1: Aufsicht (links) auf ein Cordierit-Substrat in das W-Spuren eindispersiert wurden. Querschliff (rechts) einer W-Spur.

Mit Wolfram-Pulver als Zusatzmaterial konnte ein spezifischer elektrischer Widerstand von  $10^{-5} \Omega\text{m}$  eingestellt werden. Die thermische Leitfähigkeit konnte um einen Faktor 10 im Vergleich zum Ausgangsmaterial erhöht werden [2]. Dies konnte mit Hilfe einer photothermischen Messung gezeigt werden, die eine ortsaufgelöste Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit erlaubt.

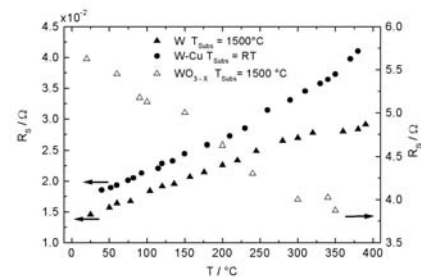


Abb. 2: Elektrische Widerstände als Funktion der Temperatur von elektrischen Leitpfaden in Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Durch eine gezielte Auswahl der Zusatzstoffe und eine geeignete thermische Nachbehandlung lassen sich nicht nur die elektrischen Widerstände bei Raumtemperatur einstellen (Abb. 2), sondern auch deren Temperaturkoeffizienten. Während die W- bzw. W-Cu-Spuren hinsichtlich der elektrischen Leitfähigkeit metallischen Charakter haben mit ansteigendem Widerstand als Funktion der Temperatur, zeigt die Wolframoxidspur den für Halbleiter typischen negativen Temperaturkoeffizienten.

### 2.2 Laserstrahlschweißen von Metallen-Mikroverfahrenstechnik

Für das Schweißen vorstrukturierter dünnwandiger Bauteile (z.B. Mikrowärmetauscher) eignet sich in erster Linie das Wärmeleitungsschweißen mit einem typischen Verhältnis von Nahttiefe zu -breite von üblicherweise kleiner als 1. Hierbei kommt es zum lokalen Aufschmelzen des Werkstoffes und zur Verbindung von Werkstücken. Die Prozessparameter zum Wärmeleitungsschweißen an Bördelnahtgeometrien mit dünnen

vorstrukturierten Edelstahlfolien wurde für das Wärmeleitungsschweißen optimiert. Die Schweißnahttiefen konnten bei gleichbleibender Schweißnahtbreite von 150 µm auf 600 µm vergrößert werden, so dass nun Aspektverhältnisse von 3 möglich sind (Abb. 3).

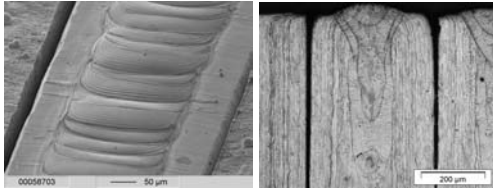


Abb. 3: Aufsicht und Querschnitt einer Schweißnaht im Reaktorstapel (X2CrNiMo18-14-3)

Neben heißrissgefährdeten Legierungen stellen Aluminium und Tantal an Schweißverfahren besondere Anforderungen: Die hohe Wärmeleitfähigkeit bewirkt vergleichsweise hohe Leistungsverluste durch Wärmeleitung in das Umgebungsmaterial. Andererseits bilden sich hochschmelzende Oxid-Deckschichten, die für den Schweißprozess aufgebrochen oder zuvor entfernt werden müssen. Diese Materialien neigen zudem zu Riss- und Porenbildung. Durch die Erweiterung der Laserprozesstechnik mit dem sogenannten *pulse-shaping*, wurde es möglich, die Einzelpulse gezielt zeitlich zu formen, um so eine optimierte Laserstrahleinkopplung und verbesserte Schweißnahtqualitäten zu erhalten. In Abb. 4 ist ein Mikrowärmetauscher dargestellt, der durch Lasertechnik unter Einsatz von *pulse shaping* verschweißt wurde. Die Kanäle in den jeweiligen Folien wurden zuvor mechanisch gefräst. Das Material ist Fecralloy (X8CrAl20-5). Der Folienstapel (Abb. 4, links) ist nach dem Laserprozess hochvakuumdicht (He-Leckrate  $<10^{-9}$  mbar·l/s). Die Adaption an die Mikroverfahrenstechnik erfordert eine passgenaue Fertigung der Platten (Abb. 4, rechts), denn auftretende Spalte führen zu fehlerhaften Verschweißungen und damit zu Undichtigkeiten. Die Zeit für den „reinen“ Laserprozess beträgt ca. 9 Minuten.

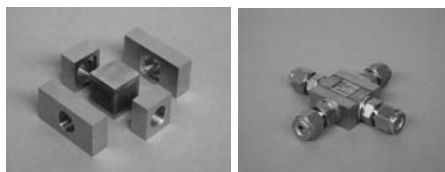


Abb. 4: Laserverschweißter Mikrowärmetauscher aus Fecralloy.

### 2.3 Mikroformabtrag von Stählen und Polymeren – Formenbau

Die lasergestützte Strukturierung von **Stählen** ist von hohem Interesse, um kostengünstige und verschleißbeständige metallische Formeinsätze

für die Replikationstechniken zu fertigen und als flexible Technologie für den 3D-Mikroformenbau. Die Lasertechnik ermöglicht Strukturdetails im Bereich von 20 µm und Aspektverhältnisse von 10. Außerdem muss für Replikationstechniken eine hohe Oberflächenqualität der strukturierten Formen gewährleistet sein. Kurze Prozesszeiten bedingen hohe Abtragsraten. In der Lasertechnik sind aber hohe Abtragsraten und hohe Oberflächenqualitäten oft nicht miteinander vereinbar. Bei lasergestützten Sublimationsprozessen treten bei hohen Abtragsraten verstärkte Debrisbildung sowie Schmelzbildung auf, die wiederum zu erhöhten Rauwerten am Strukturierungsgrund sowie an den Seitenwänden führen. Eine Abformung von Mikrostrukturen ist in diesem Fall dann nicht möglich. Es musste daher eine Prozesstechnik gefunden werden, die hohe Abtragsraten mit hohen Oberflächenqualitäten vereinbaren kann. Dies ermöglicht das am Forschungszentrum entwickelten Lasermikrospanen von Stahlformmeinsätzen [4,5]. Der Laserstrahl ( $\varnothing$  20 µm) führt zu einer lokalen Aufschmelzung der Stahloberfläche. In Verbindung mit Sauerstoff als Prozessgas wird eine Oxidschicht auf der Stahloberfläche erzeugt. Diese löst sich als Oxidspan von der Oberfläche ab. Unter optimierten Prozessbedingungen führt dies zu sehr guten Oberflächenqualitäten ( $R_z=1$  µm,  $R_a=200$  nm). Die maximalen Abtragsraten liegen bei  $10^7$  µm<sup>3</sup>/s. Durch Anpassung der Laserleistung und der Laservorschubgeschwindigkeit kann die Abtragtiefe pro Scan in einem Bereich von 1 bis 15 µm kontinuierlich eingestellt werden. Durch Nachbearbeitung mittels Elektropolieren lassen sich die Oberflächen weiter verbessern und Rauwerte von 100 bis 200 nm ( $R_a$ ) werden erzielt. Kapillarelektrophorese-Chips wurden mittels Heißprägen erfolgreich in PMMA abgeformt (Abb. 5).

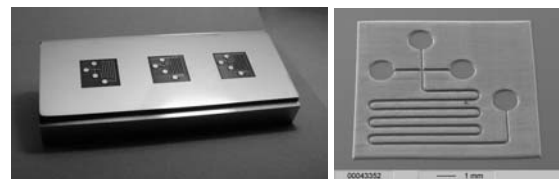


Abb. 5: Laserstrukturierter Stahlformmeinsatz mit CE-Chip-Struktur (links) und mit Heißprägen abgeformte Struktur in PMMA (rechts) [Design: Greiner Bio-One GmbH].

Abb. 6 zeigt die einzelnen Schritte zur Fertigung von metallischen Formeinsätzen oder 3D-Formen. Zunächst wird im 3D-CAD eine 3D-Form entwickelt oder in das CAD-Modul importiert. Vom CAD-Modul wird die aufbereitete Form ins CAM-Modul übertragen. Dort wird das Modell in Schichten mit festgelegter oder individueller Dicke zerlegt. Jede einzelne Schicht kann mit



einer für den Laserprozess geeigneten Füllstrategie belegt werden. Die für alle Schichten erzeugten NC-Daten werden dann auf die Lasermaschine für den Mikrospanprozess übertragen. Durch Replikationstechniken kann dann die Abformung des Formeinsatzes in PMMA durch z.B. Heißprägen oder Reaktionsspritzgießen (UV-RIM) durchgeführt werden.

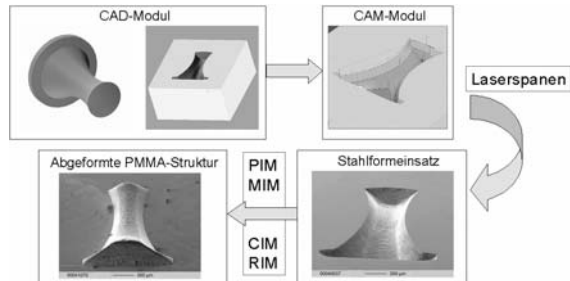


Abb. 6: Vom 3D-Modell zur 3D-Struktur für Anwendungen im 3D-Formenbau.

Der Formabtrag von **Polymeren** mit Strukturgenauigkeiten im Mikrometerbereich erfolgt durch UV-Laserstrahlung (Excimer 248 nm und 193 nm; Nd:YAG 355 nm und 266 nm). Der lasergestützte Formabtrag von Polymeren wurde erstmals für die Fertigung von polymeren Formeinsatzmaterial entwickelt [5]. Als geeignetes Formeinsatzmaterial hat sich PI erwiesen, das gegenüber dem verwendeten Feedstockmaterial chemisch sehr stabil ist und das mit UV-Laserstrahlung mit hoher Oberflächenqualität strukturierbar ist. Es wurden mit PI-Formeinsatzmaterial Formteile aus PMMA erfolgreich abgeformt (Abb. 7).

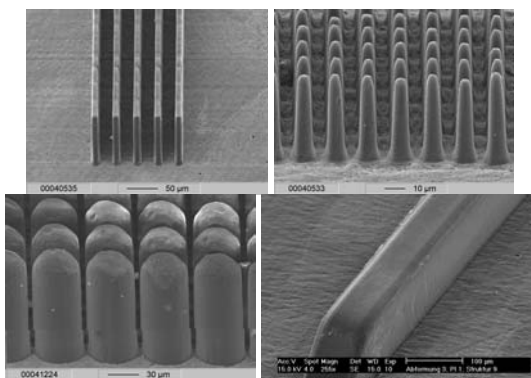


Abb. 7: PMMA-Abformungen, die mit laserstrukturierten PI-Formeinsatzmaterial durchgeführt wurden.

Diese Formeinsatzmaterialien sind für eine Replikation von bis zu 50 Bauteilen geeignet. Somit steht für kleine Stückzahlen, so wie sie im Stadium der Bauteilentwicklung häufig anfallen, ein kostengünstiges und hochqualitatives Formeinsatzmaterial zur Verfügung.

## 2.4 Mikrostrukturierung von Polymeren – Mikrofluidik und Mikrooptik

Wenn es in der Mikrofluidik um die schnelle Fertigung erster Funktionsmuster geht, dann bietet sich der direkte UV-Formabtrag als Fertigungsmethode an. Das gewünschte Bauelement wird hierbei innerhalb von ein bis zwei Tagen gefertigt. Kritisch bei der direkten Strukturierung sind insbesondere sich kreuzende Strukturen, da hier infolge des Laserpulsüberlappes es zu unerwünschten Vertiefungen kommen kann und sich ändernde Kanalquerschnitte, da diese durch das „traditionelle“ Direktschreibverfahren nicht ohne Einbußen in der Strukturgenauigkeit zu erzielen sind. Durch Einsatz einer speziellen „flexiblen“ Maskentechnik mit über NC-Code ansteuerbaren Blenden konnten die oben genannten Probleme gelöst werden. Es wurden mit einer Laserwellenlänge von 193 nm bzw. 248 nm CE-Chips und Mikrofluidikanäle in PMMA, PC und PSU gefertigt (Abb. 8). Es konnten Strukturen mit einer Länge von bis zu 60 mm gefertigt werden, wobei sich z.B. Kreuzungsbereiche scharfkantig und ohne Strukturfehler darstellen lassen.

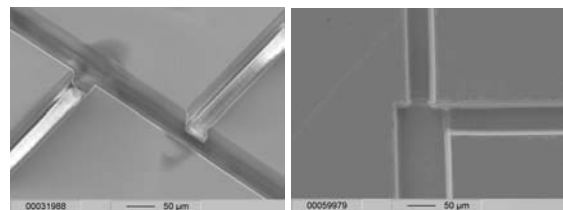


Abb. 8: Mikrokanäle in PSU (links) und PMMA (rechts) gefertigt mit Excimer-Laserstrahlung.

Die lasergestützte Fertigung von integrierten Monomodewellenleiterstrukturen in Polymeren für die Mikrooptik ist ein noch junges Forschungsgebiet. Drei Methoden zur lasergestützten Fertigung integrierter Monomodewellenleiter in PMMA werden entwickelt [6,7]:

- Laserablation von Mikrokanälen in PMMA und Befüllen der Kanäle mit brechzahlangepasstem Material
- Fertigung von Ni-Formeinsatzmaterialien via Laser-LIGA (siehe Kap. 2.6) und Abformung von Wellenleitern in PMMA
- Lasergestützte Modifizierung von PMMA mittels Excimer und Nd:YAG

Abbildung 9 zeigt einen integrierten Wellenleiter in PMMA, der durch eine lasergestützte Materialmodifizierung erzeugt wurde. Der Brechungsindex von PMMA wurde mit 193 nm ( $\Delta n/n_{633nm}=0,34\%$ ) und 248 nm ( $\Delta n/n_{633nm}=0,25\%$ ) modifiziert. Ebenso wurden Mikrokanalstrukturen (Kanaldurchmesser ca. 7-10 µm) durch Formabtrag mit 193 nm in PMMA für die

Herstellung integrierter optischer Monomodewellenleiter gefertigt [6].

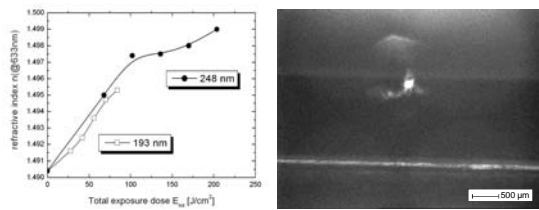


Abb. 9: Modifizierung von PMMA mit Excimer-Laserstrahlung: Änderung des Brechungsindex als Funktion der Bestrahlungsstärke (links) und IR-Kameraaufnahme von der Auskoppelseite des Wellenleiters (rechts).

## 2.5 Laser-LIGA

Eine kostengünstige und schnelle Variante des bekannten LIGA-Verfahrens ist das sogenannte Laser-LIGA. Bei diesem Verfahren erfolgt die Strukturierung des Polymerresistes direkt durch Sublimationsabtrag mit Excimer-Laserstrahlung. Eine aufwendige Maskentechnik entfällt also. Zudem ist im Gegensatz zum LIGA die Fertigung von gekrümmten und gestuften Oberflächen einfach möglich. Das Laser-LIGA Verfahren wird im Hinblick auf die Fertigung von Ni-Formeinsätzen für die Abformung von Fluidstrukturen (Abb. 10) und Mikrooptik entwickelt. Aspektverhältnisse von 3 bei Kanalstrukturen sind möglich. Rauwerte auf den Stegen von  $R_a=155$  nm und  $R_z=892$  nm können derzeit erreicht werden.

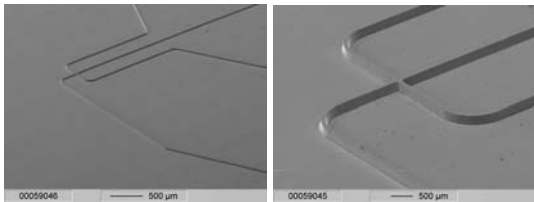


Abb. 10: Durch Laser-LIGA gefertigter Ni-Formeinsatz mit CE-Chip Design (Kanalbreite 30 µm).

## 3. Neue Wege in der spanabhebenden Bearbeitung

### 3.1 Mikrohobeln

Auf einem CNC-Bearbeitungszentrum werden Spindel und Fräser durch eine Vorrichtung ersetzt, mit der die Schneide eines Profilwerkzeugs um 360° gedreht werden kann. Zur Strukturierung wird das Profilwerkzeug durch Bewegung der Tischachsen über das Werkstück geführt. Die Spanabnahme erfolgt wie beim Hobeln, ist allerdings nicht auf eine lineare Bewegung beschränkt. Zur Bearbeitung gekrümmter

Nuten muss die Werkzeugschneide durch Rotation immer in die aktuelle Schnittrichtung ausgerichtet werden [8]. Damit sind fast alle Bahnbewegungen wie beim Fräsen möglich, mit der Besonderheit, dass Nutenden und Tasschenecken scharfkantig enden können (siehe Abb. 11) oder in der Tiefe auch schräge Flächen herstellbar sind.

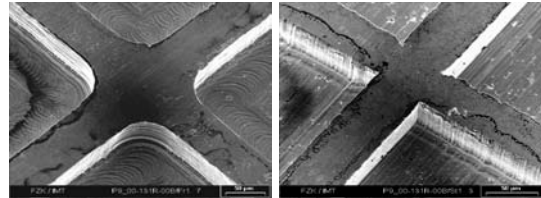


Abb. 11: Radien von Innenecken an Stegkreuzungen im Vergleich: (von links nach rechts) gefräst in Messing, gehobelt in Messing

Weiterhin kann beim Mikrohobeln die Gestaltungsfreiheit von Grabenstrukturen durch die Geometrie der Hobelwerkzeuge weiter in Richtung Miniaturisierung getrieben werden. Es werden Strukturbreiten zugänglich, die unter denen verfügbarer rotierender Werkzeuge liegen.

### 3.2 Werkzeugentwicklungen für die Mikrozerspanung

Die verhältnismäßig großen Schnittkräfte beim Mikrohobeln werden durch das massivere und steifere Werkzeug gut aufgenommen. Es kommen Werkzeuge sowohl aus monokristallinem Diamant als auch selbst geschliffene Werkzeuge aus Hartmetall zum Einsatz. Hervorzuheben ist, dass die unten erläuterten Vorteile von Diamantwerkzeugen beim Mikrohobeln auch für Stahlwerkstoffe nutzbar sind, da die Erwärmung im Gegensatz zum Fräsen vernachlässigbar ist. Für die konventionelle Zerspanung wurden Werkzeuge aus monokristallinem Diamant zur Zerspannung von Polymeren und Messing bis hinunter zu 100 µm Durchmesser in Zusammenarbeit mit einer Industriefirma entwickelt. Der Vorteil von Diamantwerkzeugen liegt in der hervorragenden und homogenen Schneidkantenqualität. Dadurch kann eine Gratbildung vermieden werden. Für die Strukturierung von Stählen kommen auch selbst geschliffene Hartmetallwerkzeuge bis hinunter zu 50 µm Durchmesser zum Einsatz (Abb. 12). Mit Hilfe von speziellen Feinstkornhartmetallen konnte die Biegebruchfestigkeit und Schneidkantenqualität dieser Miniaturwerkzeuge verbessert werden. Da die Schneidkante durch in die Bindemetallmatrix eingelagerte Hartmetallkörnern gebildet wird, erreicht sie nicht die Qualität einer Diamantschneidkante. Eine Gratbildung kann nicht immer vollständig vermieden werden.

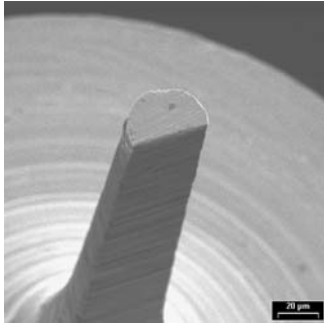


Abb. 12: Hartmetallfräser, Durchmesser 50  $\mu\text{m}$

Je nach Design können Aspektverhältnisse bis ca. 10 durch Mikrozerspanung realisiert werden.

### 3.3 Nachbearbeitungsmöglichkeiten mechanisch hergestellter Mikrostrukturen

Zur Verbesserung der Oberflächenqualität bzw. zur Gratentfernung wird das Elektropolieren von kohlenstoffarmen Stählen, Nickelbasislegierungen und Messing eingesetzt.

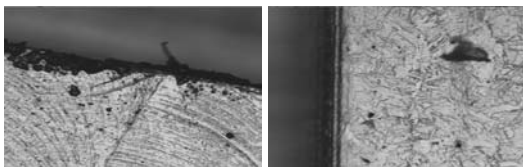


Abb. 13: Werkzeugstahl 1.2709 nach der mechanischen Bearbeitung mit Hartmetallwerkzeug und nach dem elektrochemischen Entgraten

Hierbei werden bevorzugt Bereiche mit überhöhter Feldliniendichte abgetragen. Neben Graten betrifft dies auch hervorstehende Details oder Stege. Daher muss der Vorgang anhand von Erfahrungswerten unterbrochen und der Fortschritt visuell begutachtet werden, um Kantenverrundungen zu vermeiden. Außerdem tritt eine gewisse Gefügeentwicklung auf (Abb. 13). Da die Bearbeitungsqualität von Messing mit Diamant bereits sehr gut ist, dient das Verfahren hier vor allem zur Reduzierung der Oberflächenrauwerte. Dafür müssen bleifreie Messingsorten eingesetzt werden.

## 4. Zusammenfassung

Laserverfahren und mechanische Verfahren sind von der Dimension der Strukturauflösung und der Bearbeitungsqualität vergleichbar, wenn es um die Fertigung von Strukturen in Metallen geht. Strukturauflösungen bis in den Mikrometerbereich sind in Polymeren mit Laserstrahlung möglich. Der Laser ermöglicht nicht nur abtragende, sondern auch modifizierende und fügende Verfahren. Die mechanische Bearbeitung von Metallen hat mit der Entwicklung des Mikroho-

belns einen deutlichen Verbesserung der Kantenqualitäten ermöglicht. Durch Kombination von Laser und mechanischer Fertigung werden Synergieeffekte möglich, wie dies am Beispiel der Fertigung von Mikrowärmetauschern demonstriert wurde. In einem neuen CNC-Bearbeitungszentrum mit integriertem Schweißlaser sollen diese Prozesse miteinander kombiniert werden. Die Fertigung von Flachbettreaktoren für das *Tissue Engineering* ist ein weiteres Beispiel für erfolgreiche Synergieeffekte dieser Fertigungstechnologien am Forschungszentrum.

## Literatur

- [1] Rüdiger S., Gruhn H., Heidinger R., Rohde M., Schneider J., Zum Gahr K.-H., "Local modification of thermal and electrical properties of cordierite ceramics", *Surf. Engineering*, 11 (1999) 510
- [2] Duitsch U., Schreck S., Rohde M., "Experimental and numerical investigation of heat and mass transport in laser-induced modifications of ceramic surfaces", *Int. J. Thermophys.* 24 (2003) 731
- [3] Baldus, O., Gerhards U. Schreck S., Rohde, M., Heidinger R., "Metallische Leitpfade in Funktionskeramiken mittels Laserdispergieren und Laserlegieren", *Keramische Zeitschrift* 55 (2003) 876
- [4] Pfleging, W., Hanemann, T., Bernauer, W., Torge, M. Laser micromachining of mold inserts for replication techniques - State of the art and application, *Proc. of SPIE*, 4274 (2001) 331
- [5] Pfleging, W., Hanemann, T., Torge, M., Bernauer, W., "Rapid Fabrication and Replication of Metal, Ceramic and Plastic Mold Inserts for Application in Microsystem Technologies", *Proc. Instn Mech. Engrs*, 217 (2003) 53
- [6] Pfleging, W., Finke, S., Gaganidze, E., Litfin, K., Steinbock, L., Heidinger, R., "Laser-assisted fabrication of monomode polymer waveguides and their optical characterization", *Mat.-wiss. u. Werkstofftech.* 34 (10/11) (2003) 904
- [7] Pfleging, W., Böhm, J., Finke, S., Gaganidze, E., Hanemann, T., Heidinger, R., Litfin, K., "Fabrication of functional polymeric prototypes for micro-fluidical and micro-optical applications (invited paper)", *Proc. CLEO/PR 2003*, in press
- [8] Schaller, T., Schubert, K., "Micromachining by CNC Slotting Using a Steered Tool", *ASPE 16th Annual Meeting, Crystal City, USA, Proc.* 25 (2001) 469

# Mikroabformung in Kunststoff, Metall und Keramik

Robert Ruprecht<sup>1)</sup>, Klaus Bade<sup>2)</sup>, Werner Bauer<sup>1)</sup>, Gundi Baumeister<sup>1)</sup>, Thomas Hanemann<sup>1)</sup>  
Mathias Hecke<sup>2)</sup>, Nils Holstein<sup>1)</sup>, Lothar Merz<sup>1)</sup>, Volker Piotter<sup>1)</sup>, Roman Truckenmüller<sup>2)</sup>

<sup>1)</sup> Institut für Materialforschung III

<sup>2)</sup> Institut für Mikrostrukturtechnik

## Zusammenfassung

Das Mikroheißprägen in Kunststoff, die Galvanoformung für mikrostrukturierte Bauteile aus Metall und das Spritzgießen von Mikrokomponenten aus Polymeren, Metalllegierungen oder Keramiken sind als Abformverfahren der Mikrotechnik bekannt. Um bedarfsgerecht eine breite Werkstoffpalette für verschiedene Anwendungsgebiete der Mikrotechnik, wie die Mikro-Optik, -Verfahrenstechnik oder -Analytik zu erschließen, werden diese Replikationsverfahren, besondere Varianten und für die Mikrotechnik neue Verfahren entwickelt. Zur Herstellung von hohlen Kunststoffmikrostrukturen wurde das Thermoformen von dünnen Folien untersucht. Durch Spritzgießen wurden zweikomponentige Formen erzeugt, in die durch Galvanoformung lunkerfrei Metall abgeschieden werden konnte. Um beim Mikroheißprägen und Mikrospritzgießen die Formfüllung bis in den Mikrometerbereich simulieren zu können, wurde ein kommerzielles Softwaretool getestet.

Zur Galvanoformung hochpräziser Formwerkzeuge und Mikrobauteile wurden eine Prozessanpassungen zur Reduktion thermisch bedingter Effekte durchgeführt. Um die Materialpalette für Mikrobauteile auf Legierungen zu erweitern, wurde das Pulverspritzgießen aus Stahl und Hartmetall sowie der Feinguss für Edelmetall und Bronze untersucht.

Für die Herstellung von Mikrobauteilen aus Oxidkeramik wurde - neben Varianten des Pulverspritzgießens mit Bindern auf Wachs- bzw. Thermoplastbasis - auch das Reaktionsgießen mit Keramik gefüllten Formmassen auf Basis von ungesättigten Polyesterharzen als Binder bis zu ersten Labormustern entwickelt.

Ein aktualisierter Verfahrensvergleich schließt diesen Übersichtsbeitrag ab.

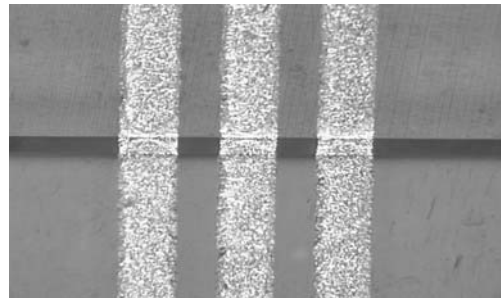
## 1. Replikation in Polymere

Wegen einfacher Formgebung und optischer Eigenschaften werden Polymere durch Mikroheißprägen oder Mikrospritzgießen insbesondere für die Mikrooptik und Mikroanalytik verarbeitet. Die mikrotechnischen Besonderheiten dieser Verfahren und verschiedene Prozessvarianten, beispielsweise zum Heißprägen auf vorstrukturierten Substraten und in zweischichtige Polymerhalbzeuge oder zum Spritzgießen von Mikrobauteilen und mikrostrukturierten Bauteilen aus technischen und Hochleistungs-Thermoplasten, wurden bereits vorgestellt [1]. Da eine wirtschaftliche Prozessvorbereitung einer Simulation bedarf, wird neben neuen Prozessvarianten der Stand der Simulation zur Mikroabformung in Kunststoff beleuchtet.

### 1.1 Mikro-Heißprägen

Zur Integration von Leiterbahnen in eine geprägte Mikrostruktur wird auf eine unstrukturierte Polymerschicht eine Goldstruktur über Aufdampfen durch eine Maske aufgebracht. Die Duktilität des Goldes erlaubt, dass die Leiterbahnen während

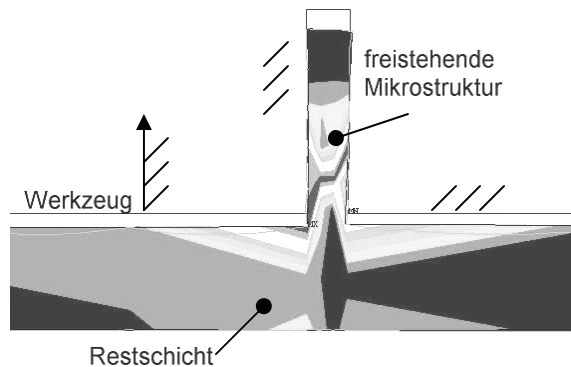
dem Prägen der Polymeroberfläche der Topologie folgen [2].



**Abb. 1:** Leiterbahnen (Au,  $d=0,3\mu\text{m}$ ,  $b=200\mu\text{m}$ ), integriert in eine geprägte Mikrostruktur: Stufenhöhe  $135\mu\text{m}$ .

Für das Mikroheißprägen stand bisher kein Tool zur Prozesssimulation zur Verfügung. Durch die Kombination von MOLDFLOW<sup>®</sup>, einem kommerziellen FEM-Softwaretool für das Spritzgießen, und dem FEM-Programm ANSYS<sup>®</sup> zur Beschreibung des Entformvorgangs ist es möglich, den Heißprägeprozess zu beschreiben [3]. Für den besonders kritischen Prozessabschnitt des Entformens können die Belastungen der Mikro-

strukturen in Abhängigkeit der Bauteilgeometrie und der Prozessparameter ermittelt werden. Zu Beginn des Entformvorgangs treten Spannungsmaxima auf, die sich vom Fuß der Struktur über den Querschnitt des Bauteils ausbreiten und je nach Material zum Verformen oder Abreißen der Strukturen führen können.



**Abb. 2:** Beispiel einer Simulationsrechnung zur Beanspruchung von geprägten Kunststoffmikrostrukturen während des Entformvorgangs. (PMMA, 20  $\mu\text{m}$  Strukturbreite, 100 $\mu\text{m}$  Strukturhöhe) Spannungsspitzen treten am Fuß der Strukturen über dem Bauteilquerschnitt auf.

## 1.2 Mikro-Spritzgießen

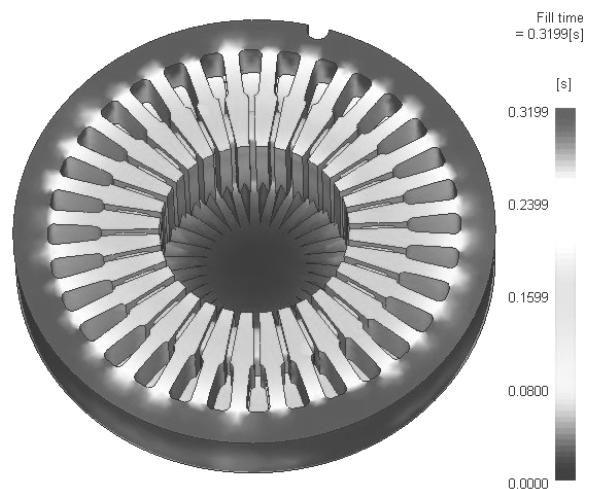
Durch Einlege-Spritzgießen (vgl. Kap. 2.1) von Mikrokomponenten wird der Aufwand an Aufbau- und Verbindungstechnik reduziert. Eine ähnliche Zielsetzung wird mit dem Mikro-2K-Spritzgießen verfolgt [3]. Mit beiden Verfahren können multifunktionale Mikrokomponenten aus verschiedenen Werkstoffen hergestellt werden.

Der Einsatz rechnergestützter Simulationstools erlaubt beim makroskopischen Spritzgießen bereits bei der Fertigungsplanung Aussagen zur Werkzeugauslegung und zum Prozessfenster. Änderungen an mikrostrukturierten Werkzeugeinsätzen sind meist nicht durchführbar, weshalb Auslegungsfehler zu vermeiden sind.

Nach einem Marktscreeing von Softwaretools wurde das Programm MOLDFLOW<sup>®</sup> für die Simulation von Mikro-Replikationsverfahren ausgewählt. Es ermöglicht die Erarbeitung eines prozessgerechten Designs durch Berechnung des Formfüllvorganges in Abhängigkeit von Druck, Temperatur und dem Kunststofftyp sowie die Ermittlung von Schubspannung und Schergeschwindigkeit [4]. Durch Experimente wurde festgestellt, dass z.B. die Formfüllung oder das Zusammentreffen von Schmelzeströmen qualitativ gut berechnet werden können. Der Vergleich der quantitativen Daten mit den gemessenen Werten ergab jedoch Diskrepanzen. So lag z.T. der Druckbedarf für eine vollständige Ausformung der Mikrokavitäten um mehr als 100% ü-

ber den errechneten Werten. Allerdings ist jedes Simulationsergebnis entscheidend von der Wahl der Werkstoffparameter abhängig, die sich von den makroskopischen z. T. signifikant unterscheiden. Außerdem lassen kommerzielle Softwaretools mikrospezifische Sondereinrichtungen wie variotherme Prozessführung oder Werkzeugevakuierung unberücksichtigt. Es ist somit unumgänglich, für die Mikrotechnik speziell angepasste Simulationstools zu entwickeln.

Die heute nur qualitativ ausreichende Beschreibung des Spritzgießprozesses erlaubt bereits einen sinnvollen Einsatz von MOLDFLOW<sup>®</sup> z.B. im Rahmen von Entwicklungsprojekten gemeinsam mit Industriefirmen (Abb. 3).

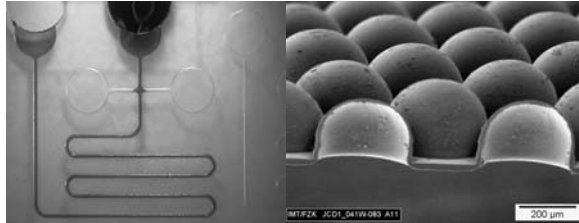


**Abb. 3:** Füllsimulation zum Spritzgießen einer BioDisc in Kooperation mit Fa. Reiner, Furtwangen u.a. (BMBF- Projekt MikroWebFeb); Formteilvolumen 1,46  $\text{cm}^3$ , Füllzeit 0,32 sec für Polystyrol (PS,  $T_M=200^\circ\text{C}$ ,  $T_w=30^\circ\text{C}$ ).

## 1.3 Mikro-Thermoformen

Das mikrotechnische Thermoformen ist ein neues Verfahren zur Low-Cost-Herstellung von flexiblen, nicht vergrabenen, dünnwandigen Mikrohohlstrukturen aus Kunststofffolien, insbesondere für chipbasierte Life-Sciences-Einweg- (s. Abb.4) [6,7] oder Packaging-Applikationen. Das Mikrothermoformen ist in seiner gegenwärtigen Ausprägung eine Adaption des makroskopischen Trapped Sheet Thermoforming. Innerhalb einer Heißprägemaschine wird eine ungefähr 10–50  $\mu\text{m}$  dünne thermoplastische Folie über Werkzeugkontakt in ihren thermoelastischen Zustandsbereich erhitzt und durch ein Druckgas unter derzeit bis zu 50 bar in die evakuierten Mikrokavitäten eines plattenförmigen Formwerkzeugs eingeformt. In einem nachfolgenden Maschinenzyklus kann die thermogeformte Folie zum Deckeln der Mikrostrukturen auf eine dickere Substratfolie gesiegelt werden, ohne sie dabei zuvor entformen zu müssen. Die unvergrabenen

Hohlstrukturen mit Wanddicken von teilweise nur wenigen Mikrometern ermöglichen unter anderem einen höheren Wärmetransport und Lichtdurchgang. Auch würden die flexiblen Folienstrukturen ihre Applizierung auf Freiformflächen etwa der Kleidung oder der menschlichen Haut erlauben.



**Abb. 4:** Thermogeformte Mikrostrukturen für die Kapillarelektrophorese (links, aus PS, Trennkanal gefüllt, innere Breite ca. 150 µm, Tiefe ca. 75 µm) und die Zellkultivierung (rechts, aus PC, innerer Durchmesser und Tiefe ca. 300 µm)

## 2. Replikation in Metall

Um Mikrokomponenten aus Metall herzustellen, bediente man sich mikrostrukturierter Kunststoffteile entweder als verlorene Form bei der Galvanoformung aus wässrigen Elektrolyten oder als Modell für keramische Gießformen beim Feingießen mit Metallschmelzen. Beim Pulverspritzgießen erfolgt die Formgebung mit Pulver-Binder-Gemischen als Formmassen direkt in mikrostrukturierte Werkzeugeinsätze.

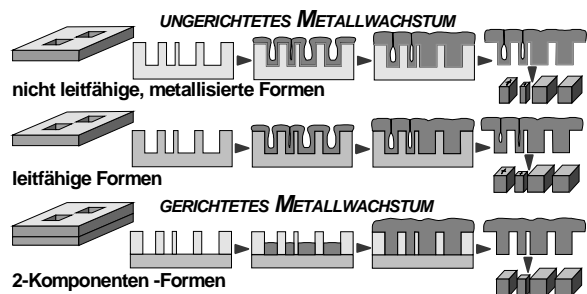
### 2.1 Mikro-Galvanoformung

Innerhalb des LIGA-Prozesses werden die für die Abformprozesse notwendigen Werkzeugeinsätze mittels Mikrogalvanoformung erzeugt. Durch Galvanoformung lässt sich vorteilhaft die Genauigkeit lithographischer Techniken auch in Metallbauteile umkopieren. Für eine hohe Präzision müssen durch den Fertigungsschritt bedingte Geometrieänderungen minimiert und der Prozess stabil betrieben werden [8].

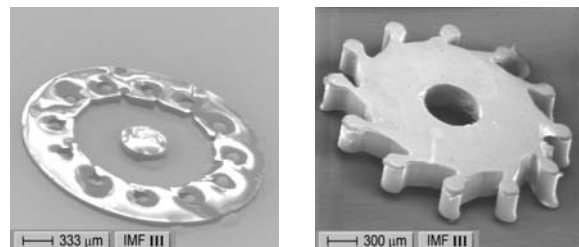
Bei der Metallabscheidung werden mechanische Spannungen eingebracht, die während des Aufwachsens die Geometrie des mikrostrukturierten Substrats in der Aufnahme ändern können. Auch bedingt durch die Temperatur bei der Abscheidung sind thermische Verzüge im Substratverbund möglich. Sie sind bei der Realisierung kleiner Toleranzen zu vermeiden. Bedingt durch lange Abscheidezeiten sind auch Quellprozesse für eine Geometrieänderung möglich. Beide Effekte lassen sich durch eine Reduktion der Arbeitstemperatur zurückdrängen [9].

Bei der Galvanoformung in vollständig leitfähige Kunststoffformen ist bedingt durch die Potentialfeldverteilung ab Aspektverhältnissen über fünf

keine lunkerfreie Metallabscheidung mehr möglich. Deshalb wurde das Einlegespritzgießen für zweikomponentige 2K-Formen entwickelt. Sie wurden durch Einlegen von mit Lochstrukturen perforierten Substraten aus leitfähig gefüllten Kunststoffen in das Werkzeug und nachfolgendem Einspritzen von isolierendem Kunststoff durch das Substrat in mikrostrukturierte Formeinsätze realisiert. Dadurch wird in den Formen ein gerichtetes Aufwachsen des Metalls analog dem LIGA-Verfahren möglich [10]. Mit den 2K-Formen wurden bisher Mikrostrukturen mit Aspektverhältnissen bis zu 40 abgeschieden [8]. Für eine gratfreie Metallisierung am Übergang zwischen Substrat und Mikrostruktur besteht noch Verbesserungsbedarf. Diesem wird im Rahmen der geplanten Entwicklung zum Zweikomponenten-Spritzgießen begegnet.



**Abb. 5:** Vergleich der Metallabscheidung in verschiedene Kunststoffformen mit (oben und Mitte) vollständig leitfähiger Oberfläche bzw. gerichteter Abscheidung auf 2K-Formen (unten)

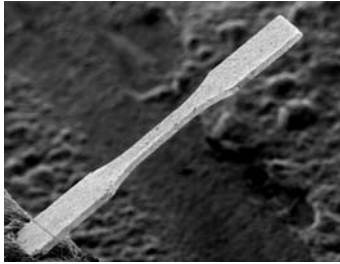


**Abb. 6:** Turbinenrad: im Rasterelektronenmikroskop entsteht durch Aufladung des Kunststoffs eine scheinbar fleckige Oberfläche (links); durch Auflösen des Kunststoffs wurde das Turbinenrad vereinzelt (rechts).

### 2.2 Metall-Pulverspritzgießen

Beim Pulverspritzgießen von Mikrobauteilen aus Stahlwerkstoffen sind die kommerziell erhältlichen Pulver und (Feedstocks) auf Grund der im Vergleich zu Keramik oder Hartmetallen relativ groben Partikelgröße (Faktor 10-30) bei der Abformung feiner Strukturdetails weniger geeignet. Weiterhin neigen die Stahlpulver zu starkem Kornwachstum während des Sintervorgangs. Eine deutliche Verbesserung konnte durch Zusatz von Kornfeinern oder Verwendung von Stahlpul-

vern mit sehr feiner Korngröße ( $d_{90}=9\mu\text{m}$  oder  $d_{90}=2\mu\text{m}$ ) erzielt werden.



**Abb. 7:** Mikro-Zugprobe aus Stahl 17-4PH. Die Abmessung im Prüfbereich beträgt  $200 \times 100 \mu\text{m}$ , die Probenlänge insgesamt 4 mm.

Beim Einsatz von Wolframcarbid mit unterschiedlichem Anteil an Cobalt als Bindemetall wurden Probekörper aus Hartmetall für mechanische und tribologische Untersuchungen hergestellt. Erste Untersuchungen an diesen Bauteilen zeigen, dass im Bereich der Pulveraufbereitung noch Entwicklungsbedarf besteht, damit Bauteile mit reproduzierbaren mechanischen Eigenschaften hergestellt werden können. Diese Werkstoffe weisen ein besseres Abform- und Sinterverhalten als Stahl auf, was unter anderem auf die deutlich feinere Pulverkörnung ( $<1\mu\text{m}$ ) und die geringere Tendenz zum Kornwachstum beim Sintern zurückzuführen ist [11].

### 2.3 Mikro-Guss

Der Mikroguss basiert auf dem Feinguss nach dem Wachsausschmelzverfahren [12]. Neben der Qualität spritzgegossener Modelle hat die Rauheit der keramischen Form entscheidenden Einfluss auf die Qualität der Gussstücke. Die keramische Form entsteht durch Einbetten eines Modells und Sintern der Einbettmasse. Untersuchungen zeigten, dass durch Zugabe feinskaliger  $\text{SiO}_2$ -Pulver zu einer kommerziellen phosphatgebundenen Einbettmasse die Rauheit gegossener Bauteile aus einer härtbaren AuAgCu-Legierung etwa halbiert werden kann (siehe unten Tab. 2).



**Abb. 8:** Gegossene Turbinendüsenplatte aus Al-Bronze, Durchmesser 4 mm, Kanalbreite  $25 \mu\text{m}$ .

An Mikrobauteilen aus Edelmetalllegierungen werden zum Ausbetten die Reste der Einbettmasse chemisch entfernt. Unedlere Werkstoffe, wie eine Bronze oder die CoCrMo-Legierung,

würden dabei korrosiv angegriffen werden. Die Entwicklung einer wasserlöslichen Einbettmasse auf Gipsbasis führte für die verwendete Al-Bronze zu guten Gussergebnissen (Abb. 8).

## 3. Replikation in Keramik

Alle Replikationsverfahren für Mikrobauteile aus Keramik verwenden feinskalige Pulver. Diese werden mit Bindern zu Formmassen komponentiert, um die Formgebung und Entformung zu ermöglichen. Nach dem Entbindern folgt das Sintern unter Schrumpf bei Temperaturen von ca. 70 % des Schmelzpunktes des Pulverwerkstoffs zu möglichst dichten Bauteilen.

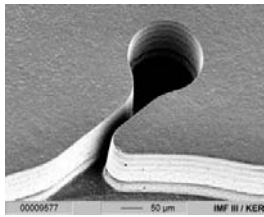
### 3.1 Keramik-Pulverspritzgießen

Das Pulverspritzgießen mit Formmassen aus keramischen Pulvern und plastifizierbaren Bindern kann in zwei Varianten durchgeführt werden, dem mit einem hohen industriellen Durchdringungsgrad gekennzeichneten Hochdruck-Pulverspritzgießen und dem weniger verbreiteten Niederdruck-Pulverspritzgießen [13]. Während das Potenzial des Hochdruck-Pulverspritzgießens in der wirtschaftlichen Serienproduktion liegt, ist das Niederdruck-Pulverspritzgießen prädestiniert für die schnelle Fertigung von Prototypen und Kleinserien. Beide Varianten bieten diese Möglichkeiten auch bei der Abformung von Mikroteilen. Sie ergänzen sich dadurch in idealer Weise und decken das gesamte Spektrum von einzelnen Prototypen bis zu Großserie ab.

#### 3.1.1 Niederdruck-Pulverspritzgießen

Niederdruck-Pulverspritzgießen verwendet zur Plastifizierung der keramischen Pulver niedrigschmelzende Paraffine und Wachse. Mit Hilfe geeigneter oberflächenaktiver Substanzen lassen sich so niedrigviskose Feedstocks mit Feststoffgehalten von über 70 Vol% Pulver herstellen. Die Formgebung erfolgt schon bei niedrigen Drücken und Temperaturen. Daher ist die Herstellung der Spritzgießwerkzeuge wesentlich einfacher, so dass Niederdruck-Spritzgießen bereits für kleine und mittlere Serien wirtschaftlich sein kann. Nachteilig ist die geringe mechanische Festigkeit des Binders. Eine zuverlässige Entformung ist mit dem Verfahren daher nur bei geringer Komplexität der Mikrobauteile möglich. Um das Potenzial des Niederdruck-Spritzgießens in der Mikrotechnik besser nutzen zu können, wurde eine Methode entwickelt, bei der das Spritzgießen in Silikonkautschukformen erfolgt. Hierdurch wird eine Entformbarkeit auch bei fragilen Details oder bei Strukturen mit hohen Aspektverhältnissen erreicht (Abb. 10).

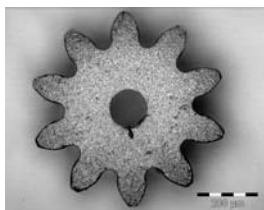
Die Herstellung der Silikonkautschukformen erfolgt durch Abgießen eines Modells, das aus beliebigem Werkstoff bestehen kann. Polymermodelle können schnell und kostengünstig durch Rapid-Prototyping-Verfahren gefertigt werden [14]. Z.B. durch Mikro-Stereolithographie lassen sich Auflösungen im Mikrometerbereich erzielen, womit filigrane, stark miniaturisierte Bauteile gefertigt werden können. Die in dieser Rapid-Prototyping-Prozesskette mittels Niederdruck-Spritzgießen gefertigten Teile stellen Funktionsmuster dar, die aus dem gleichen Werkstoff bestehen und die gleichen Eigenschaften wie das spätere Serienprodukt aus Keramik aufweisen [15].



**Abb. 9:** Detail einer Turbinendüsenplatte aus  $ZrO_2$ , gefertigt durch ND-Pulverspritzgießen, Kanalbreite 22  $\mu m$ .

### 3.1.2 Hochdruck-Pulverspritzgießen

Durch Hochdruck-Pulverspritzgießen hergestellte keramische Bauteile wurden bevorzugt in Zirkonoxid aus Feedstocks mit über 50 Vol % Pulver einer mittleren Partikelgröße von 0,35  $\mu m$  abgeformt. Versuche zur Herstellung von Feedstocks ausschließlich aus nanoskaligem Pulver ergaben maximale Pulverfüllgrad von nur etwa 32 Vol.%. Damit konnten bisher keine maßhaltigen Bauteile hergestellt werden.



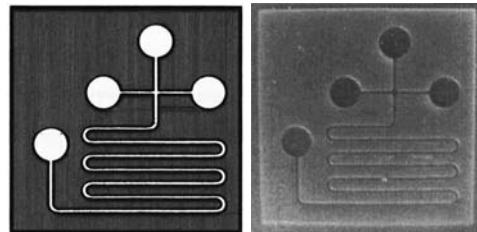
**Abb. 10:** Gesintertes Mikro Zahnrad aus Zirkonoxid, Kopfkreisdurchmesser 650  $\mu m$ .

Hingegen waren die Feedstocks mit Submikrometerpulver und Zusatz von maximal 10% Nanopulver bei einem Gesamtpulveranteil von ca. 50 Vol.% weiterhin abformbar. Bedingt durch die höhere Viskosität dieser Formmassen wurden die Verarbeitungsparameter entsprechend angepasst. Der durch das Nanopulver resultierende Einfluss auf die Festigkeit und die Oberflächenrauheit der gesinterten Bauteile ist Gegenstand derzeitiger Untersuchungen. Erste Ergebnisse lassen jedoch erwarten, dass mit Nanopulver gefüllten Feedstocks eine Verbesserung der

Oberflächengüte und eine weitere Miniaturisierung der Bauteildetails erzielt werden kann.

### 3.2 Reaktionsgießen für Keramikteile

Neben dem Pulverspritzgießen können in einem Gießverfahren Pulver gefüllte, Polymer basierte niedrig viskose Reaktionsharze auf ungesättigter Polyesterbasis zur Fertigung von keramischen Prototypen eingesetzt werden. Es ergeben sich folgende Prozessschritte: Herstellung der Formmasse durch Dispergieren der Keramikpulver im Reaktionsharz; Formfüllung in ein evakuiertes Werkzeug; Polymerisation im Werkzeug und Entformung, thermisches Entbindern und Sintern zur Keramik.



**Abb. 11:** Formeinsatz (links, CE-Chip-Struktur) und gesinterte Aluminiumoxidkeramik (rechts).

Eine Formmasse aus Aluminiumoxid und Polyesterharz wird mit einem Dissolverrührers hergestellt. Die Hydrophobisierung des Pulvers ist vorteilhaft. Die Abformung der mikrostrukturierten Bauteile erfolgt in einem ursprünglich zum lichtinduzierten Reaktionsgießen entwickelten Versuchstand. Die verwendete Lichtquelle emittiert im Infrarotbereich sehr stark, so dass unter Verwendung von thermischen Startern die Polymerisation in der Formnestern erfolgt (Aushärtezeit je nach Bauteildicke 30-45 min).

Das Entbindern des thermoplastische Polyesters erfolgte durch thermische Zersetzung. Unter Verwendung von 46,4 Vol % sinteraktivem Aluminiumoxid (TM-Dar, Taimei, mittlere Partikelgröße 166 nm) und niedrig viskosen Polyester-mischungen können keramische Bauteile mit einer Sinterdichte von 97% realisiert werden (Abb.11) [16].

## 4. Übersicht über Replikationsverfahren

Die Übersichten (Tab. 1 bis 3) über verschieden Abformverfahren für Mikrobauteile oder mikrostrukturierte Bauteile aus Kunststoffen, Metallen und Keramiken zeigen den Stand der Entwicklungen, der mit vorhandenen maschinentechnischen Ausrüstung im Rahmen der bisher am Forschungszentrum Karlsruhe realisierten Produktdemonstratoren oder Labormustern realisiert wurde. Nach bisheriger Erfahrung bedürfen die Kombination dieser an verschiedenen Teilen ermittelten Werte und neue Produktideen einer



prozesstechnischen Entwicklung speziell für den aus den verfügbaren ausgewählten Werkstoff und das gewünschte, fertigungsgerechte Design.

### Danksagung

Weitere wissenschaftliche Kollegen/innen, denen die Autoren danken, haben entscheidenden Anteil an den vorgestellten Arbeiten. Insbesondere wollen wir an dieser Stelle nennen: H. Dietrich, G. Finnah, T. Gietzelt, M. Guttmann, R. Knitter, S. Giselbrecht, T. Greiner, M. Guttmann, B. Matthis, K. Müller, M. Müller, G. Örllygsson, E. Oskotski, K. Plewa, S. Rath, P. Risthaus, A. Ruzzu, G. Schanz, M. Worgull.

Für die Förderung unserer Arbeiten danken wir unseren Vorgesetzten, der HGF, dem BMBF, der DFG und unseren Kooperationspartnern, besonders den Industriefirmen.

### Literatur

- [1] Heim, H.; Hecke, M.: „Heißprägen als Technologie für Produktion und Entwicklung“; und Ruprecht, R., Gietzelt, T., Guttmann, T., Hanemann, T., Hecke, M., Müller, K., Piotter, V.: „Abformverfahren für mikrostrukturierte Bauteile aus Kunststoff und Metall“; FZKA-Bericht 6423 (2000) Forschungszentrum Karlsruhe, S. 97-101 bzw. 31-36.
- [2] Hecke, M.; Anna, F.: „Hot Embossing of Microstructures with Integrated Conduction Paths for the Production of Lab-on-Chip Systems“; Int. Conf. Design, Test, Integration, and Packaging of MEMS/MOEMS, Proc. SPIE 4755 (2002) 670-674.
- [3] Worgull, M.; Hecke, M.; Schomburg, W.K.: „Analyse des Mikroheißprägeprozesses“; Forschungszentrum Karlsruhe, (2003) FZKA-Bericht 6922
- [4] Örllygsson, G.; Müller, K.; Finnah, G.; Piotter, V.; Ruprecht, R.; Hausselt, J.: „Ein- und Mehrkomponenten-Mikro-Pulverspritzgießen: BMBF-Projekte Micro-P-PIM und 2K-PIM“; dieser Band.
- [5] V. Piotter, K. Müller, R. Ruprecht, J. Hausselt: Performance and simulation of thermoplastic micro injection moulding; *Microsystem Technologies*; Vol. 8, No. 6; Springer Verlag, (2002); pp. 387-390.
- [6] Truckenmüller, R.; Giselbrecht, S.; Schaller, Th.; Schomburg, W. K.: „Manufacturing of Flexible Polymer Film Capillary Electrophoresis Chips by Microthermoforming“; Proc. 2nd VDE World Microtechnologies Congress (MICRO.tec), München, (2003), S. 315–318
- [7] Giselbrecht, S.; Truckenmüller, R.; Gottwald, E.; Guber, A. E.; Weibezahn, K. F.; Schomburg, W. K.; Eichhorn, L.; Gietzelt, Th.: „A Novel Fabrication Method for Microstructured Cell Culture Systems“; Proc. 2nd MICRO.tec (VDE), München (2003) S. 147–151.
- [8] Schulz J., Bade K.; Guttmann M.; Hahn L.; Janssen A.; Köhler U.; Meyer P.; Winkler F.: „Ensuring Reliability and Repeatability in LIGA Mold Insert Fabrication“; Proc. DTIP2003, Cannes-Mandelieu, May 2003
- [9] Ruzzu A.; Matthis B.: „Swelling of PMMA-structures in aqueous solutions and room temperature Ni-electroforming“; *Microsystem Technologies* 8 (2002) 116-119.
- [10] Piotter, V.; Holstein, N.; Oskotski, E.; Schanz, G.; Hausselt, J.: „Metal Micro Parts made by Electroforming on Two-Component Lost Polymer Moulds“; Proc. 3rd Euspen International Conference Eindhoven (2003), S. 367-370.
- [11] Merz, L.; Rath, S.; Piotter, V.; Ruprecht, R.; Hausselt, J.: „Advanced Materials for Micro Powder Injection Molding“; *Materials Science Forum* Vols. 426-432 (2003), pp. 4227-4232.
- [12] Baumeister, G.; Mueller, K.; Ruprecht, R.; Hausselt, J.: „Production of metallic high aspect ratio microstructures by microcasting“ *Microsystem Technologies* 8 (2002) 105-108.
- [13] Piotter, V.; Bauer, W.; Benzler, T.; Emde, A.: „Injection molding of components for microsystems“; *Microsystem Technologies*, 7(2001) 99-102.
- [14] Knitter, R.; Risthaus, P.; Greiner, T.: „Einfluss der Urmodelle auf die Abformung mikrostrukturierter Keramikbauteile in einer Rapid Prototyping Prozesskette“; Dieser Bericht
- [15] Bauer, W.; Knitter, R.; Piotter, V.; Ruprecht, R.: „Pulverspritzgießen keramischer Mikrobauteile - Entwicklung von Prototypen- und Massenfertigungsverfahren“; FZKA-Nachrichten - Forschungszentrum Karlsruhe, 34 (2002).
- [16] Hanemann, T., Boehm, J., Henzi, P., Honnef, K., Litfin, K., Hausselt, J., „Micro and Nano Filled Ceramic Polymer Composites: Properties and Potential Applications in Microsystem Technology, Proc. MICRO.tec 2003, 2nd VDE World Microtechnologies Congress, Munich, October 13-15, 2003.

**Tab. 1:** Stand der Replikationsverfahren für Mikrokomponenten aus **Kunststoff** am Forschungszentrum Karlsruhe. Die angegebenen Werte wurden an den realisierten Produktdemonstratoren oder Labormustern mit den jeweiligen Mikroabformverfahren realisiert.

Stand im FZK	Mikrospritzgießen (TIM)	Mikroheißprägen	Mikrothermoformen
Kunststoffe	PMMA, PC, PSU; PE, POM, PA, PEEK, LCP, PA12-C, POM-C	PMMA, PC, POM, PVDF, PSU	PS, PC, COC
Maschinentechnik	serientauglich	kleinserientauglich, ISO 9001 konform	kleinserientauglich
Zykluszeit	35 sec – 8 min	10 min – 25 min	ähnlich Heißprägen
max. Aspektverhältnis	20 (100 bei Umspritzen)	50	1 (ohne Vorstrecken)
min. Strukturbreite / -detail [µm]	15 / 0,2	4 / 0,2	150
max. Strukturhöhe [µm]	1000	1000	300
R <sub>z</sub> (formabhängig)	50 nm	50 nm	vergleichbar Formeinsatz
strukturierbare Fläche	2 mal 20 x 60 mm <sup>2</sup> oder Teile	20 x 60 mm <sup>2</sup> bis Ø 100 mm <sup>2</sup>	Ø 62,5 mm
Besonderheiten	Simulation zur Formfüllung und Werkzeugtemperierung	positionierte Abformung auf Substrat mit +/- 10 µm lateral	min. Wanddicke < 10 µm, Simulation zum Einformen

**Tab. 2:** Stand der Replikationsverfahren für Mikrokomponenten aus **Metall** am Forschungszentrum Karlsruhe. Die angegebenen Werte wurden den realisierten Produktdemonstratoren oder Labormustern mit den jeweiligen Mikroabformverfahren realisiert.

Stand im FZK	Pulverspritzgießen MIM	Galvanoformung	Mikroguss
Materialien	Fe, 316L, 17-4PH, WC-Co,	Ni, Ni-Leg., Cu, Au	AuAgCu [Stabilor G] AgPdCu [Pallig M] AgCu28, Al-Bronze
Maschinentechnik	angestrebt: serientauglich	Ni und Au serientauglich	kleine (bis mittlere) Serien
Zykluszeit	50 s – 6 min + <2 d	4 h – 20 d	1 min + 1 d
max. Aspektverhältnis	14	50	60
min. Strukturbreite / -detail [µm]	50 / 50	0,2 / 0,02	25
max. Strukturhöhe [µm]	1300	1300	2500
R <sub>z</sub> / Ra (form+pulverabhängig)	4 µm / 700 nm (Fe 1,5) 7 µm / 800 nm (316L)	50 nm / 20 nm	> 5 µm / >0,5 µm
Korngröße [µm]	Fe: 115 ± 40 µm 17-4PH: 90 ± 30 µm	Ni: < 1µm	Stabilor G (Au) : > 30 µm Bronze : > 40 µm, geometrie-abh.
strukturierbare Fläche	2 mal 20 x 60 mm <sup>2</sup> oder Teile	20 x 60 bis Ø 100 mm <sup>2</sup>	15 x 30 mm <sup>2</sup>
Besonderheiten	Simulation zur Formfüllung und Werkzeugtemperierung möglich MIM=metal injection molding	Abbildungstreue im Nanometerbereich	Herstellung der Keramikformen über Modelle aus unterschiedl. Mikrostrukturierungsverfahren

**Tab. 3:** Stand der Replikationsverfahren für Mikrokomponenten aus **Keramik** am Forschungszentrum Karlsruhe. Die angegebenen Werte wurden an den realisierten Produktdemonstratoren oder Labor-mustern mit den jeweiligen Mikroabformverfahren realisiert.

Stand im FZK	Pulverspritzgießen CIM	Heißgießen (LP-CIM)	Reaktionsgießen
Materialien	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -ZrO <sub>2</sub> , ZrO <sub>2</sub> -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -TiN	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -ZrO <sub>2</sub> , Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -TiN, Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> , SiO <sub>2</sub> , PZT, BaTiO <sub>3</sub> , Hydroxylapatit	PMMA, UP gefüllt mit Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Maschinentchnik	für ZrO <sub>2</sub> serientauglich	Labormuster bis mittlere Serien	für Labormuster
Zykluszeit	50 s – 6 min + <2 d	1 – 10 min + <2 d	30 – 60 min + 1d
max. Aspektverhältnis	14	> 10	derzeit 2
min. Strukturbreite / -detail [µm]	30 / <10	30 / >2	100 /100
max. Strukturhöhe [µm]	1300	7000	100
R <sub>z</sub> / R <sub>a</sub> (form+pulverabhängig)	1 µm / <300 nm (ZrO <sub>2</sub> )	2 µm / 0,5 µm	k. A.
Korngröße [µm]	0,3 ± 0,1 µm (ZrO <sub>2</sub> , 1400°C, 1h) 0,4 ± 0,1 µm (ZrO <sub>2</sub> , 1500°C, 1h) 0,7 ± 0,3 µm (ZrO <sub>2</sub> , 1600°C, 1h) 2 ± 1 µm (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	0,3 ± 0,1 µm (ZrO <sub>2</sub> , 1400°C, 1h) 0,4 ± 0,1 µm (ZrO <sub>2</sub> , 1500°C, 1h) 0,7 ± 0,3 µm (ZrO <sub>2</sub> , 1600°C, 1h)	k. A.
strukturierbare Fläche	2 mal 20 x 60 mm <sup>2</sup> oder Teile	max. 100 x 100 mm <sup>2</sup>	2 mal 20 x 60 mm <sup>2</sup>
Besonderheiten	Simulation zur Formfüllung und Werkzeugtemperierung möglich, 2-Komponenten-CIM und Nano-CIM in Entwicklung; CIM=ceramic injection molding	Einfache Herstellung von Formeinsätzen aus Silikon durch Kopie (Tonumkehr) von Urmodellen aus unterschiedlichen Mikrostrukturierungsverfahren; LP-CIM = low pressure CIM	Verfahren ausgelegt zur Herstellung von Kunststoff-Keramik-Kompositen mit besonderen Eigenschaften (modifizierter Brechungsindex)

# CMOS- kompatible magnetische Dünnschichten für HF- Mikroinduktoren

H. Leiste, K. Seemann, V. Bekker

Institut für Materialforschung I

## Zusammenfassung

Für die Integration in passive mikroelektronische CMOS- Bauelemente wie HF- Mikroinduktoren oder Mikrotransformatoren wurden mit Hilfe des PVD- Beschichtungsverfahrens Magnetronputtern ferromagnetische FeTaN-, FeCoTaN- und FeCoAlN- Schichten entwickelt. Dazu wurden die Schichten auf oxidierten Siliziumsubstraten unter Verwendung von 6- Zoll-Targets ( $\text{Fe}_{90}\text{Ta}_{10}$ ,  $\text{Fe}_{47}\text{Co}_{36}\text{Ta}_{17}$  und  $\text{Fe}_{49}\text{Co}_{36}\text{Al}_{15}$ ) reaktiv abgeschieden, in einem Magnetfeld bei den in CMOS- Prozessen verwendeten Temperaturen zwischen 400 und 500° C wärmebehandelt und danach in einem Stripline- Permeameter zur Messung der HF-Permeabilität bis 5 GHz auf ihre Hochfrequenztauglichkeit geprüft. Die Wärmebehandlung im Magnetfeld ermöglicht das Induzieren eines für das Hochfrequenzverhalten benötigten uniaxialen Anisotropiefeldes  $H_A$  in der Schichtebene. Das Anisotropiefeld betrug bei FeTaN etwa 1mT und konnte bei vergleichbaren Sättigungspolarisationen von  $J_s = 1,25$  T aufgrund der Zugabe von Co auf etwa 3 bis 4 mT erhöht werden. Damit war es möglich, die ferromagnetischen Resonanzfrequenzen bzw. Grenzfrequenzen von ca. 1 GHz für FeTaN auf ca. 2 GHz für die auf FeCo- Basis abgeschiedenen Schichten anzuheben.

Zur Realisierung von Mikroinduktivitäten mit Lithographieverfahren war es nötig, verschiedene Ätztechniken zur Strukturierung der Einzellagen für Baukomponenten einzusetzen. Aluminiumleiterbahnen und besonders die magnetischen Schichten wurden aufgrund des Ausbleibens flüchtiger Reaktionsprodukte rein physikalisch mit einer Plasmastrahlätzanlage geätzt. Das Ätzen von Vias in  $\text{Si}_3\text{N}_4$  bzw.  $\text{SiO}_2$  wurde mit reaktivem Ionenätzen (RIE) durchgeführt.

HF- Mikroinduktivitäten, wie sie heute in Aluminium- oder Kupfertechnik auf Silizium hergestellt werden, bestehen z.B. aus einfachen Planarspulen mit Induktivitäten L zwischen 1 und 10 nH mit maximalen Gütewerten Q von 20. Neuartiger Mikroinduktorkonzepte mit vergleichbaren Induktivitäten sollen durch die gezielte Änderung ihrer Flussführung sowie das Herabsetzen ihres Widerstandes ermöglichen, bei den z.B. in der Telekommunikation verwendeten Frequenzen von 0,9 bis 1,9 GHz höhere Gütewerte zu erzielen.

## 1. Einleitung

Ferromagnetische Schichten für Hochfrequenzanwendungen erlangen immer höhere Bedeutung für CMOS- Komponenten in der Halbleitertechnik, um verbesserte und neuartige, passive Bauelemente zu entwickeln. Für den GHz-Frequenzbereich sind Schichten mit uniaxialer Anisotropie in der Schichtebene erforderlich, die z. B. während der Schichtabscheidung in einem statischen Magnetfeld induziert wird. Dieses Herstellungs-konzept lässt sich aufgrund hoher Prozesstemperaturen bis 500° C, bei der diese Anisotropie durch atomare Umordnung und mögliche Kristallisation zerstört werden kann, nur bedingt mit in der CMOS- Technik vereinbaren. Daher ist es zwingend, Schichten zu entwickeln, deren magnetische Eigenschaften gerade bei diesen Temperaturen verbessert werden können, d.h., geringe Hysteresen zu erzeugen und deren

Anisotropie durch die gleichzeitige Wärmebehandlung in einem Magnetfeld einzuprägen. Gerade FeTaN- Schichten können aufgrund ihrer Eigenschaften eine entscheidende Rolle für die Realisierung passiver HF- Bauelemente [1] bis 1 GHz spielen. Ihr hervorragendes weichmagnetisches Verhalten ergibt sich aus der weitgehenden Unterdrückung des Fe- Kornwachstums bei der Wärmebehandlung, welches durch die Bildung von TaN- Korngrenzen verursacht wird [2, 3]. Bei der Wärmebehandlung im Magnetfeld entsteht gleichzeitig eine uniaxiale Anisotropie in der Schichtebene [4], bedingt durch den zusätzlichen Einbau von Stickstoffatomen auf Oktaederplätzen im Fe- Gitter [5]. Eine weitaus größere Anisotropie kann mit der Substitution von Kobalt erreicht werden. Erste Arbeiten zum magnetischen Verhalten von FeCoTaN- Schichten wurden bereits von Nakagawa et al. durchgeführt [6].

Im folgenden Beitrags soll nun die Entwicklung und Anwendung magnetfeldgetemperter FeTaN-, FeCoTaN- und FeCoAlN- Schichten dargestellt und deren CMOS- Kompatibilität [4, 7, 8] für neuartige Mikroinduktoren [9, 10] gezeigt werden.

## 2. Entstehung der uniaxialen Schichtanisotropie und des Hochfrequenzverhaltens

Ferromagnetische Materialien zeigen aufgrund ihrer atomaren Elektronenkonfiguration unterhalb der Curietemperatur eine spontane Magnetisierung, die durch Austauschwechselwirkung zwischen den Atomen und einer parallelen Kopplung der magnetischen 3d- Momente verursacht wird. Diese Ausrichtung ist durch die Spin-Bahn- Wechselwirkung an ein Anisotropiefeld gebunden, das die magnetischen Momente in eine bestimmte Kristallrichtung zwingt aber auch durch lateralen Abmessungen der Schicht sowie durch das Erzeugen einer bestimmten Richtungsordnung der Atome zustande kommt. Diese Richtungsordnung führt zu einer uniaxialen Anisotropie  $H_A$  und entsteht durch Diffusion der Atome bei der Wärmebehandlung des Materials in einem statischen Magnetfeld, bei der ein energetisch günstiger Zustand eingenommen wird (Diffusionsanisotropie). Hierdurch erhält das Schichtmaterial eine magnetische Charakteristik, die einer uniformen Magnetisierung in der Schichtebene sehr nahe kommt (Quasi-Eindomänenfall). Um diesen Zustand zu erreichen, müssen hysteresevergrößernde Kristallanisotropien minimiert werden, indem eine entsprechende atomare Zusammensetzung oder/und eine nanokristalline bis amorphe Konstitution der magnetischen Schicht angestrebt wird. Gerade die uniaxiale Anisotropie spielt für magnetische Hochfrequenzbauteile eine wichtige Rolle, da sie hohe Anfangspermeabilitäten  $\mu_m = (J_s/\mu_0 \cdot H_A) + 1$  liefert.  $J_s$  beschreibt die Sättigungspolarisation der magnetischen Schicht. Wird das magnetische Material einem Hochfrequenz- Wechselfeld ausgesetzt, so kommt es zu einer Präzessionsbewegung der magnetischen Momente im eigenen Anisotropiefeld. Stimmt die Frequenz des Wechselfeldes mit der Präzessionsfrequenz des magnetischen Moments überein (natürliche ferromagnetische Resonanz), so findet eine Energieabsorption der eingestrahlenen Hochfrequenzwelle statt. Hierdurch treten Verluste in der Permeabilität auf. Der Frequenzverlauf der dadurch entstehenden komplexen Permeabilität  $\mu_r(f) = \text{Re } \mu_r - \text{Im } \mu_r$  kann anhand der Lösung der quasiklassischen Landau-Lifschitz- Gleichung in Kombination mit der maxwellschen Theorie [7] analytisch dargestellt werden. Das Zusammenbrechen der Permeabilität ist abgesehen von Abschirmstrom-

verlusten durch die ferromagnetische Resonanz bestimmt, die für Schichten mit uniaxialer Anisotropie (weiche Magnetisierungsrichtung in einer bestimmten Richtung in der Schichtebene) wie folgt ausgedrückt werden kann:

$$f_r = \frac{\gamma}{2\pi} \cdot \sqrt{J_s \cdot \mu_0 H_A} \quad (1).$$

Die Grösse  $\gamma$  stellt die aus der Quantenmechanik bekannte ferromagnetische Konstante dar, die das Verhältnis des atomaren mechanischen und magnetischen Moments angibt.

## 3. Schichtherstellung und Charakterisierung

Zum Erhalt der uniaxialen Anisotropien und weichmagnetischen Hochfrequenzeigenschaften bei CMOS- kompatiblen Temperaturen, wurden die magnetischen Schichten unter Verwendung von  $\text{Fe}_{90}\text{Ta}_{10}$ ,  $\text{Fe}_{47}\text{Co}_{36}\text{Ta}_{17}$  und  $\text{Fe}_{49}\text{Co}_{36}\text{Al}_{15}$  – 6-Zoll- Targets in einem „Zweistufenprozess“ hergestellt:

a) Mit Hilfe des Magnetronsputters wurden die Schichten in einer Beschichtungsanlage des Typs LH Z550 auf oxidierten (100)- Siliziumsubstraten bei verschiedenen Ar/N<sub>2</sub>- Partialgasdrücken und HF- Beschichtungsleistungen abgeschieden. Das Prinzip dieser PVD- Beschichtungstechnik ist in Abbildung 1 schematisch dargestellt.

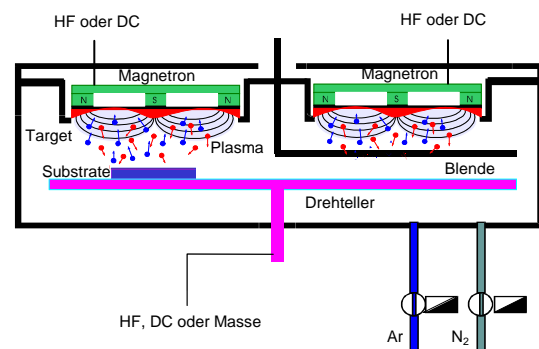


Abb. 1: Sputterprinzip und Aufbau des Rezipienten der PVD- Beschichtungsanlage.

b) Nach dem Abscheiden wurden die Schichten in einem statischen Magnetfeld ( $\mu_0 \cdot H_{\text{ext}} \approx 50$  mT) für etwa 1h bei Temperaturen bis 400° C in einem Vakuumofen getempert (Abbildung 2). Dabei war es wichtig, die Temperaturen optimaler Anisotropieeinprägung mit CMOS- Prozesstemperaturen zu kombinieren. Die statischen magnetischen Eigenschaften und die Größe der Anisotropie wurden mit einem Vibrationsmagnetometer (VSM) bestimmt. Weitere Schichtcharakterisierungsverfahren wie die Röntgendiffraktometrie (XRD), Mikrosonden-

analyse (EPMA) und Augerelektronenspektroskopie (AES) standen zur Verfügung.

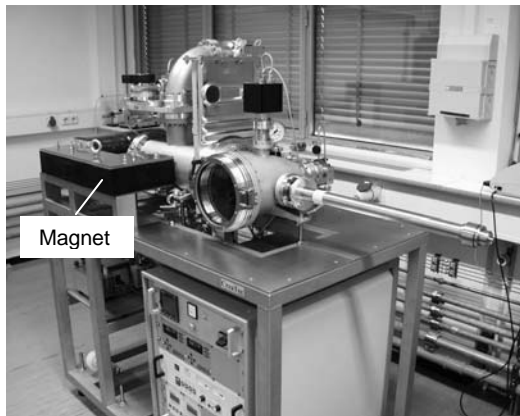


Abb. 2: Ofen zur Vakuum- Wärmebehandlung der magnetischen Schichten im Magnetfeld.

Ein wichtiger Aspekt der Schichtcharakterisierung ist die Messung der Hochfrequenzeigenschaften, als wesentliche Eigenschaft von Mikroinduktivitäten. Mit einem eigens entwickelten Stripline-Permeameter kann die frequenzabhängige Permeabilität im „one-port“- Reflexionsmodus aus den  $S_{11}$ - Parametern mittels Netzwerkanalysator (HP 8719D) bis 5 GHz bestimmt werden [8]. Abbildung 3 zeigt die schematisch dargestellte Stripline- Messzelle.

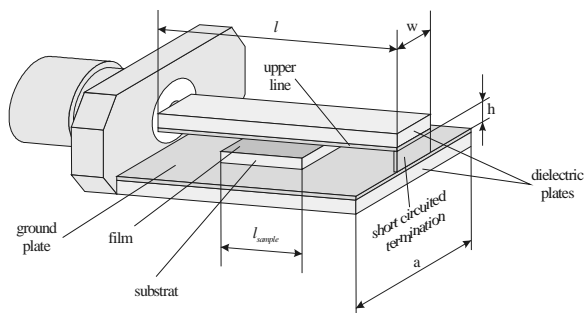


Abb 3: Aufbau der Stripline- Messzelle.

Zur Auswertung der Messdaten für die Permeabilität  $\mu_r$  in Abhängigkeit der Frequenz  $f$  dient die Grundgleichung

$$S_{11} = S_0 \cdot e^{\frac{i 4 \cdot \pi \cdot f \cdot \sqrt{\mu_{eff} \cdot \epsilon_{eff}} \cdot l}{c_0}} \quad (4).$$

Für die kurz geschlossene Terminierung des Striplineendes gilt  $S_0 = -1$ . Die charakteristische Impedanz beträgt  $Z_0 = 50 \Omega$ . Die Konstante  $c_0$  gibt die Fortpflanzungsgeschwindigkeit einer elektromagnetischen Welle im Vakuum an.

## 4. Ergebnisse

### 4.1 Ferromagnetische FeTaN- Ein- und Mehrschichten

$Fe_{72}Ta_8N_{20}$ - Schichten (mit Verunreinigungen an  $O_2$  und C) weisen in der Regel eine amorphe bis nanokristalline Struktur aus  $Fe(Ta)N$  Körnern mit TaN- Korngrenzen auf, die zu einer Herabsetzung des Kornwachstums während des Glühprozesses beitragen. Die gesamte Schicht erhält somit einen höheren spezifischen Widerstand ( $\rho_m \approx 2,7 \cdot 10^{-6} \Omega m$ ), der zur Reduzierung von Abschirmströmen führt. Aufgrund der Sättigungspolarisation von 1,25 T und einem Anisotropiefeld von etwa 1,1 GHz (Abbildung 4) war es möglich eine Grenzfrequenz von 1 GHz zu erreichen (Abbildung 5).

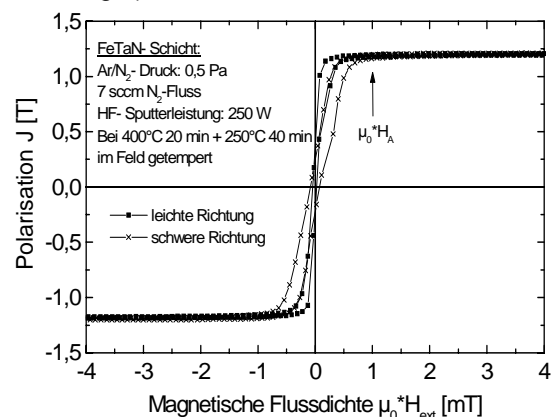


Abb. 4: Polarisation einer FeTaN- Schicht in der schweren bzw. leichten Richtung. Die Schichtdicke beträgt 411nm.

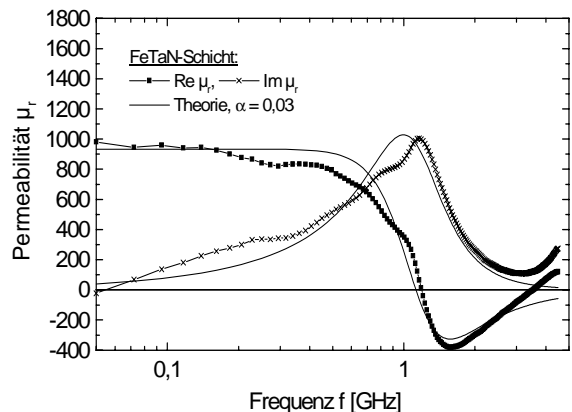


Abb. 5: Real- und Imaginärteil der frequenzabhängigen Permeabilität  $\mu_r$  einer FeTaN- Schicht gemessen in der schweren Magnetisierungsrichtung. Die durchgezogene Kurve wird durch die Landau- Lifschitz- und Maxwell- Theorie beschrieben. Der phänomenologische Parameter  $\alpha$  charakterisiert die Dämpfung der präzidierenden magnetischen Momente im HF- Feld.

Die Sputterparameter betragen für den  $Ar/N_2$ - Druck 0,5 Pa, den  $N_2$ - Fluss 7 sccm und für die HF- Sputterleistung 250 W. Die Dauer der

Magnetfeldtemperatur wurde auf eine Stunde festgelegt und gliederte sich auf in 20 min. bei 400°C und 40 min. bei 250°C. Werden Schichten mit höheren Dicken realisiert, so treten nach der maxwellischen Theorie trotz des relativ hohen spezifischen Widerstandes aber durch hohe Permeabilitäten Abschirmströme auf, die eine starke Verbreiterung des Permeabilitätsspektrums durch Abschirmstromdämpfung bewirken (Abbildung 6). Damit verbunden ist ebenfalls eine höhere Dämpfung  $\alpha$  des Spinsystems.

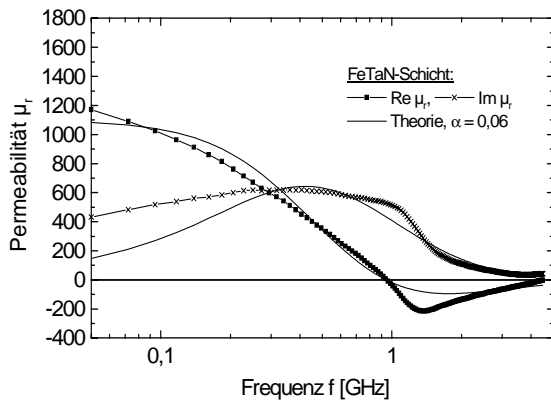


Abb. 6: Real- und Imaginärteil der frequenzabhängigen Permeabilität  $\mu_r$  einer 1495 nm dicken FeTaN- Einlagenschicht gemessen in der schweren Magnetisierungsrichtung.

Mit der Herstellung eines Mehrlagenaufbaus indem drei ca. 500 nm dicke Schichten durch 100 nm dicke  $\text{Si}_3\text{N}_4$ - Isolationsschichten getrennt werden und damit zu einer effektiv vergleichbaren Schichtdicke führen, ist es möglich, ähnliche durch  $\alpha$  charakterisierte Dämpfungseigenschaften wie dünne Einlagenschichten zu erzielen (Abbildung 7).

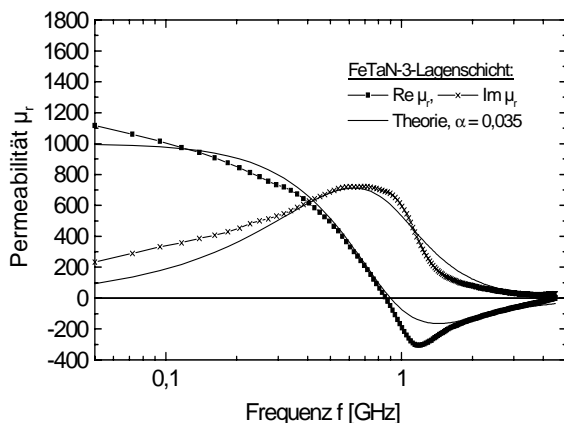


Abb. 7: Real- und Imaginärteil der frequenzabhängigen Permeabilität  $\mu_r$  einer 1653 nm dicken FeTaN- Dreilagenschicht gemessen in der schweren Magnetisierungsrichtung.

Damit werden Permeabilitätsverluste leicht herabgesetzt und die Verbreiterung der Permeabilität verringert.

## 4.2 Ferromagnetische FeCoTaN- und FeCoAlN- Einlagenschichten

Die Zugabe von Kobalt im Materialsystem  $\text{Fe}_{39}\text{Co}_{31}\text{Ta}_8\text{N}_{22}$  (mit Verunreinigungen an C) und die dadurch bedingte Substitution des Eisens bewirkt eine Erhöhung des uniaxialen Anisotropiefeldes auf 4 mT. Das Fe/Co- Verhältnis führt dabei zusätzlich zu eine Minimierung der magnetokristallinen Anisotropie mit maximaler Sättigungspolarisation [11]. Die Ausbildung einer weitaus deutlicheren Anisotropie bei nanokristalliner Konstitution mit geringen Hysteresen wird hiermit begünstigt (Abbildung 8).

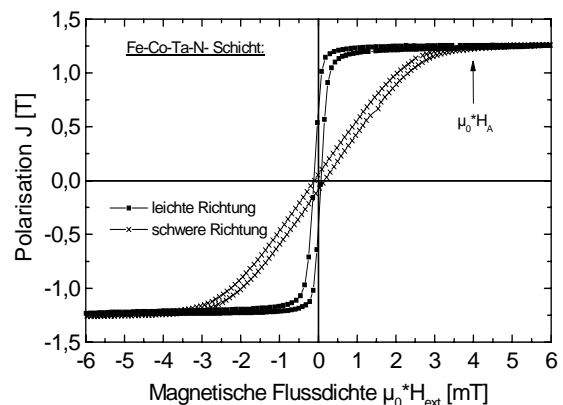


Abb. 8: Polarisation einer FeCoTaN- Schicht in der schweren bzw. leichten Richtung. Die Schichtdicke beträgt 796 nm.

Mit einer vergleichbaren Sättigungspolarisation wie FeTaN werden mit dieser Materialkombination ferromagnetische Resonanzfrequenzen von etwa 2 GHz erreicht (Abbildung 9).

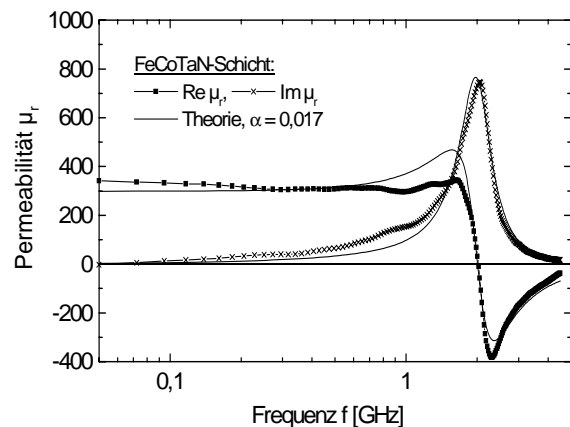


Abb. 9: Real- und Imaginärteil der frequenzabhängigen Permeabilität  $\mu_r$  einer 796 nm dicken FeCoTaN- Schicht gemessen in der schweren Magnetisierungsrichtung.

Aufgrund der Anfangspermeabilität von ca. 300 und eines gegenüber FeTaN vergleichbaren spezifischen Widerstands können dickere Schichten bei weitaus geringeren Permeabilitätsverlusten und kleinen  $\alpha$ - Werten realisiert werden.

Die Beschichtungsparameter betragen: Ar/N<sub>2</sub>-Druck 0,5 Pa, N<sub>2</sub>-Fluss 2 sccm und die HF-Sputterleistung 250 W. Die Dauer der Magnetfeldtemperung wurde ebenfalls auf eine Stunde festgelegt und gliederte sich entsprechend auf in 20 min. bei 400°C und 40 min. bei 300°C.

Ähnliche Ergebnisse liefert das Materialsystem FeCoAlN, bei dem AlN im Bereich der Korngrenzen zur Widerstandserhöhung der Schicht beiträgt. Der spezifische Widerstand von  $\rho_m \approx 3,6 \cdot 10^{-6} \Omega m$  ermöglicht ebenfalls ein Permeabilitätsspektrum mit geringen Verlusten bei hoher Schichtdicke (Abbildung 10).

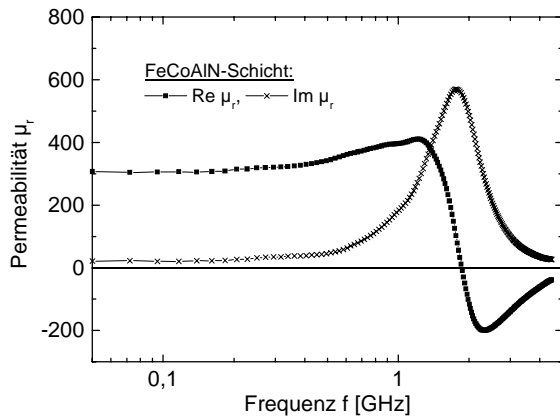


Abb. 10: Real- und Imaginärteil der frequenzabhängigen Permeabilität  $\mu_r$  einer 734 nm dicken FeCoAlN-Schicht gemessen in der schweren Magnetisierungsrichtung.

Die ferromagnetische Resonanzfrequenz liegt bei etwa 1,8 GHz. Die Beschichtungsparameter betragen in diesem Fall: Ar/N<sub>2</sub>-Druck 0,3 Pa, N<sub>2</sub>-Fluss 3 sccm und die HF-Sputterleistung 250 W. Die Dauer der Magnetfeldtemperung belief sich auf eine Stunde bei einer Temperatur von 400°C.

### 4.3 Aufbau und Charakterisierung neuartiger Mikroinduktoren

Der besondere Aufbau neuartiger Mikroinduktoren benötigen die Kombination präziser Lithographie-, Planarisierungs- und unterschiedlichen Schicht-Ätzprozesse wie Plasmastrahl- und reaktives Ionenätzen. Heutige Mikroinduktoren der Halbleiterindustrie werden zum Beispiel in Aluminiumtechnik aus einfachen planaren Spiralspulen gefertigt. Aufgrund ihres Feldverlaufs senkrecht zum leitfähigen Siliziumsubstrat und ihres ohmschen Widerstandes zeigen diese relativ niedrige frequenzabhängige Güteverläufe. Um die Güteverläufe bei Induktivitäten im 1 bis 10 nH-Bereich zu erhöhen, muss ein Design mit niedrigem Leiterbahnwiderstand durch Reduzierung des Leiterbahnmaterials zum tragen kommen, welches einen quasi geschlossenen Flussverlauf nahezu parallel zur Substratoberfläche erzeugt und die hohen Permeabilitäten

der magnetischen Schichten nutzt [9, 10]. Das geschieht durch den Wicklungssinn speziell widerstandsminimierter Leiterbahnen bzw. durch die antiparallele Anregung zweier eng aneinander liegender, weichmagnetischer Spulenkern. Die Form eines solchen Mikroinduktors (I-Induktor) ist in Abbildung 11 dargestellt.

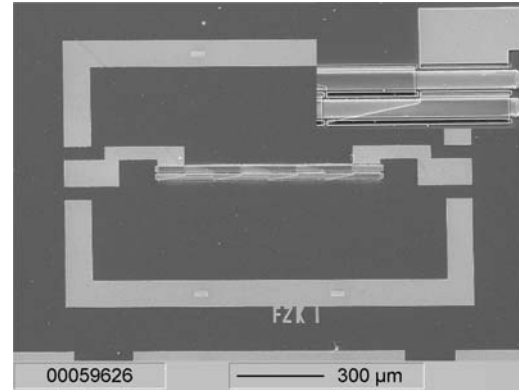


Abb. 11: REM-Aufnahme eines Mikroinduktors mit zwei magnetischen Kernen.

Das weit verbreitete Design einer konventionell aufgebaute Planarspule ist in Abbildung 12 gezeigt.

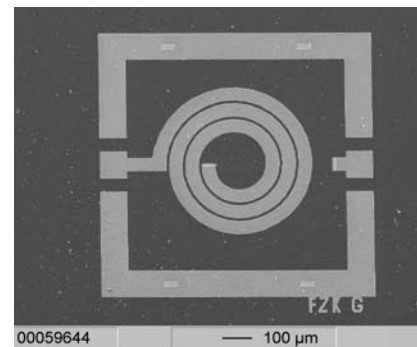


Abb. 12: REM-Aufnahme einer in Aluminiumtechnik aufgebauten Planarspule.

Vergleicht man die frequenzabhängigen Güteverläufe dieser Mikroinduktoren, so kann man erkennen, dass die spiralförmige Planarspule aufgrund ihres höheren Leitungswiderstandes trotz höherer Induktivität in einem weiten Frequenzbereich geringere Güteverläufe zeigt als der I-Induktor in Abbildung 11. In Abbildung 13 werden die frequenzabhängigen Güteverläufe mit denen eines industriell gefertigten Spiralinduktors mit L von etwa 1 nH dargestellt. Bei etwa identischen Induktivitäten und Leitungswiderständen tendiert auch hier der I-Induktor zu größeren Güteverläufen im Frequenzbereich von 1 bis 3 GHz, was anhand von hier nicht gezeigten Simulationen bestätigt werden kann.



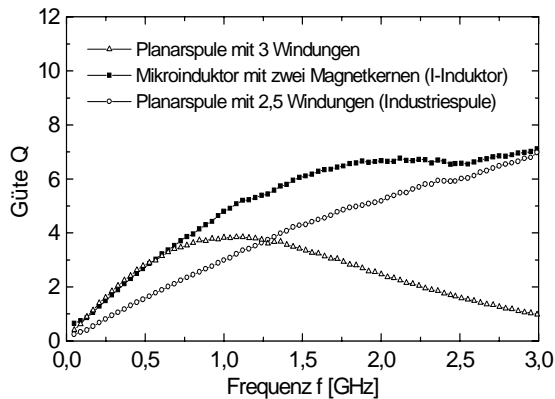


Abb.13: Vergleich der frequenzabhängigen Güte zweier konventioneller Planarspulen und eines I- Mikroinduktors auf Silizium.

## 5 Diskussion

Eine gezielte Kombination der magnetischen Elemente Fe und Co gepaart mit TaN sowie AlN-Verbindungen ermöglicht, Schichtsysteme mit besonderen magnetischen Hochfrequenzeigenschaften für HF- Bauelemente durch das PVD-Magnetronspütern zu realisieren. Die Entwicklung und Herstellung von auf Fe- und FeCo-basierenden Schichten mit dem Zweistufenprozess hat gezeigt, dass diese aufgrund ihrer Temperaturbehandlung im Magnetfeld zur Erzeugung weichmagnetischer Eigenschaften und uniaxialer Anisotropien in der Schichtebene für Hochfrequenzanwendungen bis 2 GHz in der CMOS- Technik eingesetzt werden können. Während bei FeTaN überwiegend Stickstoff im Fe- Gitter für die Ausbildung einer relativ kleinen uniaxialen Anisotropie verantwortlich ist, führt FeCo durch eine anisotrope Nahordnung bzw. durch eine Richtungsordnung der Atome zu einem weitaus höheren Anisotropiefeld. TaN- und AlN- Korngrenzenbereiche bewirken eine Erhöhung des spezifischen Schichtwiderstands und damit günstige Voraussetzungen gegen Abschirmströme in den magnetischen Schichten. Durch die Anwendung des Plasmastrahlätzverfahrens konnten zu Herstellung neuartiger Mikroinduktoren deren magnetische Kerne unter Verwendung einfacher Photoresistmasken rein physikalisch in einer Dicke von über 1  $\mu\text{m}$  mit guter Qualität strukturiert werden. Aufgrund des zur Waferoberfläche quasiparallelen magnetischen Flusses und für den Induktorwiderstand günstigen Leiterform tendieren die I- Mikroinduktoren zu höheren Gütewerten als planare Flachspulen. Somit bietet dieser Induktortyp ein hohes Potential für zukünftige Anwendungen in der Halbleiterindustrie.

## Literatur

- [1] Lee, C.-H., Shin, D.-H., Ahn, D.-H., Nam, S.-E., Kim, H.-J., "Fabrication of thin film inductors using FeTaN soft magnetic films", *J. Appl. Phys.*, **85**, 1999, 4898-4900.
- [2] Viala, B., Minor, M. K., Barnard, J. A., "Microstructure and magnetism in FeTaN films deposited in the nanocrystalline state", *J. Appl. Phys.*, **80**, (1996), 3941-3956.
- [3] Wei, F., Wu, D., Zheng, D., Ma, B., Yang, Z., "Investigation of RF- sputtered Fe-Ta-N thin films", *Material Science and Engineering*, **B68**, (2000), 156-160.
- [4] Seemann, K., Leiste, H., Bekker, V., "High Frequency Suitability of Soft Magnetic FeTaN and FeCoTaN Films for Advanced CMOS- Fabricated Micro Inductors", *Proceedings MICRO.tec 2003*, Munich, October 13-15, 2003, 637-641, (2003).
- [5] Van de Riet, E., Roozeboom, F., "On the origin of the uniaxial anisotropy in nanocrystalline soft-magnetic materials", *J. Appl. Phys.*, **81**, (1997), 806-814.
- [6] Nakagawa, S., Suemitsu, K., Naoe, M., "Preparation of soft magnetic and thermally stable Fe-Co-Ta:N/Ti multilayered films by sputter deposition", *J. Appl. Phys.*, **81**, (1997), 3782-3784.
- [7] Seemann, K., Leiste, H., Bekker, V., "New Theoretical Approach to the r. f.- Dynamics of Soft Magnetic FeTaN Films for CMOS Components", *J. Magn. Magn. Mater.*, accepted for publication, (2003).
- [8] Bekker, V., Seemann, K., Leiste, H., "A New Strip Line Broad-Band Measurement Evaluation for Determining the Complex Permeability of Thin Ferromagnetic Films", *J. Magn. Magn. Mater.*, in press, (2003).
- [9] Fergen, I., Seemann, K., von der Weth, A., Schüppen, A., "Soft ferromagnetic thin films for high frequency applications", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **242-245**, (2002), 146-151.
- [10] Von der Weth, A., Aktaa, J., "Simulation of solenoidal magnetic HF inductance with genetic algorithm", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **242-245**, (2002), 1206-1209.
- [11] Kuhrt, Ch., Schultz, L., "Formation and magnetic properties of nanocrystalline mechanically alloyed Fe-Co", *J. Appl. Phys.*, **71**, No.4, (1992), 1896-1900.

**Wissenschaftliche Schwerpunkte II:**

**"Anwendungen"**



# Elektronische Nasen auf der Basis akustischer Sensoren: Eine kostengünstige Hochleistungsplattform für die schnelle Schadstoffüberwachung

Karl-Heinz Lubert <sup>1)</sup>, Florian Bender <sup>1)</sup>, Nicole Barié <sup>1)</sup>, Achim Voigt <sup>1)</sup>, Michael Rapp <sup>1)</sup>,  
Heiko Bouquet <sup>2)</sup>, Wolfgang Eppler <sup>2)</sup>, Volker Hartmann <sup>2)</sup>

<sup>1)</sup> Institut für Instrumentelle Analytik

<sup>2)</sup> Institut für Prozessdatenverarbeitung und Elektronik

## Zusammenfassung

Ausgehend von der am Institut für Instrumentelle Analytik entwickelten Technologie der Nutzung von polymerbeschichteten Surface Acoustic Wave (SAW) Sensoren und den daraus resultierenden SAW Aroma und Gas Analyse Systemen (SAGAS) stellt dieser Bericht eine neue Generation elektronischer Nasen vor, die wesentlich kleiner und kompakter, analytisch leistungsfähiger und verbrauchsgünstiger ist. Die Verkleinerung des Sensorarrays zu einem kostengünstigen und in die Elektronik integrierten Mikroarray sowie die Entwicklung neuer Probenahmetechniken führten zu einer immensen Leistungssteigerung dieser Sensormodule. Die Nachweisgrenze für vieler Analyte konnte in den mittleren bis unteren ppb-Bereich gesenkt und Einflüsse der Luftfeuchte minimiert werden. Die Messungen erfordern nun keine Referenzmedien mehr, was neben den anderen Punkten eine wichtige Voraussetzung ist für kommerziell erfolgreiche, stationäre oder portable Systeme für die schnelle Schadstoffüberwachung in Industrieanlagen, Innenräumen oder in der Umwelt.

## 1. Einleitung

Die flexibelste Detektion einer möglichst großen Vielfalt organischer Gase mit gleichzeitig hohem Selektionsvermögen kann sensortechnisch unter Nutzung des gravimetrischen Prinzips abgedeckt werden. Hier wird die bei der Anlagerung eines Analyten entstehende Massezunahme (träge Masse!) einer Sensorbeschichtung gemessen. Der weitaus aussichtsreichste Sensortyp, der dieses Messprinzip nutzt, ist der sogenannte Surface Acoustic Wave (SAW)-Sensor. Es basiert auf einem elektronischen Standardbauelement, das zunächst dazu entwickelt wurde, für elektronische Anwendungen auf geringstem Raum Frequenzen zu selektieren. Mittlerweile hat diese Technik ein immer größeres Anwendungsspektrum in der signalverarbeitenden Elektronik gefunden, wo diese Bauelemente bereits Frequenzen bis zu 10 GHz verarbeiten. Entsprechend dem Preisverfall solcher Produkte liegen die Kosten auch für qualitativ hochwertige Bauteile auf einem sehr attraktiven Niveau.

Die in diesem Bericht vorgestellten Neuentwicklungen von elektronischen Nasen basieren überwiegend auf dem von der Helmholtz-Gesellschaft geförderten Strategiefond-Projekt zur Entwicklung von **Elektronischen Mikronasen** ("ELMINA") und beinhalten die folgenden Schwerpunkte:

- Entwicklung von miniaturisierten und kostengünstigen SAW Sensorarrays
- Neue Verfahren und Materialien für die Sensorbeschichtung

- Integration weiterer Funktionalitäten bei der Probenahme zur Steigerung der analytischen Leistungsfähigkeit der Sensorsysteme
- Eingehende Tests der Systeme an praxisrelevanten Beispielen und in Kooperation mit Industriepartnern.

## 2. Grundlegendes Messprinzip

Durch die Modifizierung von SAW-Bauelementen mit einer geeigneten sensitiven Schicht entstehen chemische Sensoren, die insbesondere für die Detektion gasförmiger Analyte (Gase und Dämpfe) geeignet sind. Die Wechselwirkung eines gasförmigen Analyten mit der sensitiven Schicht führt zur Aufnahme von Analytmolekülen durch Sorption (Adsorption und/oder Adsorption) und zu einer Massezunahme. Die Massezunahme verursacht die Verringerung der Schallgeschwindigkeit in der Sorptionschicht und eine Frequenzänderung, die der Masseänderung proportional ist. Zwei SAW-Bauelemente dienen jeweils als frequenzbestimmendes Element einer Oszillatorschaltung. Mit dem zweiten, unbeschichteten SAW-Bauelement wird ein Referenzsignal erzeugt und nach der Frequenzmischung mit dem Signal des beschichteten Bauelementes wird eine Differenzfrequenz im Bereich von einigen MHz generiert. Letztere ist weitgehend unabhängig von Temperaturdriften der SAW-Sensoren und ist das eigentliche Sensorsignal. Durch diese Anordnung wird die direkte Weiterverarbeitung der hochfrequenten Signale der einzelnen

SAW-Oszillatoren vermieden, die wesentlich niedrigere Differenzfrequenz kann mit einer einfachen Digitalelektronik erfasst werden.

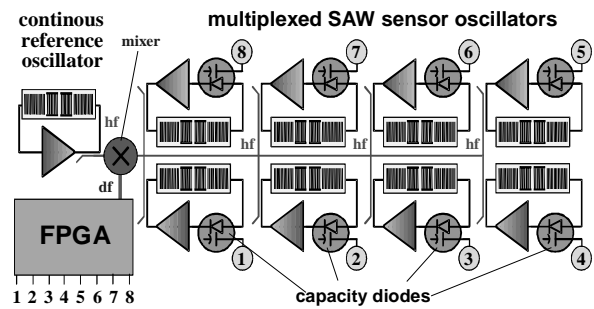
Das Sorptionsverhalten des Analyten wird durch die verschiedenen physikalisch-chemischen Wechselwirkungen zwischen Analyt und Polymer bestimmt. So weisen konventionelle Polymere eine gewisse Selektivität hinsichtlich verschiedener organischer Komponenten auf. Dies reicht jedoch nicht aus, um mit einer einzelnen Sensor-Konfiguration eine selektive Detektion von Stoffen durchzuführen. Da jedoch jedes Polymer eine unterschiedliche Sensitivität für verschiedene Gaskomponenten aufweist, lassen sich durch Kombination mehrerer Sensoren mit unterschiedlichen Polymerbeschichtungen Sensitivitätsmuster gewinnen, die 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 sogenannte chemometrische Methoden, wie z.B. der sogenannte PLS-Algorithmus, der als fertiges Softwarepaket zur Verfügung steht. Eine weitere Möglichkeit ist der Einsatz von neuronalen Netzen, welche als Softwareprogramme die Arbeitsweise unseres Gehirns simulieren. 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 von organischen Gasen oder Gasgemisches durchzuführen.

### 3. Technik der SAW-Sensorarrays

Grundlage der hier präsentierten Ergebnisse ist eine im IFIA entwickelte und patentierte Technik zur Beschaltung von SAW-Sensorarrays bestehend aus acht Einzelsensoren beschichtet jeweils mit unterschiedlichen Polymeren und einem gemeinsamen Referenzsensor, der unbeschichtet bleibt (vgl. Abb.1). Alle neun SAW-Sensoren befinden sich direkt auf ihren elektronischen Oszillatorplatinen, die ihrerseits kompakt in einem HF-dichten Gehäuse, dem Sensorkopf, fest montiert sind. Ein spezielles Multiplexverfahren dient zur sequentiellen Ansteuerung der SAW-Sensoren im Array. Die Auslesung des kompletten Arrays benötigt dabei nur eine Sekunde. Diese Technik ermöglicht einen kompakten hochfrequenztechnischen Aufbau und ist die wichtigste Voraussetzung für die weitere Miniaturisierung des Sensorarrays.

#### 3.1 Neues SAW-Mikroarray

Abbildung 2 zeigt die Realisation eines komplett neuen SAW-Arrays: Die SAW-Sensoren sind direkt in die Platine (FR5-Material) mit der Hochfrequenz-(HF) Elektronik zu deren Ansteuerung integriert. Die



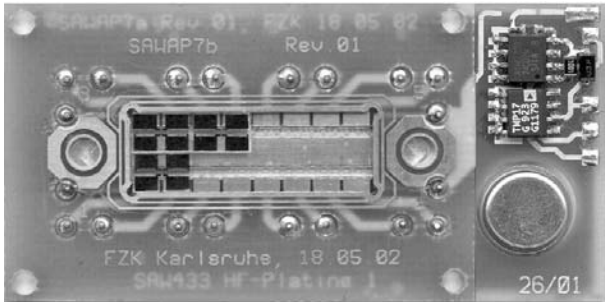
**Abb. 1:** Prinzip des SAW-Sensorarrays mit Oszillatoren im Multiplexbetrieb. Ein FPGA (Field programmable Gate Array) liefert jeweils die Signale für die Ansteuerung von Kapazitätsdioden und beinhaltet einen synchronisierten, schnellen Reziprozähler. Das einzelne HF-Signal des jeweils aktiven Oszillators wird mit einem permanent schwingenden Referenzoszillator abwärts gemischt und das niederfrequente Differenzsignal ( $df$ ) diesem FPGA als Zählerbaustein zugeführt.

Zuführung der Analysegas erfolgt ebenfalls in der Platine über zwei eingefräste vergoldete Kanäle mit insgesamt nur  $80\mu\text{l}$  Gasvolumen. Die Goldschicht wird auf dem FR5, einem Epoxy-Glasfaser-Verbundwerkstoff, mittels Standard-Vergoldungstechnik von Leiterbahnen ausgeführt und orientiert sich weitgehend an bestehender kostengünstiger Platinen-Fertigungstechnik.

Wichtig bei diesem Aufbau ist, dass die SAW-Sensoren mit dem "Gesicht" nach unten auf Elektroden platziert und dann nach oben mittels Deckel abgedichtet werden (auf der Abbildung nicht zu sehen). An den Sensoren selbst findet keine elektrische Kontaktierung im herkömmlichen Sinne statt, sondern sie liegen auf isolierenden Zwischenschichten. Der Kontakt wird mittels kapazitiver Kopplung der HF-Signale in die akustischen Transmitter auf dem Sensor bewerkstelligt. Für das damit erstmals realisierte SAW-Mikroarray (SAW-MA) mit kapazitiver Kopplung ergeben sich daraus bedeutende Vorteile:

- keine herkömmlichen Bonddrahtverbindungen
- integriertes Mikroarray, jedoch Sensoren einzeln, flexibel und einfach auswechselbar
- Aufbringen sensitiver Beschichtungen vor der Montage ohne Einschränkungen möglich
- kleinste Probevolumina im Kanal.

Speziell für die Anforderungen der kapazitiven Kopplung musste in Zusammenarbeit mit dem Institut für Festkörperphysik in Sofia, Bulgarien, eigens ein spezielles SAW Bauelement entwickelt werden, das neben einer großen Toleranz für sensitive Beschichtungen auch große Koppelflächen aufweist, um die Hochfrequenz mit möglichst kleinem Übergangswiderstand einkoppeln zu können.

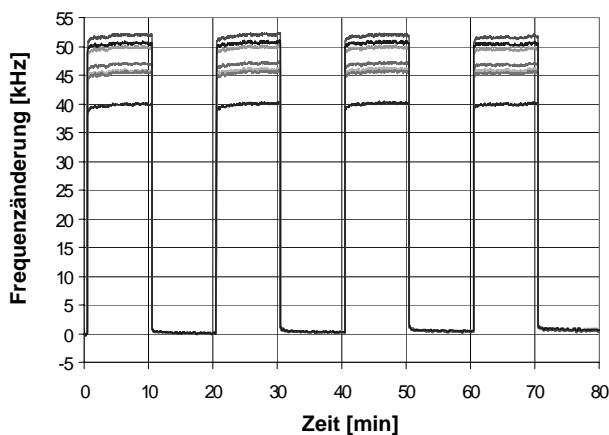


**Abb. 2:** SAW-Mikroarray ( $6 \times 3 \text{ cm}^2$ ) mit drei eingelegten, kapazitiv gekoppelten Sensorchips (Mitte links) und einem gekapseltem SAW-Bauelement (unten rechts) für den Betrieb des gemeinsamen Referenzoszillators. Oben rechts befindet sich ein Temperatursensor für eine präzise Temperaturregelung und ein EPROM mit dessen Hilfe sich sensorspezifische Daten für einen optimalen Oszillatorbetrieb speichern lassen. Deutlich zu erkennen sind die vergoldeten Fräskanäle zur Führung und Messung der Analysega-

### 3.2 Analyseleistung des SAW-Mikroarrays

Es wurden zwei Sensorarrays auf ihre Eignung für das SAGAS-System untersucht: die Vorgängerversion des SAW-Arrays, das acht kommerziell erhältliche, mit einem Klebstoff in einem Metallgehäuse fixierte und über Bond-Drähte kontaktierte SAW-Sensoren enthält, sowie das neuentwickelte Mikroarray, dessen acht STW- oder SAW-Sensoren kapazitiv kontaktiert und mechanisch fixiert werden, so dass auf die Verwendung des Klebstoffes sowie der Bond-Drähte verzichtet werden konnte. Abbildung 3 zeigt das Ansprechverhalten des neuen Mikroarrays auf die schnelle Konzentrationsänderung (Pulsbeobachtung) von Tetrachlorethen.

Das alte SAW-Array hat eine Ansprechzeit von über einer Minute, was vermutlich auf die Wechselwirkung des Analyten mit den in den kommerziellen Bauelementen enthaltenen Klebstoffen zurückzuführen ist. Dagegen liegt die Ansprechzeit des neuen Mikroarrays unter zwei Sekunden. Dies ist der entscheidende Vorteil des Mikroarrays, insbesondere beim Einsatz mit der erwähnten Anreicherungseinheit, wo es darauf ankommt, schnellen aber kurzen Konzentrationsänderungen folgen zu können.



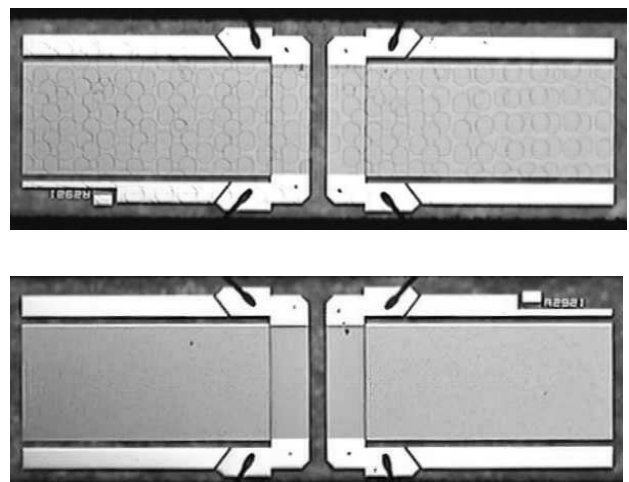
**Abb. 3:** Ansprechverhalten des neuen SAW-Mikroarrays: Ansprechzeiten sind im Bereich von 1-2 s !

### 3.3 Neue Schichtmaterialien und Beschichtungsverfahren

Im allgemeinen werden die SAW-Bauteile mit organischen Polymeren beschichtet, die zum einen semi-selektiv für gasförmige Analyte sind und andererseits eine Haltbarkeit von einigen Monaten aufweisen. Nach längerem Einsatz verändern sich diese Polymerschichten, es kommt es z.B. zu Entmischungerscheinungen und zur Bildung von „Tröpfchen“ auf der Sensoroberfläche, verbunden mit Änderungen der Parameter der betreffenden Sensoren. Zur Optimierung der sorptiven Eigenschaften der sensitiven Schichten und der Verbesserung der Qualität und der Stabilität der polymerbeschichteten SAW-Sensoren wurden umfangreiche Untersuchungen über neue Schichtmaterialien und alternative Beschichtungsverfahren unternommen.

Als potentielle Schichtmaterialien wurden u.a. Calixaren-Derivate getestet, für die Hohlräume im Molekül charakteristisch sind, und Dendrimere mit baumartigen Strukturen und einer Vielzahl gleichartiger funktioneller Endgruppen. Weiterhin wurden Silikat-Schichten hergestellt, die nach dem Sol-Gel-Verfahren durch Hydrolyse und Kondensation von Silicium-organischen Verbindungen (z.B. des Tetraethoxysilans) entstehen, und auf ihre Eignung als sensitive Schichten auf SAW-Bauelementen getestet. Das Sol-Gel-Verfahren dient zur Herstellung von glasartiger oder keramischen Materialien, insbesondere auch von dünnen Schichten bzw. Filmen [1] auf verschiedenen Substraten.

Mit den anfangs eingesetzten Microdrop- bzw. Biidot-Verfahren zur Beschichtung der SAW-Bauelemente wurden reproduzierbarere Sensoreigenschaften erzielt, Mikroskopaufnahmen zeigten jedoch eine deutliche Strukturierung der Oberfläche, die auf eine ungleichmäßige Beschichtung zurückzuführen ist. Nachdem sich im Fortgang der Arbeiten das Konzept des Mikroarrays mit auswechselbaren, kapazitiv gekoppelten Sensoren als erfolgreich erwies, wurde eine weitere Beschichtungsmethode untersucht, die auf einem modifizierten Elektrospray-Verfahren beruht [2]. Wie die Abb. 4 am



**Abb. 4:** Mikroskopaufnahmen von SAW-Sensoren, beschichtet mit dem Polymer PCFV mit der Microdrop-Methode (oben) bzw. mit Elektrospray (unten).

Beispiel einer Polychlortrifluorethylen-co-vinylidenfluorid (PCFV)-Schicht zeigt, sind damit äußerst homogene Schichten erzielbar.

Mit den neuen sensitiven Schichtmaterialien und der Anwendung des hinsichtlich der Qualität und der Reproduzierbarkeit der Schichten überlegenen Elektrospray-Verfahrens konnte die gassensitiven SAW-Sensoren wesentlich verbessert werden.

#### 4. Probenahmetechnik

Wird der Einsatz eines Sensorsystems durch zu geringe Empfindlichkeit für einen Analyten oder mangelnde Selektivität begrenzt, kann die Anreicherung des Analyten vor der eigentlichen analytischen Bestimmung die Anwendbarkeit des betreffenden Sensorsystems ermöglichen. In der Analytik wird dazu ein geeignetes Speichermedium ausgewählt und ein Zwei- oder Mehr-Schritt-Verfahren (Anreicherung und Detektion oder Bestimmung) angewendet.

##### 4.1 Probenahme und Voranreicherung

Im Fall gasförmiger Analyte wird eine Anreicherungseinheit oder Trap eingesetzt, die mit einem Sorptionsmittel gefüllt ist. Während der Anreicherung wird der Analyt vom Trapmaterial sorbiert, anschließend durch Thermodesorption freigesetzt und zum eigentlichen Sensor geleitet.

Die Anwendung dieser Anreicherungseinheit oder Trap verbessert die Leistungsfähigkeit des Sensorsystems [3], so z.B.

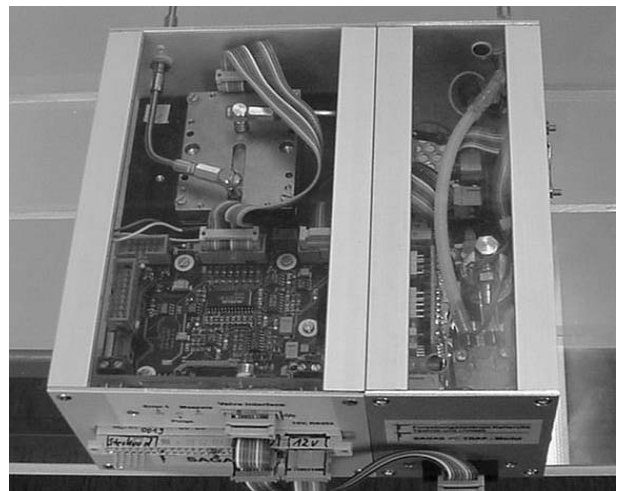
- Empfindlichkeiten für Analyte werden gesteigert und Nachweisgrenzen verbessert; Empfindlichkeit kann über die Wahl der Anreicherungszeit an das analytische Problem angepasst werden
- Verbesserung der Selektivität aufgrund selektiver Anreicherung im Trapmaterial
- Störungen durch Konzentrationsschwankungen von Hauptkomponenten (z.B. der Luftfeuchtigkeit) können unterdrückt bzw. minimiert werden
- Nutzung von Referenzgasen ist nicht notwendig, da nur noch zwei Trapzustände gemessen werden (Selbstreferenzierung).

Insbesondere der letzte Punkt wird außerordentlich wichtig, wenn man an künftige kleine elektronische Nasen denkt, die selbständig und unabhängig Gasproben nehmen. Um das Potenzial der kurzen Ansprechzeiten des SAW-Mikroarrays zu nutzen und letztlich zu schnellen Analysezeiten zu kommen, wurde eine schnelle, miniaturisierte Anreicherungseinheit ( $\mu$ TRAP) entwickelt. Zusammengefasst erfolgt die Bestimmung flüchtiger Analyte in den Gasproben mittels folgender Schritte:

- schnelles Ansaugen eines großen Gasvolumens und sorptive Anreicherung der Analyten im Trapmaterial

- schnelle Desorption der Analyten durch Aufheizen der Trap bei gestopptem Gasstrom
- Beprobung des Sensorsystems mit desorbierten Analyten bei geringer Gasströmung.

Für autark arbeitende Sensorsysteme werden für das Anreicherungssystem neben der Miniaturisierung zusätzlich eine geringe Leistungsaufnahme und kurze Zeitkonstanten beim Heizen und Kühlen sowie eine leichte Wartung gefordert. Günstig ist außerdem eine Modularität und Flexibilität zu Systemen ohne Anreicherung. Das können kommerziell erhältliche Systeme nicht erfüllen, weshalb eine Eigenentwicklung mit dem Namen " $\mu$ Trap" konzipiert wurde. Der Prototyp des Gesamtsystems bestehend aus Mikroarray, Hardware zur Datenauswertung und  $\mu$ Trap-Modul ist in Abb. 5 gezeigt.

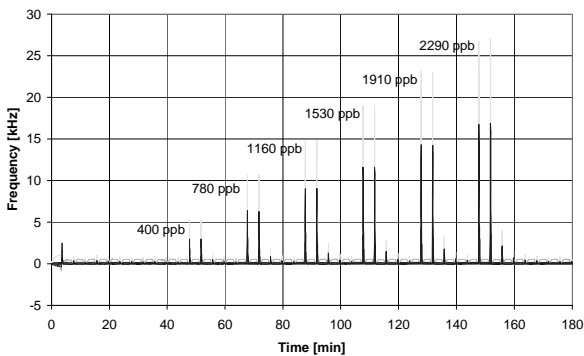


**Abb. 5:** Neues SAGAS-System mit SAW-Mikroarray, integrierter Steuerungselektronik (links), und  $\mu$ Trap (rechts) als optionale Anreicherungseinheit

##### 4.2 Analyseleistung des Gesamtsystems

Die Anreicherungseinheit wurde kontinuierlich weiterentwickelt. Dabei wurden verschiedene Sorptionsmittel, Ausheiztemperaturen und Anreicherungszeiten untersucht und die Größe der verwendeten Trap variiert. Für viele Anwendungen, einschließlich der Untersuchungen im Rahmen des ELMINA-Projekts ist Tenax TA das geeignete Sorptionsmaterial; das Ausheizen bei 200°C sowie Anreicherungszeiten von 1–3 Minuten erwiesen sich als ausreichend. Die Verwendung von Tenax TA minimiert effektiv Störungen durch Schwankungen der Luftfeuchtigkeit.

Die Anreicherung in der Trap bewirkt die Integration der Analytmenge über der Anreicherungszeit. Bei der Desorption wird ein schneller Konzentrationspuls generiert, der scharfe Spitzen als Sensorsignale (Frequenzänderungen) hervorruft. Es hat sich gezeigt, dass die Maxima der Sensorsignalspitzen jeweils linear von der Analytkonzentration in der Probe abhängen; als Beispiel werden in Abb. 6 Messungen mit Ethylbenzen gezeigt.



**Abb. 6:** Detektion von 400 bis 2290 ppb Ethylbenzen mit SAW-Mikroarray und integrierter Trap. Die Zykluszeit der Messungen betrug jeweils 4 min. Deutlich ist die lineare Abhängigkeit der Signale von der Analytkonzentration zu sehen!

Mit einer Anreicherungszeit von 10 min kann eine Signalverstärkung bis zum Faktor 3000 erreicht werden, was zu einer signifikanten Verbesserung der Nachweisgrenze bis in den unteren ppb-Bereich führt. Die mit dem Sensorsystem (SAW-Mikroarray mit Trap) erreichten Empfindlichkeiten und Nachweisgrenzen für eine Reihe von Analyten sind in der folgenden Tabelle angegeben.

Analyt	Zyklus	Empfindl.	NWG	MAK
	s	Hz/ppm	ppb	ppb
Naphthalin	420	47.000	<b>11</b>	[10.000]
n-Decan	240	34.000	<b>15</b>	[500.000]
Styren	240	30.000	<b>16,5</b>	20.000
Xylen	240	16.000	<b>31</b>	100.000
Essigethylester	240	970	<b>36</b>	400
Ethylbenzen	240	13.000	<b>38</b>	100.000
n-Octan	240	11.000	<b>46</b>	500.000
Toluen	240	5.800	<b>86</b>	50.000
Tetrachlorethen	150	5.200	<b>96</b>	50.000
Benzen	600	1.200	<b>410</b>	[1.000]
n-Heptan	140	907	<b>550</b>	500.000
Tetrachlormethan	600	412	<b>1.200</b>	10.000
n-Hexan	240	214	<b>2.300</b>	50.000
Aceton	240	79	<b>6.400</b>	500.000
Dichlormethan	240	56	<b>9.000</b>	100.000

**Tab. 1:** Nachweisgrenzen des SAW-Mikroarrays mit integrierter  $\mu$ Trap gefüllt mit Tenax TA

Das Sensorarray gestattet sowohl die Bestimmung reiner Komponenten als auch von Mischungen wie z.B. die Bestimmung von Spurenkonzentrationen von Hexan und Xylen in Methan als Trägergas. Die Stofferkennung erfolgt mittels Hauptkomponentenanalyse (PCA: principal component analysis).

## 5. Praxistests

### 5.1 Detektion von Odoriermittel im Erdgas

Erdgas wird aus Sicherheitsgründen ein geruchsintensives Odoriermittel zugesetzt. Als Odoriermittel wurden in der Vergangenheit organische Schwefel-

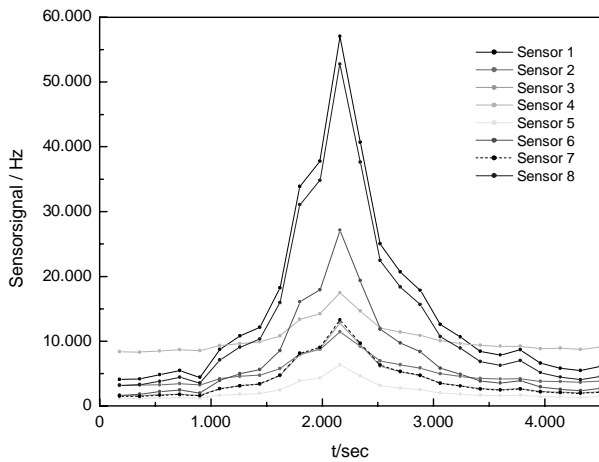
verbindungen eingesetzt, z.B. Tetrahydrothiophen. Die schwefelhaltigen Verbindungen verursachen jedoch bei der Verbrennung des Erdgases eine zusätzliche Schwefeldioxid-Emission. Deshalb wird heute auch ein schwefelfreies Odoriermittel eingesetzt, das aus Methylacrylat, Ethylacrylat und 2-Ethyl-3-methylpyrazin besteht und als „S-Free“ bezeichnet wird. Die Konzentration des Odoriermittels im Erdgas muss überwacht werden, was bisher mit einem Micro-GC mit Wärmeleitfähigkeitsdetektor geschieht. Die Bestimmung des Odoriermittels S-Free als Mehrkomponentensystem ist ein Praxistest für den Einsatz des SAW-Mikroarrays mit Trap für Mehrkomponenten-Analysen.

Zur Bestimmung des schwefelfreien Odoriermittels „S-Free“ wurde das Sensorsystem mit interner Tenax-Trap eingesetzt. In Vorversuchen wurde zunächst das Odoriermittel in Luft bestimmt. Die Messungen lieferten sehr gut reproduzierbare Werte. Die Empfindlichkeit (des Sensors mit dem größten Signal) beträgt  $(7000 \pm 100)$  Hz/ppm, die Nachweisgrenze ist ca. 100 ppb. Bei Labormessungen im Erdgasstrom lieferte das Sensorsystem gut reproduzierbare Signalmuster sowohl für odoriertes als auch für nichtodoriertes Erdgas. Das Muster der Sensorantworten ist in beiden Fällen sehr ähnlich, die Auswertung mittels Mustererkennung (PCA) liefert getrennte Cluster für odoriertes und nichtodoriertes Erdgas. Weiterhin wurden Testmessungen zur Detektion des Odoriermittels im Gaswerk Philippsburg durchgeführt. Das Erdgas war mit  $11,5 \text{ mg/m}^3$  S-Free odoriert. Die Ergebnisse zeigen, dass odoriertes und nichtodoriertes Erdgas mit dem SAW-Sensorsystem mit Trap auch unter Praxisbedingungen eindeutig unterschieden werden.

### 5.2 Messungen in Chemikalienagern

In einem Praxistest wurden SAW-Sensorsysteme mit Trap in Chemikalienlagern der Firma Sigma-Aldrich in Steinheim eingesetzt. Das Ziel der Messungen war zunächst Test des SAW-Sensorsystems unter Praxisbedingungen. Als zusätzliche Herausforderung hat sich herausgestellt, dass hier die Detektion von Spurenkonzentrationen neben einem relativ hohen Grundpegel störender Lösungsmittel gefordert ist. Darüber hinaus wurde in dieser Umgebung versucht, die orts aufgelöste Detektion simulierter Störfälle unter der Berücksichtigung der Ausbreitung von Chemikaliendämpfen („plume detection“) durchzuführen. Langzeitmessungen ergaben, dass die Sensorsignale in solchen Umgebungen um etwa 10 bis 15% schwanken, verursacht durch entsprechende Schwankungen des Grundpegels. Durch Detektion von simulierten Punktquellen flüchtiger organischer Verbindungen (Toluen, Xylen, n-Octan, Tetrachlorethen [PER]) und Vergleich mit entsprechenden Labormessungen kann abgeschätzt werden, dass die beobachteten Schwankungen Konzentrationsänderungen von 0,025 ppm Toluen bzw. 0,015 ppm PER entsprechen würden.





**Abb. 7:** Sensorsignale eines Arrays als Antwort auf die Ausbreitung von Xylen. Abstand Sensorarray-„Quelle“ 3,2 m. Die Signale sind die Peakmaxima für einen Messzyklus u. repräsentieren den Mittelwert der Xylen-Konzentration im betr. Zyklus.

In Vorversuchen wurde die Eignung des SAW-Sensorsystems für die Detektion von Spuren der Modellanalyte unter den Bedingungen der Chemikalienlager vor Ort getestet. Bei Zykluszeiten von 180 s mit jeweils 120 s Anreicherungszeit lagen die abgeschätzten Nachweisgrenzen für die Modellanalyte unter den oben angegebenen Bedingungen bei 0,2 ppm. Durch Freisetzen kleiner Mengen ( $\leq 10$  ml) der genannten Analyte wurden begrenzte „Störfälle“ simuliert. Um die Ausbreitung der Lösungsmitteldämpfe zu verfolgen, wurden vier Sensorsystemen um die „Quelle“ installiert.

Die in Abb. 7 gezeigten Signale sind Verkettungen der Peakmaxima (vgl. Kap. 4.2 und Abb. 6) der einzelnen Messzyklen in ihrer zeitlichen Abfolge und repräsentieren die mittlere Konzentration des Analyten an dem betreffenden Ort zur betreffenden Zeit, jeweils gemittelt über einen Zyklus. Daher demonstrieren sie die Ausbreitung der Lösungsmittelwolke am Ort des jeweiligen Sensorarrays. Als Beispiel werden in Abb. 7 die Sensorantworten eines Arrays auf die Ausbreitung von Xylen gezeigt. Alle Sensoren eines Sensorarrays zeigen ein typisches Frequenz-Zeit-Muster. Dieser Befund zeigt, dass die Identifizierung der Analyte anhand der Sensorsignale eines Arrays (z.B. mit Hilfe von Radialplots) unter den gegebenen Bedingungen möglich ist. Die Frequenz-Zeit-Kurven lassen sich durch Gauß- oder Lorentz-Funktionen nähern, im allgemeinen mit guter Korrelation. Mit Hilfe der gefitteten Kurven können die Parameter der Lösungsmittelwolke berechnet werden, z. B. die Ausbreitungsgeschwindigkeit oder die Ausdehnung der Wolke.

Die Analyse der Ausbreitungsversuche ergab, dass die Sensorantworten hauptsächlich von den Stärke der „Quelle“ und dem Abstand Quelle-Sensor abhängen. Die Analytkonzentrationen nehmen mit dem Abstand zur „Quelle“ annähernd exponentiell ab. Weiterhin konnte gezeigt werden, dass die Konvektion im Chemikalienlager die Ausbreitung der Lösungsmittel stark beeinflusst. Durch zusätzliche Konvektion kann die Ausbreitung der gasförmigen

Analyte beschleunigt werden. Damit könnte auch eine schnellere Detektion von Störfällen in der Praxis ermöglicht werden.

### 5.3 Selektive Bestimmung von Kältemitteln

Chlorfluorkohlenwasserstoffe (FCKW) und Fluorkohlenwasserstoffe (FKW) sind leicht verflüssigbare Gase bzw. leicht bewegliche Flüssigkeiten mit hoher thermischer und chemischer Beständigkeit. Sie haben insbesondere als Kältemittel in Kühlaggregaten breite Anwendung gefunden. Auf Grund der industriellen Anwendung und der Verbreitung in der Umwelt sind effektive Methoden zur Detektion bzw. Bestimmung von FCKW und FKW erforderlich. Der Einsatz von chemischen Sensoren ist auf Grund der niedrigen Siedepunkte und der chemischen Beständigkeit dieser Stoffklassen stark eingeschränkt. Die Anwendung massesensitiver Sensoren ist bisher auf Konzentrationen über 0,5% beschränkt, insbesondere wegen der relativ geringen Empfindlichkeit der Polymerschichten für die FCKW und FKW und des starken Feuchtigkeitseinflusses.

Auf der Basis des beschriebenen SAW-Mikroarrays wurde eine Methode zur Identifizierung und analytischen Bestimmung der Kältemittel R 22 (Chlordifluormethan), R 134a (Tetrafluorethan) und R 507 (Mischung von 50% Tetrafluorethan und 50% Trifluorethan) entwickelt [4]. Dabei werden die FCKW bzw. FKW in einer Trap mit Carboxen als Sorptionsmaterial angereichert und der Feuchtigkeitseinfluss durch ein zusätzliches Molekularsieb-Filter eliminiert. Mit dieser Methode gelingt sowohl die Identifizierung der einzelnen Analyte (mit Hilfe der Mustererkennung) als auch die Bestimmung ihrer Konzentrationen bis in den ppm-Bereich. Es wurden Nachweisgrenzen von 10 ppm für R 22, 20 ppm für R 134a und 50 ppm für R 507 erreicht. Das Sensorsystem ermöglicht somit Bestimmungen von Kältemitteln bis in Konzentrationsbereiche weit unter der gesetzlichen Grenzwerte (MAK-Werte: 500 ppm für R 22, 1.000 ppm für R 134a).

### Literatur

- [1] Schmidt, H., „Thin Films, the Chemical Processing up to Gelation“, *Structure and Bonding* 77, 1992, 119-151
- [2] Bender, F., Dirschka, M., Lubert, K.-H., Voigt, A., Hartmann, V., Wächter, L., Rapp, M., „Adaption of Electrospray for Polymer Deposition on Surface Acoustic Wave Sensors“, (in press)
- [3] Bender, F., Barié, N., Romoudis, G., Voigt, A., Rapp, M., „Development of a Preconcentration Unit for a SAW Sensor Micro Array and its Use for Indoor Air Quality Monitoring“, *Sens. Actuators B* 93, 2003, 135-141
- [4] Bender, F., Skrypnik, A., Voigt, A., Marcoll, J., Rapp, M., „Selective Detection of HFC and HCFC Refrigerants Using a Surface Acoustic Wave Sensor System“, *Anal. Chem.* 75, 2003, 5262-526

# Markierungsfreie Proteindetektion mit Surface Acoustic Wave Biosensoren als potentielles diagnostisches Hilfsmittel

Kerstin Länge <sup>1)</sup>, Achim Voigt <sup>1)</sup>, Michael Rapp <sup>1)</sup>, Gerald Brenner-Weiß <sup>2)</sup>, Peter Uetz <sup>3)</sup>

<sup>1)</sup> Institut für Instrumentelle Analytik

<sup>2)</sup> Institut für Technische Chemie, Bereich Wasser- und Geotechnologie

<sup>3)</sup> Institut für Toxikologie und Genetik

## Zusammenfassung

Surface Acoustic Wave (SAW) Biosensoren gestatten den markierungsfreien Nachweis von Proteinen. Aufgrund der hohen Betriebsfrequenzen besitzen sie die höchstmögliche Empfindlichkeit im Vergleich zu anderen gravimetrischen Sensoren. Unsere HPSSW-Sensoren (horizontal polarized surface shear waves) arbeiten bei einer Frequenz von 433.9 MHz. Sie bestehen aus Gold-Transducern auf Lithiumtantalat und sind über große Kontaktflächen kapazitiv mit der Steuerelektronik verbunden. Diese Biosensoren wurden bereits erfolgreich für Immunoassays, Ligand-Rezeptor-Assays und Protein-Protein-Assays eingesetzt. Dabei war der SAW-Detektor in ein Fließ-Injektions-Analyse-System (FIA) integriert. Aufgrund der einfachen Handhabung sowie des wirtschaftlichen Probenverbrauchs sind diese Sensoren besonders geeignet für das Design eines zukünftigen kostengünstigen Low-Density Arrays.

## 1. Einleitung

In den letzten Jahren hat sich die Bioanalytik nicht zuletzt wegen der Aufschwung in der Proteomforschung zu einer eigenständigen Wissenschaft entwickelt. Sie hat sich u. a. zum Ziel gesetzt, komplexe Funktionszusammenhänge von Biomolekülen bis hin zu Vorgängen in Zellen aufzuklären. Darauf aufbauend wurde der Einsatz von Biomolekülen für die quantitative Analyse etabliert. Markierungsfrei arbeitende Verfahren haben hier den Vorteil, dass sie, wie der Name schon sagt, mit Verbindungen ohne Markierung („Label“) auskommen, welche sonst erst aufwändig hergestellt werden müssten und im Zweifelsfall sogar Ergebnisse verfälschen können.

Sensoren auf der Basis akustischer Oberflächenwellen (Surface Acoustic Wave, SAW) haben sich als nachweisstarke Methode für den markierungsfreien Nachweis von Biomolekülen, z. B. Proteinen, erwiesen [1]. Da sehr hohe Resonanzfrequenzen genutzt werden können, ist unter den masse-sensitiven Verfahren hier prinzipiell die höchste Nachweisempfindlichkeit zu erwarten. Zudem lassen sich SAW-Sensoren vergleichsweise kostengünstig parallelisieren, was immer dann ein Vorteil ist, wenn eine große Zahl gleichartiger Untersuchungen in möglichst kurzer Zeit durchgeführt werden soll.

Ein SAW-Bauelement besteht aus einem piezoelektrischen Substrat mit aufgebracht Interdigitaltransducern. Durch Anlegen einer hochfrequenten Wechselfrequenz wird eine akustische

Oberflächenwelle erzeugt, deren Schallgeschwindigkeit in der Biosensorik im wesentlichen durch Änderungen von Masse und viskoelastischen Eigenschaften auf der Oberfläche beeinflusst wird. Bindungsreaktionen auf der Oberfläche eines solchen piezoelektrischen Substrats werden demnach durch die Bestimmung von Änderungen der Geschwindigkeit dieser Oberflächenwelle detektiert.

Für den Betrieb in wässrigen Medien sind horizontal polarisierte Oberflächen-Scherwellen (horizontal polarized surface shear waves, HPSSW) sowie Substratmaterialien mit hoher Dielektrizitätskonstante (DK) besonders geeignet, die Einfügedämpfung der SAW-Bauelemente gering zu halten und somit ein hohes Signal-Rausch-Verhältnis zu gewährleisten [2]. Konventionelle SAW-Bauelemente müssen noch mit einer Polymer-Schutzschicht versehen werden, um eine Korrosion der aus Aluminium bestehenden Interdigitaltransducer zu vermeiden [1]. Diese Strukturen sind in der Regel über Bond-Drähte mit der Elektronik verbunden, was zur Folge hat, dass Flusszellen SAW basierter Biosensor-Systeme kaum kleiner als 50 µl angefertigt werden können.

Für den Einsatz von SAW-Bauelementen als Biosensoren muss eine sensitive Erkennungsschicht auf die Sensoroberfläche gebracht werden. Bei der Anbindung biorezeptiver Moleküle für den Proteinnachweis muss, wie bei allen markierungsfrei arbeitenden Methoden, zudem darauf geachtet werden, dass die Oberfläche auch gegen unspezifische Wechselwirkungen

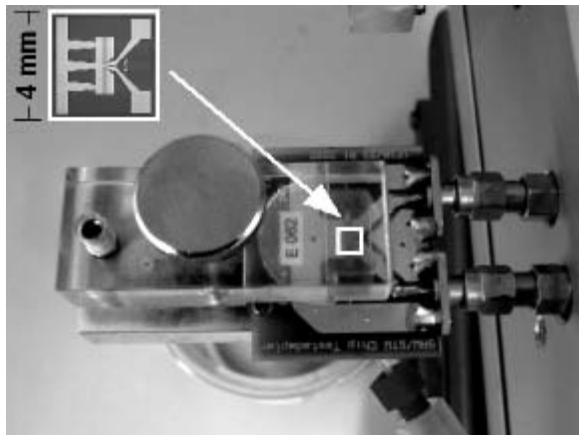
abgeschirmt wird. Dies ist umso wichtiger, wenn komplexe Matrizes mit mehreren potentiellen Bindungspartnern untersucht werden sollen. Eine weitgehende Unterdrückung dieser unerwünschten Wechselwirkungen kann beispielsweise durch eine Hydrogelschicht zwischen Sensoroberfläche und Rezeptor erreicht werden. Diese Hydrogelschicht ermöglicht außerdem eine schonende Anbindung von Rezeptoren, so dass deren Funktionalität für den späteren Assay erhalten bleibt [3,4].

## 2. Experimenteller Aufbau

### 2.1 SAW-Sensor und Fluidik

Das am Forschungszentrum Karlsruhe in Zusammenarbeit mit Siemens entwickelte und später von Epcos als „E062“ erworbene SAW-Bauelement ist ein Resonator Filter auf der Basis von HPSSW. Der Sensor besteht aus Lithiumtantalat ( $DK = 43$ ) mit aufgebracht Gold-Transducern und arbeitet bei einer Resonanzfrequenz von 433.9 MHz. Durch Integration dieses Bauelements in einen Oszillatorschaltkreis erhält man, nach Ausgleich von Dämpfung und Phasenverschiebung der akustischen Welle, eine Schwingung mit dieser spezifischen Resonanzfrequenz. Diese Frequenz wird als Messsignal aus der Schaltung ausgekoppelt.

Bond-Drähte konnten eliminiert werden, da der Sensor über große Kontaktflächen kapazitiv mit der Steuerelektronik verbunden ist. Dieses neue Kopplungskonzept vereinfacht den Austausch der Sensoren und ermöglicht die Verringerung des Probenvolumens in der Flusszelle bis hin zu 60 nL. Damit werden sowohl der Probenverbrauch reduziert als auch die Länge der Messzyklen verkürzt [5].



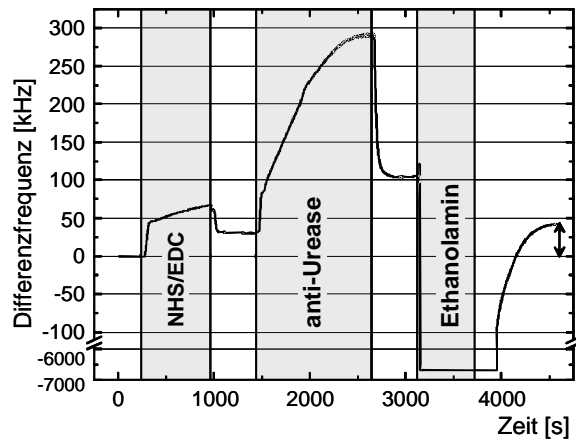
**Abb. 1:** SAW-Bauelement „E062“ mit großen Kontaktflächen zur kapazitiven Kopplung an den Betriebs-Oszillator. Der Sensor besteht aus Gold-Transducern auf  $LiTaO_3$  und arbeitet bei einer Resonanzfrequenz von 433.9 MHz.

Abb. 1 zeigt ein SAW-Bauelement „E062“ mit der in den folgenden Experimenten verwendeten Flusszelle. Die Flusszelle wurde als Teil einer Leiterplatte konzipiert, die selbst Teil des Oszillatorschaltkreises ist. Leiterbahnen und Kontaktflächen bestehen ebenfalls aus Gold. Die Geometrie der Kontaktflächen auf der Platine entspricht derjenigen auf dem SAW-Bauelement, so dass eine optimale kapazitive Kopplung möglich ist. Für die Kontaktierung wird der Sensor so mit der Oberfläche nach unten eingelegt, dass die entsprechenden Kontaktflächen übereinander zu liegen kommen. Anschließend wird mittels einer aufgeschraubten Deckplatte fixiert.

Der SAW-Detektor wurde in ein Fließ-Injektions-Analyse-System (FIA) integriert, um zum einen den kontinuierlichen Abtransport der durch die Energie der Oberflächenwelle entstehenden Wärme zu gewährleisten und zum anderen eine automatisierte Probenhandhabung zu ermöglichen. Das FIA-System besteht aus einer Pumpe sowie einem 6(2)-Wege-Ventil mit Probenschleife, die durch Teflonschläuche miteinander verbunden sind. Auf der Flusszellen-Platine ist ein Fluidkanal eingefräst, aus dessen Maßen sich ein Flusszellenvolumen von 4.8  $\mu$ L berechnen lässt. Edelstahlkapillaren bilden die Verbindung zwischen dieser Platine und der übrigen Fluidik [5].

### 2.2 Oberflächenmodifikation

Da die vorliegenden SAW-Bauelemente Gold-Transducer besitzen, ist das Aufbringen einer Schutzschicht gegen Korrosion nicht notwendig. Dennoch werden die Sensoren zunächst mit einer dünnen Polymerschicht (Poly(2-Chlor-p-Xylylen), "Parylen C") beschichtet, um als Grundlage für weitere Modifikationsschritte eine chemisch homogene Oberfläche zu erhalten. Zur Vermeidung unspezifischer Wechselwirkungen und um nachfolgend eine schonende Einbettung von Rezeptoren zu ermöglichen, wird OptoDex, ein Dextran, das sowohl photoaktive als auch funktionelle Gruppen für die Kupplung von Proteinen, beispielsweise Amino- oder Carboxy-Gruppen, besitzt, photochemisch auf der Oberfläche immobilisiert [6]. Damit können in einem letzten Schritt bindungsfähige Moleküle, wie z. B. Antikörper, mittels konventioneller EDC/NHS-Chemie über Aktivester kovalent auf der Oberfläche gebunden werden. Als Qualitätskontrolle für die Modifikation kann dieser Schritt on-line durchgeführt werden [5,7].



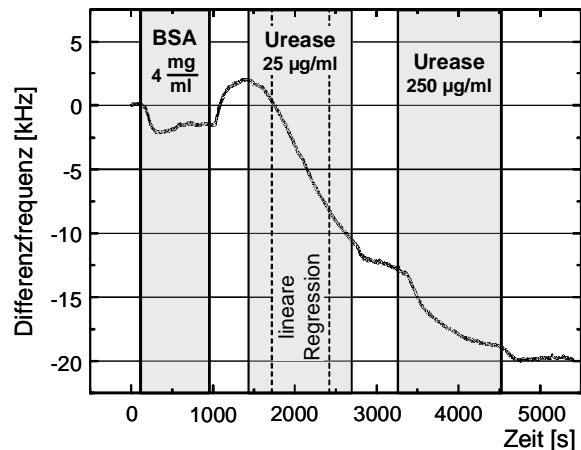
**Abb. 2:** On-line Modifikation eines mit Parylen C und OptoDex beschichteten SAW-Bauelements „E062“. Zu immobilisierender Rezeptor: anti-Urease. Trägerstrom: PBS. Die Injektionsintervalle der Reaktionslösungen sind grau hinterlegt.

Abb. 2 zeigt exemplarisch die on-line-Kopplung eines Antikörpers, anti-Urease, auf einem SAW-Bauelement, das zuvor mit Parylen C und OptoDex beschichtet wurde. Die hohen Frequenzverschiebungen während der Injektionsintervalle werden durch den Wechsel der Ionenstärke zwischen Reaktionslösungen und Trägerstrom (PBS = phosphate buffered saline) verursacht. Damit kann die tatsächliche Frequenzänderung aufgrund von kovalent gebundenem Antikörper erst nach dem letzten Spülen mit Trägerstrom bestimmt werden. In diesem Beispiel wurde die durch die kovalente Immobilisierung von anti-Urease hervorgerufene Frequenzverschiebung zu 43 kHz bestimmt.

### 3. Anwendungsbeispiele

#### 3.1 Beispiel Immunoassay: Urease / anti-Urease

Abb. 3 zeigt einen Immunoassay am System Urease/anti-Urease. Die Oberfläche des SAW-Sensors wurde analog Abb. 2 hergestellt. Unspezifische Adsorption von BSA (bovine serum albumin) wurde durch die intermediäre Dextranschicht minimiert. Die Oberfläche wies eine so hohe Bindungskapazität zum Analyten Urease auf, dass längere Zeit der Massentransport (Diffusion) zur Oberfläche der geschwindigkeitsbestimmende Schritt war, nicht die Kinetik der tatsächlichen Bindungsreaktion, wie sich anhand des Bereichs der linearen Regression feststellen lässt.

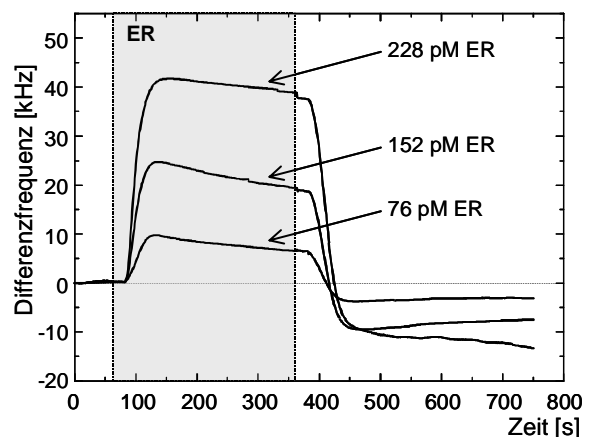


**Abb. 3:** Immunoassay mit einem SAW-Sensor „E062“, beschichtet mit anti-Urease analog Abb. 2. Probenmedium + Trägerstrom: PBS. Die Injektionsintervalle der Probenlösungen sind grau hinterlegt. Die gestrichelten Linien markieren das Intervall für die lineare Regression.

SAW-Biosensoren mit analoger Oberflächenmodifikation wurden erfolgreich in Immunoassays eingesetzt. Anhand eines früheren Beispiels, Bindung von Maus-Ig auf immobilisiertem anti-Maus-Ig, wurde exemplarisch eine Nachweisgrenze von  $7 \text{ pg/mm}^2$  bestimmt [1].

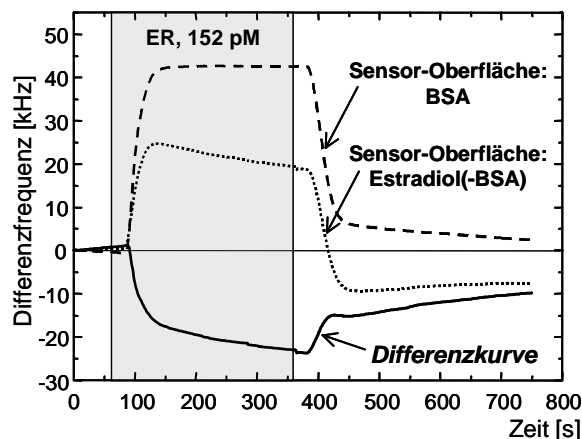
#### 3.2 Beispiel Ligand-Rezeptor-Assay: $17\beta$ -Estradiol / Estrogen-Rezeptor

Estrogen-Rezeptor (ER, MG = 66 kDa) wurde als Beispiel eines potentiellen diagnostischen Parameters ausgewählt, da dieser Rezeptor als prognostischer Marker für die Diagnose von Brustkrebs im Gespräch ist [8]. Zur Verfügung gestellt wurde ER in Hefe-Extrakt [9], der mit PBS zu den entsprechenden Arbeitskonzentrationen verdünnt wurde.



**Abb. 4:** Rezeptor-Ligand-Assay mit einem SAW-Sensor „E062“, beschichtet mit  $17\beta$ -Estradiol (-BSA) analog Abb. 2. Trägerstrom: PBS; Probenmedium: Hefe-Extrakt/PBS. Die Injektionsintervalle der Probenlösungen sind grau hinterlegt.

Abb. 4 zeigt die Bindungskurven dreier Proben mit unterschiedlichen ER-Konzentrationen auf einem SAW-Sensor mit  $17\beta$ -Estradiol-Oberfläche. Das  $17\beta$ -Estradiol wurde als BSA-Konjugat analog Abb. 2 immobilisiert. Je höher die ER-Konzentration, umso höher ist auch die Frequenzverschiebung. Allerdings können in diesem Beispiel Frequenzverschiebungen nicht nur durch Bindung des Analyten ER sondern auch durch den zusätzlich in der Probe vorhandenen Hefe-Extrakt hervorgerufen werden, dessen Konzentration mit der ER-Konzentration steigt. Dieser Effekt des Mediums kann nur mit Hilfe einer Referenzoberfläche ohne Bindungspartner eliminiert werden, wie in Abb. 5 dargestellt ist.



**Abb. 5:** Bindungseffekte von 152 pM ER in Hefe-Extrakt/PBS auf einer Oberfläche mit Bindungspartner Estradiol (gepunktete Linie) und ohne Bindungspartner (gestrichelte Linie) sowie Differenzkurve zwischen diesen beiden Kurven (durchgezogene Linie). Estradiol(-BSA) und BSA wurden analog Abb. 2 immobilisiert. Das Injektionsintervall der ER-Probe ist grau hinterlegt.

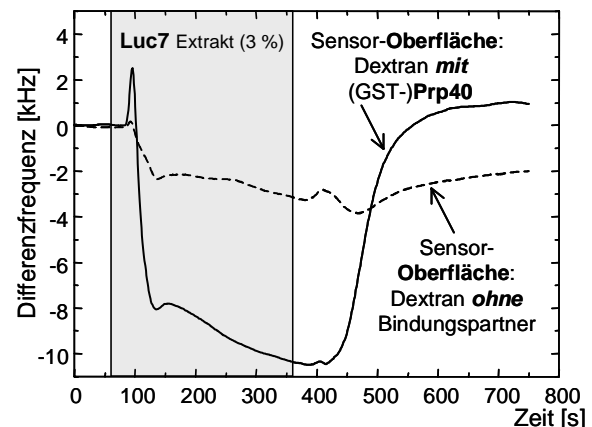
Die Differenzkurve ähnelt nun derjenigen aus den Messungen am Urease/anti-Urease-System und kann bei Bedarf zur Charakterisierung der Bindungsreaktion auf der Oberfläche herangezogen werden. Vergleicht man die hier eingesetzte niedrigste Arbeitskonzentration mit Konzentrationen aus dem klinischen Bereich [8], so erkennt man, dass zumindest in Hefe-Extrakt eine ausreichende quantitative Bestimmung von Estrogen-Rezeptor möglich ist.

### 3.3 Beispiel Protein-Protein-Assay: Ausgewählte Hefe-Proteine

Durch die Bestimmung von kinetischen und thermodynamischen Konstanten von Protein-Protein-Reaktionen innerhalb einer Zelle erlangen die heute bereits qualitativ bekannten Protein-Interaktions-Kartierungen eine neue Qualität [10]. Da viele Zellproteine gereinigt ausschließlich in Form von Fusionsproteinen, z. B. mit

GST-Rest, oder lediglich im Extrakt selbst vorliegen, werden hier hohe Anforderungen an die Sensoroberfläche gestellt.

Die Charakterisierung von Protein-Protein-Wechselwirkungen in Zellextrakt wurde am Beispiel zweier Hefe-Proteine, die im RNA-Metabolismus eine Rolle spielen, demonstriert. Die Proteine Prp40 und Luc7 lagen in E. coli-Extrakt vor, das mit PBS zu den entsprechenden Arbeitskonzentrationen verdünnt wurde. Prp40 war für die Experimente als GST-Fusionsprotein exprimiert worden.



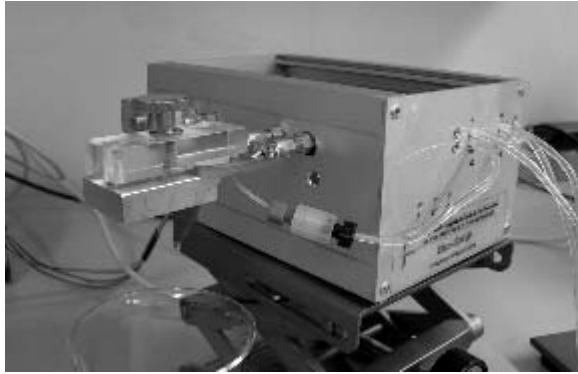
**Abb. 6:** Ausgewählte Hefe-Proteine: Spezifische Bindung von Luc7 in E. coli-Extrakt/PBS auf einer mit (GST-)Prp40 modifizierten Sensoroberfläche. Die Injektionsintervalle der Probenlösungen sind grau hinterlegt.

Wie Abb. 6 zeigt, war es mit unserem SAW-Biosensor-System möglich, die spezifische Bindung von Luc7 aus E. coli-Extrakt auf einer mit (GST-)Prp40 modifizierten Sensoroberfläche nachzuweisen, während Wechselwirkungen auf einer Oberfläche ohne Bindungspartner weitgehend abgeschirmt wurden. Zudem konnten, nach Eliminierung der Effekte des Mediums mittels Referenzoberfläche (s. Abschnitt 3.2), Ratenkonstanten ( $k_a = 10^4 \text{ M}^{-1} \text{ s}^{-1}$ ;  $k_d = 5 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ) und Affinität ( $K = 2 \cdot 10^5 \text{ M}^{-1}$ ) dieser Oberflächenreaktion bestimmt werden.

Damit kann die SAW-Technologie mit der eingesetzten Oberflächenmodifikation als in vitro-Messsystem zur quantitativen Analyse von Protein-Protein-Wechselwirkungen für die Proteomforschung genutzt werden.

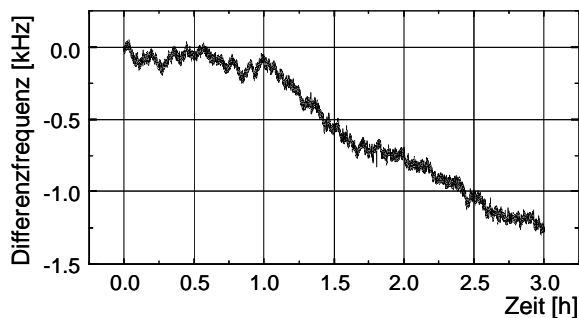
## 4. Prototyp Labormessgerät

Ein kostengünstiger kompakter Prototyp für ein Labormessgerät mit SAW-Biosensor wurde entwickelt (Abb. 7).



**Abb. 7:** Prototyp eines Labormessgeräts mit SAW-Biosensor. Das 19-Zoll-Gehäuse enthält sowohl die SAW-Betriebs Elektronik als auch Ventile zum Wechseln zwischen verschiedenen Lösungen.

In diesem speziellen Fall, um das ganze kostengünstig zu gestalten, wurde auf Pumpen verzichtet und ein Beutel mit Pufferlösung als eine Art "Gravitationspumpe" für den Trägerstrom eingesetzt. Hier muss allerdings berücksichtigt werden, dass mit der Zeit das Puffervolumen und damit die Förderrate abnimmt.



**Abb. 8:** Langzeitdrift mit dem Prototyp für ein Labormessgerät mit SAW-Biosensor (Abb. 7).

Wie in Abb. 8 dargestellt, macht die Signalabnahme jedoch weniger als 1 Hz/s aus. Das RMS-Rauschen wurde zu 90 Hz bestimmt, das Kurzzeitrauschen betrug 40 Hz. Berücksichtigt man nun, dass die eigentliche Messung nur wenige Minuten dauert und Signale im kHz-Bereich erwartet werden können (Abb. 3-6), so kann der Einfluss dieser Langzeitdrift vernachlässigt werden und es wird weiterhin ein hohes Signal-Rausch-Verhältnis erhalten.

## 5. Zusammenfassung und Ausblick

SAW-Biosensoren wurden erfolgreich in verschiedenen Affinitätsassays verwendet. Dabei wurden die Proben nicht nur in reinem Puffermedium eingesetzt sondern auch in komplexeren Medien wie Zellextrakt vorgelegt. Einflüsse dieser Medien konnten mit Hilfe von Messungen auf Referenzoberflächen ohne Bindungspartner eliminiert werden, um die reine Proteinbindung zu quantifizieren. Messungen mit Serum stehen noch aus.

Die Kombination aus einfacher Handhabung des Sensors, kompakter und preisgünstiger Fluidik sowie sparsamem Probenverbrauch machen das beschriebene SAW-Bauelement besonders geeignet für die Konzeption eines zukünftigen kostengünstigen Low-Density Arrays. Ein potentielles Anwendungsfeld für ein solches Array wäre die medizinische Diagnostik, wenn mehrere diagnostische Parameter auf Proteinebene parallel bestimmt werden müssen, um ein aussagefähiges Markerprofil zu erhalten. Dafür müsste das Array jedoch als Einweg-Komponente hergestellt werden. Deshalb sind als erster Ansatz für zukünftige Arbeiten gekapselte SAW-Sensoren mit integrierter elektrischer und fluidischer Kontaktierung geplant.

Momentan können wir einen handlichen Prototypen eines Labormessgeräts für die SAW-Biosensorik anbieten, um weiteren Anwendern eine unabhängige Beurteilung des Potentials der SAW-Biosensorik zu ermöglichen.

## 6. Poster/Exponat

Einzelheiten insbesondere zum experimentellen Aufbau sind ergänzend in Poster/Exponat Nr. 31 dargestellt. Titel: „Surface Acoustic Wave (SAW) Biosensoren für den markierungsfreien Nachweis von Proteinen“; Autoren: K. Länge, N. Barrié, A. Voigt und M. Rapp (alle IFIA).

## Literatur

- [1] Barié, N., Rapp, M., Sigrist, S., "Development of Immunosensors Based on Commercially Available Surface Acoustic Wave (SAW) Devices", *Analisis* Vol 27 no. 7, 1999, 622-629
- [2] 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, 433-436
- [3] Johnsson, B., Löfas, S., Lindquist G., "Immobilization of Proteins to a Carboxymethyl-dextran-Modified Gold Surface for Biospecific Interaction Analysis in Surface Plasmon Resonance Sensors", *Anal. Biochem.* 198, 1991, 268-277
- [4] Löfas S., Johnsson B., "A Novel Hydrogel Matrix on Gold Surfaces in Surface Plasmon Resonance Sensors for Fast and Efficient Covalent Immobilization of Ligands", *J. Chem. Soc., Chem. Commun.* 1990, 1526-1528
- [5] Länge, K., Bender, F., Voigt, A., Gao, H., Rapp, M., "A Surface Acoustic Wave Biosensor Concept with Low Flow Cell Volumes for Label-Free Detection", *Anal. Chem.* 75, 2003, 5561-5566
- [6] Caelen, I., Gao, H., Sigrist, H., "Protein Density Gradients on Surfaces", *Langmuir* 18, 2002, 2463-2467
- [7] Barié, N., Rapp, M., Sigrist, H., Ache, H.J., "Covalent Photolinker-Mediated Immobilization of an Intermediate Dextran layer to Polymer-Coated Surfaces for Biosensing Applications", *Biosens. Bioelectron.* 13, 1998, 855-860
- [8] Takashima, T., Onoda, N., Ishikawa T., Ogawa, Y., Kato, Y., Fujimoto, Y., Sowa, M., Hirakawa, K., "Prognostic Value of Combined Analysis of Estrogen Receptor Status and Cellular Proliferative Activity in Breast Cancer Patients with Extensive Lymph Node Metastases", *Oncology Reports* 9, 2002, 589-594
- [9] Seifert, M., Brenner-Weiß, G., Haindl, S., Nusser, M., Obst, U., Hock, B., "A New Concept for the Bioeffects-Related Analysis of Xenoestrogens: Hyphenation of Receptor-Assays with LC-MS", *Fresenius' J. Anal. Chem.* 363, 1999, 767-770
- [10] Uetz, P., Vollert, C.S., "Protein-Protein Interactions" in: *Encyclopedic Reference of Genomics and Proteomics in Molecular Medicine*, Springer Verlag (in press).

# Strategische Ziele des Forschungszentrums Karlsruhe in der Mikrooptik und deren Umsetzung

Jürgen Mohr

Institut für Mikrostrukturtechnik

## Zusammenfassung

Das Forschungszentrum Karlsruhe konzentriert sich mit seinen F&E-Arbeiten im Bereich der Mikrooptik auf die Realisierung polymerer mikrooptischer Komponenten und Systeme. Dabei verfolgt es einen ganzheitlichen Ansatz entlang der Entwicklungskette, der neben der Erarbeitung geeigneter Fertigungstechniken auch Materialien und Fragen zur Zuverlässigkeit berücksichtigt. Die Entwicklungsziele umfassen die Realisierung von mikrooptischen Sensoren nach einem modularen Konzept, die Lösungen von Problemstellungen bei der Herstellung von optischen Leiterplatten, der Nachweis der Herstellbarkeit photonischer Schaltkreise auf der Basis von photonischen Kristallen sowie die Realisierung von biophotonischen Sensoren und adaptiven Optiken auf der Basis funktionaler optischer Materialien. Dabei ist das Forschungszentrum ein zentrales Kompetenzzentrum in Europa und als solches in das europäische Netzwerk der in Europa tätigen Forschungseinrichtungen im Bereich der Mikrooptik eingebunden.

## 1. Einleitung

Verschiedene Studien in jüngster Vergangenheit stufen die Optischen Technologien als besonders wichtige Schlüsseltechnologien zur Sicherung des Industrie- und Innovationsstandorts Deutschland ein [1].

Zentrale Herausforderungen bei der Entwicklung von optischen Systemen für die Zukunft sind u.a. die Miniaturisierung optischer Bauteile, der Aufbau kostengünstiger Herstellungsverfahren, die Integration von Optik und Elektronik sowie die Materialentwicklung und die Nutzung neuer physikalischer Effekte. Da die polymere Mikrooptik neben der auf Glas und Halbleiter basierten Optik nicht zuletzt wegen der kostengünstigen Fertigungsmöglichkeiten eine immer größere Bedeutung gewinnt, hat sich das Forschungszentrum entsprechend seiner allgemeinen Ausrichtung auf dieses Themenfeld konzentriert. Insofern trägt das Forschungszentrum mit seinen angewandten Forschungsarbeiten dazu bei, den Standort Deutschland im Bereich polymerer Mikrooptik zu stärken.

## 2. Allgemeines Umfeld

Mit seinen grundlegenden Arbeiten zu mikro-technischen Prozessen zur Realisierung polymerer und metallischer Mikrostrukturen hat das Forschungszentrum in den vergangenen Jahren eine fundierte Technologiebasis auch zur Herstellung mikrooptischer Komponenten in Polymer geschaffen, die in Bezug auf refraktive mi-

krooptische Komponenten und Systeme sogar einzigartig in Europa ist. Durch die Einbindeung der Kompetenzen verschiedener Institute des Forschungszentrums in die Arbeiten der Mikrooptik können Fragestellungen entlang der gesamten Entwicklungskette eines mikrooptischen Systems inkl. Montage mit entsprechender Geräteentwicklung und Kleinserienfertigung bearbeitet werden. Während der Schwerpunkt der Arbeiten zur Mikrooptik im Institut für Mikrostrukturtechnik liegt, dessen technologische Kompetenz die Lithographieverfahren (UV-Lithographie, Röntgenlithographie, Elektronenstrahlithographie) und die Prägetechnik als Abformverfahren zur Massenfertigung sind, bringen die drei Institute für Materialforschung den Spritzguss als weitere Massenfertigungstechnik, die Laserablation mit dem Ziel einer schnellen Prototypenherstellung, sowie Kompetenz im Bereich der zielgerichteten Modifikation von Materialien, die Erarbeitung von optischen Charakterisierungsmethoden und die ganzheitliche Behandlung von Zuverlässigkeit und Langzeitstabilität ein. Der Systemgesichtspunkt wird vom Institut für Prozessdatenverarbeitung und Elektronik durch die Kompetenz in der Auslegung elektronischer Systeme und im Packaging berücksichtigt. Das Institut für angewandte Informatik nutzt seine Kompetenz in der Handhabung und Montage, um auf die Mikrooptik abgestimmte Montagevorgänge und Geräte zu erarbeiten. Außerdem trägt das IAI mit seinen Aktivitäten im Bereich der Simulation dazu bei, dass mikrooptische Systeme im Vorfeld einer Fertigung auch unter Be-

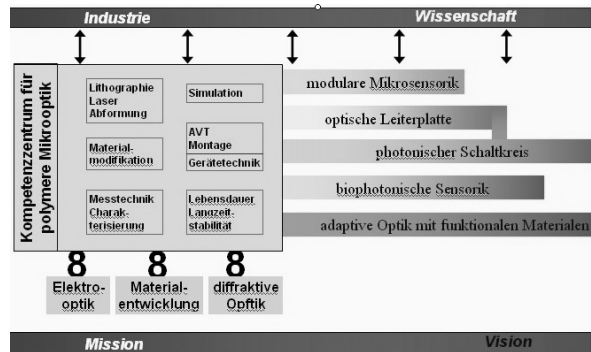


rücksichtigung von Umgebungseinflüssen (Temperatur, Spannungen) und von fertigungstechnischen Toleranzen theoretisch analysiert werden können. Diese umfassende Kompetenz erlaubt eine ganzheitliche Bearbeitung von FuE-Fragestellungen auch im Hinblick auf Systemlösungen und Fertigungsimplementierung im Bereich der Mikrooptik.

### 3. Zielsetzung

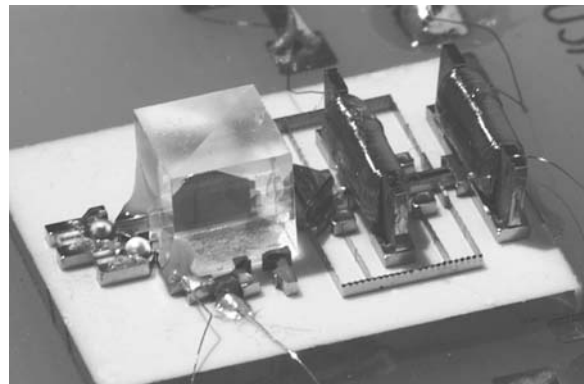
Ein Ziel der Aktivitäten im Bereich Mikrooptik ist es, diese einzigartige Technologiebasis und Kompetenz einer breiten Nutzung zugänglich zu machen. Hierzu agiert das Forschungszentrum in entsprechenden Netzen (NEMO, Photonics BW) und in bereits etablierten Strukturen (POLYMICRO) als Kompetenzzentrum und Service-Provider für mikrooptische Komponenten und Systeme auf Polymerbasis [2] und führt mit der Industrie und mit grundlagen- und anwendungsorientierten Forschungseinrichtungen in einem kurz- bis mittelfristigen Zeitraum gemeinsame Projekte zur Entwicklung von polymeren mikrooptischen Mikrosystemen durch. Basis ist dabei das vom Forschungszentrum verfolgte Konzept des modularen Aufbaus von mikrooptischen Systemen unter Verwendung einer mikrooptischen Bank aus Polymer und einer elektronisch-optischen Platine als Träger der aktiven optischen Elemente und der Elektronik. Dabei soll demonstriert werden, dass polymere mikrooptische Systemlösungen auf der Basis bekannter physikalischer Prinzipien in den verschiedensten Zukunftsmärkten einen entscheidenden Innovationsfortschritt und Kostenvorteile im Vergleich zu anderen Materialien bringen.

In Einzelanwendungen und im Falle der Notwendigkeit der Integration von aktorischen Komponenten wird das Konzept der mikrooptischen Bank und des modularen Aufbaus durch die Einbeziehung von Mikroaktoren auf der Basis von physikalischen Prinzipien, die der Siliziumtechnik schwer zugänglich sind, erweitert. So werden mikrooptische Funktionsmodule unter Einbeziehung von elektromagnetischen Aktoren [3] oder von Aktoren auf der Basis von Formgedächtnislegierungen hergestellt [4].



**Abb. 1:** Schematische Darstellung der Zielrichtungen des Forschungszentrums im Bereich der Mikrooptik

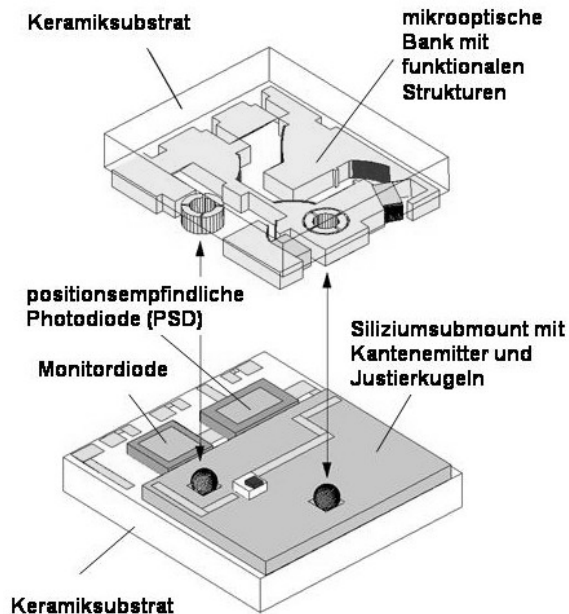
Unter langfristigeren Gesichtspunkten werden Forschungsthemen bearbeitet, in denen neue physikalische und technische Prinzipien, die teilweise an der Schnittstelle zur Nanotechnologie liegen, untersucht (Abb.1). Der Schwerpunkt der Arbeiten liegt dabei auf der Herstellung von „high-aspect-ratio sub-wavelength“ Strukturen (z.B. Photonische Kristalle) in Polymeren, um die Kostenvorteile auch in diesem Bereich nutzen und daraus optische Leiterplatten und Schaltkreise herstellen zu können. Weitere Themen sind „Bio-photonische Sensoren und Systeme“ sowie „adaptive Optik mit funktionalen Materialien“.



**Abb. 2:** miniaturisiertes Fourier-Transformations-Spektrometer (FTIR) auf der Basis einer mikrooptischen Bank mit elektromagnetischem Aktor

### 3.1 Modulare mikrooptische Sensoren

Die Bereitschaft mikrooptische Systeme in technischen Lösungen einzusetzen hängt nicht nur von der Leistungsfähigkeit der Systeme sondern auch von deren Preis ab. Mikrotechnische Lösungen haben bei mittleren Stückzahlen das Problem, dass die Kosten für Fertigungseinrichtungen eine dominierende Rolle beim Preis spielen, da teures Equipment nur teilweise ausgelastet werden kann. Dieses Problem lässt sich nur lösen wenn verschiedene Systeme mit dem gleichen oder mit nur geringfügig modifiziertem Equipment hergestellt werden können. Dies ist bei der Komplexität mikrooptischer Sensorsysteme nur möglich, wenn man die Systeme modular aufbaut. Einen solchen Ansatz verfolgt das Forschungszentrum im Rahmen seiner Forschungsaktivitäten. Das Konzept beruht dabei auf der Überlegung, dass man ein mikrooptisches System in eine optische Funktion, die von einer mikrooptischen Bank ausgeführt wird, und eine elektrisch-optische Funktion aufteilen kann [5]. Die mikrooptische Bank besteht aus integriert hergestellten optischen Funktionselementen (z.B. Zylinderlinsen, Spiegel, Gitterstrukturen) und hochpräzisen Haltestrukturen zur Montage von weiteren optischen Bauteilen. Zur Ausübung der elektrisch-optischen Funktion werden auf einer Platine elektro-optische Komponenten (Lasediode, Photodiode, etc) und Elektronik kombiniert. Beide Teile werden durch einfache Montagetechniken zum Subsystem zusammengefügt (Abb. 3)



**Abb. 3:** modularer Aufbau eines mikrooptischen Systems durch Fügen einer mikrooptischen Bank und einer elektrisch-optischen Platine

Der Vorteil dieses Konzepts liegt darin, dass bei Definition von geeigneten Fertigungs- und Komponentenschnittstellen die Fertigungseinrichtungen nicht nur zur Herstellung eines Produktes eingesetzt werden können (siehe auch [6]). Damit können sich für die einzelnen Module Fertiger qualifizieren und sich somit entsprechendes Detailwissen aneignen. Dies bietet die Möglichkeit, verschiedene Firmen in die Fertigungskette von mikrooptischen Systemen einzubinden, die mit an der Wertschöpfungskette partizipieren können. Dies führt schließlich zu einer stabileren Fertigung und damit zu einer höheren Akzeptanz innovativer mikrooptischer Lösungen.

### 3.2 Optische Leiterplatte

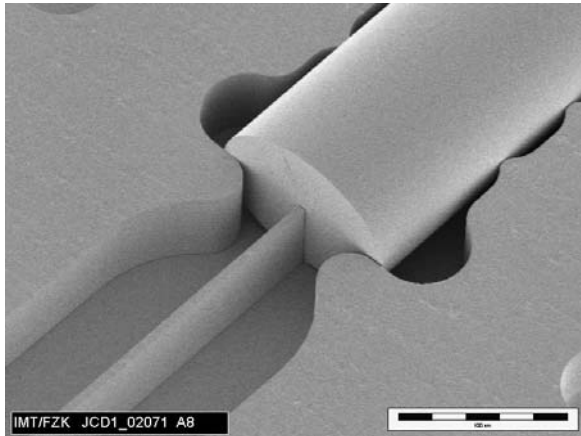
Ziel der Aktivitäten der Themen „optische Leiterplatte/photonischer Schaltkreis“ ist die Erarbeitung und Verifizierung geeigneter Konzepte zum Aufbau elektro-optischer Boards mit optischen intra und inter connects. Ausgehend von wellenleiterbasierten Lösungsvorschlägen konzentriert sich das Forschungszentrum auf die Lösung der offenen Fragen zur toleranzarmen Montage der elektro-optischen Komponenten und zur optimalen Lichteinkopplung in in- oder on-board Wellenleiter. Die verfügbare Technologiebasis bietet hierzu eine gute Voraussetzung.

### 3.3 Photonischer Schaltkreis

Kombiniert mit den Möglichkeiten der Herstellung photonischer Systeme in Polymeren auf der Basis von Wellenleitern oder von periodischen Strukturen mit Dimensionen im Bereich weniger hundert Nanometer (2D-photonische Kristalle) sollen daraus langfristig Konzepte für die Herstellung von mikrooptischen Schaltkreisen erarbeitet und verifiziert werden. Hierzu müssen lithographische und – für eine schnelle Prototypenherstellung – direkt schreibende lasergestützte Strukturierungsmethoden sowie Methoden der Abformung von Sub-Mikrometerstrukturen entwickelt werden.

Theoretische Analysen zeigen, dass periodische Strukturen in Polymer bei geeignetem Material ein Stoppband aufweisen. Insofern ist es möglich – wenn auch mit gewissen Abstrichen was die Performance betrifft – wellenleitende Strukturen in solchen Kristallen zu erzeugen [7]. Der Vorteil des Einsatzes von Polymer liegt darin, dass durch die Fertigungstechniken Strukturen erzeugt werden können, mit denen das Problem der Mikro-/Makro-Schnittstelle gelöst werden kann. So können beispielsweise durch Kombination von lithographischen Verfahren und von Abformverfahren sowohl die periodischen Kristallstrukturen als auch Führungsstrukturen für anzukoppelnde Fasern realisiert werden (Abb. 4). Fragen zur direkten Ankopplung von elektro-

optischen Komponenten können angegangen werden.



**Abb. 4:** Passive Kopplung von Fasern an einen Wellenleiter über einen mit dem Wellenleiter erzeugten Faserführungsschacht (Breite des Wellenleiters:  $x \mu\text{m}$ )

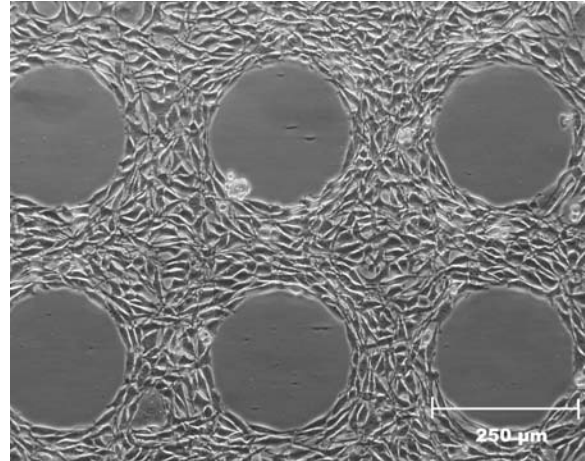
Der Einsatz von Polymer in Verbindung mit Strukturierungsmethoden, mit denen ein hohes Aspektverhältnis erzielt werden kann, wie z.B. die Röntgenlithographie, bietet weiter die Möglichkeit wellenleitende Strukturen so aufzubauen, dass auch die Verluste aus der wellenleitenden Ebene vermieden werden können.

Die Herstellung von kommerziell einsetzbaren Funktionselementen erfordert darüber hinaus aber auch die Bereitstellung geeigneter Materialien mit einem relativ hohen Brechungsindex. Zur Lösung dieser Fragestellungen arbeitet das Forschungszentrum mit entsprechenden Forschungsgruppen zusammen.

### 3.4 Biophotonische Sensoren

Die Analyse von lebenden biologischen Substanzen hat in der Vergangenheit eine immer größere Bedeutung gewonnen, da dadurch eine wesentlich bessere Information über Krankheitsbilder möglich ist und somit frühzeitig geeignete präventive Maßnahmen eingeleitet werden können. Gerade die optische Analysetechnik gewinnt in diesem Bereich eine immer größere Bedeutung, da mit optischen Methoden eine nicht zerstörende Analyse möglich ist. Wenn es gelingt, die zur Herstellung mikrooptischer Sensoren eingesetzten Polymere so einzustellen, dass sie in Wechselwirkung mit biologischen Substanzen treten und damit ihre optischen Eigenschaften ändern, können einfache biophotonische Sensoren hergestellt werden. Als besonders sensitive Elemente kommen dabei insbesondere Interferenzstrukturen (Michelson-Interferometer) oder Resonatorstrukturen (Ringresonatoren) in Frage. Beide Strukturklassen setzen die Strukturierung von Wellenleitern voraus, wie es mit den am Forschungszentrum

verfügbaren präzisen Strukturierungsmethoden möglich ist. In ersten Arbeiten wurden durch UV-Belichtung Wellenleiter realisiert, auf denen gleichzeitig eine Immobilisierung von Zellen stattfindet [8]. Dieses Prinzip wird die Basis weiterer Forschungsaktivitäten sein.



**Abb. 5:** Durch UV-Belichtung in ihrem Adsorptionsverhalten veränderte Polymerbereiche, an denen Zellen immobilisiert werden (schattierte Bereiche).

### 3.5 Adaptive Optik mit smarten Materialien

Bereits seit längerem ist es das Ziel verschiedener Forschergruppen, die Funktionalität optischer Aufbauten durch die Realisierung adaptiver Optiken zu erhöhen. Diese Möglichkeit gewinnt in der Mikrooptik noch eine zusätzliche Bedeutung, da es in den seltensten Fällen möglich ist, fertigungsbedingte Fehler in mikrooptischen Strukturen (z.B. Abweichungen von der Sollgeometrie) durch Nachbearbeitungsmaßnahmen zu eliminieren. Gerade in der Mikrooptik bietet sich der Einsatz von funktionalen Materialien an, um adaptive Optiken zu realisieren. Vorstellbar ist dabei der Einsatz von schwellenden Gelen, von Polymeren, die einen Formgedächtniseffekt aufweisen oder aber von mit Nanomaterialien dotierten Polymeren, in denen eine Gestaltsveränderung der mikrooptischen Struktur durch eine Veränderung der Form oder Eigenschaft der Nanopartikel hervorgerufen wird. Gerade der letzte Ansatz ist relativ neu und erfordert eine enge Zusammenarbeit mit den Materialentwicklern und mit Nanotechnikern. Neben der Prüfung der Eignung derartiger Materialien wird eine wesentliche Fragestellung sein, wie solche Elemente lokal angesteuert werden können, um lokale Veränderung in der Gestalt oder in ihrem optischen Verhalten zu erzielen. Gelingt es hierzu auch industriell umsetzbare Lösungen zu erarbeiten, ergibt sich ein großes Anwendungspotential.

#### 4. Zusammenfassung

Mit den hier dargestellten Zielsetzungen wird das Forschungszentrum der Forderung gerecht, anwendungsorientierte Vorlaufforschung im Bereich zwischen Grundlagenforschung und industrieller Anwendung zu betreiben. Dies wird auch daran deutlich, dass je nach Reifegrad der Entwicklung die industrielle Umsetzung stärker in den Vordergrund rückt. Zum Beispiel wird angestrebt, das modulare Aufbaukonzept für mikrooptische Sensoren (siehe Kapitel 3.1) im Jahre 2006 an die Industrie zu übertragen. Auf der anderen Seite sind die Überlegungen zu adaptiven Systemen auf der Basis funktionaler Systeme noch sehr nah an der Grundlagenforschung, erheben aber trotzdem den Anspruch nanotechnologische Basisentwicklungen einer Anwendung zuzuführen. Mit diesen Zielrichtungen trägt das Forschungszentrum im Bereich der Mikrooptik zur Sicherung des Standortes Deutschland bei. Dies wird dadurch untermauert, dass das Forschungszentrum als eine europäische Kompetenzzelle in diesem Forschungsgebiet agiert und somit auch eine gewisse Führungs- und Steuerfunktion inne hat.

#### Literatur

- [1] „Optische Technologien schaffen Wirtschaftswachstum und Arbeitsplätze... Das Licht wird den technologischen Fortschritt des 21. Jahrhunderts entscheidend prägen.“ (Auszug aus einer gemeinsamen Pressemitteilung BMBF und BMWA vom 20.03.03)
- [2] Mohr J., Hoffmann H., „POLYMICRO - Beispiel für den Transfer der Kompetenz des Forschungszentrums in der Mikrooptik“, veröffentlicht in diesem Band
- [3] Solf Ch., Mohr J., Wallrabe U., „Miniaturised LIGA Fourier Transformation Spectrometer“, zur Veröffentlichung angenommen für Proc. Sensors 2003, Toronto, Canada
- [4] Kohl. M., Brugger D., „Formgedächtnis-Microscanner“, veröffentlicht in diesem Band
- [5] Mohr. J, Last A., Hollenbach U., Oka T., Wallrabe U., „A Modular Fabrication Concept for Microoptical Systems“, veröffentlicht in Journal Lightwave Technology JLWT, Vol. 21, No. 3, 2003, S. 643 – 647
- [6] Hollenbach U., Dittrich H., Hecke M., Schroeer M., Mohr J., Wallrabe U., Utech H., Sieber I., Gengenbach U., Hofmann A., Scharnowell R., Bär M., Staudmeister T., Reinecke H., „Mikro-Femos: Mikrofertigungstechnik für hybride mikrooptische Sensoren“, veröffentlicht in diesem Band
- [7] Kando J., Achenbach S., Fettig R., Mohr J., Wallrabe U., „Innovative Prozesstechnologien zur Herstellung zweidimensionaler polymerer Photonischer Kristalle, veröffentlicht in diesem Band
- [8] Henzi P., Gaganidze E., Heidinger R., Litfin K., Pfleging W., Mohr J., Wallrabe U., „Herstellung von polymeren Wellenleitern – UV induzierte Brechzahlmodifikation“, veröffentlicht in diesem Band

#### Danksagung

Der Dank gilt allen Mitarbeitern des Forschungszentrums, die zu dem bisherigen Erfolg der Arbeiten im Bereich der Mikrooptik beigetragen haben. Stellvertretend für die vielen Doktoranden seien hier die Herren Henzi und Solf erwähnt. Dank gilt auch den Verantwortlichen in den anderen Instituten, Herrn Hanemann, Herrn Heidinger und Herrn Kraft mit Ihren Gruppen aus den Instituten für Materialforschung, Herrn Gengenbach mit seiner Gruppe und Herrn Sieber aus dem Institut für angewandte Informatik sowie Herrn Kühner und seinen Kollegen aus dem Institut für Prozessanalytik und Elektronik.



# Mikroverfahrenstechnik: Modelle, Herstellung, Apparate, Applikationen

Jürgen J. Brandner, Lothar Bohn, Edgar Hansjosten, Peter Pfeifer, Günter Rinke,  
Ulrich Schygulla und Klaus Schubert

Institut für Mikroverfahrenstechnik (IMVT)

## Zusammenfassung

Neben den Anwendungsfeldern „Analytics“ und „Photonics“ des Programms Mikrosystemtechnik konnte sich das dritte Anwendungsfeld Mikroverfahrenstechnik als interessante und vielversprechende Alternative zu klassischen Apparatekonzepten in der thermischen und chemischen Verfahrens- und Prozesstechnologie etablieren. Die spezifischen Vorteile von Mikrostrukturapparaten, insbesondere im Hinblick auf Sicherheitsaspekte, Wärme- und Stoffübertragungscharakteristiken sowie die Möglichkeit, neuartige Betriebs- und Verfahrensweisen chemischer Prozesse durchzuführen, eröffnen Perspektiven in vielen technischen Anwendungsbereichen.

Der vorliegende Beitrag soll einen Überblick über den Stand der Arbeiten zur Mikroverfahrenstechnik unter Berücksichtigung der beteiligten Institute am Forschungszentrum Karlsruhe vermitteln. Es soll ein Brückenschlag aufgezeigt werden von der Modellbildung über die Herstellung und Charakterisierung von Mikrostrukturapparaten aus Metall, Keramik und Kunststoff bis zur Integration von katalytisch aktivem Material in Mikrostrukturapparate und der Applikation von Mikrostrukturapparaten in Labor und industriellem Umfeld.

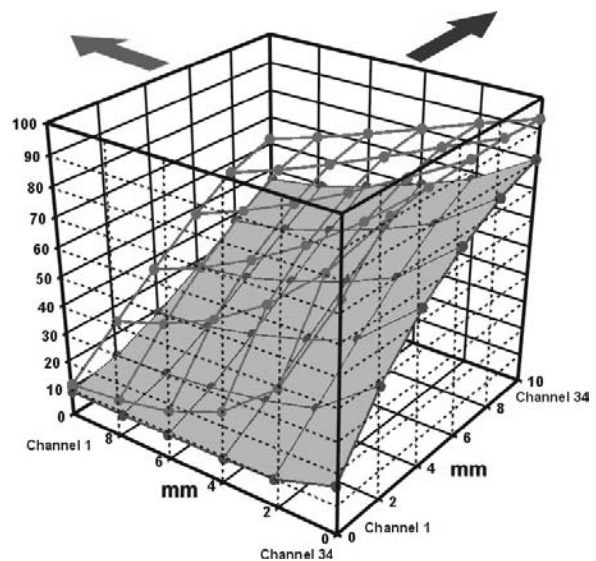
## 1. Modellierung von Prozessen und Apparaten

Das Verständnis für die Vorgänge in Mikrostrukturapparaten sowie für die Form und den räumlichen Aufbau der Mikrostrukturapparate selbst kann sowohl durch rein mathematische oder ingenieurmäßige Modelle als auch durch die Herstellung von Modellen „zum Anfassen“ entscheidend verbessert werden.

Die mathematische Beschreibung des fluidischen und thermischen Verhaltens von Mikrostrukturapparaten erfolgt nahezu ausschließlich mittels numerischer (FEM) Verfahren. Hierzu existiert eine Vielzahl von kommerziellen und nicht-kommerziellen Softwarepaketen, die, mehr oder minder einfach, das thermische und fluidische Verhalten für eine z.B. mittels CAD erstellte Geometrie vorausberechnen. Die meisten dieser Tools wurden jedoch für makroskopische Abmessungen erstellt. Somit sind die mit diesen Programmen berechneten Ergebnisse nicht immer direkt auf Mikrostrukturapparate übertragbar, sondern es müssen teilweise Anpassungen durch entsprechende Korrekturfaktoren vorgenommen werden. Mehrere Institute des Forschungszentrums Karlsruhe beschäftigen sich mit der mathematischen Modellierung unterschiedlicher Teilaspekte der Mikroverfahrenstechnik.

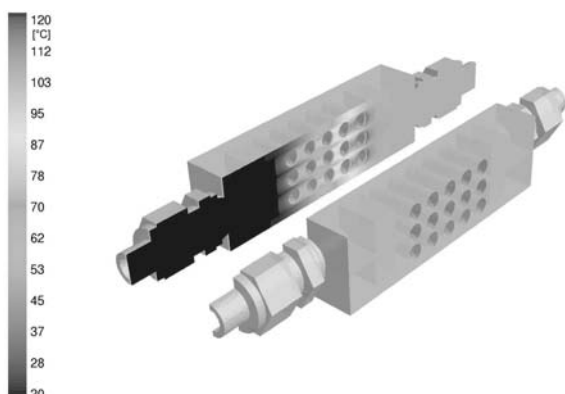
Am IMVT werden mit Hilfe des Programmpakets FLUENT hauptsächlich Simulationen des

Wärmeübergangs, der Wärmeverteilung und von Mischungsvorgängen in metallischen Mikrostrukturapparaten modelliert. Abbildung 1 zeigt das berechnete Temperaturprofil eines metallischen Kreuzstrom-Mikrowärmeübertragers, während in Abbildung 2 das berechnete Temperaturprofil innerhalb eines elektrisch beheizten Mikrowärmeübertragers dargestellt ist [1, 2].



**Abb. 1:** Temperaturverteilung innerhalb eines Kreuzstrommikrowärmeübertragers bei einem Volumenstrom von  $25 \text{ kg} \cdot \text{h}^{-1}$  Wasser je Passage [2].

Das Institut für Reaktorsicherheit IRS beschäftigt sich sowohl mit der Simulation von Wärmeübergangsvorgängen in Mikrostrukturen als auch mit der Berechnung von Phasenübergängen, z.B. beim Verdampfen von Flüssigkeiten. Für Simulationen aus den genannten Anwendungsbereichen werden Softwarepakete verwendet, die zum größten Teil am IRS entwickelt wurden [3, 4]. Am Institut für Kern- und Energietechnik IKET wiederum werden unter anderem Mischungs- und Strömungsvorgänge in Mikrokanälen simuliert [5,6].

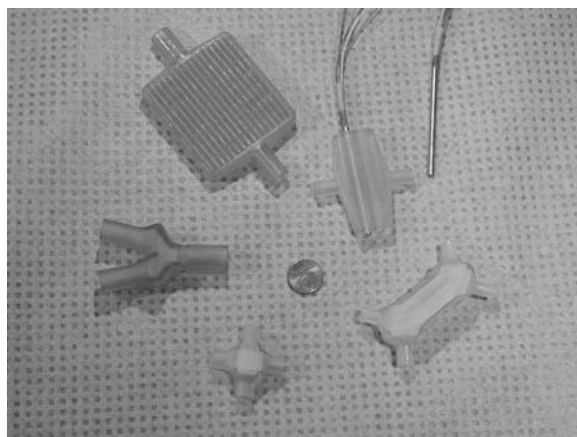


**Abb. 2:** Berechnetes Temperaturprofil innerhalb eines elektrisch beheizten Mikrowärmeübertragers [1].

Seit kurzem wird am IMVT versucht, auch Reaktionsabläufe mitsamt der zugehörigen Reaktionskinetik zu simulieren. Erste Ergebnisse zu diesem sehr komplexen Thema sind vielversprechend [7]. Solcherart vorausberechnete Ergebnisse müssen natürlich experimentell überprüft werden, um die Konsistenz des verwendeten mathematischen Modells zu bestimmen und zu verbessern.

Zusätzlich zur mathematischen Modellierung können Modelle „zum Anfassen und schnellen Ausprobieren“ entscheidend zum Verständnis der Funktionsweise und zur Optimierung von Mikrostrukturapparaten beitragen. Am IMVT besteht hierzu u.a. die Möglichkeit, Mikrostrukturapparate mit Hilfe eines Stereolithographieprozesses aus einem photoempfindlichen Polymer aufzubauen. Hierbei wird aus einem dreidimensionalen CAD – Modell das gewünschte Bauteil durch Photopolymerisation einer UV-empfindlichen Monomerlösung mit Hilfe eines Lasers schichtweise erstellt. Der sogenannte „Rapid Prototyping“ Prozess ist in der Lage, Mikrostrukturapparate mit Strukturabmessungen im Bereich einiger zehn Mikrometer zu erzeugen. Das so entstehende Kunststoffmodell eines Mikrostrukturapparates kann sowohl zur Visualisierung als auch – in begrenztem Maße – zu experimentellen Untersuchungen verwendet werden. Erste Ansätze

zur Verwendung von Metallpulvern anstatt des genannten Polymers werden z.Zt. untersucht. Beispiele für nach diesem Verfahren gefertigte Mikrostrukturapparate sind in Abbildung 3 dargestellt.



**Abb. 3:** Verschiedene Polymer-Mikrostrukturapparate, die mittels Stereolithographie hergestellt wurden. Von links oben im Uhrzeigersinn: Gas-Wärmeübertrager, elektrisch beheizter Wärmeübertrager, Gegenstrom-Wärmeübertrager, Kreuzstrom-Wärmeübertrager, V-Mischer.

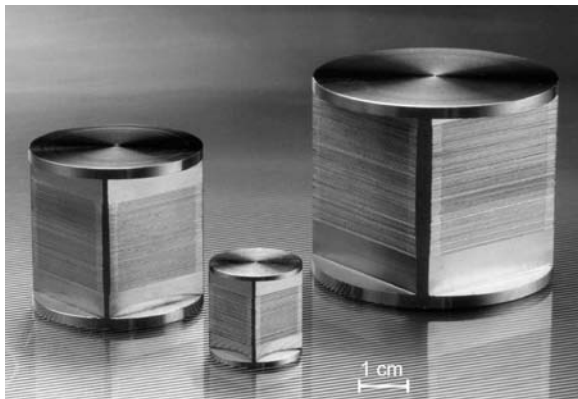
## 2. Herstellung von Mikrostrukturapparaten für die Verfahrenstechnik

Für die Apparate der Mikroverfahrenstechnik werden am Forschungszentrum Karlsruhe Metalle, Keramik oder Kunststoffe als Basismaterialien verwendet. Entsprechend vielfältig sind die angewandten Strukturierungs- und Fertigungsmethoden für Mikrostrukturapparate. Neben den „klassischen“ Verfahren zur Primärstrukturierung von Metallen wie Präzisionsdrehen, Präzisionsfräsen oder Präzisionsbohren werden auch weniger konventionelle Techniken wie Draht- und Senkerosionsverfahren, Präzisions Hobeln, Laserstrukturierung und chemische Ätzverfahren angewendet [8]. Für spezielle Anwendungen, die höchste Präzision erfordern, steht auch die LIGA – Technik zur Verfügung.

Kritisch für die Herstellung von Mikrostrukturapparaten ist jeweils die Verbindungstechnik einzelner mikrostrukturierter Teile untereinander sowie mit Komponenten mit makroskopischen Abmessungen (Verbindung der „Mikrowelt“ mit der „Makrowelt“). Einzelne mikrostrukturierte Metallfolien aus bestimmten Basislegierungen lassen sich durch Diffusionsschweißen zu festen Stapeln mit der gewünschten Anordnung der Mikrostrukturen verbinden. Auf diese Weise entstehen hochvakuumdichte Mikrostrukturapparate, die sehr hohen Drücken ausgesetzt werden können, ohne Schaden zu nehmen. Die Adaptierung an eine konventionelle Prozesstechnik kann nach der Herstellung der Grundkörper z.B. durch Anschweißen von Adap-

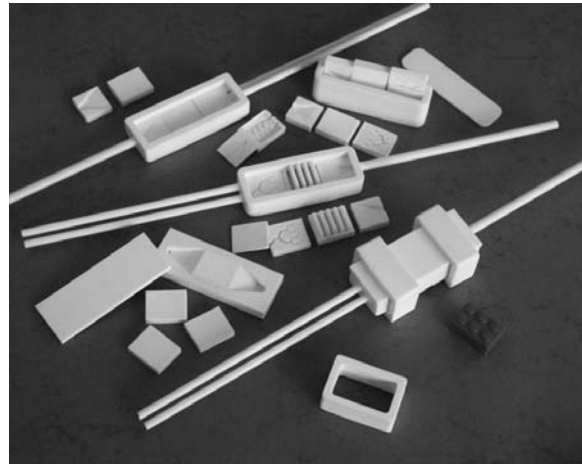
terstücken erfolgen. In Abbildung 4 sind drei der bekanntesten Mikrostrukturapparategrundkörper dargestellt: die als „Karlsruher Würfel“ bezeichneten Kreuzstrom-Mikrowärmeübertrager in verschiedenen Größen gelten derzeit als die leistungsfähigsten Wärmeübertrager weltweit. Ein maximaler Wärmedurchgangskoeffizient von bis zu  $56 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}$ . konnte mit speziellen Mikrostrukturen erzielt werden [2].

Neben dem Diffusionsschweißen werden auch andere Verbindungstechniken für Metalle untersucht wie z.B. Löten, Elektronenstrahlschweißen und, am Institut für Materialforschung I (IMF I), das Laserschweißen [9].



**Abb. 4:** „Karlsruher Würfel“: Kernstücke dreier Kreuzstrom-Mikrowärmeübertrager aus Edelstahl mit unterschiedlichen aktiven Übertragungsvolumina.

Mikrostrukturapparate aus Basislegierungen können für vielerlei Anwendungen in Betracht gezogen werden. Wie bereits beschrieben, sind diese Apparate in der Regel stabil gegenüber hohen Drücken und, in Abhängigkeit von der verwendeten Legierung, gegenüber Temperaturen bis zu mehreren hundert Grad Celsius. Für noch höhere Temperaturen können jedoch auch Mikrostrukturapparate aus Keramik eingesetzt werden, wie sie seit einiger Zeit am Institut für Materialforschung III (IMF 3) entwickelt und getestet werden [10]. In Abbildung 5 sind keramische Mikrostrukturapparate mit verschiedenen, leicht austauschbaren Einbauelementen dargestellt.



**Abb. 5:** Keramik-Mikrostrukturapparat mit unterschiedlich strukturierten Einsätzen.

Mikrostrukturapparate aus Keramik können z.B. mit Hilfe einer eigens entwickelten Prozesskette zur schnellen Herstellung von Prototypen generiert werden [11]. Dabei wird ein Basismodell mittels Stereolithographie erstellt. Dieses Modell wird anschließend in eine Silikonkautschukform umgeformt, welche als Gußform für ein Niederdruck-Spritzgußverfahren dient. Durch Sintern der keramischen Grünkörper können entsprechend geformte Keramikapparate hergestellt werden. Die so erhaltenen Mikrostrukturreaktoren lassen sich aufgrund einer noch nicht hinreichend entwickelten Verbindungstechnik nur in einem eingeschränkten Druckbereich betreiben. Keramikapparate sind jedoch immer dann von Vorteil, wenn in einem Prozess stark korrosive Medien oder sehr hohe Temperaturen angewandt werden. Zudem besitzt Aluminiumoxidkeramik nahezu keine katalytische Blindaktivität, so dass für manche chemischen Reaktionen Keramikreaktoren wünschenswert sind [12].

Sollen chemische Reaktionen in der Gasphase in metallischen Mikrostrukturapparaten ablaufen, so ist die Integration von katalytisch aktiven Materialien in die Mikrostrukturapparate notwendig. Dazu stehen verschiedene Verfahren zur Verfügung.

Eine Möglichkeit ist es, die Mikrostrukturapparate direkt aus einem katalytisch aktiven Material herzustellen. Aufgrund des sehr großen Oberflächen-Volumenverhältnisses reicht diese Methode in manchen Fällen bereits aus, um chemische Reaktionen mit der gewünschten Selektivität oder im gewünschten Parameterbereich ablaufen zu lassen. Die exzellenten Wärmeübertragungseigenschaften sorgen für eine homogene Temperierung der Apparate, so dass meist eine isotherme Betriebsweise erzielt werden kann [2].



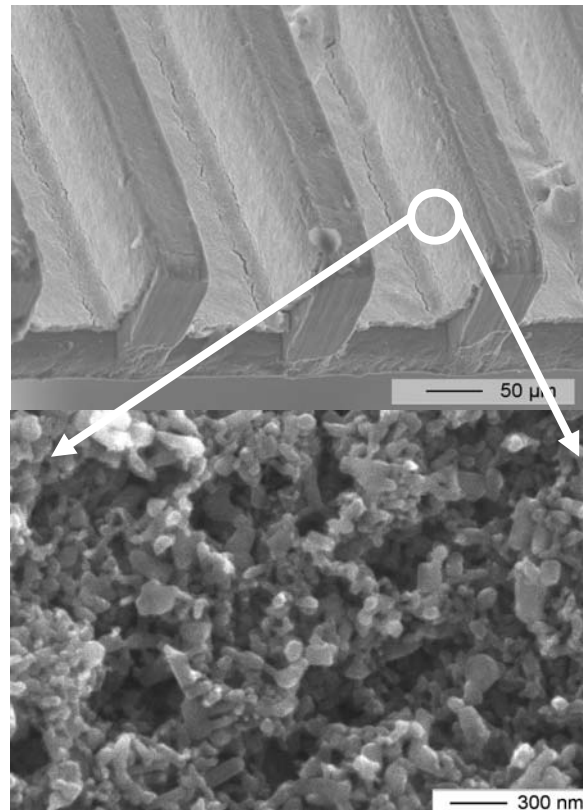
Ist die aktive Oberfläche nicht ausreichend groß, so können poröse Schichten in die Apparate integriert werden. Dazu stehen verschiedene Verfahren wie z.B. anodische Oxidation, CVD-Beschichtung, Sol-Gel-Verfahren oder elektroforetische Abscheidung zur Verfügung [13, 14]. Das katalytisch aktive Material kann anschließend mit z.B. Tränkimprägnationsverfahren in die Poren eingebracht werden. Die auf diese Weise generierten porösen Schichten vergrößern die innere Oberfläche von Mikrostrukturapparaten um einen Faktor von bis zu  $4000 \text{ m}^2 \cdot \text{m}^{-2}$ , ohne die Wärmeübertragungscharakteristik wesentlich zu verändern, da sie üblicherweise nur wenige Mikrometer dick sind [13]. Neben den beschriebenen Methoden zur Generierung poröser Schichten, die in einem weiteren Schritt mit katalytisch aktiven Materialien versehen werden müssen, können auch Nanopartikel unterschiedlicher chemischer Zusammensetzung innerhalb der Mikrokanäle verankert werden [7]. In Abbildung 6 ist eine REM-Aufnahme eines Nanopartikel-Katalysatorsystems dargestellt.

### 3. Apparate und Applikationen

Mikrostrukturapparate für die verschiedensten Aufgaben wurden bisher entwickelt und charakterisiert. Wie zuvor beschrieben, können diese Apparate aus Metallen, Polymeren oder Keramiken bestehen. In Abbildung 7 und 8 sind sogenannte „Standard-Apparate“ dargestellt, die teilweise schon seit längerer Zeit entwickelt und im (experimentellen) Einsatz sind. In diesem Portfolio befinden sich unterschiedliche Arten von Mikrowärmeübertragern, Mikromischern, elektrisch beheizten Mikrostrukturapparaten, Mikrostrukturapparate mit reduziertem Totvolumen sowie Mikrostrukturapparate aus Kunststoff und Keramik.

Mit Hilfe dieser Standard-Mikroapparate sind eine Vielzahl von technischen Applikationsmöglichkeiten verbunden. Je nach den Spezifikationen des gewünschten Prozesses genügt es häufig, einen Standard-Apparat zu verwenden oder nur geringfügig zu verändern.

In Zusammenarbeit mit einem weltweit führenden Unternehmen der Konsumindustrie konnte z.B. ein Körperpflegeprodukt mit Hilfe von Standard-Mikromischern hergestellt werden. Die Untersuchungen zur Eignung der Mikromischer zur Herstellung von Pflegeprodukten befinden sich noch in einem recht frühen Stadium. Es könnte auf diese Weise jedoch möglicherweise ein verbessertes, umweltverträglicheres und preiswerteres Herstellungsverfahren ohne Qualitätseinbußen erzielt werden.

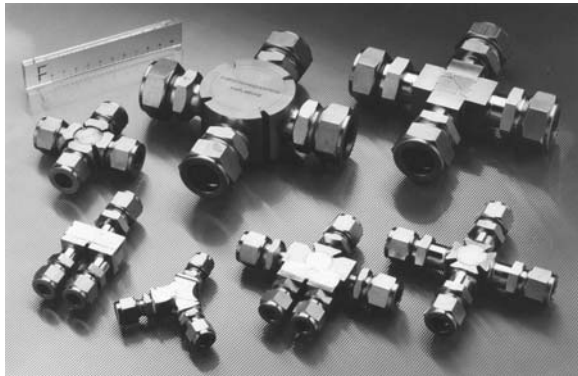


**Abb. 6:** Nanopartikel-Katalysator, basierend auf der Kombination von Nanopartikeln aus Palladium und Zinkoxid.

In Kooperation mit einem Unternehmen aus der chemischen Industrie wurde die Oxidation von Ethanol mit Wasserstoffperoxid untersucht [15]. Diese Reaktion verläuft sehr schnell und ist stark exotherm, so dass sie mit konventionellen verfahrenstechnischen Apparaten ohne Verdünnung nur schwerlich zu realisieren ist. Auch Standard-Mikrostrukturreaktoren konnten nicht eingesetzt werden, da die Reaktion schon innerhalb des Totvolumens der Verschraubungen auf der Reaktionsseite abzulaufen beginnt. Dieses Totvolumen ist jedoch nicht gekühlt, so dass die Reaktionswärme zur Zerstörung des Mikrostrukturapparates führen könnte. Mit Hilfe der Zusammenschaltung mehrerer, auf Flanschsystemen basierender totraumreduzierter Mikrostrukturapparate konnte ein Reaktionsumsatz größer 99% bei einer Selektivität von ebenfalls mehr als 99% erzielt werden, obwohl die Reaktion eine Wärmeleistung von 830 W je kg Reaktionsgemisch erzeugt.

Zusammen mit der Technischen Universität München wurde im Rahmen eines BMBF-Verbundprojektes die katalytische Verbrennung von Wasserstoff und Sauerstoff untersucht. Es zeigte sich, dass der hierfür entwickelte Mikrostrukturapparat sogar die Verwendung eines Gemischs erlaubt, dessen Volumenverhältnis von Wasserstoff zu Sauerstoff innerhalb des Explosionsbereichs liegt [16]. Die Wärmeübertragung an ein Kühlmedium geschieht dabei so effizient und gleichmäßig, dass

am verwendeten Mikrostrukturreaktor keine Hotspots festzustellen sind. Andere Arbeiten aus dem Bereich der Wasserstoff- und Brennstoffzellentechnik wurden im Rahmen einer Doktorarbeit in Kooperation mit der Universität Erlangen-Nürnberg [7] sowie innerhalb eines weiteren BMBF-Verbundprojektes unternommen.



**Abb. 7:** Übersicht über standardisierte Bauformen metallischer Mikrostrukturapparate für die Verfahrenstechnik. Von links oben im Uhrzeigersinn: Kreuzstrom-Mikrowärmeübertrager (Aktives Volumen:  $1 \text{ cm}^3$ ), Kreuzstrom-Mikrowärmeübertrager (Aktives Volumen:  $27 \text{ cm}^3$ ), Gegenstrom-Mikrowärmeübertrager, Kreuzstrom-Mikrowärmeübertrager mit verlängerten Anschlüssen, Kombiniertes Mikromischer / Mikrowärmeübertrager, Mikromischer (Typ P), Mikromischer (Typ V).

Elektrisch beheizte Mikrostrukturapparate lassen sich besonders vielseitig einsetzen [17]. Mit diesen Apparaten ist sowohl eine schnelle und präzise Einstellung einer Temperatur bis zu etwa  $750^\circ\text{C}$  zur Beheizung von Fluiden möglich als auch das stationär stabile Verdampfen von Flüssigkeiten. Abbildung 9 zeigt einen elektrisch beheizten Wärmeübertrager mit einer Gesamtleistung von  $20 \text{ kW}$ , der in Zusammenarbeit mit einer deutschen Firma in einer Biodiesel - Produktionsanlage zum Vorheizen des Biodiesel verwendet wird. Dabei wird ein Volumenstrom von  $1000 \text{ kg} \cdot \text{h}^{-1}$  um  $25 \text{ K}$  erhitzt [18].

Bei Verwendung geeigneter Mikrostrukturen kann ein pulsationsarmes Verdampfen von Flüssigkeiten erzielt werden. In Abbildung 10

ist eine sinusoidale Anordnung von Mikrokanälen gezeigt, die möglicherweise die Bildung von Flüssigkeitströpfchen sowie das Auftreten von Mikro-Siedeverzügen und dadurch entstehende Pulsationen beim Verdampfen verhindern kann. Erste Untersuchungen hierzu haben begonnen [19, 20].



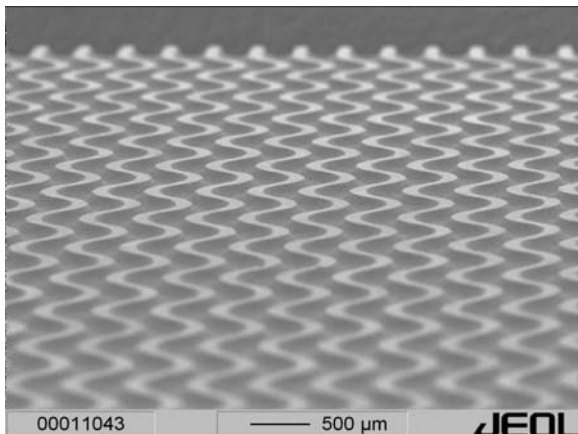
**Abb. 8:** Übersicht über standardisierte Bauformen von Mikrostrukturapparaten speziell für die chemische Mikroverfahrenstechnik. Von links oben im Uhrzeigersinn: Vier Apparate mit reduziertem Totvolumen, Keramischer Mikroreaktor, Mikroreaktor zur schnellen periodischen Temperaturänderung, Sechsport-Mikroreaktor mit integrierter partieller Gaszudosierung, elektrisch beheizter Mikrostrukturapparat. Ganz unten zu sehen: Polymer-Gegenstrommikrowärmeübertrager.

Neben dem Beheizen von Fluiden und der Verdampfung von Flüssigkeiten können elektrisch beheizte und fluidisch gekühlte Mikrostrukturreaktoren auch zum thermisch instationären Betrieb chemischer Reaktionen genutzt werden. Der Mikrostrukturapparat wird hierbei kontinuierlich elektrisch beheizt und periodisch mit einem Kühlfluid gekühlt. Auf diese Weise können gezielt Temperaturdifferenzen von mehreren zehn Kelvin innerhalb von nur  $0.5 \text{ Sekunden}$  eingestellt werden. Bei heterogen katalysierten Gasphasenreaktionen kann dies zu signifikanten Änderungen des Adsorptions-Desorptionsverhaltens der Gase an Katalysatoroberflächen und damit zu Verbesserungen des Reaktionsumsatzes und der Selektivität führen. Im Rahmen einer weiteren Doktorarbeit zusammen mit der Universität Erlangen-Nürnberg konnte dies weltweit zum ersten Mal an einer Beispielreaktion erfolgreich gezeigt werden [21].

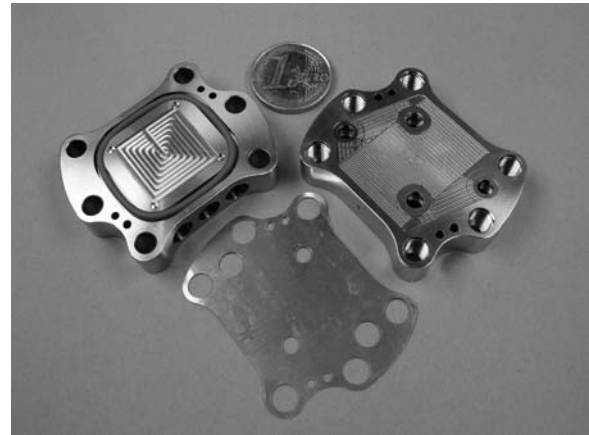


**Abb. 9:** Elektrisch beheizter Mikrowärmeübertrager mit einer Anschlußleistung von 20 kW, geeignet für einen Durchsatz von  $1000 \text{ kg} \cdot \text{h}^{-1}$  Biodiesel.

Die beschriebene Technologie lässt sich auch für Materialuntersuchungen einsetzen. In Abbildung 11 ist ein weiterentwickelter Mikrostrukturapparat gezeigt, in den sich mit Hilfe einer Dichtung beliebige mikrostrukturierte Materialien einbringen lassen. Diese Proben können anschließend unterschiedlich schnellen Temperaturzyklen mit einstellbarer Amplitude unterzogen werden, um so eine Life-Cycle-Untersuchung innerhalb relativ kurzer Zeit durchzuführen. Die eingebrachte Probe kann gleichzeitig noch mit beliebigen Gasgemischen beaufschlagt werden.



**Abb. 10:** Sinusoidale Kanalformen können möglicherweise zu einem pulsationsfreien Verdampfungsvorgang führen.



**Abb. 11:** Neuartiges Mikrostruktur-Materialtestsystem für schnelle Life-Cycle-Experimente auf Basis der für das Fast Temperature Cycling chemischer Reaktionen entwickelten Mikrostrukturapparate.

#### 4. Zusammenfassung

Speziell entwickelte Mikrostrukturapparate ermöglichen neue Wege in der chemischen Verfahrenstechnik. Verfahrensweisen, die mit klassischen Konzepten nur schwerlich zu erzielen waren, können durch den Einsatz von mikrotechnischen Reaktionsapparaturen angewandt werden. Es bleibt abzuwarten, inwieweit sich die chemische Verfahrenstechnik durch diese Hochtechnologievariante verändern wird.

#### Literatur

- [1] Wenka, A., Brandner, J.J., Schubert, K., „A computer-based simulation of the thermal process in an electrically powered micro heat exchanger“, in: J.P. Baselt [Ed.]: *Microreaction Technology: Proc. of the 6<sup>th</sup> Int. Conf. on Microreaction Techn.*, AIChE (2002) 345-350
- [2] Schubert, K., Brandner, J.J., Fichtner, M., Linder, G., Schygulla, U., Wenka, A., „Micro-structure devices for applications in thermal and chemical process engineering“, *Micro-scale Thermophysical Eng.* 5(1) (2001) 17-39
- [3] Wörner, M., Wenka, A., Halbritter, A., Imke, U., Ghidersa, B., „Simulation der Wärmeübertragung und Zweiphasenströmung in Apparaten der Mikroverfahrenstechnik“, 5. Statuskolloquium des Programms Mikrosystemtechnik
- [4] Imke, U., „Porous media simplified simulation of single and two phase flow heat transfer in micro channel heat exchangers“, submitted to *Chem. Eng. J.*

- [5] Ehrhard, P., Meisel, I., Farangis Zadeh, H., „Flow in an electrically-excited micro-mixer: FEM simulations and validation“, 20th CAD-FEM Users' Meeting 2002, Internat. Congress on FEM Technology, Friedrichshafen, October 9-11, 2002 Conf.Proc. Vol.1 S.1.8.3/1-10 Grafing: CAD-FEM GmbH, 2002
- [6] Ehrhard, P., Meisel, I., Zadeh, H.F., „FEM-Simulation und Validierungs-Experimente zu elektrisch erregten Mikromischern“, 5. Statuskolloquium des Programms Mikrosystemtechnik
- [7] Pfeifer, P., „Methanol-Dampfreformierung im Mikrostrukturreaktor zur Wasserstoffherzeugung für Brennstoffzellenfahrzeuge“, FZKA 6905, 2003
- [8] Gietzelt, T., Schaller, T., Eichhorn, L., Scherhauser, D., Wunsch, T., Schubert, K., „Mechanische Mikrozerspannung zur Herstellung von mikrostrukturierten Abformwerkzeugen sowie zur Direktstrukturierung“, 5. Statuskolloquium des Programms Mikrosystemtechnik
- [9] Pfleging, W., Rohde, M., Gietzelt, T., Schaller, T., Heidinger, R., „Lasertechnik und mikromechanische Bearbeitung – Entwicklungen zur Mikrostrukturierung, Oberflächenmodifikation und Verbindungstechnik“, 5. Statuskolloquium des Programms Mikrosystemtechnik
- [10] Knitter, R., Göhring, D., Bram, M., Mechnich, P., Broucek, R., „Ceramic microreactor for high-temperature reactions“, in: Rinard, I. [Ed.]: *Microreaction Technology: Proc. of the 4<sup>th</sup> Int. Conf. on Microreaction Eng.*, AIChE, 2000, 455-460
- [11] Knitter, R., Risthaus, P., Greiner, T., „Einfluss der Urmodelle auf die Abformung mikrostrukturierter Keramikbauteile in einer Rapid Prototyping Prozesskette“, 5. Statuskolloquium des Programms Mikrosystemtechnik
- [12] Göhring, D., Knitter, R., Risthaus, P., Walter, S., Liauw, M.A., Lebens, P., „Gas phase reactions in ceramic microreactors“, in: J.P. Baselt [Ed.]: *Microreaction Technology: Proc. of the 6<sup>th</sup> Int. Conf. on Microreaction Techn.*, AIChE (2002) 55-60
- [13] Haas-Santo, K., Fichtner, M., Schubert, K., „Preparation of microstructure compatible porous supports by sol-gel synthesis for catalyst coatings“, *Appl. Cat. A* 220 (2001) 79-92
- [14] Görke, O., Pfeifer, P., Schubert, K., „Determination of kinetic data in the isothermal microstructure reactor based on the example of catalyzed oxidation of hydrogen“, in: J.P. Baselt [Ed.]: *Microreaction Technology: Proc. of the 6<sup>th</sup> Int. Conf. on Microreaction Techn.*, AIChE (2002) 262-272
- [15] Kraut, M., Nagel, A., Schubert, K., „Oxidation of ethanol by hydrogen peroxide in a modular microreactor system“, in: J.P. Baselt [Ed.]: *Microreaction Technology: Proc. of the 6<sup>th</sup> Int. Conf. on Microreaction Techn.*, AIChE (2002) 351-356
- [16] Cremers, C., Dehlsen, J., Stimming, U., Reuse, P., Renken, A., Haas-Santo, K., Görke, O., Schubert, K., „Micro-structured-reactor-system for the steam reforming of methanol“, *IMRET 7, Proc. of the 7<sup>th</sup> Int. Conf. on Microreaction Techn.*, September 7-10, 2003, Lausanne, Switzerland, 167-170
- [17] Brandner, J.J., Fichtner, M., Schubert, K., „Electrically heated microstructure heat exchangers and reactors“, in: W. Ehrfeld [Ed.]: *Microreaction Technology: Industrial Prospects, IMRET 3: Proc. of the 3<sup>rd</sup> Int. Conf. on Microreaction Techn.* (1999), Springer, Berlin (2000) 607-616
- [18] Rinke, G., Holpe, H., Wenka, A., „Einsatz eines elektrisch beheizbaren Mikrowärmeübertragers an einer Biodieselanlage“, 5. Statuskolloquium des Programms Mikrosystemtechnik
- [19] Henning, T., Brandner, J.J., Schubert, K., „Characterisation of electrically powered micro heat exchangers“, submitted to *Chem. Eng. J.*
- [20] Henning, T., Brandner, J.J., Schubert, K., „Charakterisierung von elektrisch beheizten Mikrowärmeübertragern“, 5. Statuskolloquium des Programms Mikrosystemtechnik
- [21] Brandner, J.J., „Entwicklung von Mikrostrukturreaktoren zum thermisch instationären Betrieb chemischer Reaktionen“, FZKA 6891, 2003



# Charakterisierung und Optimierung von statischen Mikromischern

Rainer A. Rakoczy, Andreas Hensel, Manfred Kraut, Michael Schacht, Achim Wenka und Klaus Schubert  
Institut für Mikroverfahrenstechnik / Forschungszentrum Karlsruhe

## Zusammenfassung

Vom Institut für Mikroverfahrenstechnik (IMVT) des Forschungszentrums Karlsruhe werden statische Mikrovermischer in verschiedenen Bauarten entwickelt, hergestellt und für verschiedene Anwendungsfälle erprobt.

Im Rahmen des Institutsprojekts „Charakterisierung und Optimierung von Mikrovermischem“ wird am IMVT mit Hilfe von Testreaktionen das Verhalten der Mikromischer beim Vermischen von flüssig-flüssig Systemen in einer neu aufgebauten Testapparatur untersucht. Des Weiteren werden Rechenwerkzeuge erstellt, um die Optimierung der Mischerkonstruktion durch vorherige Simulation am Computer zu unterstützen und zu vereinfachen.

## 1. Einleitung

Neben Mikrowärmeüberträgern und Mikroreaktoren besitzen die Mikrovermischer in der Mikroverfahrenstechnik eine wichtige Bedeutung. Besonders bei chemischen Reaktionen mit flüssigen Edukten kann eine effiziente Vermischung der Edukte für Umsatz und Selektivität der anschließenden Reaktion im Mikroreaktor von entscheidender Bedeutung sein. Untersuchungen über die Effizienz der vom IMVT entwickelten Mikromischer im Vergleich zu konventionellen Mischern wurden bereits früher bei einem Industriepartner durchgeführt [1, 2, 3].

Zur Verbreiterung der Wissensbasis über die Mischvorgänge und zur Optimierung des Mischerdesigns wurde zwischenzeitlich am IMVT eine spezielle Versuchsapparatur gebaut und eine Methode zur Charakterisierung der Mischer ausgewählt und etabliert. Im folgenden Beitrag wird über erste experimentelle Ergebnisse und über begleitende Simulationsrechnungen berichtet.

## 2. Aufbau der Mikrovermischer

Die prinzipielle Funktionsweise von Mikrovermischem beruht darauf, die beiden zu mischenden Fluidströme in kleinste Strömungsfäden zu zerteilen (Multilamination) und anschließend zusammenzuführen [1]. In Abb. Nr. 1 ist der schematische Aufbau eines typischen V-Mischers, wie er am IMVT aus mit Mikrokanälen versehenen Folien gefertigt wird, gezeigt.

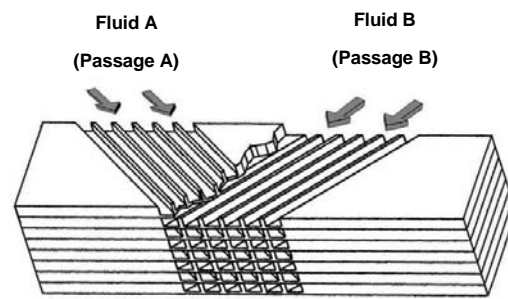


Abb. Nr. 1: Prinzipskizze zum Aufbau eines V-Mischers

Das Fluid A strömt über die Mikrokanäle der linken Passage und wird so in feine, parallel verlaufende Strömungsfäden zerteilt und anschließend mit dem Fluid B aus der rechten Passage, welches ebenfalls durch Mikrokanäle fein zerteilt wurde, vereinigt. Die beiden Strömungsfäden der zu mischenden Fluide treffen V-förmig in einem Winkel von 90° am Austritt des Mischerbauteils im Mischraum aufeinander.

Die Querschnittsfläche der Mikrokanäle liegt typischerweise bei 100 µm x 100 µm, was dem Querschnitt eines menschlichen Haares entspricht.

## 3. Charakterisierungsmethoden

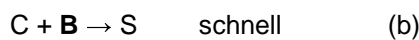
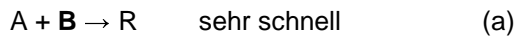
Die Bestimmung der Güte von Mischvorgängen kann z.B. durch die Bestimmung physikalischer Größen wie der Leitfähigkeit oder von optischen Eigenschaften der beim Mischen erhaltenen Produkte erfolgen [4].

Eine weitere Möglichkeit zur Charakterisierung von Mischapparaten ist der physikalische Vorgang des Emulgierens. Hierbei werden mindestens zwei ineinander unlösliche Flüssigkeiten

dispergiert. Anhand der Tropfengrößenverteilung einer Emulsion kann auf die Qualität der Mischung und damit auch auf die Qualität des Mischers geschlossen werden [5].

Besonders geeignet ist die Verwendung von Testreaktionen zur Bestimmung der Mischgüte. Eine geeignete Testreaktion muss dabei folgende Kriterien erfüllen: Die Reaktion muss ohne die Bildung zahlreicher Nebenprodukte verlaufen. Die gebildeten Produkte müssen leicht und rasch sowohl qualitativ als auch quantitativ analysiert werden können. Die Kinetik der Reaktion sollte bekannt sein, und die Reaktionsgeschwindigkeiten sollten schneller sein als der Mischvorgang. Darüber hinaus sind ausreichende Empfindlichkeit und eine gute Reproduzierbarkeit wünschenswert [6].

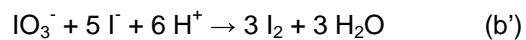
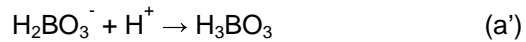
Die Verwendung von zwei konkurrierenden Parallelreaktionen hat sich als besonders geeignet erwiesen wie in den Reaktionsgleichungen (a) und (b) verallgemeinert gezeigt wird.



Dabei werden zwei um einen Reaktionspartner konkurrierende Reaktionen so gewählt, dass die eine Reaktion sehr rasch abläuft und die zweite geringfügig aber signifikant langsamer. Hintergrund für dieses Auswahlkriterium ist, dass für den Ablauf der schnellen Reaktion ein sehr gutes Mischverhalten nötig ist, da das Edukt B rasch verbraucht wird. Für den Ablauf der langsameren Reaktion (b) ist eine gute Durchmischung weniger wichtig. Damit ist ein Mischer umso besser, je weniger Produkte aus der langsameren Reaktion (b) gebildet werden.

Als Beispiel für zwei konkurrierende Reaktionen wurde in den erwähnten Mischer-Untersuchungen des Industriepartners [1, 2] die konkurrierende Diazotierung von 1-Naphthol und 2-Naphthol verwendet, welche die obigen Bedingungen erfüllt. Allerdings gibt es in diesem System zwei weniger schnelle Reaktionen, was die Auswertung erschwert. Darüber hinaus sind die verwendeten Stoffe gesundheitlich nicht unbedenklich.

Für die hier beschriebenen Untersuchungen wurde zur Charakterisierung der Mischer mit zwei parallel verlaufenden Reaktionen die bekannte Villermaux-Reaktion [6], welche zur Charakterisierung von Mischvorgängen weit verbreitet ist, ausgewählt. Die Auswahl stützt sich auf experimentelle Voruntersuchungen, die das Institut für Chemische Technik der FhG in Pfinztal im Auftrag des IMVT erfolgreich durchführte. Bei der Villermaux-Reaktion konkurrieren folgende Parallelreaktionen um Protonen ( $H^+$ ):



Reaktion (a') ist ein sehr schneller Protonenübergang. Reaktion (b') ist eine deutlich langsamere unter Bildung von Iod ablaufende Reaktion. Allerdings bleibt Reaktion (b') nicht bei den angegebenen Produkten stehen, sondern reagiert weiter mit überschüssigem Iodid zum Triiodid (Reaktion (c')), welches UV-spektroskopisch quantitativ bestimmt werden kann.



Zur Durchführung der Villermaux-Reaktion wird Kaliumiodid (KI) und Kaliumiodat ( $KIO_3$ ) in einem wässrigen Puffer aus Borsäure ( $H_3BO_3$ ) und Natriumhydroxid gelöst. Diese Lösung wird dann im Experiment mit verdünnter Schwefelsäure vermischt.

Zur quantitativen Beurteilung von Mischvorgängen bei der Villermaux-Reaktion wurde von Guichardon und Falk [7] die sog. Iodausbeute (Gleichung (1)) eingeführt.

$$Y = \frac{\frac{1}{3} \cdot (c_{I_3^-}^{Austritt} + c_{I_2}^{Austritt})}{c_{IO_3^-}^{Eingang}} \quad (1)$$

Durch die Verwendung dieser Größe ist es möglich vergleichbare, systemunabhängige und von den Ausgangskonzentrationen weitgehend unabhängige Werte zu bekommen. Je kleiner die Iodausbeute ist, desto besser ist die Mischgüte des untersuchten Mischers.

#### 4. Versuchsapparatur

Abb. Nr. 2 zeigt das Schema der Anlage, welche am IMVT zur Charakterisierung von Mikro-mischern mit der Villermaux-Reaktion verwendet wird.

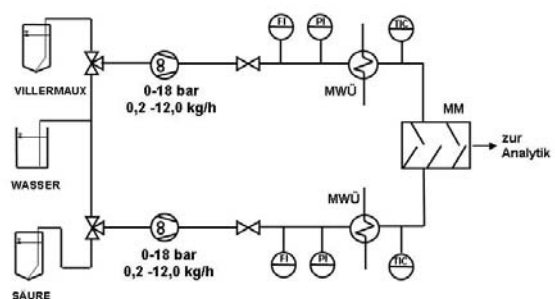


Abb. Nr. 2: Anlage zur Charakterisierung von Mikrovermissern mit der Villermaux-Reaktion (MM: Mikrovermischer, MWÜ: Mikrowärmeüberträger).

Zur Förderung der Medien werden Zahnradpumpen verwendet. Die Messung der Massenflüsse und der Mediendichte erfolgt über Corioliskraft-Durchflussmesser. Der Druckverlust wird jeweils mit Druckmessumformern bestimmt und die Temperaturkontrolle und Regelung erfolgt unmittelbar vor dem Mischer jeweils durch Mikrowärmeüberträger die mit Thermostaten verbunden sind. Zur Aufnahme der Spektren wird ein UV/VIS-Spektrometer mit Durchflussküvette verwendet. Die Durchflussküvette ist über ein Rohr mit dem Mischeraustrag verbunden.

## 5. Untersuchte Mikrovermischer und Versuchsdurchführung

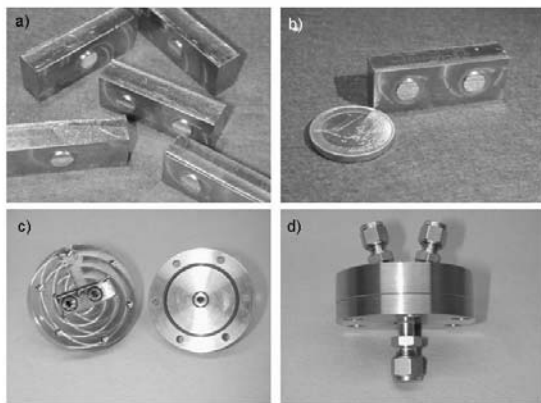


Abb. Nr. 3: Verwendete Mischereinsätze (a), Einlaufseite eines Mischereinsatzes (b), Flanschadapter geöffnet (c) und geschlossen mit Anschlüssen (d).

Für die ersten Untersuchungen wurden zunächst sechs verschiedene Mikromischereinsätze (V-Typ) gefertigt. Diese Einsätze werden in einem Flanschadapter eingebaut und können somit leicht gewechselt werden (vgl. Abb. Nr. 3). Die an der Austrittsseite der Mischeinsätze anschließende Mischkammer ist rohrförmig und hat einen Durchmesser von 7 mm.

Die Austrittsseite eines Mischereinsatzes ist in der REM-Aufnahme in Abb. Nr. 4 gezeigt. Alle Mischereinsätze sind hinsichtlich der beiden Passagen symmetrisch aufgebaut, d.h. jede Passage hat gleiche geometrische Abmessungen der Folien, Kanäle Stegbreiten sowie jeweils die gleiche Folienanzahl und damit die gleiche Gesamtzahl an Kanälen.

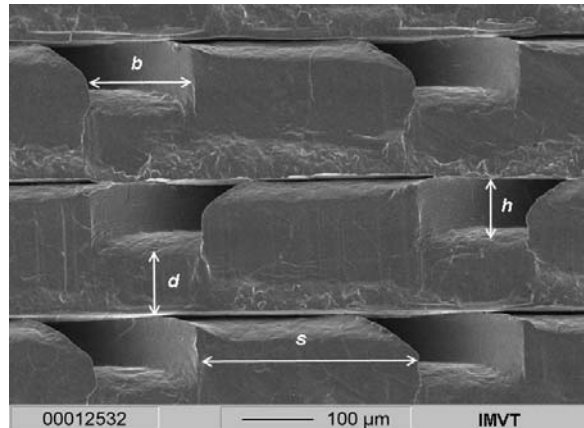


Abb. Nr. 4: REM-Aufnahme (Detail) des Mischereinsatzes 1051 (Projektion der Kanalbreite  $b$ , Kanalhöhe  $h$ , Bodendicke  $d$  und Projektion Stegbreite  $s$  der Kanäle).

In Tab. Nr. 1 sind die geometrischen Daten der verwendeten Mischereinbauten zusammengefasst.

Lfd. Nr.	$b / \mu\text{m}$	$h / \mu\text{m}$	zk	$s / \mu\text{m}$	$d / \mu\text{m}$	zf
1051	100	70	10	200	130	12
1057	100	70	10	100	130	12
1052	100	70	10	50	130	12
1057	100	70	10	100	130	12
1055	100	70	10	100	30	12
1054	100	70	10	100	130	6
1057	100	70	10	100	130	12
1056	100	70	10	100	130	24

Tab. Nr. 1: Geometrische Daten der zu untersuchenden Mischer (Kanalbreite  $b$ , Kanalhöhe  $h$ , Bodendicke  $d$  und Stegbreite  $s$  der Kanäle; Zahl der Folien  $zf$  und Zahl der Kanäle pro Folie  $zk$ ).

Bei allen sechs Mischereinsätzen wurden die Querabmessungen der Kanäle und die Anzahl der Kanäle pro Folie konstant gehalten.

Als Parameter variiert wurden die Bodendicke  $d$  der Kanäle, die Stegbreite  $s$  zwischen den Kanälen und die Anzahl der übereinander liegenden Folien  $zf$ , d.h. die Gesamtzahl der Kanäle wurde variiert.

Zur Versuchsdurchführung wurden die Durchsätze bei einer konstanten Temperatur von 20 °C variiert. Dabei wurden die Pumpen so geregelt, dass auf beiden Passagen stets ein annähernd gleicher Durchsatz erreicht wurde. Im Abstand von ca. 7 s wurden UV-Spektren aufgezeichnet und die Änderung der Extinktion bei 353 nm verfolgt. Der Druck vor den Mischereinsätzen wurde ebenfalls auf beiden Passagen erfasst, um den Druckverlust zu bestimmen.



Die in das System eingebrachte Leistung lässt sich aus dem Druckverlust  $\Delta p$ , der Dichte  $\rho$  und dem Gesamtdurchsatz  $\dot{m}$  nach Gleichung (2) berechnen:

$$P = \Delta p \cdot \frac{\dot{m}}{\rho} \quad (2)$$

## 6. Ergebnisse

In Abb. Nr. 5 ist für die Variation des Parameters Bodendicke  $d$  die Iodausbeute über dem Gesamtdurchsatz aufgetragen. Es ist zu erkennen, dass mit steigendem Durchsatz die Iodausbeute abnimmt, und somit die Mischgüte zunimmt. Die Verringerung der Bodendicke von  $130 \mu\text{m}$  auf  $30 \mu\text{m}$  führt zu einer besseren Mischgüte. Der Abstand der zu mischenden Fluidfäden nach Austritt aus dem Mischereinsatz ist in diesem Fall am geringsten und es kommt zu einer besseren Durchmischung.

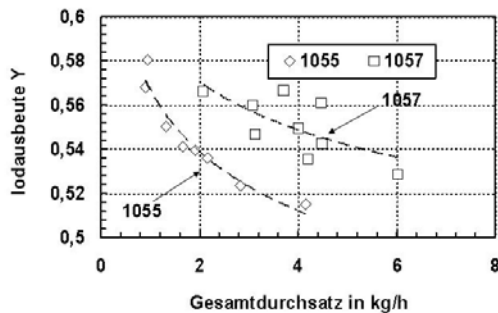


Abb. Nr. 5: Iodausbeute zur Beschreibung der Mischgüte über Gesamtdurchsatz für unterschiedliche Bodendicke  $d$  (Linien nach Kurvenanpassung mit einer Potenzreihe).

In Abb. Nr. 6 ist die Iodausbeute über der eingebrachten Leistung für die beiden unterschiedlichen Bodendicken aufgetragen. Dabei ist zu erkennen, dass bei Mischereinsatz 1057 deutlich mehr Leistung einzubringen ist, um eine dem Mischereinsatz 1055 entsprechende Mischgüte zu erreichen.

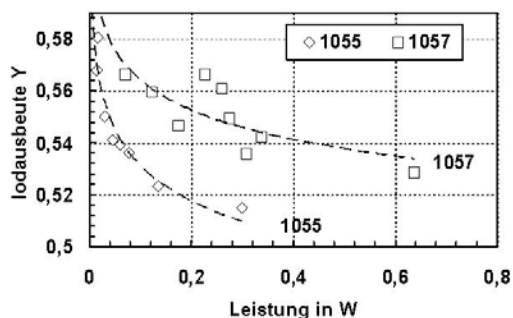


Abb. Nr. 6: Iodausbeute zur Beschreibung der Mischgüte über eingebrachte Leistung für unterschiedliche Bodendicke (Linien nach Kurvenanpassung mit einer Potenzreihe).

Die Iodausbeute in Abhängigkeit vom Gesamtdurchsatz für unterschiedliche Stegbreiten ist in Abb. Nr. 7 aufgetragen.

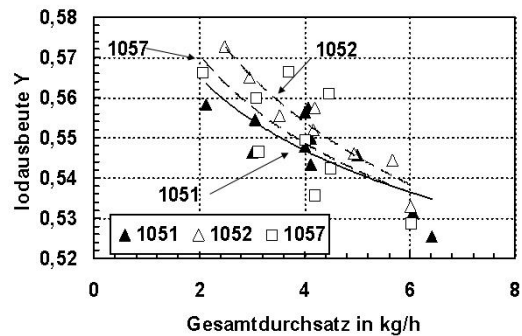


Abb. Nr. 7: Iodausbeute zur Beschreibung der Mischgüte über Gesamtdurchsatz für unterschiedliche Stegbreiten (Linien nach Kurvenanpassung mit einer Potenzreihe).

Man erkennt, dass eine Erhöhung der Stegbreite zu einer Verbesserung der Mischgüte führt. Beim Mischereinsatz mit der größten Stegbreite muss auch die geringste Leistung eingebracht werden (vgl. Abb. Nr. 8). Allerdings ist der Effekt der durch Variation der Stegbreite erzielt wird bei weitem nicht so groß wie durch Variation der Bodendicke.

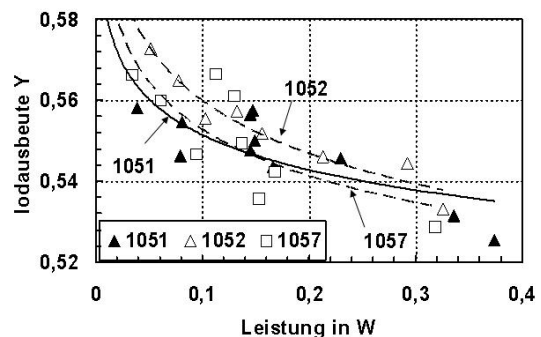


Abb. Nr. 8: Iodausbeute zur Beschreibung der Mischgüte über die eingebrachte Leistung für unterschiedliche Stegbreiten (Linien nach Kurvenanpassung mit einer Potenzreihe).

Die Ergebnisse der Variation der Folienanzahl bzw. der Gesamtzahl der Kanäle ist in Abb. Nr. 9 gezeigt. Man erkennt, dass der Mischereinsatz 1054 mit niedriger Kanalzahl (60) deutlich besser mischt als der Mischereinsatz 1056 mit hoher Kanalzahl (240). In Abb. Nr. 10 ist die Iodausbeute über der eingebrachten Leistung für unterschiedliche Kanalzahlen aufgetragen.

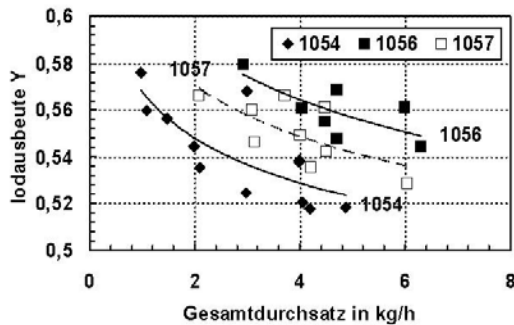


Abb. Nr. 9: Iodausbeute zur Beschreibung der Mischgüte über Gesamtdurchsatz für unterschiedliche Kanalzahlen (Linien nach Kurvenanpassung mit einer Potenzreihe).

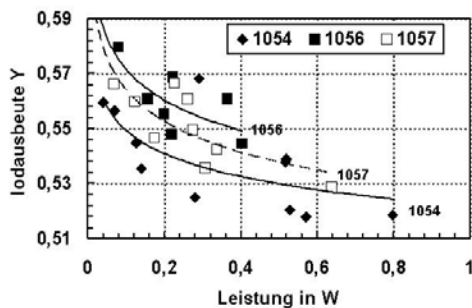


Abb. Nr. 10: Iodausbeute zur Beschreibung der Mischgüte über die eingebrachte Leistung für unterschiedliche Kanalzahlen (Linien nach Kurvenanpassung mit einer Potenzreihe).

## 6.1 Diskussion

Bei der Verwendung der vorgestellten Charakterisierungsmethode wird deutlich, dass mit zunehmenden Massenströmen die Mischgüte in den Mischereinsätzen zunimmt. Der Einfluss der Mischergeometrie auf die Mischgüte lässt sich aufgrund der ersten Messergebnisse folgendermaßen zusammenfassen:

Eine Verringerung der Bodendicke führt zu einer Verringerung des Abstandes der zu mischenden Strömungsfäden aus den beiden Fluidpassagen, und somit wie zu erwarten war zu einer Verbesserung der Mischgüte.

Eine Verringerung der Stegbreite führt zu einer Verringerung des Abstandes der Strömungsfäden einer Fluidpassage. Unter Umständen kommt es deswegen zur Bildung von breiteren

Strömungsbändern, und somit zu einer Verschlechterung der Mischgüte.

Eine Verringerung der Anzahl der Mikrokanäle (Zahl der Kanalfolien) führt, bei gleichem Massenstrom, zu einer Erhöhung des Durchsatzes im Einzelkanal. Somit wird bei Mischereinsätzen mit kleinerer Kanalzahl bei gleichen Gesamtdurchsätzen eine deutlich größere Mischgüte beobachtet als bei Mischereinsätzen mit größerer Kanalzahl. Bei den Mischereinsätzen mit kleinerer Anzahl von Mikrokanälen, muss auch weniger Leistung eingebracht werden als bei den Mischereinsätzen mit hoher Kanalzahl, um eine vergleichbare Mischgüte zu erhalten.

Es ist zu beachten, dass bei der Villermaux-Reaktion die Mischgüte in Form einer Momentaufnahme des ersten Zusammentreffens der Strömungsfäden wiedergibt, da einmal gebildete Reaktionsprodukte praktisch nicht zurückreagieren. D.h., Nach- oder Wiedervermischungseffekte wie sie bei komplexer aufgebauten Mischern oder bei Veränderung der Mischkammer auftreten werden nicht erfasst. Nur Totraumeffekte machen sich bemerkbar.

## 7. Numerische Simulation

Zur Bestimmung der Konzentrationsverteilung im Mischraum eines Mischerebauteils, aus der unmittelbar die Mischgüte ermittelt werden kann, werden bei einer numerischen Simulation die Transportgleichungen für Masse, Impuls und den zu mischenden Substanzen gelöst. Es ist nicht notwendig, zusätzlich den Mechanismus einer chemischen Reaktion, wie z.B. die Villermaux-Reaktion, in die Rechnung mit einzubinden.

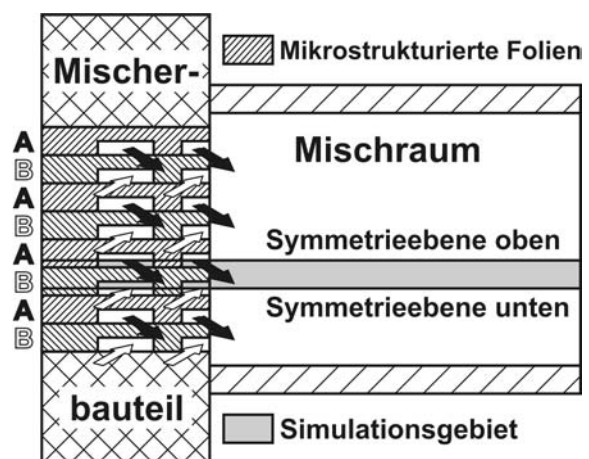


Abb. Nr. 11: Schematische Darstellung eines Längsschnittes durch einen V-Mischer mit Simulationsgebiet.

Um einen ersten Einblick für die Strömungsverhältnisse im Mischraum von V-Mischern zu erhalten, wurden für die Mischerbauteile 1055 und 1057 numerische Berechnungen durchgeführt. Die dabei betrachteten Simulationsgebiete beschränkten sich auf einen Ausschnitt der Mischer (vgl. Abb. Nr. 11 und Abb. Nr. 12). Dieser Ausschnitt ist auf ein Folienpaar des Mixers reduziert. Seine Breite entspricht dem Durchmesser des zylinderförmigen Mischbereichs und ist oben und unten durch Symmetrieebenen begrenzt.

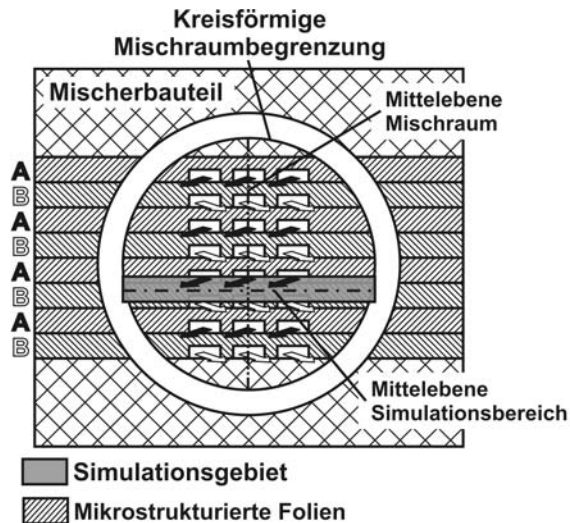


Abb. Nr. 12: Schematische Darstellung einer Aufsicht auf die Austrittsgeometrie eines V-Mischers.

Die Reduzierung des Strömungsgebietes auf den in den Simulationen betrachteten Bereich basiert auf der Annahme, dass die Strömung bezüglich der Kanalmitten beider Folien symmetrisch ist und sich für jedes Folienpaar wiederholt. Diese Annahme ist dann gerechtfertigt, wenn der Mischraum quaderförmig ist, seine Höhe der Höhe Austrittsquerschnitts entspricht und genügend Folienpaare vorhanden sind, so dass der Einfluss der unteren und oberen Wand auf den Mischraum in erster Näherung vernachlässigt werden kann. Diese Forderungen sind bei den zwei betrachteten Mischerbauteilen nicht erfüllt, da hier der Mischraum zylinderförmig ist. Es ist also nicht zu erwarten, dass die Ergebnisse der numerischen Simulationen die Strömungen und damit die Mischvorgänge im Mischraum der beiden Mischer korrekt wiedergeben.

Der geringste Einfluss der angenommenen Mischraumgeometrie auf den Strömungsverlauf im Mischraum dürfte im Ausströmbereich der Mikrokanäle liegen. Da aber gerade dieser Bereich einen starken Einfluss auf den Mischvorgang hat, wie die folgenden Ergebnisse noch zeigen werden, können die Simulationsergebnisse doch noch einen recht guten Einblick in die

Strömungs- und Mischverhältnisse in den Bauteilen 1055 und 1057 vermitteln.

Die bei der Villermaux-Reaktion eingesetzten Edukte entsprechen stark verdünnten wässrigen Lösungen, so dass bei den numerischen Berechnungen die physikalischen Eigenschaften von Wasser für die beiden zu mischenden Substanzen eingesetzt wurden.

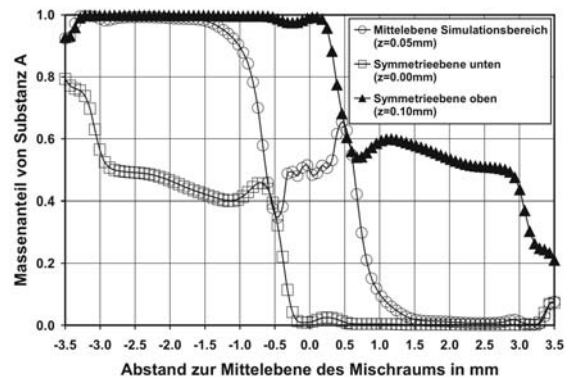


Abb. Nr. 13: Massenanteile der Substanz A (0,5 für ideal durchmischt) in den beiden Symmetrieebenen und der mittleren Ebene des Simulationsbereiches im Abstand von 1,5 mm zur Austrittsebene der Mikrokanäle des Mischertyps 1055 bei einem Massendurchsatz von 2 kg/h pro Passage.

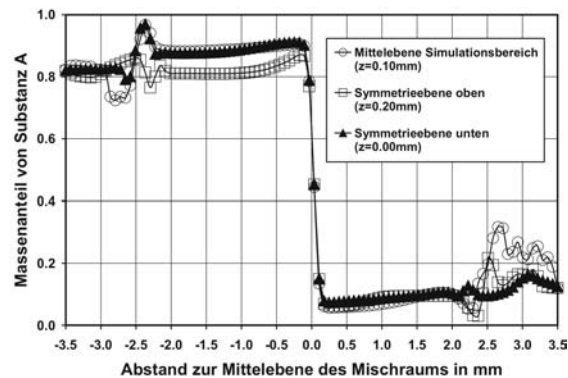


Abb. Nr. 14: Massenanteile der Substanz A (0,5 für ideal durchmischt) in den beiden Symmetrieebenen und der mittleren Ebene des Simulationsbereiches im Abstand von 1,5 mm zur Austrittsebene der Mikrokanäle des Mischertyps 1057 bei einem Massendurchsatz von 2 kg/h pro Passage.

Abb. Nr. 13 und Abb. Nr. 14 zeigen die Massenanteile der Substanz A in den beiden Symmetrieebenen und der mittleren Ebene des Simulationsbereiches im Abstand von 1,5 mm zur Austrittsebene der Mikrokanäle bei einem Massen-

durchsatz von 2 kg/h pro Passage für die Mischerbauteile 1055 und 1057. Beiden Mischertypen gemein ist, dass sich entsprechend der Austrittsrichtung der Mikrokanäle Zonen ausbilden, in denen die jeweilige Substanz im Überschuss vorhanden ist. Die Übergangsbereiche zwischen diesen Zonen und deren Verlauf im Mischerraum unterscheiden sich jedoch deutlich für die beiden Bauteile. Für den Mischer 1057 (Abb. 14) ist der Übergangsbereich sehr schmal und befindet sich nahezu in der Mitte der drei Ebenen. Beim Mischerbauteil 1055 (Abb. 13) hingegen, ist ein relativ breiter Übergangsbereich für alle drei Ebenen mit sehr guter Vermischung zu erkennen.

Da sich diese beiden Mischertypen nur in der Höhe des Folienbodens unterscheiden, machen die Ergebnisse der numerischen Simulationen den starken Einfluss des Abstands der austretenden Mikrokanäle zueinander auf das Mischverhalten des Bauteils klar und können somit in Zukunft eine wertvolle Hilfe bei der Mischraumoptimierung mikrostrukturierte Mischerbauteile sein.

## 8. Zusammenfassung und Ausblick

Sechs verschiedene V-Mikrovermischer sind mit Hilfe der Villermaux-Reaktion hinsichtlich ihrer Mischgüte untersucht worden.

Nach ersten Ergebnissen zu urteilen, wird mit kleinerer Bodendicke der Mikrokanäle die Mischgüte besser. Große Stegbreiten auf den strukturierten Folien üben ebenfalls einen positiven Effekt auf die Mischgüte aus. Mischereinsätze mit geringerer Kanalzahl zeigen bei gleichem Gesamtdurchsatz bzw. Leistungseintrag eine deutlich bessere Mischgüte als Mischereinsätze mit hoher Kanalzahl.

Erste Ergebnisse aus der numerischen Simulation der Strömungsverhältnisse tragen zum Verständnis des Mischverhaltens bei, sind aber noch nicht direkt mit den Ergebnissen aus den experimentellen Charakterisierungsmethoden vergleichbar.

Ausgehend von den erhaltenen Ergebnissen wird die Apparatur zur Durchführung der Villermaux-Reaktion optimiert, um genauere Meßwerte zu erhalten. Darüber hinaus werden weitere Mischereinsätze konstruiert und charakterisiert, um die jetzt erhaltenen Ergebnisse zu bestätigen und zu verbessern.

## Literatur

- [1] Schubert, K., Bier, W., Linder, G., Seidel, D., Menzel, T., Koglin, B., Preisigke, H.-J., „Verfahren und Vorrichtung zur Durchführung chemischer Reaktionen mittels Mikrostruktur-Mischung“, PCT WO 95/30476 (16.11.1995) Forschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe und Bayer AG, Leverkusen.
- [2] S.A. Ehlers, „Einsatzpotentiale von Mikrostrukturmischern“, Dissertation, Universität Köln 1998.
- [3] K.Schubert, „Entwicklung von Mikrostrukturapparaten für Anwendungen in der chemischen und thermischen Verfahrenstechnik“, Wissenschaftlicher Bericht zum 3. Statuskolloquium des Projektes Mikrosystemtechnik, April 1998, Forschungszentrum Karlsruhe (FZKA 6080), S. 53.
- [4] C.André, „Développement d'une méthode de mesure de fluctuations de concentration par spectroscopie de fluorescence à hautes résolutions spatiale et temporelle“. Dissertation, Institut National Polytechnique de Lorraine, Nancy, 1991.
- [5] M. Stang, „Zerkleinern und Stabilisieren von Tropfen beim mechanischen Emulgieren“, Fortschr.- Ber. VDI Reihe 3 Nr. 527. VDI-Verlag, Düsseldorf, 1998
- [6] M.-C. Fournier, L. Falk, und J. Villermaux, „A new parallel competing reaction system for assessing micromixing efficiency - experimental approach“, Chem. Eng. Sci. **51** (1996) 5053.
- [7] P. Guichardon und L. Falk, „Characterisation of micromixing efficiency by the iodide-iodate reaction system. Part I: experimental procedure“, Chem. Eng. Sci. **55** (2000) 4233.



**Wissenschaftliche Schwerpunkte III:**

**"Systemintegration und Simulation /  
Modellierung"**



# Von der Mikrokomponente zum System - Handhabung, Maschinen und Prozesse

Hartmut Gemmeke, Thomas Blank <sup>1)</sup>, Ulrich Gengenbach <sup>2)</sup>

<sup>1)</sup> Institut für Prozessdatenverarbeitung und Elektronik

<sup>2)</sup> Institut für Angewandte Informatik

## Zusammenfassung

Hybride Mikrosysteme enthalten ein hohes Potenzial für innovative Entwicklungen. Einerseits ist man viel freier in der Auswahl der Materialien und kann so ökonomische Lösungen realisieren, zum anderen kann man die Materialien auf die charakteristischen Anforderungen der Aufgabe zuschneiden. Man hat allerdings noch nicht so eingeführte Prozesse und Geräte zur Fertigung und Montage zur Verfügung wie in der Halbleiter orientierten Mikrosystemtechnik. Trotzdem möchte man bereits jetzt in der Frühphase der hybriden Mikrosystemtechnik vom Demonstrator bis zur Klein- und Großserie zu konkurrenzfähigen Technologien kommen. Anhand einiger Beispiele für Prozesse und Systeme in der Hybridtechnik aus dem Institut für Prozessdatenverarbeitung und Elektronik (IPE) und Handhabungstechniken und Maschinen zur Montage aus dem Institut für Angewandte Informatik (IAI) werden hier Lösungswege aufgezeigt.

## 1. Einleitung

Die wesentlichen Probleme im Aufbau von hybriden Mikrosystemen liegen darin, dass ihr Aufbau häufig noch auf manueller Arbeit beruht, die automatische Fertigung zwar möglich wäre, aber die standardisierten Werkzeuge und die Standards für die Schnittstellen zwischen den Komponenten fehlen. Damit ist ein schneller Rückfluss von Investitionen in Gerätetechnik für die automatische Fertigung nicht möglich. Zudem ist ein Design für die manuelle Fertigung oft ungeeignet für die automatische Fertigung. Daraus folgt, dass das Design der Mikrosysteme standardisierte Montagemethoden berücksichtigen sollte und die Montage-Geräte für die hybride Aufbauweise modular aufgebaut sein sollten.

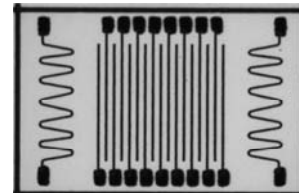
Zunächst soll hier an einigen Beispielen das automatengerechte Design (IPE) gezeigt werden und dann, wie man anhand von neuen Standards und Geräten (IAI) zu einem modularen Montagekonzept kommt.

## 2. Hybride Prozesse und Montagethoden im IPE

Im IPE orientieren wir uns an der Aufbau- und Verbindungstechnik (AVT) wie sie in der Dickfilm-Hybridtechnik und der Surface-Mount-Technologie (SMT) gebräuchlich ist. Für neue Aufgaben und Aufbautechniken (nicht nur) in der Mikrosystemtechnik versuchen wir das Design der Mikrosysteme und die Prozesse in den Automaten bzw. die Automaten selbst zu modifizieren,

so dass wir die Randbedingungen der Aufgaben erfüllen können.

## 2.1 Entwicklung hybrider Strukturen auf Keramiks substraten mit photosensitiven Pasten



*Bild 1: Feld von 50 µm Pt-Fühlern in 80 µm Abstand auf dem Keramiks substrat zwischen 2 Pt-Heizmäandern. Die Gold-Bond-Pads (100 µm) sind mit klassischem Siebdruck hergestellt.*

Mit photosensitiven Pasten lassen sich inzwischen auf Keramiks substraten, bzw. Glas sehr feine Leiterstrukturen bis herunter zu 10 µm, mit Hilfe von Photoplottern herstellen. Diese Techniken haben wir z.B. verwendet, um mit platinhaltigen photosensitiven Dickfilmpasten Pt-Temperaturfühler und Heizmäandern auf Kermik-Substraten aufzubringen, siehe Abb.1. Es gelang damit, homogene Heizungsstrukturen mit Widerstandsschwankungen kleiner als 5 % zu fertigen. Die Mäanderstruktur hat dabei eine Breite von 50 µm und eine Abmessung von 2 x 2,25 mm<sup>2</sup>. Für den Einbrand wird ein Sinterofen



mit Trocken- und Einbrandzone verwendet, der in unserer Klasse – 10000 - Reinraum installiert ist.

Dieser in IPE entwickelte hybride Prozess war ein wichtiger Fortschritt, um im ELMINA-Projekt für elektronische „Nasen“ mit Metall-Oxyd Sensorfeldern die Leistungsaufnahme von 3 auf 1 W abzusenken und die Genauigkeit der Temperaturkontrolle auf dem Chip auf Werte  $< 0,5\%$  zu verbessern. Die Qualität der Fertigung wird optisch und elektrisch mit einem SPEA Flying Needle Prober kontrolliert. Insgesamt ist dieser hybride Fertigungsprozess preiswert und lässt weitere Leistungseinsparungen zu, anders als der bisher genutzte Si-Prozess.

Darüber hinaus kann man mit diesen photosensitiven Pasten auch auf Keramiken Leiterbahnbreiten von ca.  $20\ \mu\text{m}$  realisieren, wie sie z.B. für Wellenleiter von 50 Ohm über einem Dielektrikum mit  $\epsilon = 8$  nur auf Si-Substraten möglich waren.

## 2.2 Hybride Ultraschallsensoren

Für die medizinische Bildgebung mit Ultraschall [1] und die zerstörungsfreie Prüfung von Pipeli-

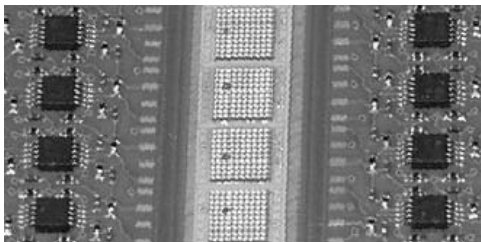


Bild 2: Feld von 16 Ultraschall-Empfängern und 4 Sendern. Die Sensoren sind direkt mit der Ansteuerelektronik über Bond- und Klebetechniken verbunden.

newänden werden Felder von Ultraschallsensoren eingesetzt. Die dazu auf dem Markt verfügbaren Sensoren sind sehr teuer. Das ist im Falle der Ultraschall-Computertomographie ein Killer-Argument, da 100 und mehr Sensorfelder mit insgesamt mehreren 1000 Einzelsensoren notwendig sind. Wir hatten auf Grund unserer Erfahrung mit den automatischen Fertigungseinrichtungen in unserem Hybridlabor einige Ideen für die preiswerte Strukturierung und Bondtechnik von Ultraschall-Sensorfeldern, die wir im Rahmen einer Diplomarbeit realisiert haben, siehe Abb.2. Die Daten für eine erste Kleinserie von 100 Sensorfeldern zeigen eine gleich bleibende Qualität mit einer Varianz der Resonanzparameter von lediglich  $2\%$  ( $\nu_r = 2.8\ \text{MHz}$  und Bandbreite  $50\%$ ). Die Einzelsensoren haben eine Fläche von  $1,4 \cdot 1,4\ \text{mm}^2$  und eine Abstrahlkeule von  $37^\circ$  Öffnungswinkel bei  $12\ \text{dB}$  Abfall.

## 2.3 Integration funktioneller Schichten in Leiterplatten

Funktionelle Schichten, die in Leiterplatten integriert werden, bestehen überwiegend aus Innenlagen, die passive Komponenten wie Widerstände oder Kondensatoren aufnehmen.

### 2.3.1 Integration passiver Elemente

Treibende Kraft der Integration von Widerständen und Kondensatoren in die Leiterplatte ist die Erhöhung der Packungsdichte auf der Leiterplatte, um die Baugröße der Systeme zu verkleinern.

Widerstände werden zumeist aus leitfähigen kohlenstoffhaltigen Polymeren im Siebdruck auf die Leiterplatte aufgebracht [2], aber auch Chrom-Nickel Lagen, die durch Ätzen strukturiert werden, werden in der Literatur als gängige Technologien angeführt.

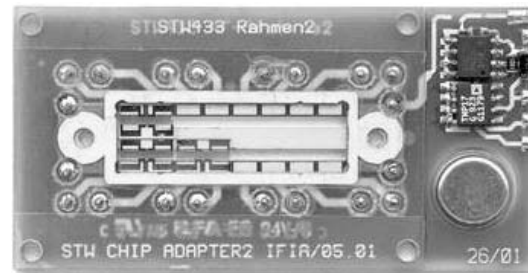


Bild 3: Leiterplatte mit integrierten fluidischen Kanälen entwickelt im Rahmen des ELMINA Projektes

### 2.3.2 Integration von aktiven Bauteilen

Mit der Verfügbarkeit von sehr dünnen integrierten Schaltkreisen (ICs), die vornehmlich in Chip Karten (z.B. Kreditkarten) eingesetzt werden, begannen auch Untersuchungen, aktive Bauteile in die Leiterplatte zu integrieren. Das Fraunhofer-Institut für Zuverlässigkeit und Mikrointegration (IZM) arbeitet seit etwa zwei Jahren daran, sehr dünne Siliziumkomponenten mit einer Dicke von etwa  $50\ \mu\text{m}$  in die Leiterplatte einzubringen.

### 2.3.3 Integration fluidischer Elemente

Funktionelle sensorische Schichten oder Elemente haben bisher keinen nennenswerten Einzug in die Leiterplattentechnik gefunden. Vereinzelt werden fluidische Gaskanäle in die Leiterplatte [3] integriert (siehe Abb.3) oder Kühlkanäle in wassergekühlte Leiterplatten [4] eingearbeitet.

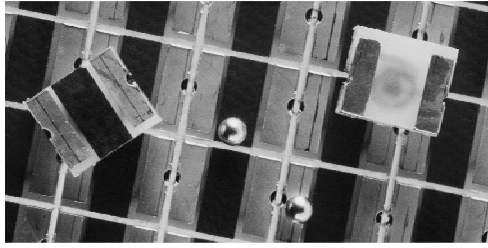


Bild 4: Eine Mikro-Kugel in einer Leiterplatte dient als Vibrationssensor ( $1,5 \cdot 2 \cdot 3 \text{ mm}^3$ ).

### 2.3.4 Integration mechanischer Elemente (Vibrationssensor)

In einem weiteren Beitrag zu diesem Statuskolloquium [5] wird die in IPE entwickelte neuartige Aufbautechnik (siehe Abb. 4) für Mikro-Vibrationsschalter in Leiterplattentechnik beschrieben. Dazu musste die übliche Klebtechnik der Leiterplatten weiter entwickelt werden und durch Zusatzprozessierungsschritte ergänzt werden. Eine wichtige Aufgabe ist dabei, wie man die nötige Präzision für die Herstellung als Mikro-Bauteil in der Massenproduktion ( $>10^6$  Stück/a) gewährleistet.

### 2.3.5 Integration optischer Verbindungen in Leiterplatten

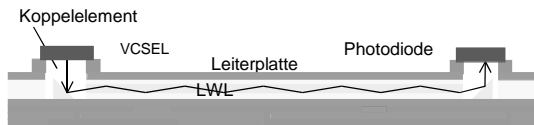


Bild 5: Schematische Darstellung einer optischen Kommunikationsstrecke in einer Leiterplatte von VCSEL über Koppelement, Lichtwellenleiter in der Leiterplatte und Koppelement zur Photodiode.

In Zukunft werden für die Anwendung insbesondere in der Kommunikationstechnik neben Einzelkomponenten verstärkt komplette optische Mikrosysteme zu entwickeln sein, bei denen die Mikrooptik nur einen Teil des Gesamtsystems darstellt. Das IPE hat Anwendungen, die ohne eine serielle Kommunikationstechnik im GHz-Bereich nicht mehr auskommen. Aus diesem Grund befassen wir uns mit der hybriden Integration von elektronischen und mikrooptischen Funktionseinheiten sowie der mikrooptischen Verbindungstechnik in und auf Leiterplatten, siehe Abb. 5. Für die erforderliche Kommunikation (Steuerung, Signalraten) des optischen Systems mit seiner Umgebung, die i.a. über die Mikroelektronik erfolgt, ist eine Standardisierung von mikrooptischen Schnittstellen ein wichtiges Thema, zu dem ebenfalls am FZKA Lösungen entwickelt werden. Unter dem Systemaspekt

steht nicht zuletzt auch die Frage nach der Zuverlässigkeit und Lebensdauer von mikrooptischen Elementen. Die erforderlichen Kompetenzen in der Polymertechnik von der Materialforschung hin zu der Mikrostrukturtechnik sind im Forschungszentrum Karlsruhe vorhanden, siehe z.B. Posterbeitrag 23 [7]. Dieses Aufgabengebiet ist der mehr visionäre Anteil unseres Arbeitsgebiets und es sollen hier nur die Aufgaben dargestellt werden, die wir in den nächsten 5 Jahren anpacken müssen:

- Untersuchung und Auswahl von Verfahren zur Integration von Wellenleitern auf/in Leiterplatten.
- Entwicklung geeigneter Verfahren zur Strukturierung der Koppelflächen.
- SMT-Prozesse für die el.-opt. Leiterplatte (Bestückung, Lötprozess, Materialien).
- Mikrooptische (LIGA-) Bauteile zur Kopplung zwischen Sendeelementen und Empfangselementen.
- Passive Montage mittels Justagestrukturen und Integration in die Leiterplatte.

Ähnliche oder auch komplementäre Arbeiten existieren am IMTEK in Freiburg, mit dem eine enge Vernetzung zurzeit beantragt wird. Mit dem Fraunhofer Institut IZM in Berlin und auf Teilgebieten mit der UNI Dortmund suchen wir die Zusammenarbeit. Der Arbeitskreis „Informationstechnik für Mikrosysteme“ GMM 4.7 der VDE/VDI sieht in diesem Arbeitsgebiet ein wichtiges Ziel, das Teil unserer Zukunftsagenda ist.

## 2.4 AVT und Systemtechnik in der Mikrooptik

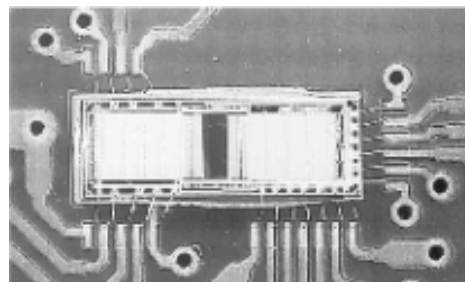
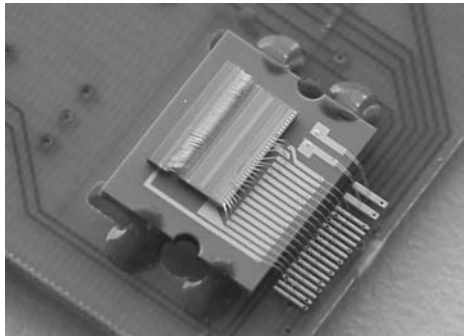


Bild 6: Photodiodenzeile zum Auslesen des visuellen LIGA-Mikrospektrometers. Der Baustein liefert ein mit 16 Bit digitalisiertes Spektrum der Intensitätsverteilung über 64 (192)  $21,5 \mu\text{m}$  breite Pixel.

Weit über die im letzten Kapitel beschriebenen Aufgaben der Kommunikationstechnik hinaus gibt es Aufgaben und Beispiele in IPE, die für die Mikrooptik innovative Aufbau- und Verbindungs-

techniken benötigen, und damit neue Anwendungsfelder erschließen.

Für das optimierte Auslesen des im FZKA entwickelten Mikro-Spektrometers wurde ein Photo-ASIC entwickelt, siehe Abb.6 und Beitrag zu diesem Statuskolloquium [6]. Damit wird es möglich die Dimensionen der Mikroelektronik auf die der Sensorik zu schrumpfen und neue Anwendungsgebiete, z.B. Einsteckkarten für den Computer oder verteilte optische Systeme mit direkter Kopplung zur optischen Signalquelle zu produzieren.



*Bild 7: Bondtechnik für die Photodiodenzeile zur Auslese des LIGA-Mikro-Spektrometers im nahen Infrarot (NIR), man beachte den großen Höhenunterschied bei den Bonds rechts.*

## 2.5 Verbesserung der Draht-Bondtechnik

Schließlich kommen wir hier zu einem Beispiel, wo wir durch Modifikation der Bond-Technik in einem Draht-Bondautomaten die Eignung eines Standardverfahrens für die Mikrosystemtechnik verbessern konnten. Die Ansterelektronik des Bondkopfes konnte bisher unterschiedliche Bondsituationen (Gold- oder z.B. Aluminium-Draht mit den dazugehörigen Wedges) nicht erfassen. Wir haben eine neue Ansteuerung entwickelt, die die Impedanz des Wedges misst und somit erlaubt, die Qualität der Bondansteuerung zu kontrollieren. Eine automatische Korrektur ist in Erprobung. Wir haben zwei Anwendungen, die eine besonders diffizile Bondsituation aufweisen, da man sehr dünne Drähte über sehr unterschiedliche Höhen bonden muss. Das gilt für die Photodioden-Zeilen des FZKA-Mikro-Spektrometers (siehe Abb. 7) und für den Übergangs-Strahlungs-Detektor des CERN-Experimentes ALICE.

## 2.6 Zusammenfassung

Die Anpassung des Designs der Mikrosysteme an die Möglichkeiten der Hybridtechnik bzw. der Bondautomaten und Bestückungsroboter hat zu einer rationelleren Fertigung und deutlichen Erhöhung der Packungsdichte geführt, wie die Beispiele Mikrospektrometer, Vibrationssensor

und elektronische Nasen zeigen. Zum Teil waren auch Anpassungen der Roboter an die komplexen Aufbau- und Verbindungsprobleme notwendig. Für die zukünftigen Arbeiten zur Mikrooptik sind höhere Genauigkeiten und verbesserte Standards sowie modulare Bestückungsautomaten unabdingbar.

## 3. Modulare Gerätetechnik für die Mikro-montage im IAI

Nachdem bei der Produktgestaltung alle Maßnahmen getroffen wurden, um den Montageprozess zu erleichtern, stellt sich die Frage, mit welchen Maßnahmen lässt sich die Gerätetechnik so wirtschaftlich wie möglich gestalten. Diese Frage gewinnt insbesondere im Hinblick auf die oft geringen Stückzahlen der hybriden Mikrosystemtechnik an Bedeutung. Im Unterschied zu monolithisch aufgebauten Mikrosystemen, wie die oben genannten Vibrationssensoren, die nun bald in Millionenstückzahlen produziert werden, werden hybride Mikrosysteme oft nur in Stückzahlen von einigen 1000 oder 10000 Stück/Jahr produziert. Investitionen in die Automatisierung der Montage können bei diesen geringen Stückzahlen oft nicht mit einem Produkt allein amortisiert werden. Daher ist ein hoher Wiederverwendungsgrad des Fertigungsequipments notwendig, um die Amortisation zumindest über mehrere Produktgenerationen, wenn nicht sogar über verschiedene Produkte verteilen zu können. Die Flexibilität und damit die Wiederverwendbarkeit einer Montagemaschine hängen in der Mikrosystemtechnik genauso wie in der Makrotechnik im Wesentlichen von drei Faktoren ab:

- Teilezuführung
- Greif- und Fügwerkzeuge
- Steuerungssoftware

Die Steuerungssoftware auf eine neue Montageaufgabe anzupassen ist im Allgemeinen eine überschaubare Aufgabe, wenn die Programmiersprache strukturiert und modular aufgebaut und die Bedienerschnittstelle benutzerfreundlich ist. Schwerer wiegen die hardware-orientierten Faktoren.

### 3.1 Standardisierte Teilezuführung

Viele Montageautomaten sind mit teilespezifischen Bauteilzuführungen in Form von maßgeschneiderten Werkstückträgern, Förderbändern oder Magazinen versehen. Ein Grund dafür ist sicher in der großen Teile- und Materialvielfalt der Mikrosystemtechnik zu sehen. Im Unterschied zur Mikroelektronik gibt es mit wenigen Ausnahmen (wie z.B. Match-X) keine Standardisierung von Bauformen oder Geometrien. Daher ist die Umrüstung einer Montagemaschine ein erheblicher Arbeits- und Kostenaufwand. Um

dieses Situation zu verbessern wurde vom DIN NAFuO AA F3 „Fertigungsmittel für Mikrosysteme“ einen Werkstückträgerstandard ausgearbeitet, der die äußeren Abmessungen und den umlaufenden Rand eines Werkstückträgers definiert, die Innenfläche jedoch für eine teilespezifische Belegung mit Taschen, Spannvorrichtungen o.ä. frei lässt [9]. Abb. 8 zeigt die Definition dieses Formats, das in Größen von 1“ bis 12“ spezifiziert ist. Es orientiert sich an Glasmasken und Chiptrays der Halbleiterindustrie und ist daher mit der dort vorhandenen Infrastruktur wie Reinraumtransportbehälter und Handhabungsgeräte kompatibel. Die Festlegung des Rands bietet eine einheitliche Schnittstelle für Spannmittel, Greif- und Transportsysteme. Weiterhin ist der Rand mit einer Zentrierkerbe, sowie einer Fläche zur Anbringung einer Kennzeichnung versehen.

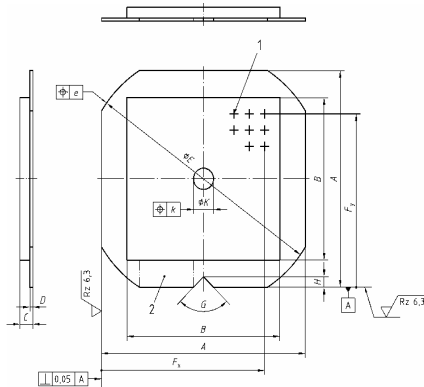


Abb. 8: Definition des standardisierten Werkstückträgerformats (Quelle: DIN 32561)

Dieses Format wurde bereits für verschiedene Mikromontageanwendungen, wie z.B. für die Montage von mikrofluidischen Analysesystemen oder die Montage des mikrooptischen Duplexers eingesetzt. Für die Zuführung der Linsen, der mikrooptischen Bank und der elektronisch-optischen Platine des oben beschriebenen mikrooptischen Abstandensensors werden 2“-Werkstückträger eingesetzt.

### 3.2 Standardisierte Endeffektorschnittstelle

Die einfache Austauschbarkeit der Greif- und Fügwerkzeuge ist neben der Bauteilzuführung die zweite flexibilitätsbestimmende Größe eines Mikromontagesystems. Während in der makroskopischen Montage Greiferwechselschnittstellen für Roboter etabliert sind, dominierten in der Mikromontage bisher proprietäre Lösungen, da die makroskopischen Lösungen nicht für die Mikromontage anwendbar waren.

Dadurch war die Austauschbarkeit von Greif- oder Fügwerkzeugen verschiedener Hersteller bisher nicht gegeben. Im Rahmen des BMBF-

Verbundprojektes „Greiferbaukasten“ wurde ein Konzept für eine solche Endeffektorschnittstelle entwickelt, realisiert und in den oben genannten DIN-Arbeitskreis als Normvorschlag eingebracht. Neben ihren geringen Abmessungen zeichnet sich die Schnittstelle durch ein zentrale Durchführung aus, die es erlaubt, den Montageprozess zu beobachten. Dies ist eine häufige Anforderung in der Mikromontage, insbesondere wenn es sich um die Montage mikrooptischer Komponenten handelt.

Der Normentwurf E DIN 32565 spezifiziert die Schnittstelle auf vier Ebenen [10]:

- Ebene 1: Geometrie der mechanischen Ankopplung
- Ebene 2: Lage, Größe und Form der Durchführungen
- Ebene 3: Standardbelegung der Durchführungen mit elektrischen und fluidischen Koppellementen
- Ebene 4: Technische Spezifikation der Koppellemente

Die Ebenen bauen aufeinander auf und legen die Schnittstelle mit zunehmendem Detaillierungsgrad fest. Im Normentwurf sind fünf Nenngrößen entsprechend dem Außendurchmesser von 15 – 35 mm festgelegt, wobei Nenngröße 20 und 30 Vorzugsgrößen sind. Je nach Nenngröße bietet die Schnittstelle 4 bis 15 Durchführungen für fluidische und elektrische Verbindungen. Der Normentwurf definiert lediglich die Werkzeugseite der Schnittstelle, den so genannten Adapter.



Abb. 9: Greiferwechselschnittstelle in Nenngröße 20 und 30 (Quelle: Fa. Schunk)

Die so genannte Kopfplatte, die maschinenseitig angebracht wird und den Verriegelungsmechanismus trägt, ist nicht genormt. Fa. Schunk Spann- und Greifsysteme GmbH Co. KG hat dieses Schnittstellenkonzept in ein Produkt umgesetzt. Damit stehen nun Endeffektorschnittstellen in den Nenngrößen 20 und 30 für manuelle und automatische Verriegelung zur Verfügung (Abb. 9).

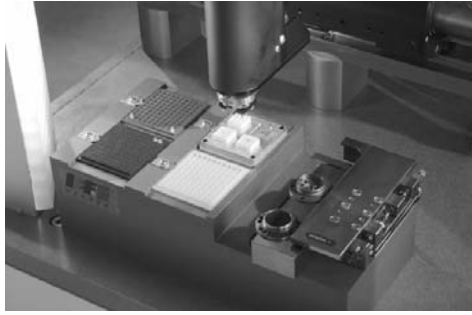


Abb. 10: Montagemaschine mit standardisierten Schnittstellen (Quelle: Fa. IEF-Werner)

Beide Konzepte, die modulare Teilezuführung auf Basis standardisierter Werkstückträger und die standardisierter Greiferschnittstelle wurden in eine Montagemaschine von Fa. IEF-Werner integriert und auf der MOTEK 2003 in Sinsheim der Öffentlichkeit präsentiert. Abb. 10 zeigt den Arbeitsraum der dreiaxigen Montagemaschine. Rechts im Vordergrund ist das Werkzeugmagazin

### Literatur

- [1] Stotzka, R.; Göbel, G; Müller, T; Schlote-Holubek, K; Neue Ultraschalltechnik für einen Computertomografen, 5. Statuskolloquium der Mikrosystemtechnik, FZKA-Bericht 6990, Poster 9
- [2] Klause, M.; „Widerstandsdruck – Eine Technologie für hochwertige Leiterplatten“, Firmenschrift der Firma hmp HEIDENHAIN-MICROPRINT GmbH, 2002, Berlin, [http://www.hmp-heidenhain.de/bthfiles/widerstandsdruck\\_2002.pdf](http://www.hmp-heidenhain.de/bthfiles/widerstandsdruck_2002.pdf)
- [3] Goschnick, J.; Walter T; „ELMINA - Elektronische Mikronasen für Überwachungs- und Regelaufgaben in Gebäuden und Produktionsanlagen“, Wissenschaftliche Berichte FZKA 6893, Karlsruhe, 2003
- [4] Ilfa GmbH, „ILFACool“, Firmenschrift [http://www.ilfa.de/publikationen/publikationen\\_ilfacool.pdf](http://www.ilfa.de/publikationen/publikationen_ilfacool.pdf), 1999
- [5] Hörhold, A; Blank, T; Gemmeke, H; Aufbau und Kommerzialisierung von Mikro-Vibrationsschaltern, 5. Statuskolloquium der Mikrosystemtechnik, FZKA-Bericht 6990 und Poster 11
- zin mit zwei Greifwerkzeugen zu sehen. An der z-Achse der Maschine hängt ein eingewechselter Zweifingergreifer der Fa. Schunk zur Montage von Match-X-Bausteinen, die darunter in einem standardisierten 2“ Werkstückträger bereitgestellt sind.

### 4. Resümee

Die Fertigung und Montage in der hybriden Mikrosystemtechnik mit sehr unterschiedlichen Materialien und insbesondere auch der Kopplung zur Elektronik lässt sich nur dann kosteneffektiv gestalten, wenn man konsequent Design-Regeln für das fertigungsgerechte Design einhält. Oft überschreitet man dabei Grenzen, die bisher nicht definiert waren und man muss neue Design-Regeln aufstellen oder benötigt neue modulare Montagesysteme, die einen modularen Aufbau auch bei kleinen und mittleren Stückzahlen zu vertretbaren Kosten erlauben.

- [6] Wüstling, S; Kühner, T; Ein neuer Opto-ASIC für ein hoch-integriertes Spektrometer und die zugehörige Aufbau- und Verbindungstechnik, 5. Statuskolloquium der Mikrosystemtechnik, FZKA-Bericht 6990, Poster 29
- [7] Böhm, J; Litfin, K; Finke, S; Henzi, P; Pflügel, W; Steinbock, L; Hanemann, T; „Herstellung von polymeren Wellenleitern – dotierte Polymere mit modifizierten optischen Eigenschaften“
- [8] Blank, T; Göbel, G; Neuer Ultraschallgenerator für das optimierte Dünndrahtbonden, 5. Statuskolloquium der Mikrosystemtechnik, FZKA-Bericht 6990, Poster 10
- [9] DIN 32561: Fertigungsmittel für Mikrosysteme: Werkstückträger – Anschlussmaße und Toleranzen, Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, 2003.
- [10] DIN 32565: Fertigungsmittel für Mikrosysteme: Schnittstelle zwischen Endeffektor und Handhabungsgerät, Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, 2003.

# Zuverlässigkeitsbewertung thermomechanisch belasteter Mikrobauteile

Jörg Büttner<sup>1)</sup>, Norbert Huber<sup>1)</sup>, Michael Bruns<sup>2)</sup>, Oliver Kraft<sup>1)</sup>

<sup>1)</sup> Institut für Materialforschung II / Forschungszentrum Karlsruhe

<sup>2)</sup> Institut für Instrumentelle Analytik / Forschungszentrum Karlsruhe

## Zusammenfassung

Mit Hilfe der statistisch basierten Versagensanalyse wird die Zuverlässigkeitsbewertung thermomechanisch belasteter Keramiken, wie sie in Mikrobauteilen verwendet werden, dargestellt. Diese erfordert neben einer experimentellen Charakterisierung des Substrats die statistische Bewertung der im Chip berechneten Spannungsverteilung. Mit dieser Vorgehensweise und dem hierfür am IMF II entwickelten Simulationstool STAU wird die Stabilität des optimierten Gassensor-Mikroarrays der Karlsruher Mikronase nachgewiesen.

## 1. Einleitung

Für den kommerziellen Erfolg von Mikrosystemen ist deren Zuverlässigkeit von entscheidender Bedeutung. Häufig ist der Aufbau von solchen Systemen, z.B. bei sensorischen oder aktorischen Anwendungen, in erster Linie durch deren Funktion motiviert, während Gesichtspunkte der mechanischen Zuverlässigkeit von untergeordneter Priorität sind. Letztendlich ist jedoch die mechanische Stabilität eine notwendige Voraussetzung, damit ein Gerät seine Funktion dauerhaft erfüllen kann. Die Betrachtung der Funktionalität und der mechanischen Zuverlässigkeit muss folglich gleichermaßen in den Entwicklungsprozess einbezogen werden.

Soll die Zuverlässigkeit von Systemen bewertet werden, die noch in der Entwicklung sind oder von denen nur wenige Prototypen existieren, ist die Simulation ein unverzichtbares Werkzeug. Bei der Untersuchung der mechanischen Zuverlässigkeit beinhaltet diese eine Reihe von Schritten. Diese sind zum einen die Charakterisierung des Deformationsverhaltens durch die Berechnung des Spannungs- und Dehnungszustandes mit numerischen Methoden, wie z.B. der Finite-Elemente Methode. Zum anderen ist die Charakterisierung und Modellierung des Versagensverhaltens ein wichtiger Bestandteil zur Bewertung der strukturellen Integrität.

Im konventionellen Maschinenbau, insbesondere für metallische Werkstoffe, sind entsprechende Methoden weitgehend standardisiert. Eine direkte Übertragung auf mikrosystemspezifische Anwendungen ist aber vielfach aufgrund größenabhängiger Verformungs- und Versagensmechanismen nicht ohne weiteres möglich. Häufig vorkommende für Mikrosysteme typische Versagensarten sind Verschleiß, Delamination, Rissbildung oder Ermüdung aufgrund nieder- oder hochfrequenter thermischer oder mechani-

scher Belastung. Durch die Kleinheit der Strukturen gegenüber konventionellen Bauteilen können Schädigungsmechanismen erheblich beschleunigt werden. Umgekehrt ist es möglich, durch die geringen Abmessungen schädliche Effekte, wie z.B. Temperaturspannungen, auf ein Minimum zu reduzieren, so dass sie sich auf die Zuverlässigkeit nicht negativ auswirken.

Im Folgenden werden Methoden und Simulationsergebnisse am Beispiel der im Institut für instrumentelle Analytik (IFIA) entwickelten Gassensor-Mikroarrays (GSMA) für die Karlsruher Mikronase KAMINA [1] vorgestellt, die deren Zuverlässigkeit unter den beschriebenen Gesichtspunkten beleuchten. Für eine Weiterentwicklung der bisher auf Si-Substrat hergestellten GSMA soll mit dem Ziel einer erheblichen Energieeinsparung ein Substrat aus Aluminiumoxid-Keramik eingesetzt werden. Neben den Vorteilen einer besseren Wärmeisolation bringt die Keramik jedoch Nachteile bezüglich der mechanischen Festigkeit mit sich [2], womit die Frage nach der Zuverlässigkeit des Systems verbunden ist.

### 1.1 Aufbau des Gassensor-Mikroarrays

Das Herzstück der KAMINA ist das Gassensor-Mikroarray auf einem  $9 \times 10 \text{ mm}^2$  großen keramischen Substrat. Es basiert auf einem  $150 \text{ nm}$  dicken halbleitenden Metalloxidfilm (z.B.  $\text{SnO}_2$ ), dessen elektrische Leitfähigkeit bei erhöhter Betriebstemperatur empfindlich auf die Zusammensetzung der Umgebungsluft reagiert. Für die Leitfähigkeitsmessung wird dieses  $4 \times 8 \text{ mm}^2$  große Detektorfeld durch parallele Streifenelektroden aus Platin in 38 identische Elemente unterteilt. Um diese Segmente mit einem graduell unterschiedlichen Nachweisverhalten auszustatten, wird ein Temperaturgradient von z.B.  $250^\circ\text{C}$  bis  $300^\circ\text{C}$  über das GSMA durch vier Heizmä-

ander aus Platin auf der Rückseite des Chips aufgeprägt, die über zwei Temperaturmessstreifen links und rechts neben dem Detektorfeld geregelt werden [1]. Heizungen, Messfühler und Elektroden sind durch Bonddrähte mit der Elektronik verbunden.

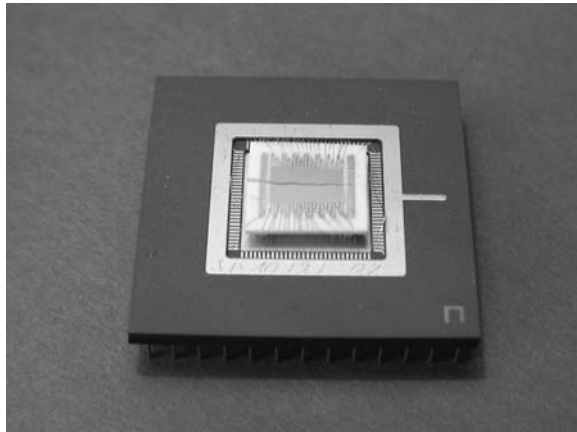


Abb. 1: Gebrochenes GSMA im PGA-Gehäuse

In der derzeitigen Standardvariante werden die GSMA zur Häusung mit Keramikkleber auf Füßen befestigt, die in einem Pin-Grid-Array (PGA) verankert sind. Bei Überlastung (Abuse) sind vereinzelt solche Sensoren quer zu den Heizungen gebrochen, siehe Abb. 1. Das Versagen erfolgt bei erhöhten Temperaturen in Folge von Regelunfällen oder gezielter Erhöhung der Heizleistungen über die üblichen Betriebszustände.



Abb. 2: GSMA in Sievert-Träger

In einem verbesserten Entwurf wurde die Anordnung weiter verkleinert und in einem so genannten Sievert-Träger montiert, siehe Abb. 2. Für dieses Design konnte experimentell nur äußerst selten mechanisches Versagen durch Bruch des Aluminiumoxid Substrats festgestellt werden.

## 2. Methoden zur Bewertung der Zuverlässigkeit

Das Verformungsverhalten von Keramiken ist linear elastisch und kann mit kommerziellen Finite-Elemente Programmen berechnet werden. Das Versagensverhalten von Keramiken hingegen ist nicht deterministisch beschreibbar und

erfordert eine besondere Modellierung, die auf Bruchmechanik und Statistik aufbaut [2].

### 2.1 Versagensmodellierung

Keramiken kommen in Mikrosystemen, z.B. als Trägermaterial oder in mikroelektronischen Chips zum Einsatz. Typisch für Keramiken ist deren sprödes Verhalten. Spannungsspitzen können nicht durch plastisches Fließen kompensiert werden. Daher wird das Versagen durch das Zusammenwirken des größten Fehlers mit der ungünstigsten Belastung bestimmt. Fehler in Keramiken sind meist Mikrorisse oder Poren die während der Herstellung oder der Oberflächenbearbeitung entstehen. Diese unterliegen einer natürlichen Streuung in Größe und Anzahl. Betrachtet man einen einzelnen Riss, so versagt dieser, nach den Gesetzen der linear-elastischen Bruchmechanik, sobald an der Risspitze der Spannungsintensitätsfaktor eine kritische Größe, die Risszähigkeit, erreicht hat [2]. Der Spannungsintensitätsfaktor hängt von der Bauteilgeometrie, der Länge des Risses und der Spannung am Riss ab. Legt man der Verteilung der Risse im Bauteil eine Streuung in Größe und Anzahl in Form einer Poissonverteilung zu Grunde, so kann mit Hilfe der Extremwertstatistik gezeigt werden, dass die Ausfallwahrscheinlichkeit  $P$  in einem keramischen Bauteil einer Weibullverteilung

$$(1.1) P = 1 - \exp(-(\sigma/b)^m)$$

genügt [3][4][5]. Hierbei beschreibt  $\sigma$  eine materialunabhängige charakteristische Spannung am Bauteil,  $b$  und  $m$  sind Materialparameter, wobei  $b$  von der Bauteilgeometrie abhängig ist. Der Parameter  $b$  entspricht der Spannung  $\sigma$ , bei der 60% der Proben oder Bauteile brechen. Der Weibullmodul  $m$  charakterisiert die Streuung der Festigkeit und steigt mit abnehmender Streuung. Typischerweise erreichen heutige Hochleistungskeramiken Werte von  $m > 10$ . Kennt man die Materialparameter  $m$  und  $b$ , so berechnet sich die Ausfallwahrscheinlichkeit bei homogener Belastung alleine aus der Spannung  $\sigma$ . Die Risszähigkeit und die Verteilung der Mikrorisse gehen in die Weibullparameter ein. Bei den Rissen unterscheidet man zwischen Rissen an der Oberfläche und im Volumen. Im Prinzip müssten für beide Rissarten unterschiedliche Weibullparameter bestimmt werden. In der Praxis wird diese Unterscheidung jedoch wegen der aufwendigen Detektion des Rissursprungs selten durchgeführt. Zusammengefasst heißt dies, dass Aufgrund der zugrunde liegenden statistisch verteilten Festigkeiten für Keramiken eine Angabe der Zuverlässigkeit nur in Form von Ausfallwahrscheinlichkeiten erfolgen kann.

## 2.2 Experimentelle Charakterisierung von Keramiken

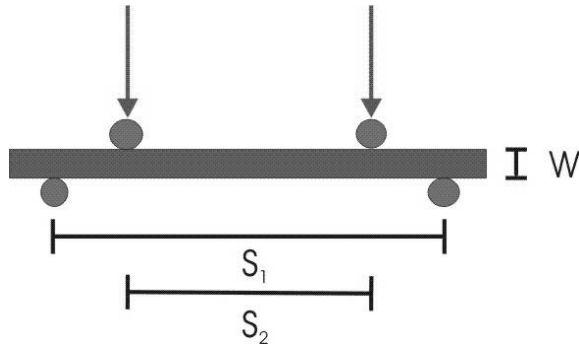


Abb. 3: Schematische Darstellung des Vierpunktbiegeversuchs

Ermittelt werden die Weibullparameter in der Regel mit dem Vierpunktbiegeversuch [2]. Dieser ist in Abb. 3 schematisch dargestellt. Eine quaderförmige Probe wird durch vier Rollen belastet, bis sie bricht. Die charakteristische Spannung ist hier die Randfaserspannung im Zugbereich, d.h. an der Unterkante der Probe.

Für diese Untersuchungen wurden Testsubstrate aus Wafern der favorisierten Aluminiumoxid-Keramik durch Anritzen mittels Laser und anschließendem Brechen vereinzelt. Die so hergestellten Proben lagen in den Abmessungen  $B = 4\text{mm}$ ,  $L = 20\text{mm}$  und  $W = 0.375\text{mm}$  vor. Zur Prüfung der Proben wurde eine Vorrichtung mit Justierungen für Proben und Rollen in den Abständen  $S_1 = 16\text{mm}$  und  $S_2 = 8\text{mm}$  hergestellt.

Zugbereich	Gebrochen	Gelasert
b [MPa]	383.3	366.7
Konf.Intervall b, 90%	[373.8, 393.1]	[360.9, 372.8]
m [-]	16.4	24.3
Konf.Intervall m, 90%	[11.5, 20.7]	[17.3, 30.3]

Tab. 1: Weibullparameter für Keramik Substrat mit Konfidenzintervallen zum 90% Niveau.

Die Belastung und Kraftmessung bis zum Bruch erfolgte mit einer Zwick Materialprüfmaschine Z2.5/TS1S mit Härtemesskopf 065240.00.00. Zur Untersuchung des Einflusses des Lasers auf die Festigkeit wurden zwei Messserien durchgeführt. Im ersten Fall befand sich die gebrochene Kante im Zugbereich, im zweiten Fall die gelaserte. Dabei ergaben sich die Werte laut Tab. 1. Diese verdeutlicht, dass die mit dem Laser geschnittene Seite eine etwas geringere Festigkeit

aufweist. Die folgenden Berechnungen wurden mit dem Parametersatz für die gebrochene Kante durchgeführt.

## 2.3 Simulation

Wie im letzten Abschnitt erläutert wurde, kann die Ausfallwahrscheinlichkeit mit der im Bauteil herrschenden Spannung berechnet werden. Im Fall von inhomogenen Spannungsverteilungen ist anstelle von (1.1) eine Verallgemeinerung davon in Form eines komplizierten nichtlinearen Integrals über Oberfläche/Volumen und Rissorientierung auszuwerten. Hierzu wurde am Institut für Materialforschung (IMF) II der Postprozessor STAU (Statistische Auswertung) entwickelt [6]. Dieser liest die Ergebnisse einer FEM-Spannungsberechnung ein, berechnet aus den im Vierpunktbiegeversuch ermittelten Weibullparametern geometrieunabhängige Größen und bestimmt damit die Ausfallwahrscheinlichkeit des Bauteils durch numerische Integration über die Elemente des FEM-Modells.

Bei einem thermomechanischen Problem geht man nun wie folgt vor: Die thermische Analyse liefert eine Temperaturverteilung, mit der dann die im Bauteil herrschenden Spannungen berechnet werden. STAU ermittelt daraus die Ausfallwahrscheinlichkeit für die zugrunde liegende Belastung und Festigkeitsverteilung des Werkstoffs.

## 3. Bewertung des GSMA-Chips

### 3.1 Das FE-Modell

Im Finite-Elemente Modell wurden Substrat, Heizungen, Elektroden sowie Bonddrähte berücksichtigt. Aufgrund der unsymmetrischen Anordnung von Elektroden und Bonddrähten können keine Symmetrien ausgenutzt werden. Das gesamte Modell, erstellt für ABAQUS 6.3, ist in Abb. 4 dargestellt.

Entscheidend für eine korrekte Berechnung der Temperaturverteilung auf dem Substrat sind die Wärmerandbedingungen. Zugeführt wird die Heizleistung über die Heizungen an der Unterseite. Die Wärmeabgabe erfolgt zum einen durch Konvektion und Strahlung an der Außenseite des Substrats. Zum anderen hat die feste Verankerung des GSMA-Chips im PGA-Gehäuse feste Temperaturen an den Endpunkten der Bonddrähte sowie an den Füßen zur Folge.



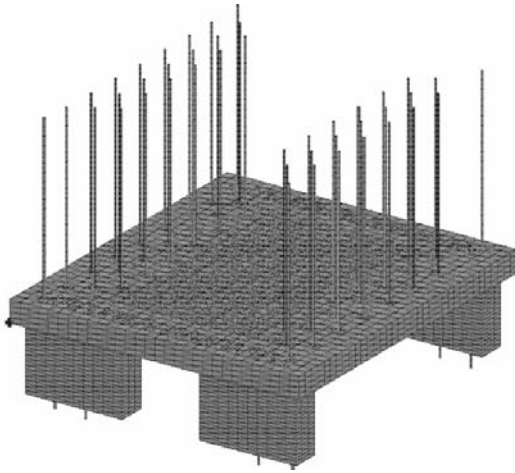


Abb. 4: FE-Modell

	Substrat	Elektroden, Heizungen	Bonddrähte
Material	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Platin	Gold
Hersteller, Bezeichnung	Coors AD-998	-	Kulicke & Soffa AW-23
Wärmeleitfähigkeit [ W/(mK) ]	26	70	317
E-Modul [ GPa ]	410	170	78
Querkontraktion	0.2	0.39	0.42
Ausdehnungskoeffizient [ 10 <sup>-6</sup> K <sup>-1</sup> ]	7.6	9.0	14.3

Tab. 2: Materialdaten

Simulationen mit an den Füßen festgeklebtem und freie aufliegendem Chip haben geringfügige Unterschiede in den berechneten Spannungen ergeben, so dass für die weiteren Simulationen der Chip frei von Spannungsrandbedingungen modelliert wurde. Dies entspräche einem frei auf den Füßen aufliegendem Chip.

Die Materialdaten für Substrat (Coors AD-998), Elektroden und Bonddrähte (Kulicke & Soffa, AW-23, 50 Mikrometer) sind den Datenblättern sowie der Literatur [7], [2] entnommen und in Tab. 2 angegeben. Für die Füße (Degussit) wurden die gleichen Daten wie für das Substrat verwendet. Die Wärmeübergangszahlen wurden

nach [[8],T8.4] anhand der verschiedenen Anströmungen der beiden Designs abgeschätzt und sind zusammen mit den Endtemperaturen in Tab. 3 angegeben. Die Emissivität wurde durch IFIA anhand von Thermografieaufnahmen ermittelt.

	Großer Chip PGA	Kleiner Chip Siegert
Wärmeübergang, Chip [ W/(m <sup>2</sup> K) ]	7	7.8
Wärmeübergang, Bonddrähte [ W/(m <sup>2</sup> K) ]	59	0
Emissivität	0.8	0.8
Endtemperaturen [ °C ]	80	100
Umgebungstemperatur [ °C ]	20	20

Tab. 3: Wärmerandbedingungen

### 3.2 Sensor in PGA-Gehäuse

Im Betriebszustand des GSMA Chips herrscht auf dem Sensorfeld ein Temperaturgradient, wie er in Abb. 5 dargestellt ist. Tab. 4 zeigt die zugehörigen Ausfallwahrscheinlichkeiten. Die Angaben der oberen und unteren Grenze beziehen sich dabei auf das 90% Konfidenzintervall der Weibullparameter, siehe Tab. 1.

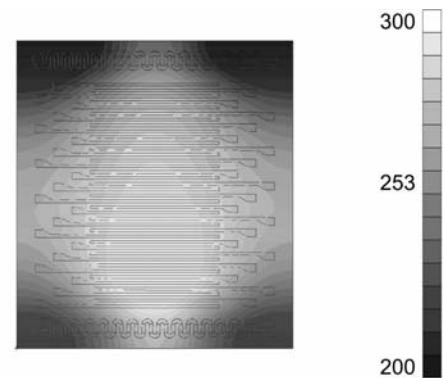


Abb. 5: Temperaturfeld mit Füßen

Für den Betriebszustand bedeutet dies, dass im Mittel lediglich 8 von 100000 Sensoren ausfallen. Um die Zuverlässigkeit des Chips zu garantieren, dürfen jedoch erhöhte Temperaturen und größere Gradienten, die z.B. durch Regelunfälle, Abflachen des Gasstroms oder gewollte Erhöhung der Heizleistung entstehen, nicht zum Ausfall führen. Um diese Situationen zu simulieren,

Parameter	Volumenfehler [%]	Oberflächenfehler [%]
Obere Grenze	0.1071	0.0249
Median	0.0079	0.0018
Untere Grenze	0.0007	0.0002

Tab. 4: Ausfallwahrscheinlichkeiten

wurden die Heizleistungen mit konstanten Faktoren multipliziert und der stationäre Zustand berechnet. In Abb. 6 sind die zugehörigen Ausfallwahrscheinlichkeiten dargestellt. Diese konservativen Abschätzungen liegen nun deutlich im Prozentbereich und bestätigen die beobachteten Schadensfälle an Prototypen. Alle Rechnungen zeigen außerdem, dass in der Mitte der heißen Kante das lokale Bruchrisiko am größten ist. Dies stimmt mit der Beobachtung überein, dass die GSMA-Chips senkrecht zu den Heizungen brechen.

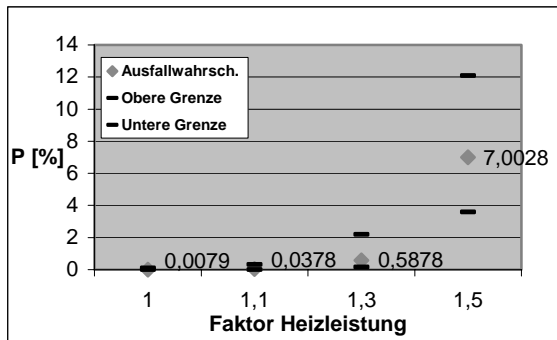


Abb. 6: Ausfallwahrscheinlichkeiten durch Volumenfehler für erhöhte Heizleistung

Ursache für das Versagen sind die Füße, auf denen das Substrat am PGA-Gehäuse befestigt ist. Das Temperaturfeld in Abb. 5 weist auf der unteren Kante des Substrats einen konzentrierten heißeren Bereich auf. Dies ist bedingt durch die Wärmeabfuhr über die Füße, die die seitlichen Bereiche kühlen. Es entstehen dadurch starke Temperaturgradienten parallel zu den Heizungen und Messfühlern, welche zu hohen Spannungen an der Außenkante führen.

### 3.3 Sensor in Sievert-Träger

Nach Entfernen der Füße zeigt die Simulation ein deutlich gleichmäßigeres Temperaturprofil an der unteren Kante (Abb. 7). Entsprechend niedriger sind die auftretenden Spannungen an der Außenkante. Für die Ausfallwahrscheinlichkeiten ergeben sich für dieses Temperaturprofil sowie für Heizleistungserhöhungen um die Faktoren 1.5 und 2.0 Werte kleiner 0.0001%, für den Faktor 4 0.0003%. Im letzten sehr extremen Fall herrschen auf dem Substrat bereits extreme Temperaturen von 790°C -1030 °C.

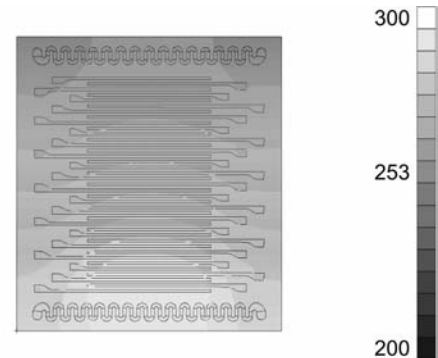


Abb. 7: Temperaturfeld ohne Füße

Das Entfernen der Füße erhöht also die Stabilität des GSMA-Chips wesentlich, da hohe Temperaturgradienten vermieden werden. Diese Verbesserung ist im von IFIA optimierten Design im Sievert-Träger realisiert. Der GSMA-Chip hängt an den Bonddrähten frei in einem Keramikträger. Die Simulation unter Berücksichtigung der kleineren Abmessungen des Chips, der geänderten Form der Heizungen, Elektroden und Messfühler sowie der kürzeren Bonddrähte bestätigen die Zuverlässigkeit des Chips. Die Ausfallwahrscheinlichkeiten liegen für den Betriebszustand und Heizleistungserhöhungen bei Werten unter 0.0001%.

### 4. Zusammenfassung

Die Zuverlässigkeitsbewertung von thermomechanisch beanspruchten Mikrobauteilen aus Keramik wurde am Beispiel des GSMA-Chips für zwei Designs dargestellt und durchgeführt. Zunächst zeigten die Temperatur- und Spannungsrechnungen die durch die Entfernung der Füße reduzierte thermomechanische Belastung im optimierten Chip. Mit Hilfe des Postprozessors STAU erfolgte nach der experimentellen Charakterisierung der Keramik die Berechnung der Ausfallwahrscheinlichkeiten. Diese wies die Stabilitätsverbesserung des optimierten Chips nach.

## Literatur

- [1] Althainz,P. , Goschnick,J., Ehrmann,S., Ache,H.J., "Multisensor microsystem for contaminants in air", *Sensors and Actuators*, B 33, 1996, 72-76
- [2] Munz,D., Fett,T., "Ceramics", Springer, Berlin Heidelberg, 1999
- [3] Batdorf,S.B., Crose,J.G., "A statistical theory for the failure of brittle structures subjected to nonuniform stress", *J.Applied Mechanics*, 41, 1974, 459-461
- [4] Batdorf,S.B., Heinisch,H.L., "Weakest link theory reformulated for arbitrary failure criterion", *J.Am.Ceram.Soc.*, 61, 1978, 355-358
- [5] Matsuo,Y., "A probabilistic analysis of brittle fracture loci under bi-axial stress state", *Bull. JSME*, 24, 1981, 290-294
- [6] Ziegler,Ch. "Bewertung der Zuverlässigkeit keramischer Komponenten bei zeitlich veränderlichen Spannungen und bei Hochtemperaturbelastung", *VDI-Verlag, Fortschr.-Ber. VDI Reihe 18 Nr. 238, Düsseldorf*, 1998
- [7] H.Kuchling, "Taschenbuch der Physik", *Sachbuchverlag, Leipzig*, 1995
- [8] Cerbe,G., Hoffmann,H.J., "Einführung in die Wärmelehre", *Hanser, Wien*, 1990

# Entwurf und Simulation mikrooptischer Freistrahlsysteme

Ingo Sieber <sup>1)</sup>, Uwe Hollenbach <sup>2)</sup>

<sup>1)</sup>Institut für Angewandte Informatik, <sup>2)</sup>Institut für Mikrostrukturtechnik

## Kurzfassung

Ein Ziel der mikrooptischen Aktivitäten des Forschungszentrums Karlsruhe ist die Realisierung mikrooptischer Funktionsmodule auf der Basis von Freistrahlaufbauten unter Verwendung mikrooptischer Bänke. Der modulare Aufbau hybrider mikrooptischer Freistrahlsysteme bedingt, dass die einzelnen Komponenten isoliert voneinander und oft auch aus unterschiedlichen Materialgruppen gefertigt werden. Erst das spätere Zusammenfügen führt zu einem mikrooptischen Funktionsmodul. Dafür muss in Kauf genommen werden, dass das Einfügen der einzelnen Komponenten zum Gesamtsystem gewissen Toleranzen unterliegt. Auch Umgebungseinflüsse wie z.B. Temperaturschwankungen am Einsatzort können sich negativ auf die Leistung des mikrooptischen Systems auswirken. Positionierstrukturen oder Hilfsstrukturen der mikrooptischen Bank, also Strukturen ohne optische Funktionalität, können die optische Performance beeinträchtigen. Diese Probleme müssen bereits während der Modellbildung berücksichtigt werden, um einen schnellen Zyklus vom Systementwurf über die Prototypenentwicklung hin zur Serienfertigung zu sichern. Als Instrument dazu wird das Konzept einer Modellbibliothek mikrooptischer Elementarelemente (Primitive) vorgestellt. Modelle dieser Primitiven müssen als wiederverwendbare Softwareeinheiten definiert werden. Zusätzlich zum Fertigungswissen werden auch die Forderungen der Fertigungskette der mikrooptischen Komponenten in den einzelnen Modellen mit aufgenommen (fertigungsgerechter Entwurf). Zusammenfügen der Modelle der Primitiven mit wohldefinierten I/O- Charakteristika resultiert dann im Modell eines komplexen mikrooptischen Aufbaus.

## 1. Einleitung

Bei der Entwicklung mechanischer Systeme kann der gesamte Prozess, von der Spezifikation der Komponente bis hin zur Erstellung der Zeichnung, vom Entwickler durchgeführt werden. Werkzeuge z.B. zur Simulation von mechanischem Stress sind in der verwendeten CAD-Umgebung integriert und ermöglichen es somit dem Entwickler die Konstruktion für komplizierte und stark beanspruchte Komponenten zu überprüfen.

Bei der Entwicklung hybrider mikrooptischer Systeme ist dies anders, die oben beschriebene Struktur fehlt. Das Hauptmerkmal hybrider Aufbauten ist die Kombination verschiedener Materialien und Komponenten. Die verschiedenen Domänen wie z.B. Optik, Mechanik, Herstellungstechniken und Montage sind streng voneinander getrennt. Ebenso finden Umgebungseinflüsse während des Einsatzes keine Berücksichtigung im Entwurf. Strukturen des Mikrosystems ohne optische Funktion, wie z.B. Halte- oder Justagestrukturen, werden im optischen Entwurf nicht berücksichtigt, da die optischen Simulationswerkzeuge hierzu keine Funktionalität bereitstellen. Nichtsdestotrotz können diese Strukturen die optische Performance des Systems beeinflussen. Nach Fer-

tigstellung des optischen Designs wird der optische Entwurf in einen mechanischen Entwurf umgewandelt. Erst hier können die Bedingungen des Herstellungsprozesses berücksichtigt werden. Das Fehlen adäquater Schnittstellen erschwert den Informationstransport von Entwurfsebene zu Entwurfsebene erheblich. Werden aufgrund einer Designänderung in einem nachfolgenden Prozessschritt die optischen Eigenschaften des Systems beeinflusst, so muss die gesamte Prozesskette, angefangen beim optischen Entwurf, wiederholt werden. Dies ist mit erheblichem Zeitaufwand und Kosten verknüpft. Um einen schnellen Zyklus vom Systementwurf über die Prototypenentwicklung hin zur Serienfertigung zu sichern, wird das Konzept einer Modellbibliothek mikrooptischer Elementarelemente vorgestellt. Diese sogenannten *mikrooptischen Primitiven* vereinigen die optische Funktion (z.B. Refraktion, Reflexion) mit der mechanischen Funktion (Positionieren, Justieren). Diese Verknüpfung von (optisch) funktionalen Komponenten mit strukturellen Komponenten erlaubt bereits im Stadium der optischen Modellbildung die Berücksichtigung der Fertigungsstrukturen und gibt somit Zugang zum „fertigungsgerechten Design“. Des Weiteren ermöglicht dieser Ansatz bereits in der

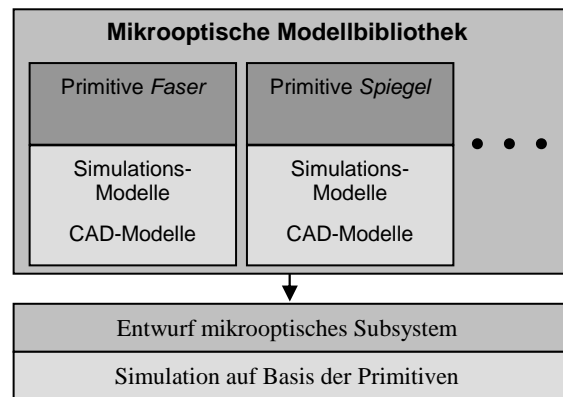
Phase der Simulation eine designbezogene Kompensation der Toleranzeffekte.

## 2. Konzept der mikrooptischen Modellbibliothek

Für ein umfassendes und möglichst realitätsnahes Modell eines mikrooptischen Funktionsmoduls reicht die isolierte Betrachtung von Funktion und Struktur nicht aus. Die herkömmliche Vorgehensweise, die Funktionalität eines Systems isoliert von der Struktur, mittels der das System realisiert wird, zu betrachten, führt fast zwangsläufig zu einem Redesign-Zyklus. Das Hauptmerkmal der mikrooptischen Primitiven ist eine Kombination der optischen Funktion der optischen Komponente mit der mechanischen Funktion der Halte- bzw. Justagestruktur. Erst die gemeinsame Betrachtung von Funktion und Struktur erlaubt es, Einflüsse seitens der Bauteiltoleranzen sowie der Umgebung auf die optische Leistung des Systems zu berücksichtigen.

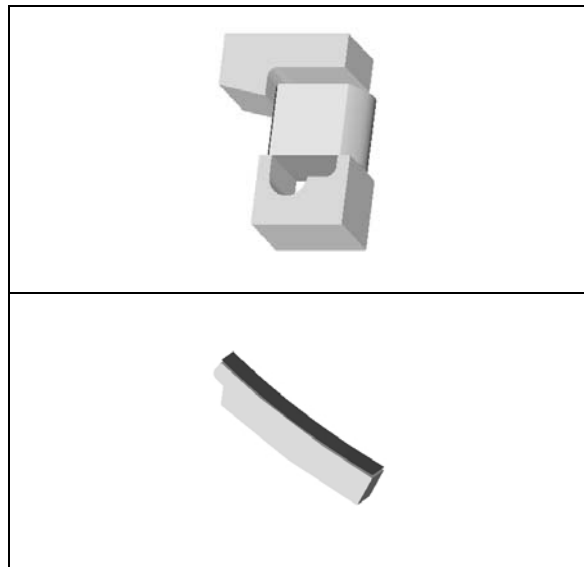
Die Modelle der Primitiven werden, beschrieben durch ihr optisches Modell, ihr CAD-Modell und die Prozessparameter, in der mikrooptischen Modellbibliothek abgelegt. Das optische Modell entspricht einer wiederverwendbaren Softwareeinheit, die die optischen Eigenschaften der Primitiven in Abhängigkeit von der Fertigungskette und den Umgebungseinflüssen beschreibt. Die Umgebungseinflüsse müssen für ein Standardumfeld, das den Einsatzort des Mikrosystems beschreibt, vordefiniert sein (z.B. Temperaturbereich, in dem das Mikrosystem funktionieren muss). Die Schnittstelle zwischen funktionalem Design und Fertigungsdesign ist traditionell undefiniert. Um den Informationstransport zwischen diesen Entwurfsebenen zu vereinfachen sind die Modelle in ihrer CAD-Beschreibung abgelegt.

Wichtig für eine aussagefähige Modellbildung sind die Fertigungsprozesse, die zur Realisierung der Bauteile bzw. des Funktionsmoduls führen. Der funktionale Entwurf darf nicht vom Fertigungsprozess isoliert betrachtet werden, vielmehr muss sich hier das Bauteilverhalten in seiner Umgebung genauso widerspiegeln wie auch die Toleranz, mit der es gefertigt bzw. eingefügt werden kann. Um dies zu gewährleisten werden die Prozessparameter der gesamten Fertigungskette ebenfalls in der Modellbibliothek abgespeichert. Auf Grundlage der Primitiven können dann Simulationen durchgeführt werden, die zu einem realitätsnahen Verhalten des Funktionsmoduls führen. Dies stellt eine belastbare Basis für den Entwurf eines mikrooptischen Subsystems dar. Dieser Sachverhalt ist in Abb.1 dargestellt. In Abb.2 sind zwei Beispiele der mikrooptischen



**Abb. 1:** Aufbau der mikrooptischen Modellbibliothek.

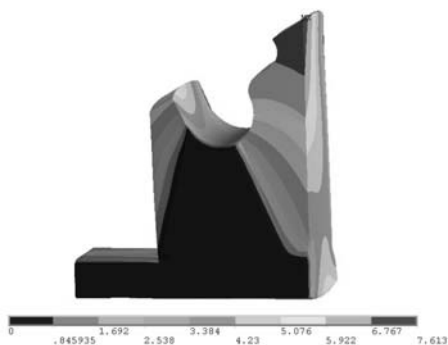
Primitiven dargestellt. Oben ist die Primitive Linse abgebildet. Deutlich zu sehen ist hier die Vereinigung von optischer Funktion, dargestellt durch die Linse, und mechanischer Funktion, dargestellt durch die Justagestrukturen. Darunter ist die Primitive Spiegel dargestellt. Die optische Funktionalität „Reflexion“ benötigt in seiner funktionalen Beschreibung keine Dicke. Für die Realisierung der Komponente Spiegel benötigt man endliche Abmessungen in allen drei Raumdimensionen, die abhängig von der Fertigungskette sind.



**Abb. 2:** Beispiele für mikrooptische Primitive: oben mikrooptische Primitive Linse, unten mikrooptische Primitive Spiegel.

Jeder einzelne Fertigungsschritt der gesamten Prozesskette bringt seine individuellen Toleranzen mit ein. In bestimmten Fällen heben sich Toleranzen aufeinanderfolgender Prozessschritte auf, in der Regel addieren sie sich. Auf alle Fälle ist der Toleranzrahmen, in dem ein Mikrosystem gefertigt werden kann, stark von den Prozessen abhängig, die zu seiner Realisierung führen. Toleranzen, die direkt mit den Fertigungsprozessen verknüpft sind, kön-

nen nicht vermieden werden. Der Einfluss solcher Störungen auf die Performance des Mikrosystems kann jedoch durch ein Toleranzkompensiertes Design reduziert werden [1]. Wichtig hierfür ist, dass das Prozesswissen, aus dem solche Toleranzen ableitbar sind, bereits in der Designphase zur Verfügung steht. Dieses Prozesswissen ist zusammen mit den Modellen der mikrooptischen Primitiven in der Modellbibliothek abgelegt. Auch die Umgebung, in der das mikrooptische System arbeitet, kann einen Einfluss auf die optische Leistung haben. So können zum Beispiel Temperaturvariationen zu Verzügen der Mikrostrukturen führen. Da beim Konzept der Realisierung mikrooptischer Freistrahlsysteme auf Basis mikrooptischer Bänke Haltestrukturen für die Positionierung und Justage der mikrooptischen Komponenten eingesetzt werden, können strukturelle Verzüge zur Dejustage der optischen Komponenten führen. Können solche Verzüge nicht z.B. durch den Einsatz anderer Materialien oder thermische Isolation des Systems verhindert werden, so bietet die Modellbildung und Simulation die Möglichkeit solche Einflüsse direkt durch das Design zu kompensieren. Dazu muss allerdings bereits in der Entwurfsphase die Umgebung in der das Mikrosystem zuverlässig arbeiten soll durch alle relevanten Umgebungsparameter (z.B. Temperaturbereich, Druckbereich, Luftfeuchtigkeitsbereich) charakterisiert werden. Diese *Standardumgebung* wird dann für eine geometrische Analyse der Halte- und Positionierstrukturen für die mikrooptischen Komponenten als Basis herangezogen. Ein Beispiel für die Simulation des Temperatureinflusses auf eine Justagestruktur ist in Abb.3 dargestellt. Hier wurde eine Temperaturlast von 40°C bei einer Umgebungstemperatur von 20°C auf die Haltestruktur einer Linse aufgebracht.



**Abb. 3:** Beispiel für die Deformation einer Justagestruktur unter Temperaturlast.

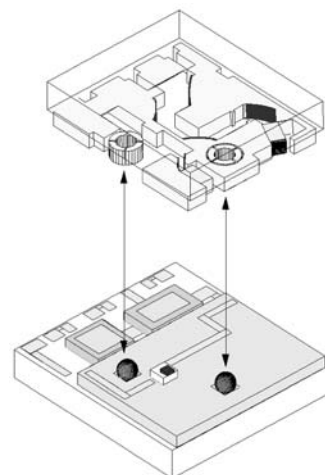
Blau dargestellt sind hier Bereiche geringer Deformation, rot gefärbt sind Bereiche starker geometrischer Deformation. Gut zu sehen ist in diesem Beispiel eine asymmetrische Deforma-

tion und damit ein Rotationseinfluss auf die Ausrichtung der Linse.

### 3. Entwurf mikrooptischer Freistrahlsysteme

Im Forschungszentrum Karlsruhe wird der LIGA-Prozess (Lithografie, Galvanik, Abformung) für die Herstellung mikrooptischer Freistrahlsysteme verwendet. Der LIGA-Prozess erlaubt die hochgenaue Herstellung von Mikrostrukturen mit beliebiger zweidimensionaler Form und Strukturhöhen von mehreren hundert Mikrometern [2]. Diese Technik wird nicht nur zur Strukturierung einzelner Komponenten verwendet, sondern auch zu deren justierten Anordnung mit Hilfe mechanischer Haltestrukturen als mikrooptische Bank [3]. Dies macht die zeitaufwändige manuelle Justage aktiver und passiver optischer Komponenten überflüssig.

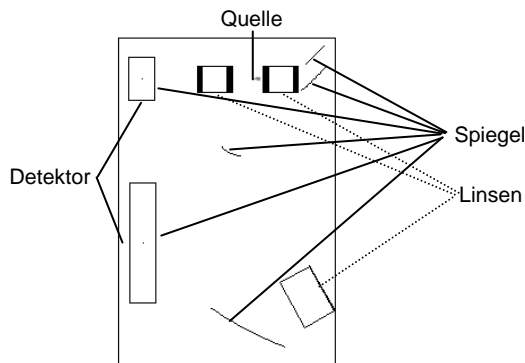
Für das fertigungsgerechte Design mikrooptischer Systeme wurde ein *flip-chip*-Verfahren am Anwendungsbeispiel eines mikrooptischen Abstandssensors entwickelt [4]. Der Aufbau des mikrooptischen Systems wird hierbei in zwei Subsysteme aufgeteilt: das erste Subsystem ist die mikrooptische Bank (MOB) und beinhaltet die mikrostrukturierten Justagestrukturen und die passiven optischen Komponenten, die zweite beinhaltet die gesamte Elektronik und die aktiven optischen Komponenten und wird elektronisch-optische Platine (EOP) genannt. Beide Subsysteme werden nun mit Hilfe des *flip-chip*-Verfahrens montiert (siehe Abb. 4). Die Justage der beiden Subsysteme relativ zueinander geschieht passiv beim Zusammenfügen unter Verwendung von Kugellinsen und Haltestrukturen (selbstzentrierender Ansatz).



**Abb. 4:** Schematische Darstellung des mikrooptischen *flip-chip* Ansatzes am Anwendungsbeispiel mikrooptischer Abstandssensor [5].

Nachfolgend wird auf den Entwurf der mikrooptischen Bank des Abstandssensors eingegangen.

Im traditionellen optischen Entwurf werden die optischen Eigenschaften der optischen Komponenten und ihre Ausrichtung zueinander bestimmt. Das optische Modell der MOB ist in Abb.5 dargestellt. Als optische Komponenten sind hier Spiegel, Linsen, Quelle und Detektor aufgeführt.



**Abb. 5:** Darstellung des optischen Modells der mikrooptischen Bank am Beispiel des Abstandssensors.

Zur Realisierung dieses rein funktionalen Entwurfs werden Strukturen benötigt, die keine optischen Funktionen besitzen. Dieses strukturelle Design beinhaltet Haltestrukturen, Justagestrukturen, Stabilisierungsstrukturen für Spiegel etc. Abb.6 zeigt den strukturellen Entwurf für die mikrooptische Bank des Abstandssensors.



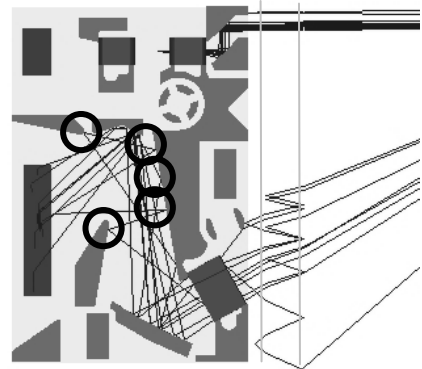
**Abb. 6:** Strukturentwurf der mikrooptischen Bank.

Ein Vergleich von Abb.5 und Abb.6 zeigt, dass das strukturelle Design den weitaus größeren Raum der mikrooptischen Bank einnimmt als das optisch-funktionale Design. Das bedeutet, bei der Analyse des mikrooptischen Subsys-

tems wird der umfangreichere Anteil gar nicht berücksichtigt.

Das eigentliche Subsystem mikrooptische Bank besteht also aus dem rein optisch-funktionalen Teil, wie er in Abb. 5 zu sehen ist und einem rein mechanisch-strukturellem Anteil, wie er in Abb. 6 dargestellt ist. Um nun die optischen Eigenschaften und Leistung der mikrooptischen Bank simulieren zu können müssen beide Komponenten zusammengeführt und in Kombination betrachtet werden. Das bedeutet, die optische Funktionalität muss mit der mechanischen Funktionalität auf der Modellebene kombiniert werden. Erst durch diese Kombination können Einflüsse nicht-optischer funktionaler Komponenten auf die optische Performance berücksichtigt und korrigiert werden.

In Abbildung 7 ist das kombinierte Modell der mikrooptischen Bank dargestellt. Dieses Modell diene als Grundlage für optische Simulationen, einige Strahlen sind mit abgebildet. Deutlich zu sehen sind Streulichtreflexionen an den Strukturen (in der Abbildung schwarz eingekreist). Diese Interaktionen der Strahlen mit den nicht-optisch funktionalen Komponenten führt zu einer Verringerung des Verhältnisses von Signal zu Rauschen und wird im herkömmlichen Entwurfsverfahren erst bei Messungen an Labormustern festgestellt.

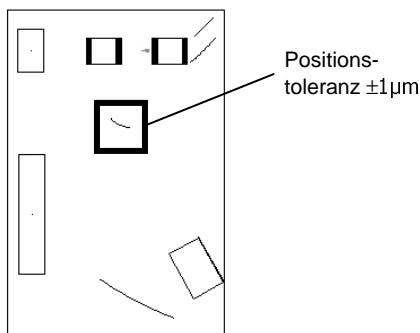


**Abb. 7:** Raytracing auf Grundlage des kombinierten Modells von funktionalem und strukturellem Design. Eingekreist sind Streulichtreflexionen an nicht-optischen funktionalen Strukturen.

Durch das Zusammenführen von optischen Komponenten und den Strukturen die zur Realisierung des Aufbaus dienen, erhält man die Möglichkeit bereits in der Entwurfsphase Wechselwirkungen des Signals mit den Strukturen zu erkennen und im Design zu umgehen.

Die Strategie, mikrooptische Subsysteme vorjustiert zu strukturieren um dann durch simples Einfügen der optischen Komponenten ohne

optische Leistungsmessung zu einem funktionsstüchtigen Aufbau zu gelangen, ist natürlich anfällig gegenüber Toleranzen. Fehlpositionierungen der optischen Komponenten, verursacht durch Toleranzen der Justagestrukturen, werden nicht erkannt und können nicht ausgeglichen werden. Gerade in diesem Ansatz nimmt ein Toleranz-kompensierender Entwurf einen hohen Stellenwert ein. Toleranz-kompensierender Entwurf bedeutet hierbei ein hinsichtlich der Toleranzbereiche robustes Design. Dabei wird die Performance im gesamten Toleranzbereich betrachtet und nach einem Entwurf gesucht, der über diesen gesamten Bereich die beste optische Leistung erreicht. Diese Vorgehensweise wird beispielhaft am eingerahmten Spiegel aus Abb. 8 gezeigt.



**Abb. 8:** Optisches Modell des Abstandssensors. Eingerahmt ist der Spiegel, dem der Toleranzbereich von  $\pm 1\mu\text{m}$  zugewiesen wird.

Diesem Spiegel wird eine Positionstoleranz von  $\pm 1\mu\text{m}$  zugeordnet, was dem Erfahrungswert entspricht.

Als Parameter für diese Optimierung dienten lediglich die Form und Position des Spiegels. Als Optimierungskriterien wurden die Positionen der Bestrahlungsstärke-Verteilung auf dem Detektor für neun verschiedene Felder, entsprechend neun verschiedener Distanzen, definiert. Die Optimierungskriterien wurden gegenüber der ursprünglichen Entwurfsoptimierung nicht geändert, die Gütwerte zwischen ursprünglichem Entwurf und dem Toleranz-kompensierten Entwurf können also direkt verglichen werden. Bestimmt wurden die Ergebnisse der Gütefunktion für drei Werte innerhalb des Toleranzbereiches: obere und untere Grenze des Toleranzbereiches und die Nulltoleranz (ideales Design).

Tabelle 1 zeigt als Ergebnis die Gütwerte der Meritfunktion für das ursprüngliche und das Toleranz-kompensierte Design. Diese Tabelle zeigt deutlich die Wirkung eines Toleranz-kompensierten Entwurfs: große Verbesserun-

gen bei Fehlpositionierung der Komponente werden mit einer im Idealfall geringen Verschlechterung für den Fall der Nulltoleranz erkauft. Das so gefundene robuste Design stellt also nicht mehr die bestmögliche Anordnung der Komponenten für den Toleranz-freien Fall dar, sondern ist über den gesamten Toleranzbereich optimiert. Der mikrooptische Modellbaukasten ermöglicht die Kompensation der Toleranzen direkt im ersten Entwurfsschritt, da die prozessbeschreibenden Parameter direkt mit den Modellen in der Bibliothek zur Verfügung stehen.

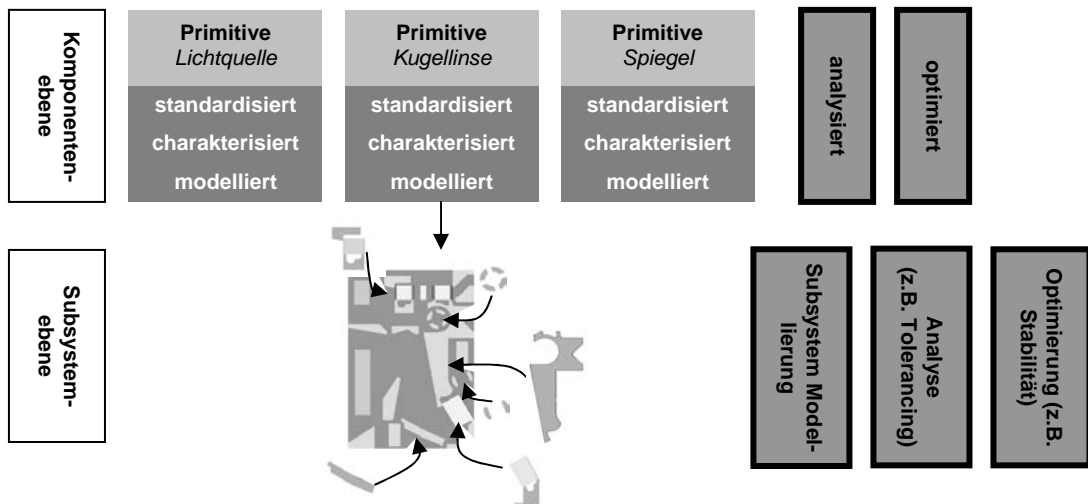
**Tab. 1:** Vergleich zwischen den Gütwerten (G) des ursprünglichen Entwurfs (G I) und des Toleranz-kompensierten Entwurfs (G II). Conf. 1 und Conf. 3 entsprechen hierbei der oberen bzw. unteren Grenze des Toleranzbereichs, Conf. 2 der Nulltoleranz.

	G I	G II	Verbesserung [%]
gesamt	10.46 E-003	6.29 E-003	39,9
Conf. 1	11.68 E-003	6.60 E-003	43,5
Conf. 2	4.88 E-003	5.06 E-003	-3,9
Conf. 3	11.74 E-003	6.61 E-003	43,8

#### 4. Entwurf eines mikrooptischen Subsystems auf Basis des Modellbaukastens

Die Komponentenebene ist durch die Modelle der mikrooptischen Primitiven vollständig beschrieben, da hier die optische mit der mechanischen Funktionalität kombiniert vorliegt. Die Haltestrukturen liegen modelliert, charakterisiert und hinsichtlich ihrer erwarteten Belastung optimiert vor. Auf Grundlage der Komponentenmodelle kann nun das Gesamtmodell der mikrooptischen Bank erstellt werden. Dies ermöglicht direkt die Simulation und Eliminierung unerwünschter Wechselwirkungen zwischen Signal und Struktur [6]. Da der Fertigungsprozess ebenfalls in der Datenbank abgelegt ist, können die Forderungen der einzelnen Prozessschritte an das Design direkt umgesetzt werden. Ebenfalls kann direkt im Entwurfsschritt auf die Toleranzen reagiert werden, die die Fertigungskette mit einbringt. Der mikrooptische Modellbaukasten ermöglicht also sehr effizient den Übergang von der Komponentenebene auf die Subsystemebene. In Abbildung 9 wird dieser Sachverhalt dargestellt.





**Abb. 9:** Entwurf eines mikrooptischen Freistrahlmotors auf Grundlage des mikrooptischen Modellbaukastens.

## 5. Zusammenfassung

In diesem Artikel wurde das Konzept eines mikrooptischen Modellbaukastens vorgestellt. Die Grundlagen dieses Modellbaukastens sind mikrooptische Primitive auf Basis wiederverwendbarer Software-Einheiten, die eine kombinierte Beschreibung aus optischer und mechanischer Funktionalität darstellen. Die Berücksichtigung des mechanischen (strukturellen) Designs bereits im optischen Entwurfsprozess ermöglicht das Erkennen und gegebenenfalls Eliminieren von Wechselwirkungen zwischen

Signal und Struktur. Weiterhin sind im Baukasten auch relevante Prozessparameter abgelegt, die einen fertigungsgerechten Entwurf des mikrooptischen Subsystems ermöglichen und auf deren Grundlage der Subsystementwurf bezüglich Fertigungstoleranzen optimiert werden kann.

Der mikrooptische Modellbaukasten ist ein wichtiges Instrument für die Verkürzung der Herstellungszeiten, da viele Aspekte, die in der herkömmlichen Prozesskette zu Redesign-Zyklen führen, direkt in der Entwicklungsphase des optischen Entwurfs berücksichtigt werden können.

## Literatur

- [1] Sieber, I.; O. Nüssen: "Modellbasierte Optimierung eines IR-Gassensors", Abschlussseminar des BMBF-Verbundprojektes OMID, FZKA 6774, Forschungszentrum Karlsruhe, 2002, S.101-110
- [2] Bley, P. et al.: "The LIGA Process for the Fabrication of Micromechanical and Microoptical Components", Micro System Technologies '91, VDE Verlag Berlin, 1991
- [3] Müller, A.; Göttert, J. and Mohr, J.: "Aufbau hybrider mikrooptischer Funktionsmodule für die optische Nachrichtentechnik mit dem LIGA-Verfahren", Wissenschaftliche Berichte, FZKA 5786, Forschungszentrum Karlsruhe, Karlsruhe, 1996
- [4] Oka, T.; Nakajima, H.; Shiratsuki, A.; Tsugai, M.; Wallrabe, U.; Hollenbach, U.; Krippner, P.; Mohr, J.: "Development of a micro optical distance sensor with electrical I/O interface", Transducers '01 Eurosenors XV : The 11th Int.Conf.on Solid-State Sensors and Actuators, June 10-14, 2001, 2001, Munich, Germany, pp. 536-39
- [5] Mohr, J.; Last, A.; Hollenbach, U.; Oka, T.; Wallrabe, U.: "A modular fabrication concept for microoptical systems". Journal of Lightwave Technolgy, 21(2003) S.643-647
- [6] Sieber, I.; Gengenbach, U.; Hofmann, A.: "Construction kit for microoptical systems on basis of microoptical benches", Design, Test, Integration, and Packaging of MEMS/MOEMS, 5-7 May 2003, Cannes, France, pp. 84-89

# FEM-Simulationen und Validierungs-Experimente zu elektrisch erregten Mikromischern

P. Ehrhard <sup>1)</sup>, I. Meisel <sup>1)</sup>, H. Farangis Zadeh <sup>1)</sup>

<sup>1)</sup> Institut für Kern- und Energietechnik, Forschungszentrum Karlsruhe

## Zusammenfassung

Wir stellen ein Verfahren zum effizienten Mischen in Mikromischern vor. Die Grundidee ist hierbei durch ein externes oszillierendes elektrisches Feld Sekundärströmungen anzuregen. Für einen einfachen Aufbau mit einem Mäander-Mischkanal zeigen wir mithilfe von Finite-Elemente Simulationen (FEM) das Potential dieser Methode auf. Es zeigt sich, dass die Verbesserung der Vermischung durch eine Vergrößerung und Auffaltung der virtuellen Grenzfläche zwischen den Flüssigkeiten erreicht wird. Validierungs-Experimente werden vorgestellt, welche in Mikromischerkanälen von  $100\ \mu\text{m}$  Kanalweite das Geschwindigkeitsfeld mithilfe der  $\mu\text{PIV}$ -Methode und das Konzentrationsfeld mithilfe einer Fluoreszenzintensitäts-Messung erfassen. Erste Messungen in quadratischen Glaskanälen bestätigen die Simulationsergebnisse qualitativ. Systematische Messungen werden derzeit durchgeführt.

## 1. Einführung

In Mikrochips für die chemische oder biologische Analyse ( $\mu\text{TAS}$ ) und in Mikroreaktoren spielt die Vermischung von Flüssigkeiten eine wichtige Rolle. Naturgemäß existiert zwischen mischbaren Flüssigkeiten keine Grenzfläche im strengen Sinn, weshalb wir den Begriff virtuelle Grenzfläche verwenden. Allgemein kann man Vermischung als einen zweistufigen Prozess auffassen: (i) die virtuelle Grenzfläche zwischen den zu mischenden Flüssigkeiten wird vergrößert und die Dicke der Flüssigkeitsstrahlen wird reduziert, (ii) die Stoffdiffusion gleicht Konzentrationsunterschiede auf molekularer Längenskala aus. In Makrokanälen ist die Reynolds-Zahl  $Re = u_0 d_0 / \nu$  üblicherweise groß, so dass Trägheitskräfte, Instabilitäten und Turbulenz helfen, die virtuelle Grenzfläche zu vergrößern.  $u_0$  bezeichnet die mittlere Strömungsgeschwindigkeit,  $d_0$  die Kanalweite und  $\nu$  die kinematische Viskosität der Flüssigkeit. In Mikrokanälen ist hingegen die Reynolds-Zahl meist klein und die Strömung bleibt deshalb laminar [1]. Da in Mikroströmungen die Trägheitseffekte nicht ausreichen um große virtuelle Grenzflächen für eine effiziente Diffusion zu erzeugen, müssen andere (aktive) Maßnahmen gesucht werden.

Ein Klasse von Ansätzen beruht auf einer speziellen Mischergeometrie: durch die Strömungsführung werden dünne Flüssigkeitslamellen erzeugt und damit große virtuelle Grenzflächen bereitgestellt. Diese Methode wird in der Literatur als Multilamination bezeichnet (siehe z.B. [2]). Im allgemeinen benötigen solche Mischer

eine komplexe dreidimensionale Geometrie, welche sich nicht für kostengünstige Massenfertigung eignet. Ein zweite Klasse vom Ansätzen benutzt oszillierende Strömungen in Seitenkanälen, um die virtuelle Grenzfläche aufzufalten und zu vergrößern. Der Antrieb der oszillierenden Strömung geschieht meist mechanisch, z.B. durch Pumpen, Membranen oder Piezokristalle.

Der Ansatz unserer Arbeit beruht auf der Anwendung externer oszillierender elektrischer Felder geeigneter Frequenz, Amplitude und Orientierung. Diese induzieren zeitabhängige elektrische Kräfte auf die Flüssigkeit in der elektrischen Doppelschicht (EDL) an festen Wänden. Die Erregung führt selbst bei kleinen Reynolds-Zahlen zu einer zeitabhängigen Sekundärströmung, welche die virtuelle Grenzfläche auffaltet und vergrößert. Die vergrößerte virtuelle Grenzfläche führt schließlich zu effizienterer Diffusion und damit zu verbesserter Vermischung.

## 2. FEM-Simulationen

### 2.1 Behandlung der elektrischen Doppelschichten

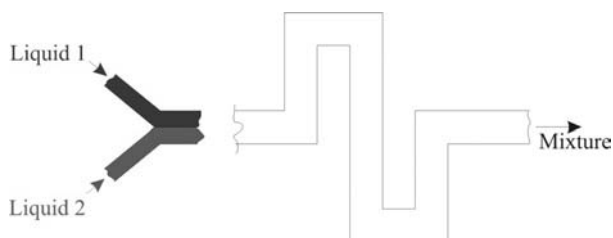
Flüssigkeiten beinhalten in vielen Fällen positiv und negativ geladene Ladungsträger (Ionen) [3]. Im Innern der Flüssigkeit liegen Ionen beider Ladungen in gleicher Konzentration vor, so dass die Flüssigkeit dort elektrisch neutral ist. An festen elektrisch nicht leitenden Wänden hingegen kommt es infolge der Wandladung des Festkörpers zu einem Überschuss einer Ionenart. Dies führt lokal zu einer elektrisch nicht neutralen

Schicht, der sogenannten elektrischen Doppelschicht (EDL). Mit der Debye-Hückel Approximation kann die Netto-Ladungsverteilung in der elektrischen Doppelschicht analytisch berechnet werden. Die Ladungsverteilung  $\rho_e$  fällt exponentiell vom Wert an der Wand  $q_w$  auf Null im Innern der Flüssigkeit ab. Nur innerhalb der elektrischen Doppelschicht können elektrische Kräfte induziert werden.

Selbst in Mikrokanälen ist die Dicke der elektrischen Doppelschicht (EDL) deutlich kleiner als die Kanalweite  $d_0$ . Jede numerische Simulation, welche die elektrische Doppelschicht auflösen soll, muss deshalb an der Wand das Rechengitter dramatisch verfeinern. Dies führt zwangsläufig zu einem enormen Rechenaufwand. Weil der Einfluss der elektrischen Kräfte jedoch auf eine sehr dünne Zone an der Wand beschränkt bleibt, ist es sinnvoll, eine sogenannte asymptotische Entwicklung der Lösung zu verwenden. Eine solche Methode modelliert den Bereich der EDL in Verbindung mit einer FEM-Lösung der Erhaltungsgleichungen im übrigen Kanal. Die Einzelheiten der mathematischen Formulierung finden sich in [4].

## 2.2 Prinzip des elektrisch erregten Mikromischers

Das Grundkonzept eines elektrisch erregten Mikromischers ist in Abbildung 1 dargestellt. Durch zwei zuführende Kanäle treten die beiden Flüssigkeiten ein, treffen sich in einem gemeinsamen Kanal um dann durch einen Mäanderkanal wieder auszutreten. Elektrische Doppelschichten finden sich an allen Wänden, insbesondere auch an den senkrechten Wänden im Mäander. Die Anwendung eines senkrecht orientierten, oszillierenden elektrischen Feldes im Mäanderbereich induziert Kräfte in den elektrischen Doppelschichten der vertikalen Wände und erzeugt dadurch eine zeitabhängige Sekundärströmung.

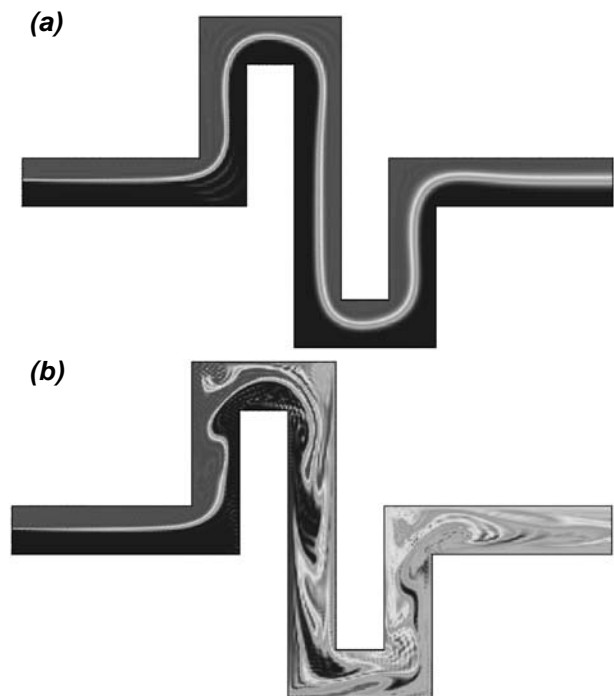


**Abb. 1:** Prinzip eines Mikromischers mit Mäanderkanal für elektrische Erregung.

## 2.3 Ergebnisse der FEM-Simulationen

Die zweidimensional zeitabhängigen Finite-Elemente-Simulationen werden zunächst ohne elektrische Erregung durchgeführt. Das Ergebnis für das Konzentrationsfeld ist in Abbildung 2a dargestellt. Wir erkennen, dass die Vermischung

lediglich durch die Diffusion entlang der virtuellen Grenzfläche (zwischen rot und blau) etwas befördert wird und dass sich eine langsam anwachsende Konzentrationsgrenzschicht aufbaut. Im Gegensatz dazu erhalten wir bei Anwendung eines vertikalen, oszillierenden elektrischen Feldes das in Abbildung 2b gezeigte Konzentrationsfeld. Deutlich sind vermischte Strähnen der beiden Flüssigkeiten zu erkennen, welche infolge der periodischen Beschleunigung der EDL an den vertikalen Wänden entstanden sind. Die so vergrößerte virtuelle Grenzfläche erlaubt eine deutlich effektivere Diffusion, was letztendlich zu dem guten Mischergebnis führt.



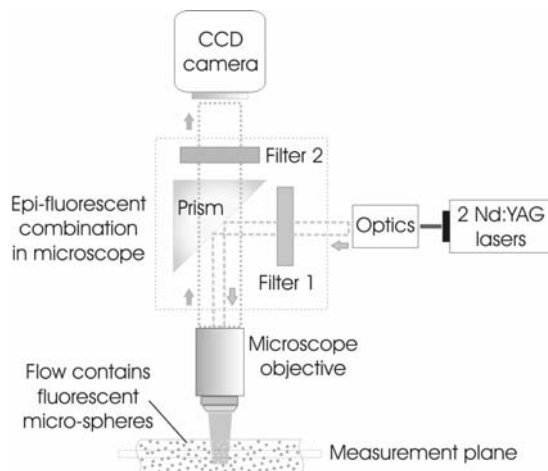
**Abb. 2:** Simulation des Konzentrationsfelds (a) ohne und (b) mit elektrischer Erregung. Die Parameter entsprechen destilliertem Wasser in einem Glaskanal mit  $d_0=100\mu\text{m}$ ,  $Re=10$ ,  $E=50\text{V/mm}$  und einer Erregungsfrequenz von  $f=10\text{Hz}$ .

## 3. Validierungsexperimente

### 3.1 Experimenteller Aufbau des $\mu\text{PIV}$ Systems

Für die Messung des Geschwindigkeitsfeldes im Mikrokanal verwenden wir ein Verfahren, welches von [5] auf Basis der „particle image velocimetry“ (PIV) entwickelt wurde. Der Aufbau ist in Abbildung 3 gezeigt. Durch zwei Nd:YAG-Laser werden Pulse grünen Lichts bei bekanntem Zeitversatz erzeugt. Diese Lichtpulse werden zusammgeführt, aufgeweitet und koaxial in ein

Mikroskop eingekoppelt, so dass das Volumen im Mikrokanal ausgeleuchtet wird.



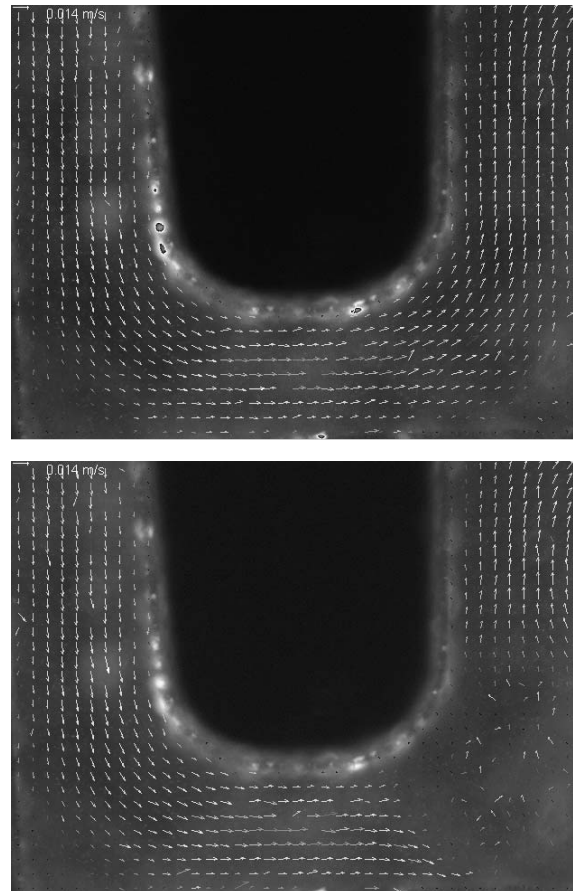
**Abb. 3:** Aufbau des verwendeten  $\mu$ PIV-Systems zur Messung des Geschwindigkeitsfelds in Mikrokanälen nach [5].

Die Flüssigkeit im Innern des Mikrokanals ist mit fluoreszierenden Mikrokugeln durchsetzt, welche bei an die Flüssigkeit angepasster Dichte einen Durchmesser von etwa  $200\text{ nm}$  haben. Das rote Fluoreszenzlicht von den Partikeln wird auf die CCD-Kamera abgebildet. Der farbempfindliche Strahlteiler sorgt dafür, dass vornehmlich das rote Fluoreszenzlicht von den Partikeln an der Kamera ankommt, während das grüne Reflexlicht z.B. von den Wänden nur stark abgeschwächt durchgelassen wird. Der Bereich maximaler Beleuchtungsintensität und die Tiefenschärfe des optischen Aufbaus definieren so ein Messvolumen von ca.  $10\text{-}20\ \mu\text{m}$  Dicke. Partikel außerhalb dieses Messvolumens erscheinen nur schwach beleuchtet und zudem unscharf auf der CCD-Kamera. Die Anwesenheit unscharfer Partikel auf den  $\mu$ PIV-Bildern erschwert die Auswertung der Partikelbewegung zwischen den beiden Bildern: die statistischen Methoden (Kreuzkorrelations-Verfahren) müssen mit einem deutlich höheren Rauschen in den Bildern zurechtkommen als die üblichen PIV-Messungen in einem echten Lichtschnitt.

### 3.2 Resultate für das Geschwindigkeitsfeld

Erste Resultate für das Geschwindigkeitsfeld im Mittenschnitt eines quadratischen Glas-Mäanderkanals von  $100\ \mu\text{m}$  Kanalweite sind in Abbildung 4 zusammengestellt. Das obere Bild zeigt das stationäre Geschwindigkeitsfeld in einem Bogen des Mäanders, welches sich ohne elektrisches Feld infolge der Förderung durch die beiden Spritzenpumpen an den Mischereingängen einstellt. Die Kanal-Reynolds-Zahl ist  $Re = 0.35$ . Wir erkennen eine glatte laminare Strömung von links nach rechts, wobei im Ka-

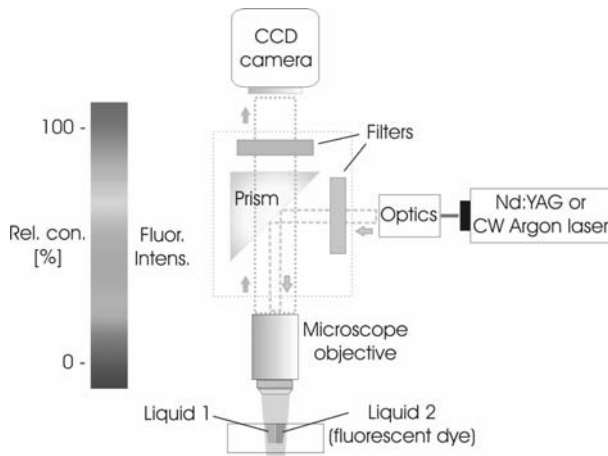
nalquerschnitt ein etwa parabelförmiges Geschwindigkeitsprofil vorliegt.



**Abb. 4:** Typische Messergebnisse von Geschwindigkeitsfeldern im Mittenschnitt eines Mäanderbogens bei  $Re=0.35$  (oben) ohne elektrisches Feld und (unten) kurz nach Einschalten eines elektrischen Felds.

Wird nun ein elektrisches Feld in vertikaler Richtung eingeschaltet, so führt die Beschleunigung der Flüssigkeit entlang der vertikalen Wände kurzzeitig zu einem Wirbel, wie im unteren Teil der Abbildung 4 sichtbar. Dies macht deutlich, dass die erwartete Kraftwirkung des elektrischen Feldes auf die Flüssigkeit in der EDL bei messbarer Amplitude auftritt. Nach dem Umbau der elektrischen Erregung am Versuchstand können nun periodisch veränderliche Felder erzeugt werden, und systematische Messungen mit vergleichbaren Parametern wie in den Simulationen werden derzeit durchgeführt.

### 3.3 Experimenteller Aufbau der Fluoreszenzintensitäts-Messung



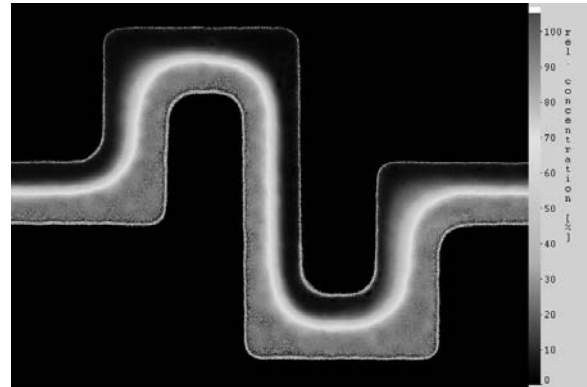
**Abb. 5:** Aufbau des entwickelten Fluoreszenzintensitäts-Messverfahrens zur Messung des Konzentrationsfelds in Mikrokanälen.

Für die Messung des Konzentrationsfeldes nutzen wir die Fluoreszenzintensität eines in einem der beiden Flüssigkeiten gelösten Fluoreszenzfarbstoffs. Der experimentelle Aufbau (vgl. Abbildung 5) unterscheidet sich nur wenig vom Aufbau des  $\mu$ PIV-Systems in Abbildung 3. Die Unterschiede bestehen zum einen bei der Beleuchtung, welche hier kontinuierlich in grün mit einem Argon-Ionenlaser erfolgt. Zum anderen ist in einer der Flüssigkeiten der Fluoreszenzfarbstoff *Rhodamin B* gelöst. Dieser emittiert bei Erregung im grünen Bereich rotes Fluoreszenzlicht, welches durch das Filtersystem auf die CCD-Kamera abgebildet wird. Die Intensität des Fluoreszenzlichts ist direkt verknüpft mit der höhengemittelten Konzentration des Farbstoffs und damit mit der Konzentration der markierten Flüssigkeit. Das Messverfahren muss zum einen die inhomogene Ausleuchtung des Messvolumens korrigieren. Dies geschieht durch Referenzbilder, welche bei einer homogenen Konzentration des Farbstoffs im Kanal aufgenommen werden. Zum anderen muss mithilfe von Eichbildern bei definierter (homogener) Konzentration der Zusammenhang zwischen Fluoreszenzintensität und höhengemittelter Konzentration ermittelt werden. Ist dies erfolgt, so kann die höhengemittelte Konzentration im ganzen Feld mit guter Genauigkeit angegeben werden. Eine detaillierte Beschreibung des entwickelten Messverfahrens findet sich in [6].

### 3.4 Resultate für das Konzentrationsfeld

Ein erstes Ergebnis einer Konzentrationsmessung in einem stationär durchströmten Glas-Mäanderkanal ist in Abbildung 6 gegeben. Wir

erkennen die geschichtete Strömung zweier Flüssigkeiten bei einer Kanal-Reynoldszahl von  $Re = 11$ , in welcher lediglich ein geringfügiger diffusiver Austausch zwischen den beiden Flüssigkeiten an der virtuellen Grenzfläche zu beobachten ist. Systematische Messungen bei angelegtem elektrischem Feld werden derzeit vorbereitet.



**Abb. 6:** Höhengemitteltes Konzentrationsfeld in einem Mischer-Mäanderkanal bei stationärer Strömung der Flüssigkeiten mit  $Re=11$ .

## 4. Zusammenfassung und Ausblick

Die numerischen Simulationen der Strömung und des Stofftransports in einem elektrisch erregten Mikromischer zeigen, dass dieses Konzept vielversprechend erscheint, auch bei niedrigen Reynolds-Zahlen eine gute Vermischung der Flüssigkeiten zu erreichen. Das Konzept setzt voraus, dass innerhalb der Flüssigkeiten Ladungsträger (Ionen) vorhanden sind und weiterhin eine elektrisch isolierende Wand vorliegt. Unter diesen Voraussetzungen baut sich an der Wand eine EDL auf, in welcher durch äußere elektrische Felder Kräfte auf die Flüssigkeit induziert werden können. Mithilfe der induzierten Kräfte auf die Flüssigkeit wird es möglich, Sekundärströmungen zu erzeugen, welche die virtuelle Grenzfläche zwischen den zu mischenden Flüssigkeiten auffalten und vergrößern. So kann die Diffusion über die große virtuelle Grenzfläche deutlich mehr Masse austauschen und den Vermischungsprozess intensivieren. Der vorgestellte Mäanderkanal ist hierbei nur eine mögliche Geometrie, andere Geometrien wie Kanäle mit Hindernissen oder Seitenkanälen eignen sich gleichfalls, diesen Effekt auszunutzen (vgl. [4]).

Die vorgestellten Simulationen sind naturgemäß nur ein erster Schritt bei der Entwicklung eines elektrisch erregten Mikromischers. Mehrere Vereinfachungen sind eingeflossen: (i) beide Flüssigkeiten werden mit identischen Eigenschaften

modelliert, (ii) die elektrischen Doppelschichten werden für beide Flüssigkeiten gleich und räumlich konstant angenähert, (iii) (schwache) elektrische Ströme und Felder infolge der Strömung werden gegenüber dem angelegten und selbst-induzierten elektrischen Feld vernachlässigt, (iv) die Strömung wird zweidimensional (eben) simuliert. Hier werden nach Vergleich mit den experimentellen Befunden gegebenenfalls Verfeinerungen des Modells notwendig.

Der geometrische Aufbau des Mikromischers in Form eines Y-Mischers mit nachgeschaltetem Mäanderkanal kann in vielerlei Hinsicht optimiert werden. Die Simulationen zeigen, dass eine Erregung in zeitlicher und räumlicher Resonanz optimale Ergebnisse bezüglich der Größe der virtuellen Grenzfläche liefert. Die zeitliche Resonanz bedingt hierbei die Optimierung der Erregungsfrequenz, während die räumliche Resonanz durch einen optimalen Abstand der Mäanderbögen erreicht werden kann. Schließlich ist der Vorteil einer größeren Zahl von Mäanderbögen für die Vermischung gegenüber dem erhöhten Druckverlust und Platzbedarf abzuwägen.

Die vorgestellte Messtechnik in Form des  $\mu$ PIV-Systems zur Messung des Geschwindigkeitsfeldes und der Fluoreszenzintensitäts-Messung zur Erfassung des höhengemittelten Konzentrationsfeldes erweist sich als geeignet, die relevanten Daten für Validierungs-Experimente in Mikromischern bei guter Genauigkeit zugänglich zu machen. Hier sind nun systematische Messungen mit und ohne elektrische Erregung durchzuführen, um das Ziel der Validierung der Modellaussagen zu erreichen.

## Literatur

- [1] Ehrhard, P., Meisel, I., „Strömungs- und Transportprozesse in Mikrokanälen“, *FzKa Bericht* **6680**, 2002.
- [2] Ehrfeld, W. et al., „*Microreactors: New Technology for Modern Chemistry*“, Wiley-VCH, 2000.
- [3] Hunter, R.J., „*Zeta Potential in Colloid Science. Principles and Applications*“, Academic Press, 1981.
- [4] Meisel, I., Ehrhard, P., „Electrically-excited (electroosmotic) flows in microchannels for mixing applications“, *Physics of Fluids*, submitted, 2003.
- [5] Meinhart, C., Wereley, S., Santiago, J., „PIV measurements of a micro-channel flow“, *Experiments in Fluids* **27**, 414, 1999.
- [6] Matsumoto, R., Farangis Zadeh, H., Ehrhard, P., „Quantitative measurement of height-averaged concentration fields in microchannels by means of a fluorescence intensity method“, *Experiments in Fluids*, submitted, 2003.



# Simulation der Wärmeübertragung und Zweiphasenströmung in Apparaten der Mikroverfahrenstechnik

Martin Wörner <sup>1)</sup>, Achim Wenka <sup>2)</sup>, Anke Halbritter <sup>2)</sup>, Uwe Imke <sup>1)</sup>, Bradut Ghidersa <sup>1)</sup>

<sup>1)</sup> Institut für Reaktorsicherheit

<sup>2)</sup> Institut für Mikroverfahrenstechnik

## Zusammenfassung

Die numerische Strömungssimulation etabliert sich zunehmend als Werkzeug zur Untersuchung von Strömungs- und Wärmeübertragungsvorgängen in technischen Apparaten. Sie stellt gerade für die Mikroverfahrenstechnik eine wertvolle Ergänzung zu experimentellen Untersuchungen dar. Dabei erfordern anwendungsnahe und grundlagenorientierte Fragestellungen Rechenprogramme mit unterschiedlichem Detaillierungsgrad. In diesem Beitrag werden Ergebnisse für einen Mikrowärmeübertrager auf der Basis einer detaillierten und einer vereinfachten Simulation gegenübergestellt und die detaillierte Simulation einer Zweiphasenströmung in einem quadratischen Einzel-Kanal vorgestellt. Der mit den Rechnungen verbundene numerische Aufwand wird diskutiert.

## 1. Einleitung

Apparate der Mikroverfahrenstechnik wie Mikrowärmeübertrager und Mikroreaktoren (siehe z.B. [1]) bestehen häufig aus einer Vielzahl einzelner, paralleler Kanäle. Die Strömung in den einzelnen Kanälen ist hydrodynamisch getrennt, doch besteht bei Wärmeübertragungsvorgängen und Fluiden mit temperaturabhängigen Stoffwerten eine Kopplung aufgrund der Wärmeleitung in der Struktur. Die Apparate-Auslegung und -Optimierung erfordert daher nach Möglichkeit die Kenntnis der Strömungsvorgänge im einzelnen Kanal und der thermischen Kopplung über das Strukturmaterial.

Eine Bestimmung der Strömungsverteilung innerhalb der einzelnen Mikrokanäle sowie die Bestimmung der Temperaturverteilung im Fluid und im Strukturmaterial liegt außerhalb derzeitiger experimenteller Möglichkeiten. Als Alternative bietet sich die numerische Strömungssimulation an (engl.: CFD = computational fluid dynamics). Bei der Entwicklung und Anwendung von Rechenprogrammen werden dazu im Forschungszentrum Karlsruhe zwei sich ergänzende Strategien verfolgt: Eine den Einzel-Kanal und die Struktur fein auflösende aber Rechenzeit-intensive detaillierte Simulation und eine vereinfachte aber schnelle Simulation auf der Basis experimentell qualifizierter empirischer Modelle. Ausgewählte Ergebnisse dieser numerischen Strömungssimulationen für Fragestellungen der Mikroverfahrenstechnik werden nachfolgend vorgestellt und der damit verbundene Rechenzeitbedarf diskutiert. Ergebnisse für einen Mikrowärmeübertrager in Kreuzstrombauweise werden in Abschnitt 2 auf der Basis einer

detaillierten und in Abschnitt 3 auf der Basis einer vereinfachten Simulation vorgestellt. Abschnitt 4 zeigt Ergebnisse von detaillierten Simulationen der Zweiphasenströmung von Luftblasen in Öl in einem quadratischen Minikanal.

## 2. Detaillierte Simulation eines Mikrowärmeübertragers

### 2.1 Apparate-Beschreibung

Abbildung 1 zeigt den Grundkörper eines 1cm<sup>3</sup> Mikrowärmeübertragers [1,2] sowohl als Einzelkomponente als auch im eingebauten Zustand mit Anschlüssen. Der Grundkörper besteht aus 50 kreuzweise übereinander angeordneter Folien von je 200 µm Dicke. Die Folien haben eine Kantenlänge von 14 mm und einen mikrostrukturierten Bereich von 14 mm x 10 mm mit 34 parallelen Mikrokanälen des Querschnittes 200 µm x 100 µm. Durch das kreuzweise Stapeln der Folien resultiert ein würfelförmiges Volumen mit 10 mm Kantenlänge, in dem die Kanäle überlappen und der größte Teil der Wärme übertragen wird.



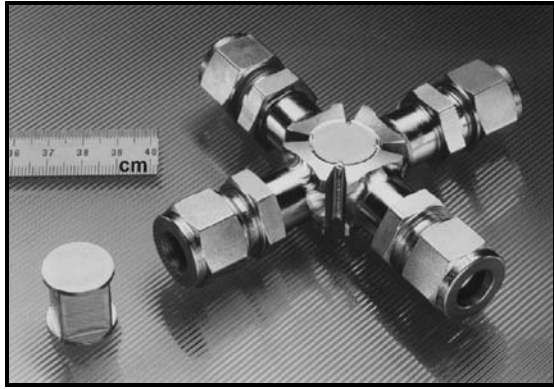


Abb. 1: Grundkörper des  $1\text{cm}^3$ -Wärmeübertragers als Einzelkomponente und im eingebauten Zustand mit Anschlüssen.

Bei der Leistungsmessung und Charakterisierung von Mikrowärmeübertragern wird neben dem Druckverlust und dem Massenstrom durch die Passagen deren Ein- und Austrittstemperatur bestimmt. Diese integralen Daten geben jedoch keine Auskunft über den Temperaturverlauf in den Kanälen. Um darüber Informationen zu erhalten, wurden numerische Berechnungen für symmetrische Wasserdurchsätze im  $1\text{cm}^3$  Mikrowärmeübertrager simuliert und mit Messergebnissen verglichen [3].

## 2.2 Simulationsmodell und Rechenprogramm FLUENT

Geht man davon aus, dass für alle Folien einer Passage identische Strömungsverhältnisse vorliegen, kann man einen Mikrowärmeübertrager als System parallel geschalteter „Kreuzstrommodule“ betrachten. Jedes Kreuzstrommodul besteht aus einer Folie der kalten und einer Folie der warmen Passage. Wird die übertragene Leistung eines Kreuzstrommoduls mit der Anzahl der Folien einer Passage multipliziert, resultiert daraus die Gesamtleistung des Apparats.

Die nachfolgend vorgestellten Rechnungen wurden mit dem kommerziellen CFD Programm FLUENT durchgeführt. Dieses löst die physikalischen Erhaltungsgleichungen für Masse, Impuls und Energie auf einem unstrukturierten Gitter mit Hilfe einer Finite-Volumen Diskretisierung. Die Rechnungen wurden nicht für den gesamten Mikrowärmeübertrager sondern lediglich für ein Kreuzstrommodul durchgeführt. Der Querschnitt jedes einzelnen der  $2 \times 34$  Mikrokanäle ist dabei mit je  $4 \times 4$  Maschen aufgelöst. Insgesamt sind Fluidbereich und Strukturmaterial mit ca. 500.000 Maschen diskretisiert. Die Berechnung einer stationären Lösung auf einem PC (Pentium Xeon 2 GHz) erfordert ca. 10 Stunden Rechenzeit. Damit wird deutlich, dass die detaillierte Berechnung eines Mikrowärmeübertragers über

dessen gesamten Leistungsbereich zu einem sehr hohen Rechenaufwand führen würde. Hier bietet sich eine vereinfachte Simulation an, siehe Abschnitt 3.

## 2.3 Ergebnisse

Für solch ein Kreuzstrommodul wurde der Wärmeübergang für symmetrische Gesamtdurchsätze von  $25\text{ kg/h}$  und  $400\text{ kg/h}$  simuliert [3]. Symmetrisch bedeutet hier gleiche Wasserdurchsätze für beide Passagen. Die Eintrittstemperatur betrug auf der kalten Seite  $8^\circ\text{C}$  und auf der warmen Seite  $95^\circ\text{C}$ .

Abbildung 2 zeigt den Temperaturverlauf in den Mikrokanälen des strukturierten Überlappungsbereichs für beide Passagen für den symmetrischen Wasserdurchsatz von  $25\text{ kg/h}$ . Auffallend ist der Einfluss der Wärmeleitung in den unstrukturierten Eckbereichen der Folien auf den ersten Kanal der warmen bzw. letzten Kanal der kalten Passage. In den ersten  $2\text{ mm}$  dieser Kanäle wird das warme Wasser von  $95^\circ\text{C}$  auf ca.  $70^\circ\text{C}$  abgekühlt, die kalte Flüssigkeit von  $8^\circ\text{C}$  auf ca.  $18^\circ\text{C}$  erwärmt. Die Abkühlung des Wassers von  $70^\circ\text{C}$  auf ca.  $15^\circ\text{C}$  im ersten Kanal der warmen Passage ähnelt dem Verlauf einer Hyperbel. Betrachtet man die Abkühlvorgänge in den anderen Kanälen der warmen Passage, so stellt man fest, dass mit steigender Kanalnummer die Austrittstemperatur zunimmt. Die Krümmung der Abkühlkurven nimmt dabei stetig ab, bis sie nahezu in Geraden übergehen. Im letzten Kanal erfährt die Flüssigkeit eine konstant verlaufende Abkühlung von  $95^\circ\text{C}$  auf ca.  $60^\circ\text{C}$ . Für die kalte Passage gilt ähnliches. Es ergibt sich eine hyperbolisch verlaufende Erwärmung des Wassers im letzten Kanal auf ca.  $85^\circ\text{C}$  und eine gleichmäßige Erwärmung des Fluids im ersten Kanal auf ca.  $50^\circ\text{C}$ .

Abbildung 3 zeigt den zu Abb. 2 entsprechenden Temperaturverlauf in der kalten und warmen Passage bei einem Wasserdurchsatz von je  $400\text{ kg/h}$ . Die Temperaturdifferenz zwischen Ein- und Auslaufbereich einer Passage ist wesentlich geringer ist als beim Wasserdurchsatz von  $25\text{ kg/h}$  und die Erwärmung bzw. Abkühlung in fast allen Kanälen erfolgt ziemlich gleichmäßig. Die maximale Temperaturänderung in der warmen Passage erfährt das Wasser im ersten Kanal. Hier wird es von  $95^\circ\text{C}$  auf ca.  $70^\circ\text{C}$  abgekühlt. In den folgenden Kanälen beträgt die Austrittstemperatur der Kanäle ca.  $80^\circ\text{C}$ . Sie bleibt über den größten Teil der Passage konstant. Die letzten Kanäle der warmen Passage werden durch den Auslauf der Kaltwasserpassage beeinflusst, so dass ihre Austrittstemperaturen wieder etwas sinken. Das Wasser der kalten Passage erfährt in fast allen Kanälen eine gleichmäßige Erwärmung von  $8^\circ\text{C}$  auf ca.  $25^\circ\text{C}$ .

Bei den Kanälen in den Außenzonen des strukturierten Bereichs der Folie macht sich der Ein- und Ausströmbereich der Warmwasserpassage bemerkbar. Hier liegen die Austrittstemperaturen der Kanäle etwas höher. Die größte Temperaturerhöhung der kalten Passage von 8°C auf ca. 28°C tritt in Kanal 34 auf.

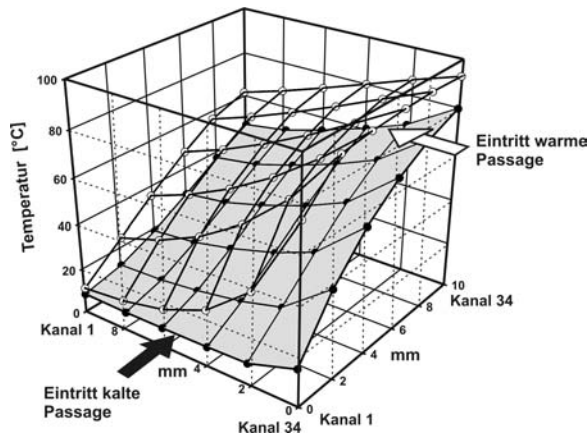


Abb. 2: Temperaturverlauf in den Mikrokanälen der warmen und kalten Passage für den symmetrischen Wasserdurchsatz von 25 kg/h.

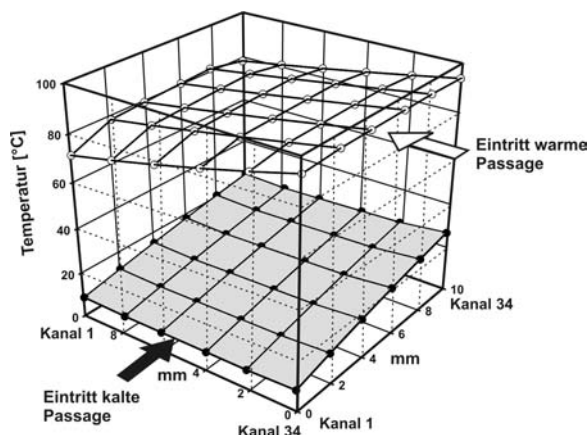


Abb. 3: Temperaturverlauf in den Mikrokanälen der warmen und kalten Passage für den symmetrischen Wasserdurchsatz von 400 kg/h.

Vergleicht man die Ergebnisse der Simulationen für die mittleren Ein- und Austrittstemperaturen mit den Messergebnissen, ist eine sehr gute Übereinstimmung festzustellen [3]. Dies belegt auch Abbildung 4, in der die Aufheizung der kalten Passage über dem Durchsatz aufgetragen ist. Die Ergebnisse der Untersuchungen verdeutlichen damit, dass die thermischen Eigenschaften eines Mikrowärmeübertragers sehr gut durch eine 3D Simulation mit entsprechenden Randbedingungen charakterisiert werden.

### 3. Vereinfachte Simulation des Mikrowärmeübertragers

#### 3.1 Grundidee

Wie in Abschnitt 2.2 erläutert führt die detaillierte Simulation vieler verschiedener Betriebszustände eines Wärmeübertragers mit Auflösung der einzelnen Mikrokanäle mit einem kommerziellen Programm zu einem sehr großen Rechenaufwand. Aus diesem Grund wurde für die vereinfachte Simulation von Apparaten der Mikroverfahrenstechnik das Rechenprogramm TwoPorFlow (Two Phase Porous Flow) entwickelt.

Die Grundidee ist es, die einzelnen feinen Strukturen von Mikrowärmeübertragern nicht durch das Gitter räumlich aufzulösen, sondern stattdessen zu „verschmieren“. Dies bietet den Vorteil, dass deutlich gröbere Maschennetze verwendet werden können, und so die Kennlinie des Apparates mit viel geringerem Aufwand berechnet werden kann. Nachteilig am Konzept der vereinfachten Simulation ist, dass relevante physikalische Vorgänge wie Strömungsdruckverlust und Wärmeübertragung innerhalb der Mikrokanäle durch geeignete empirische Korrelationen modelliert werden müssen.

Ein weiterer Vorteil von TwoPorFlow ist, dass damit, ausgehend von einphasiger Strömung, Siedevorgänge bis zur Produktion von überhitztem Dampf berechnet werden können. Dies ist zur Zeit mit fortschrittlichen kommerziellen CFD-Programmen nicht möglich. Mit ihnen können mehrphasige Strömungen nur in ihrer dispersen Form (Bläschen oder Tröpfchen) numerisch stabil beschrieben werden.

#### 3.2 Rechenprogramm TwoPorFlow

Das Rechenprogramm TwoPorFlow [4] beruht auf dem Modell von zwei Fluiden (Flüssigkeit und Dampf), die sich gegenseitig durchdringen [5]. Die reale Geometrie der Mikrokanalstruktur wird durch einen porösen Körper ersetzt, durch den die Fluide strömen. Für beide Phasen werden die Erhaltungsgleichungen für Masse, Impuls und Energie numerisch gelöst. Die Wärmeleitungsgleichung für die poröse Struktur ergänzt das Gleichungssystem und sorgt für die thermische Kopplung der Strömung in den verschiedenen Kanälen des Mikrowärmeübertragers. Der Austausch von Masse, Impuls und Energie zwischen den Phasen sowie der Wärmeaustausch zwischen der Struktur und den Fluiden wird durch empirische Korrelationen beschrieben, die für die Strömung in Rohren konventioneller Größe entwickelt wurden. In der Literatur gibt es eine Diskussion, inwieweit die Übertragung dieser Schließungsgleichungen für Druckverlust,

Wärmeübertragung und Verdampfung auf Mikrokanäle zulässig ist [6]. Durch den modularen Aufbau des Programms ist es möglich speziell für Mikrokanäle entwickelte Modelle aufzunehmen.

Die numerische Lösung des gekoppelten Systems von Gleichungen beruht auf der ICE-Methode (Implicit Continuous Eulerian), die besonders für zweiphasige Strömungen mit Verdampfung oder Kondensation geeignet ist [7]. Die transiente Methode benutzt ein strukturiertes kartesisches, versetztes Gitter und verbindet die in nicht konservativer Form geschriebene Differenzgleichung für die Geschwindigkeiten mit den konservativen volumenintegrierten Massen- und Energieerhaltungsgleichungen. Als Ergebnis liefert das Programm die räumliche Verteilung von Druck, Temperaturen, Geschwindigkeiten und Dampfvolumenteil.

Um das Programm anzuwenden, muss zunächst die Geometrie des zu simulierenden Mikrowärmeübertragers abgebildet werden, wobei Symmetriebedingungen und die Vernachlässigung von Randeffekten eine wichtige Rolle spielen. Das vereinfachte Abbild des Apparates, welches in der Regel aus einem porösen Körper und den Eintritts- und Austrittsbereichen besteht, wird dann mit einem groben Maschennetz überzogen, um die Berechnungen für verschiedenen Betriebsbedingungen (Durchflussrate, Temperatur, Druck) durchzuführen.

### 3.3 Ergebnisse

Die in Abschnitt 2.3 vorgestellten detaillierten Simulationen des Mikrowärmeübertragers mit FLUENT wurden für zwei bestimmte Durchflussraten durchgeführt. Mit der vereinfachten Simulationsmethode von TwoPorFlow ist es möglich, den gesamten Bereich an Durchflussraten effizient zu simulieren und damit die „Kennlinie“ des Mikrowärmeübertragers zu berechnen. Für die Simulation des mit FLUENT berechneten Kreuzstrommodules aus Abschnitt 2.2 wird in TwoPorFlow ein Maschennetz von  $2 \times 48 \times 48$  Zellen benutzt. Die Rechenzeit auf einer IBM Workstation mit Power4-Prozessor beträgt etwa eine Stunde. Abbildung 4 zeigt die mit TwoPorFlow berechnete Aufheizung von kaltem Wasser für den in Abb. 1 dargestellten Mikrowärmeübertrager in Abhängigkeit von der Durchflussrate in der kalten und warmen Passage. Die berechnete Kurve gibt die gemessenen Werte sehr gut wieder.

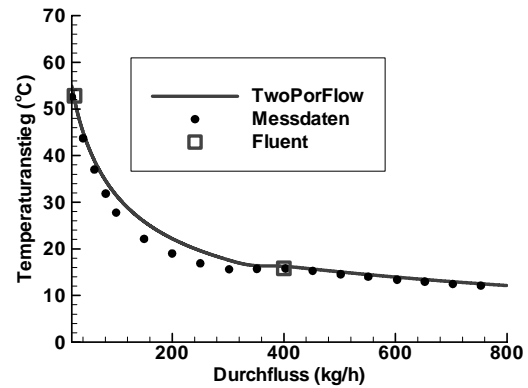


Abb. 4: Mittlere Aufheizung des Wassers in der kalten Passage über der Durchflussrate für den in Abb. 1 dargestellten Mikrowärmeübertrager. Vergleich von Rechnungen und Messungen.

Abbildung 5 zeigt die mit TwoPorFlow berechnete Austrittstemperatur von Wasser bzw. Wasserdampf für einen elektrisch beheizten Mikrowärmeübertrager bzw. Verdampfer (Beschreibung siehe [1]) in Abhängigkeit von der zugeführten Leistung. Die teilweise Überschätzung der Temperatur hat ihre Ursache in Wärmeverlusten an der Oberfläche und den Rohranschlüssen des Gerätes, die in der Rechnung nicht berücksichtigt sind.

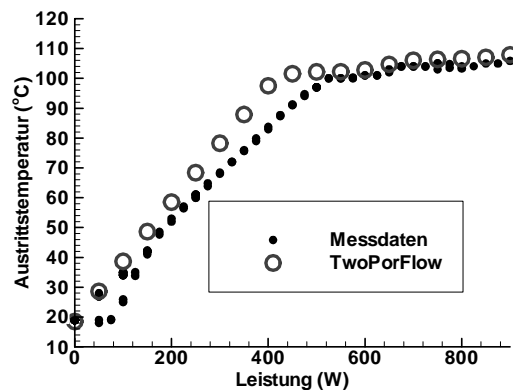


Abb. 5: Mittlere Austrittstemperatur von Wasser bzw. Dampf als Funktion der Leistung für einen elektrisch beheizten Mikrowärmeübertrager und einen Durchsatz von  $4,4 \text{ kg/h}$ . Vergleich von Rechnungen und Experimenten.

Die Simulationen mit TwoPorFlow zeigen eine - im Hinblick auf die stark vereinfachenden Annahmen - gute Übereinstimmung mit Experimenten. Dies ermöglicht umfangreiche Parameterstudien und somit eine intensive Begleitung von Entwicklung und Anwendung von Apparaten der Mikroverfahrenstechnik. Insbesondere der Einfluss der Mikrokanalgeometrie, der Temperatur und des Massendurchsatzes lassen sich damit effizient analysieren.

## 4. Detaillierte Simulation der Gas-Flüssig-Strömung in einem Minikanal

### 4.1 Motivation

Die Strömung zweier nicht mischbarer Fluide ist für verschiedene Grundoperationen der Verfahrenstechnik von Bedeutung. Dabei bietet der Einsatz von Mikroreaktoren verschiedene Vorteile im Vergleich zu konventionellen chemischen Reaktoren. So lassen sich z.B. in Mikroblasensäulen wesentlich höhere Werte für die Phasengrenzfläche pro Volumeneinheit erzielen [8]. Für die Auslegung, die Optimierung und den zuverlässigen Betrieb von Gas-Flüssig-Mikroreaktoren ist die detaillierte Kenntnis der Hydrodynamik der Zweiphasenströmung im einzelnen Kanal notwendig. Experimentelle Untersuchungen haben gezeigt, dass sich die für Makrokanäle gewonnenen Erkenntnisse nicht ohne weiteres auf Kanäle mit Abmessungen kleiner etwa 1 mm übertragen lassen.

### 4.2 Rechenprogramm TURBIT-VOF

Das Ziel der hier vorgestellten Arbeiten ist die detaillierte numerische Berechnung von Gas-Flüssig-Zweiphasenströmungen in Mini- und Mikrokanälen. Hierzu wurde das für Zweiphasenströmungen in Makrokanälen entwickelte Rechenprogramm TURBIT-VOF weiterentwickelt [9]. Dieses basiert auf einer Finite-Volumen-Methode und löst die physikalischen Erhaltungsgleichungen für Masse, Impuls und Energie beider Phasen auf einem strukturierten kartesischen Gitter und berücksichtigt dabei die Kopplungsbedingungen an der Phasengrenzfläche einschließlich der Oberflächenspannung. Die Berechnung der dynamischen Entwicklung der Phasengrenzfläche erfolgt mit der Volume-of-Fluid Methode (VOF). Dabei wird in jeder Gitterzelle, in der momentan beide Phasen vorliegen, die Phasengrenzfläche lokal durch eine Ebene approximiert. In Strömungsrichtung verwendet das Programm periodische Randbedingungen. Dadurch können nur sich mit einer bestimmten Periodenlänge  $L$  räumlich wiederholende Strömungen berechnet werden. Diese räumliche Periodizität ist für die Strömung nicht mischbarer Fluid in kleinen Kanälen in guter Näherung gegeben.

### 4.3 Simulationsparameter

Zur Validierung von TURBIT-VOF wurde die Strömung von regelmäßig aufeinander folgenden Luftblasen in viskosem Öl in einem vertikalen Kanal mit quadratischem Querschnitt von 2 mm Seitenlänge berechnet [10]. Es wurden zwei Fälle (Fall A und B) miteinander verglichen,

bei denen der Gasvolumenanteil jeweils 33% beträgt, aber die Viskosität des Öls im Fall B um einen Faktor 10 geringer ist als im Fall A. Zusätzlich wird ein unterschiedlicher axialer Druckverlust vorgegeben, so dass sich unterschiedliche Durchsätze beider Phasen einstellen. Die Simulationen erfolgen zeitabhängig und voll dreidimensional. In den zunächst betrachteten Fällen ist das Rechengebiet kubisch und mit  $64^3$  Maschen diskretisiert. Im Fall B wurden dabei mehr als 50.000 Zeitschritte berechnet. Eine solche Simulation erfordert auf einem Prozessor des Vektor-Parallel-Rechners Fujitsu VPP5000 eine Rechenzeit von mehreren hundert Stunden.

### 4.4 Ergebnisse

Abbildung 6 zeigt die berechnete Blasenform im Kanal für Fall A und B. In Fall A ist die Blase lang gestreckt. In Fall B weicht die Blase weniger stark von der Kugelform ab. Die zusätzliche Darstellung von Partikelbahnen in der Flüssigkeit verdeutlicht, dass in Fall B im Nachlauf der Blase ein Wirbel vorliegt, was in Fall A nicht der Fall ist.

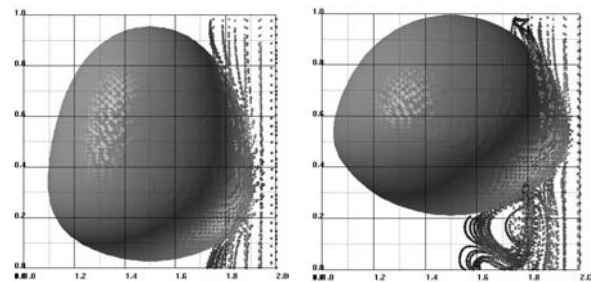


Abb. 6: Seitenansicht der berechneten stationären Blasenform für Fall A (links) und B (rechts). Die Strömung in der Flüssigkeit ist durch die Bahnen masseloser Partikel in sich mit der Blase bewegenden Bezugssystem dargestellt.

Beim Vergleich der Rechenergebnisse mit integralen experimentellen Daten aus der Literatur zeigt sich für die Blasengeschwindigkeit und die Relativgeschwindigkeit von Gas und Flüssigkeit eine gute Übereinstimmung [9]. Der Durchmesser der Blase im größten Querschnitt wurde um ca. 5% unterschätzt, was für die Filmdicke zwischen Blase und Wand von Bedeutung ist.

Um die Ursache für diese Abweichung zu untersuchen, wurden für Fall A weitere Simulationen mit  $48 \times 48$  Maschen im Querschnitt durchgeführt, in denen die Periodenlänge  $L$  vergrößert wurde und alle weiteren Parameter beibehalten wurden. Die Ergebnisse sind in Abbildung 7 dargestellt. Auf den ersten Blick bleibt die Blasenform unverändert, doch zeigt eine detaillierte Analyse, dass der Blasendurchmesser mit Zunahme von  $L$  ebenfalls zunimmt und damit besser mit experimentellen Werten übereinstimmt.

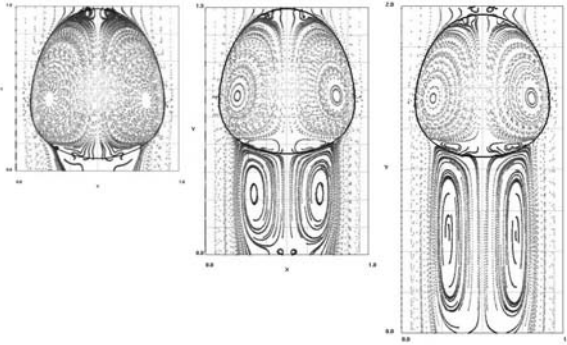


Abb. 7: Blasenform und Strömungsstruktur für Fall A und drei unterschiedliche Periodenlängen ( $L = 2 \text{ mm}$ ,  $L = 3 \text{ mm}$  und  $L = 4 \text{ mm}$ ).

## 5. Zusammenfassung und Ausblick

In dem Beitrag wurden Ergebnisse für einen Mikrowärmeübertrager auf Basis einer detaillierten Simulation mit FLUENT und einer vereinfachten Simulation mit TwoPorFlow vorgestellt. Die gute Übereinstimmung mit experimentellen Ergebnissen zeigt, dass die numerische Strömungssimulation eine äußerst wertvolle Ergän-

zung zu experimentellen Untersuchungen darstellt und einen wesentlichen Beitrag zur Analyse, Weiterentwicklung und Design von Apparaten der Mikroverfahrenstechnik leisten kann. Die detaillierte Simulation einer zweiphasigen Strömung in einem Minikanal mit TURBIT-VOF liefert Informationen über alle Strömungsgrößen mit hoher räumlich-zeitlicher Auflösung und in einem Detail, das weit über die experimentellen Möglichkeiten hinausgeht. Derartige Simulationen bieten damit die Möglichkeit zu einem vertieften physikalischen Verständnis dieser Strömungsvorgänge zu gelangen.

Hinsichtlich der Weiterentwicklung von TwoPorFlow ist es wünschenswert den Code so zu erweitern, dass er nicht nur auf ein Kreuzstrommodul sondern auf den kompletten Mikrowärmeübertrager angewendet werden kann. Auch eine Implementierung von Modulen und Modellen aus TwoPorFlow in FLUENT auf der Basis von Benutzereigenen Unterprogrammen erscheint möglich. Das Rechenprogramm TURBIT-VOF wird aktuell für zweiphasige Strömungen mit Stoffübertragung und chemischer Reaktion weiterentwickelt.

## Literatur

- [1] Schubert K., Brandner J., Fichtner M., Linder G., Schygulla U., Wenka A., „Microstructure devices for applications in thermal and chemical engineering“, *Microscale Thermophysical Engineering* 5 (2001) 17-39.
- [2] Schubert K., Bier W., Brandner J., Fichtner M., Franz C., Linder G., „Realization and testing of microstructure reactor, micro heat exchanger and micromixers for industrial applications in chemical engineering“, *Proc. 2<sup>nd</sup> Int. Conf. on Microreaction Technology*, March 9-12, 1998, New Orleans, LA, USA, pp. 88-95.
- [3] Wenka A., Fichtner M., Schubert K., „Investigation of the thermal properties of a micro heat exchanger by 3D fluid dynamics simulation“, *Proc. 4<sup>th</sup> Int. Conf. on Microreaction Technology*, March 5-9, 2000, Atlanta, GA, USA, pp. 256-263.
- [4] Imke U., „Porous media simplified simulation of single and two phase flow heat transfer in micro channel heat exchangers“, accepted for publication in *Chem. Eng. Journal*.
- [5] Stewart H.B., Wendroff B.B., „Review – two-phase flow: models and methods“, *J. Comput. Phys.* 56 (1984) 363-409.
- [6] Obot N., „Towards a better understanding of friction and heat/mass transfer in microchannels - a literature review“, Celata G.P., et al. (Eds.), *Proc. Heat Transfer and Transport Phenomena in Microscale*, Banff, Canada, October 15-20, 2000, Begell House Publ., New York, 2000, pp. 72 -79.
- [7] Harlow F.A., Amsden A., „A numerical fluid dynamics calculation method for all flow speeds“, *J. Comput. Phys.* 8 (1971) 197-213.
- [8] Haverkamp V., Emig G., Hessel V., Liauw M.A., Löwe H., „Characterization of a gas/liquid microreactor, the micro bubble column: determination of specific interfacial area“, in Matlosz M., Ehrfeld W., Baselt J.P. (Eds.): *Microreaction Technology, IMRET-5: Proc. 5<sup>th</sup> Int. Conf. on Microreaction Technology*, Springer 2002, pp. 203-214.
- [9] Ghidersa B.E., „Finite Volume-based Volume-of-Fluid Method for the simulation of two-phase flows in small rectangular channels“, *Dissertation Universität Karlsruhe, Forschungszentrum Karlsruhe, Wissenschaftliche Berichte FZKA 6889*, 2003.
- [10] Ghidersa B.E., Wörner M., Cacuci D.G., „Exploring the flow of immiscible fluids in a square vertical mini-channel by direct numerical simulation“, accepted for publication in *Chem. Eng. Journal*.

# **Exponate und Poster**



# Keramische Mikrostrukturen durch Röntgentiefenlithographie

Michael Schulz<sup>1,4)</sup>, Martin Börner<sup>2)</sup>, Jost Göttert<sup>3)</sup>,  
Thomas Hanemann<sup>1,4)</sup>, Richard Heldele<sup>4)</sup>, Günter Motz<sup>5)</sup>, Jürgen Haußelt<sup>1,4)</sup>

<sup>1)</sup> Forschungszentrum Karlsruhe, Institut für Materialforschung III

<sup>2)</sup> Forschungszentrum Karlsruhe, Institut für Mikrostrukturtechnik

<sup>3)</sup> CAMD, Baton Rouge, Louisiana, USA

<sup>4)</sup> Universität Freiburg, Institut für Mikrosystemtechnik

<sup>5)</sup> Universität Bayreuth, Lehrstuhl Keramik und Verbundwerkstoffe (IMA)

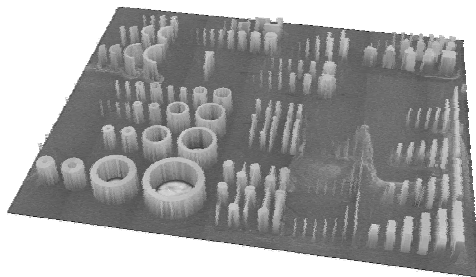
## Zusammenfassung

Der vorliegende Bericht stellt die direkte Herstellung von Mikrostrukturen durch Verwendung keramischer Vorläuferpolymere in Verbindung mit der Röntgentiefenlithographie vor. Die Eignung verschiedener erhältlichlicher keramischer Vorläuferpolymere auf Polysilazanbasis für die Strukturierung mit Synchrotronstrahlung wurde untersucht. Durch die Pyrolyse dieser Bauteile entstehen amorphe Si-C-N oder Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-Keramiken.

## 1. Einleitung

Aufgrund ihrer herausragenden physikalischen und chemischen Eigenschaften gewinnt die Herstellung von Mikrokomponenten aus keramischen Materialien zunehmend an Bedeutung. Verschiedene Formgebungsverfahren wie das Hoch- und Niederdruck-Mikrospritzgießen keramischer Feedstocks sind etabliert. Lithographische Verfahren bilden die Grundlage, um präzise mikrostrukturierte Oberflächen aus Kunststoff und Metall herzustellen.

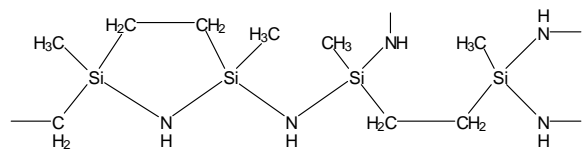
Silizium-organische Verbindungen, die in der Polymerkette die Elemente Silizium, Stickstoff und Kohlenstoff enthalten, können abhängig von der Pyrolyseatmosphäre als Vorstufe für Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, SiC oder Si-C-N Keramiken dienen [1].



**Abb. 1:** Oberflächentopographie des entwickelten ABSE Polymers nach der Röntgentiefenlithographie. Aufnahme durch optische Mikroskopie in mehreren Ebenen.

## 1.1 Materialien

In der Regel werden Polysilazane für die Herstellung von keramischen Beschichtungen und Fasern verwendet. Weiterhin werden sie als Binder und Sinterhilfsmittel bei der Herstellung von keramischen Bauteilen aus Pulvern, als Matrixmaterial für faserverstärkte Verbundbauteile, sowie zur Infiltration von porösen Keramiken wie z.B. reaktionsgebundenem Siliziumcarbid, eingesetzt. Die thermische Zersetzung dieser präkeramischen Polymere liefert je nach eingesetztem Polymer und je nach Pyrolysebedingungen kristallines Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, SiC oder eine Mischung aus beiden Verbindungen [1].



**Abb. 2:** idealisiertes Strukturelement des Precursors ABSE [2].

Ausgewählt wurden nur solche Materialien, welche an Luft über längere Zeit stabil und verarbeitbar sind. Vom IMA Bayreuth wurden unterschiedliche Chargen des ABSE-Precursors (ammonoliertes Bis(dichlorsilyl)ethan) zur Verfügung gestellt (Abb. 2).

Resistmaterialien wurden, teilweise durch Zugabe fotoaktiver Komponenten, hergestellt. Das Pyrolyseverhalten der vernetzten Resistmaterialien wurde untersucht. Durch Einbringen keramischer Füller konnte eine Verringerung des Sinterschrumpfes erreicht werden [3].



## 1.2 Röntgentiefenlithographie

Die Röntgentiefenlithographie ermöglicht die Herstellung von strukturellen Details um 5  $\mu\text{m}$  aus pulvergefülltem und ungefülltem ABSE (Abb. 1). Die Herstellung kleinerer Strukturdetails scheint bei Einsatz entsprechender Lithographiemasken möglich. Ebenso könnte durch Verwendung dickerer Resistschichten ein höheres Aspektverhältnis erreicht werden. Der ermittelte Kontrastwert ist mit  $\gamma = 0.8$  als Maß für die Empfindlichkeit des ABSE Precursors als Resist für die Röntgentiefenlithographie geringer, als der für die in diesem Verfahren gängigen Polymere [3]. Die röntgentiefenlithographische Strukturierung siliziumnitrid-gefüllter Proben ist möglich und bietet Potential für die Realisierung eines geringeren Schrumpfes bei der Pyrolyse. Silizium- und Stickstoffatome weisen einen geringen Wirkungsquerschnitt gegenüber Synchrotronstrahlung auf und beeinträchtigen daher das Absorptionsverhalten der Polymere nur wenig. Andere Untersuchungen von Suspensionen mit keramischen Füllern aus Aluminiumoxid und SU-8 als Resistmaterial bestätigen dies [4].



**Abb. 3:** Ablauf des Verfahrens zur Mikrostrukturierung präkeramischer Polymere mit Hilfe der Röntgentiefenlithographie

## 1.3 Zusammenfassung und Ausblick

Durch das entwickelte Verfahren zur lithographischen Strukturierung präkeramischer Polymere (Abb. 3) werden die Herstellungsmöglichkeiten von MEMS für Hochtemperaturanwendungen erweitert. Für die Anwendung keramischer Precursoren als Resist in der Röntgentiefenlithographie wäre jedoch eine höhere Empfindlichkeit des Materials wünschenswert. Kurz- bis mittel-

fristig ist die Verfügbarkeit solcher empfindlicherer kommerzieller Polymere allerdings nicht zu erwarten. Zur besseren Charakterisierung der aus polymeren Vorstufen hergestellten Pyrolysekeramik sind Dichtebestimmungen, sowie Gefügeuntersuchungen und Stabilitätsmessungen notwendig. Der Mechanismus, welcher der thermischen Vernetzung der keramischen Precursoren zu Grunde liegt, ist bereits gut verstanden. Die Erforschung der Reaktionen, die das strahlungsinduzierte crosslinking beeinflussen, steht noch aus.

Ausgehend von den lithographisch erzeugten Mikrostrukturen stehen nach einer thermischen Nachvernetzung bis ca. 400 °C temperaturstabile und chemisch resistente polymere Strukturen zur Verfügung, welche für sichtbares Licht transparent sind. Diese werden auch bei hohen Temperaturen z.B. durch anorganische Säuren nicht angegriffen. Die Oberflächeneigenschaften der herstellbaren Strukturen sind mit denen aus dem LIGA-Verfahren stammender Formeinsätze vergleichbar.

## Literatur

- [1] Kroke, Li, Konetschny, Lecomte, Fasel, Riedel; ‚Silazane derived ceramics and related materials‘; *Materials Science & Engineering*; R26 Nos. 4-6, 3. April 2000
- [2] S. Traßl, J. Hacker, W. Weibelzahl; ‚Synthese und Charakterisierung von Si-C-N-Modellpolymeren zur Herstellung neuer Precursorkeramiken‘; IMA Bayreuth; 2000
- [3] Schulz, M.; ‚Mikrostrukturierung präkeramischer Polymere mit Hilfe der UV- und Röntgentiefenlithographie‘; *Dissertation 2003*; FZKA Bericht 6901
- [4] Wiche, G., Göttert, J., Müller, C., Hanemann, T., Menz, W.; ‚Principle investigations of sub- $\mu$   $\text{Al}_2\text{O}_3$ -particeles filled SU-8 X-ray resist for patterning microstructures‘; *Diplomarbeit betreut durch, IMTEK Freiburg, CAMD Louisiana, USA*; 2002

# Erhöhung der Prozesssicherheit bei der Fertigung von LIGA-Formeinsätzen

Markus Guttman, Sven Achenbach, Klaus Bade, Lothar Hahn, Achim Janssen, Uwe Köhler, Arndt Last, Joachim Schulz, Frank Winkler

Institut für Mikrostrukturtechnik (IMT)

## Zusammenfassung

In der Fertigung von mikrostrukturierten Formeinsätzen über die Verfahrenskombination aus Röntgentiefenlithographie und Galvanoformung (LIGA-Verfahren) entsprechend dem instituteigenen QM-System liegt eine Kernkompetenz des IMT. Die Formeinsätze, die in der Industrie vor allem als Abformwerkzeuge für die Herstellung von Hohlwellenleiter-Spektrometern eingesetzt werden, unterliegen sehr hohen Anforderungen bezüglich der Materialeigenschaften, der Oberflächenbeschaffenheit bzw. der lateralen Struktur- und Außenmaße. Um die steigenden Anforderungen erfüllen zu können, wurden Verbesserungen beim Handling, in der Fertigungsabfolge und bei den Fertigungsmitteln erarbeitet, die zu einer erkennbaren Erhöhung der Prozesssicherheit beim LIGA-Verfahren geführt haben.

## 1. Einleitung

Mit dem Ziel einer qualitätssichernden Erhöhung der Reproduzierbarkeit und der Effektivität der gesamten Fertigungsabfolge einerseits und der Teilautomatisierung von einzelnen Fertigungsschritten andererseits wurden im IMT in den vergangenen zwei Jahren zwei Verfahrensentwicklungen für die Fertigung von Formeinsätzen für optische Komponenten durchgeführt [1]. In zehn Arbeitsschwerpunkten wurde die gesamte Verfahrenskette von über 60 Fertigungsschritten vom Substrat bis zu den Endprüfungen des fertigen Werkzeugeinsatzes untersucht. Hieraus abgeleitete Maßnahmen und Verbesserungen sollen im Folgenden beispielhaft vorgestellt werden.

## 2. Arbeitsschwerpunkte

### 2.1 Substrat und Resistmaterial

Um die engen Toleranzbereiche der Spezifikationen (Außenmaße, Ebenheit, Rauigkeit) bei den verwendeten Substraten (Kupferplatten) bzw. dem eingesetzten Resistmaterial (PMMA, GS233) zu gewährleisten und um IMT-Ressourcen besser einsetzen zu können, wurde die Fa. LT Ultra-Precision Technology als externer Lieferant qualifiziert, der die Materialien mit der geforderten Präzision zur Verfügung stellt.

### 2.2 Kleben und Polieren des Resists

Für das Aufkleben des Resists auf das Substrat wurden ein geeigneter Klebeautomat und eine Einlegepresse (Abb. 1) beschafft und eingerichtet, welche die teilautomatisierte Durchführung dieses Fertigungsschrittes ermöglichen. Im Vergleich zum bisherigen manuellen Kleben kann das Resistmaterial jetzt justiert mit einer definier-

ten Menge an Kleber auf dem Substrat aufgebracht werden, woraus eine bessere Homogenität der Klebeschicht und festgelegte Zeitabläufe bei deutlich vereinfachtem Handling sowie eine Vermeidung der Randbestrahlung resultieren.



Abb. 1: Klebeautomat und Einlegepresse

Durch die Umstellung von Handpolieren auf maschinelles Polieren unter Einsatz eines neuen Poliermittels konnte die Rauigkeit der Resistoberfläche, die für die Anwendung des Formeinsatzes von besonderer Bedeutung ist, auf  $R_a$ -Werte von 2 – 5 nm verringert werden (Abb. 2).

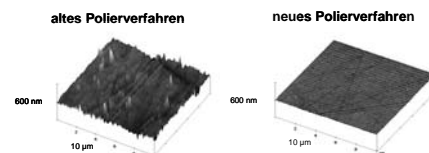


Abb. 2: AFM-Aufnahmen der Oberflächentopographie des Resists

### 2.3 Strukturierung des Resists

Für die Bestrahlung mit Synchrotronstrahlung wurden an ANKA zwei Strahlrohre für die Formeinsatzfertigung qualifiziert und einheitliche Bestrahlungsparameter festgelegt. Gleichzeitig sind

zur Erhöhung der Overlay-Genauigkeit bei Mehrfachbestrahlungen bzw. für eine verbesserte Lagetoleranz zur Arbeitsmaske neue Halteplatten und einheitliche Adapter eingeführt worden.

Die nasschemische Entwicklung des bestrahlten Resists wurde vom Becherglas in eine temperierte, halbautomatische Entwickleranlage überführt, wobei der Bestrahlungsaufwand und die daraus resultierende Entwicklungszeit jetzt mit einem neu entwickelten Programm (DoseSim) berechnet werden [2].

## 2.4 Galvanoformung

Bei der Nickelgalvanoformung wurde durch die Einführung einer durch die Fa. silicet AG entwickelten Galvanikhalterung (Abb. 3), bei der das Halten des Substrates über Vakuum-Ansaugung erfolgt, der Ein- und Ausbau in die Anlagen deutlich vereinfacht sowie die Dickenhomogenität der aufwachsenden Nickelschicht verbessert.

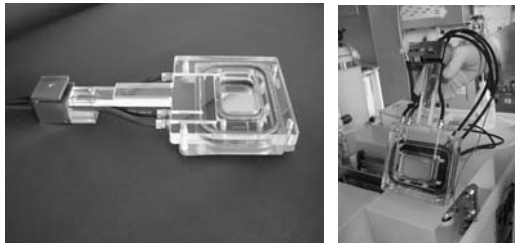


Abb. 3: Kommerzielle Galvanikhalterung

Des Weiteren wurde eine Methode für das Elektrolyt-Monitoring entwickelt, mit der über die Messung der Durchbiegung von eigens hierfür vorbereiteten Silizium-Wafern Aussagen über den Zustand und Veränderungen im Nickel-Elektrolyten gemacht werden können (Abb. 4). Dieses Monitoring ermöglicht eine Korrelation zu den mechanischen Eigenschaften (wie z. B. Ebenheit) der Formeinsätze [3].

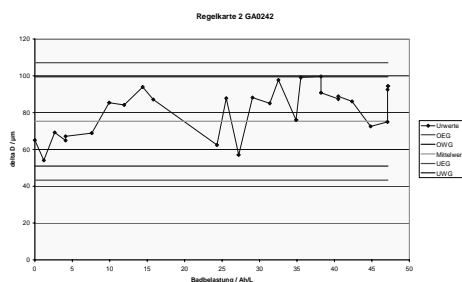


Abb. 4: Regelkarte für Galvanikanlage (Nickel)

## 2.5 Reinigung der Formeinsätze

Für das vollständige Herauslösen von Resistmaterial aus den Mikrostrukturen des Formeinsatzes wurde das nasschemische, ultraschallunterstützte Strippen in Ethylacetat optimiert. Die Rei-

nigung erfolgt jetzt in einer Laboranlage unter Verwendung einer auf die Größe des Formeinsatzes angepassten Blocksonotrode (Abb. 5), so dass der Ultraschalleintrag senkrecht zur gesamten Oberfläche des Formeinsatzes erfolgt.

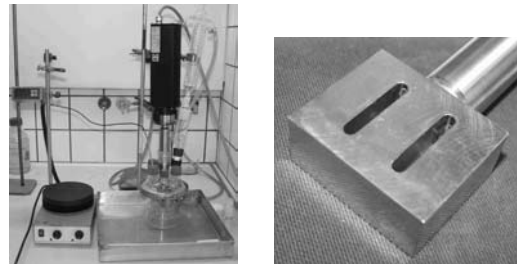


Abb. 5: Reinigungsanlage / Blocksonotrode

Durch die Optimierung der Parameter (wie z. B. Ultraschalleistung) konnte die Reinigungszeit auf eine Stunde verringert und das Reinigungsergebnis deutlich verbessert werden (Abb. 6).

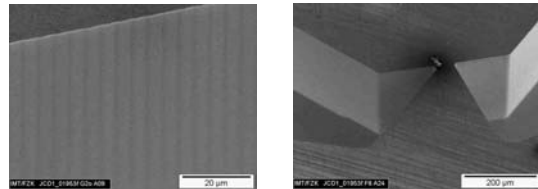


Abb. 6: REM-Aufnahmen von kritischen Teilbereichen gereinigter Spektrometer-Formeinsätze

## 3. Fazit

Durch die Vereinfachung des Handlings und die Automatisierung von Fertigungsschritten konnte mit den erarbeiteten qualitätssichernden Maßnahmen eine Erhöhung der Reproduzierbarkeit einzelner Teilschritte bzw. der gesamten Prozesskette und somit auch eine Akzeptanzsteigerung des Verfahrens zur Fertigung von Formeinsätzen erreicht werden.

## 4. Literatur

- [1] Schulz, J., Bade, K., Guttmann, M., Hahn, L., Janssen, A., Köhler, U., Meyer, P., Winkler, F., „Ensuring reliability and repeatability in LIGA mold insert fabrication“, DTIP2003, Cannes, Book of Abstracts
- [2] Meyer, P., Schulz, J., Hahn, L., „DoseSim: Microsoft-Windows graphical user interface for using synchrotron x-ray exposure and subsequent development in the LIGA process“, Rev. Sci. Instrum. 74 (2003) 1113
- [3] Bade, K., Köhler, U., Krevet, B., Matthis, B., Schulz, J., „Monitoring of the nickel electroplating by control chart techniques for the fabrication of LIGA mold inserts“, EAST-forum Kopenhagen 2003; Book of Abstracts

# Arbeitsmasken für die Röntgentiefenlithographie

H. Hein, A. Janssen, B. Matthis, P. Jakobs, S. Achenbach, D. Maas, P. Henzi, P. Meyer  
Institut für Mikrostrukturtechnik / Forschungszentrum Karlsruhe

## Zusammenfassung

Am FZK-IMT werden im Bereich der Röntgentiefenlithographie Anwendungen mit folgenden Ausprägungen routinemäßig bearbeitet. Für Produkte mit Resistdicken bis 500 µm werden unjustierte und justierte Vertikalbelichtungen sowie Schrägbelichtungen zur Erzeugung geneigter optischer Flächen durchgeführt. Ein dritter Anwendungsbereich liegt in der Herstellung von Bausteinen, bei denen sehr dicke Resistschichten von 500 bis 2000 µm notwendig sind. Für die genannten Anwendungen wurden drei Fertigungslinien für Arbeitsmasken entwickelt, die optimal an die sehr unterschiedlichen Anforderungen angepasst sind. Bis 500 µm Resistdicke werden zwei Typen von Arbeitsmasken, basierend auf einer 2,5 µm dicken Titanmembran als Trägerfolie eingesetzt, während bei den Anwendungen von 500 bis 2000 µm für die Arbeitsmaske ein 500 µm dickes Berylliumblech als Trägermaterial eingesetzt wird. Der Standard für die Beryllium-Arbeitsmasken wurde in Absprache mit den deutschen LIGA-Zentren festgelegt.

## 1. Einleitung

Zur Abdeckung eines großen Anwendungsspektrums werden am Institut für Mikrostrukturtechnik des Forschungszentrums Karlsruhe in der Mikrofertigung routinemäßig drei Verfahren zur Herstellung von Arbeitsmasken für die Röntgentiefenlithographie eingesetzt.

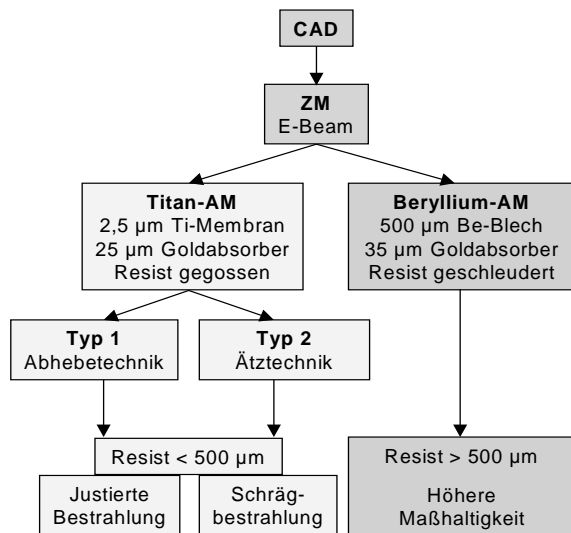


Abb. Nr. 1: Anwendungsbereiche der Arbeitsmaskenlinien am IMT.

## 2. Arbeitsmaskenprozesse

### 2.1 Titan-Arbeitsmasken

Im Falle der Ti-Arbeitsmasken (Ti-AM) trägt eine frei gespannte 2,5 µm dicke Ti-Membran die etwa 25 µm hohen Goldabsorber, die zur Struk-

turierung von Resisthöhen < 500 µm mittels Synchrotronstrahlung benötigt werden.

Dies wird bei Typ 1 durch Abheben der strukturierten und galvanisierten Membran von einem 4"-Wafersubstrat mit einem aufgeklebten, rechteckigen Invarrahmen erreicht. Dieses Verfahren wird auch bei der Herstellung der Zwischenmasken eingesetzt.

Bei Typ 2 wird die strukturierte und galvanisierte Membran durch Ätzen eines Fensters in ein massives, rechteckiges Invarsubstrat gewonnen. Dadurch ergibt sich bezüglich der Lage von Maskenrahmen und Absorbern zueinander ein Unterschied zwischen den beiden Typen. Dieser Unterschied führt dazu, dass nur Typ 2 zur Schrägbestrahlung verwendet werden kann.

Das Strukturfeld besitzt in beiden Fällen eine Fläche von 20 x 60 mm<sup>2</sup>.

### 2.2 Beryllium-Arbeitsmasken

Für die Beryllium-Arbeitsmaske (Be-AM) wird ein industrielles Halbfertigerzeugnis der Fa. Heraeus (Be-Blech, Nennmaße: 100 mm Durchmesser, 0,5 mm dick) eingesetzt. Dieses Substrat ist allseitig von einer Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-Schicht als Korrosionsschutz umgeben und besitzt auf der Prozessseite eine ca. 50 nm dicke Ti/Au-Schicht.

Im Unterschied zur Ti-Linie wird bei der Herstellung der Be-AM das Resistsystem PMMA/Anisol verwendet, das durch spincoaten ca. 60 µm hoch auf das Substrat aufgetragen wird. Die weiteren Herstellungsschritte entsprechen weitgehend den beiden Ti-Linien. Da das Resistsystem mit Anisol gestrippt werden kann,

entfällt bei der Be-Linie die Flutbelichtung mit Röntgenstrahlung. Für die Au-Absorberstrukturen beträgt die Sollhöhe 33  $\mu\text{m}$ , sie ist damit aufgrund des hohen Röntgenkontrastes von Be ( $Z = 4$ ) und der Substratdicke von 500  $\mu\text{m}$  auch für die „Ultratiefe Röntgenlithographie“ bis zu 2000  $\mu\text{m}$  Resisthöhe bestens geeignet [2]. Das Be-Substrat besitzt knapp 40 % der Wärmeleitfähigkeit von Kupfer und eine gute mechanische Stabilität. Beide Eigenschaften tragen wesentlich zur Prozesssicherheit bei. Nach dem Strippen wird das Be-Substrat in einer Klebevorrichtung mit einem stabilen Tragrings aus Invar verklebt.



**Abb. Nr. 2:** Galvanisiertes Be-Substrat montiert in der Klebevorrichtung.

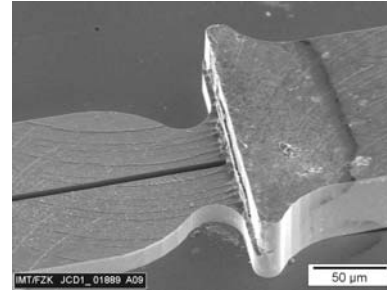
Für den Anwender sind Designregeln von besonderer Bedeutung. Beispiele sind kritische Dimensionen (CD), geometrische Vorgaben (Solitärstrukturen wie Säulen oder Linien) und ein Prozessvorhalt für das Produkt. Zu den genannten Beispielen sind erste Regeln erarbeitet. So ist  $CD = 45 \mu\text{m}$  für PMMA-Säulen, entspricht Au-Löchern auf der Be-AM, während für 500  $\mu\text{m}$  lange PMMA-Stege  $CD = 25 \mu\text{m}$  ist. Für die vorgesehenen Resisthöhen und die entsprechenden Anwendungen sind diese CD-Werte ausreichend klein, da sie bei Produkten Aspektverhältnisse von ähnlicher Größenordnung wie mit der Ti-Linie ( $CD = 5 \mu\text{m}$  für PMMA-Säulen und 3  $\mu\text{m}$  für PMMA-Stege) ermöglichen.

### 3. Anwendungen

Eine typische Anwendung der justierten Bestrahlung ist die Herstellung gestufter Formeinsätze. Im gezeigten Beispiel werden auf einem mikro-mechanisch vorstrukturiertem Substrat die feineren Strukturen röntgenlithographisch hinzugefügt, hier Wellenleiter mit 50 mm Länge und 5,5  $\mu\text{m}$  Breite.

### Literatur

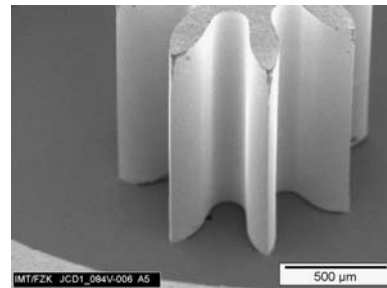
[1] W. Menz, J. Mohr, *Mikrosystemtechnik für Ingenieure*, S. 233 ff, 2. Auflage, VCH Verlagsgesellschaft, 1997



**Abb. Nr. 3:** Gestufter Formeinsatz mit Wellenleiterstrukturen durch justierte Bestrahlung.

Schrägbestrahlungen dienen der Herstellung nicht senkrechter Strukturen wie Auskoppelflächen bei optischen Anwendungen (Mikrospektrometer, Abstandssensor). Die Qualität dieser Spiegel wird von der Qualität der Oberfläche der Titanmembran und von der Goldgalvanik beeinflusst.

Ein Beispiel für hohe Mikrobauteile mit strengen Anforderungen an die Maßhaltigkeit sind Zahnräder für Präzisionsanwendungen. Für diese Anwendungen werden Be-AM eingesetzt.



**Abb. Nr. 4:** Flankenansicht einer 2 mm hohen Zahnradstruktur.

### 4. Ausblick

Auch in Zukunft werden die sich ergänzenden Arbeitsmaskenverfahren in der Mikrofertigung Verwendung finden. Um von der größeren Nutzfläche der Be-Masken Gebrauch machen zu können, muss die Maskentechnik angepasst werden. Dies kann durch Formatvergrößerung bei der Zwischenmaskentechnik oder durch direkte UV-Lithographie zur Herstellung der Be-AM erfolgen.

[2] Herbert Hein, Jürgen Mohr, Franz-Josef Pantenburg, Michael Sesterhenn, *Beryllium: a need for the fabrication of ultra high LIGA-structures*, HARMST 1997, Madison, USA

# Metrische Genauigkeiten bei der Zahradfertigung mit LIGA

Richard Thelen<sup>1</sup>, Pascal Meyer<sup>1</sup>, Joachim Schulz<sup>1</sup>, Peter Jakobs<sup>1</sup>, Jürgen Lange<sup>2</sup>, Markus Arendt<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Institut für Mikrostrukturtechnik, Forschungszentrum Karlsruhe

<sup>2</sup> Precision Engineering AG, Schaffhausen, CH

<sup>3</sup> ANKA GmbH, Karlsruhe

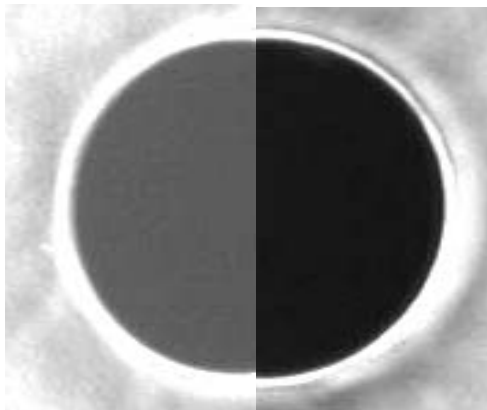
## Zusammenfassung

Mit einer hochgenauen Koordinatenmessmaschine lassen sich Produkte flexibel, schnell und zuverlässig auf Abweichungen im  $\mu\text{m}$ -Bereich zerstörungsfrei überprüfen. Oberflächeneffekte und Beleuchtungseinstellungen sind dabei entscheidend für die Qualität der Messung. Da die Software zur Bewertung dieser Effekte bei typischen Einzelmessungen i.d.R. nicht fehler-sicher genug ist, müssen die Ergebnisse der Messungen von einem Operator bestätigt oder verworfen werden. Nur dann bleibt das System flexibel, schnell und zuverlässig.

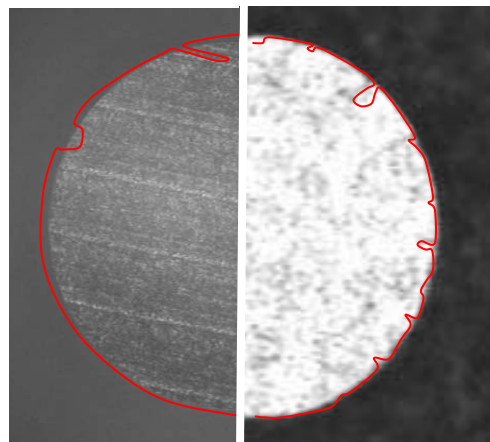
## 1. Einführung

**Metrische Messungen** In der Industrie werden häufig Dimensionsmessungen innerhalb einer Ebene durchgeführt, um die Einhaltung von Produktspezifikationen zu überwachen. Ziel ist es, sicherzustellen, dass ein zu fertigendes Produkt seine Funktion sicher und dauerhaft erfüllt. Die verwendeten berührungslosen Messsysteme arbeiten mit einer Kamera und Bildverarbeitung. Das funktioniert bis zu einer Genauigkeit von  $\pm 5\mu\text{m}$  zuverlässig. Andere Systeme sind ähnlich empfindlich [1].

**Komplikationen** Bei höheren Genauigkeiten treten für Bildverarbeitungssysteme zunehmend Nebeneffekte wie Oberflächentexturen oder die Kantengeometrie in den Vordergrund [2]. Dies kann über die Beleuchtung nur z.T. kompensiert werden und schafft neue Fehler, vgl. Abbildung 1. Bei gleicher Vergrößerung verursacht eine Beleuchtungsänderung eine Messwertänderung von bis zu  $5\mu\text{m}$ .



**Abb. Nr. 1** Oberfläche links mit Auflicht, rechts mit Streiflicht ausgeleuchtet.



**Abb. Nr. 2** Links PMMA-Oberfläche, rechts Gold

Abbildung 2 zeigt die unterschiedliche Reaktion der Formerkennungsroutrinen auf verschiedene Oberflächen. Durch Texturen in der Oberfläche können Messungen von Dimensionen ebenfalls um mehrere  $\mu\text{m}$  verfälscht werden.

## 2. Messsystem

Das verwandte Messsystem besteht aus einer CCD-Kamera mit Bilderkennungs- und Verarbeitungssoftware und einem hochgenauen Tisch mit einem Fehler  $< 0,3\mu\text{m}$  für einen Fahrweg von 400mm. Damit lassen sowohl kleine als auch größere Objekte, bei denen der Tisch verfährt, präzise vermessen. Während die Wiederholgenauigkeit bei vermessenen PMMA- oder Nickel-Strukturen sehr hoch ist -typisch bei Messungen ohne Verfahren des Tisches kleiner  $0,2\mu\text{m}$  [3]-lassen sich Absolutmaße nicht so sicher festlegen. Ursache ist die Empfindlichkeit des Bildverarbeitungssystems, welches auf Textur, Glanzänderung oder veränderte Ausleuchtung reagiert.

### 3. Messaufgabe

Im Rahmen des LIGA4H-Projektes gilt es nachzuweisen, dass mit dem vorhandenen Koordinaten-Messsystem eine sinnvolle Produktüberwachung von Lateralmaßen mit Toleranzen im  $\mu\text{m}$ -Bereich durchgeführt werden kann. Profilmessungen und Rauwerte auf Flanken sind bislang nicht Gegenstand der Untersuchung, weil z.T. von anderen Effekten abhängig. Deswegen werden die Messungen zur Zeit auf Bestimmungen von Durchmessern und Abständen von Kanten zueinander beschränkt. Diese Maße werden im Prozessfortschritt mehrfach aufgenommen, siehe Abbildung 3 und Abbildung 4. Messeinstellungen, die besonders robust sind, werden dokumentiert und soweit möglich als Standard gesetzt.

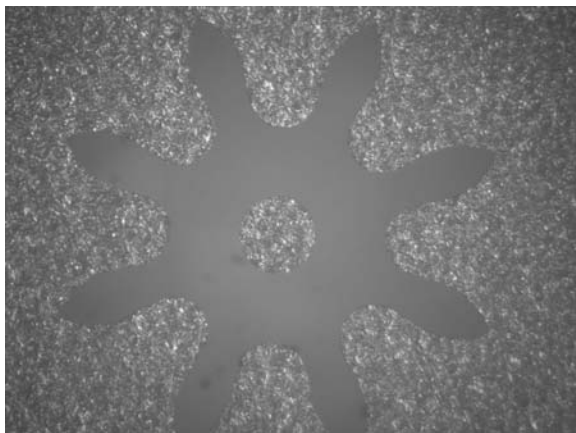


Abb. Nr. 3: Hohlform für Zahnrad in PMMA

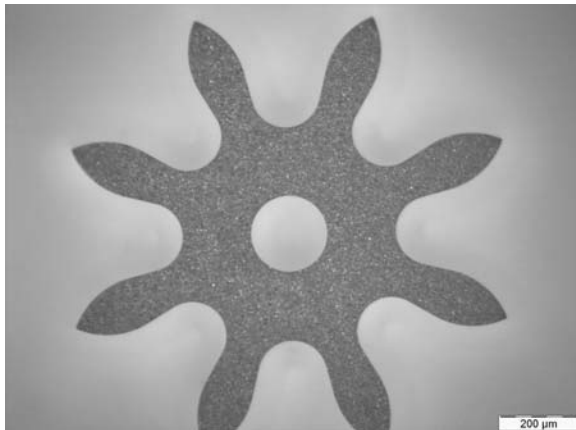


Abb. Nr. 4: Fertiges Zahnrad aus Nickel

### 4. Ergebnisse

Wie aus dem obersten Graphen in Abbildung 5 ersichtlich schwankt der Innendurchmesser des in Abbildung 4 gezeigten Zahnrades innerhalb eines Loses wenig und weist auf einen stabilen Prozess und ein geeignetes Messverfahren. Die beobachtete Schwankung lässt sich nicht eindeutig dem Prozess oder der Messung zuordnen, ist aber gering genug, um eine Produkt-

streuung um mehr als einen  $\mu\text{m}$  auszuschließen. Ähnlich verhält es sich bei der Verfolgung eines Wertes über mehrere Lose, dargestellt in den unteren Graphen. Bei der Frage nach der absoluten Genauigkeit bleibt das Problem, dass selbst kalibrierte Vergleichsnormale nicht immer unter den vorgegebenen Messbedingungen behandelt werden können, siehe Vergleich mit Messungen am Mikroskop (Werte im Rahmen). Die Maßverfolgung von PMMA zu Nickel zeigt wegen der vielen Parameter und des nichtkontinuierlichen Betriebs der Fertigung die geringste Stabilität. Die gemessene Genauigkeit verglichen mit den CAD-Werten liegt ohne Prozessoptimierung bei  $< 3\mu\text{m}$ . Dieser Wert enthält nach heutigem Kenntnisstand einen prozessbedingten Vorhalt, der nach Abschluss der Untersuchungen beim Layout berücksichtigt werden kann. Dann kann  $\mu\text{m}$ -genau gefertigt werden.

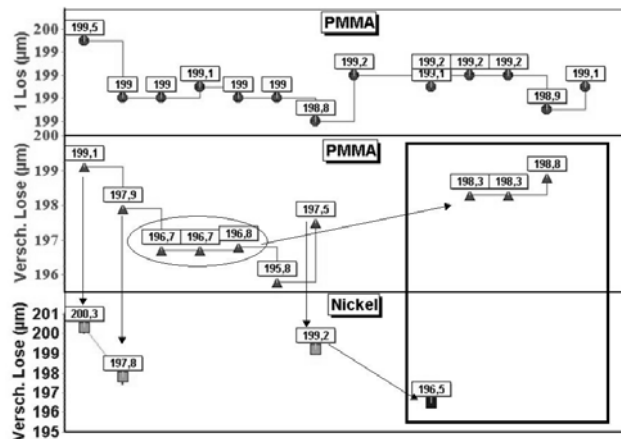


Abb. Nr. 5: Werteverteilung für die Innendurchmesser der Zahnräder

Als pragmatischer Ansatz bleibt bis dahin nur der Vergleich neuer Teile mit Fertigungsmaßen von bereits funktionierenden Teilen (*Golden Device*). Aufgrund der Empfindlichkeit des Messsystems sind Messungen z.Zt. nur teilautomatisiert durchzuführen, die Bewertung des angezeigten Ergebnisses bleibt dem Operator vorbehalten.

### Literatur

[1] Günter Wilkening, "Calibration standards for micro systems metrology. Status and new developments", Proceedings International Seminar MEMSTAND (Barcelona, 24-26/02/2003), pp. 207-216

[2] Aigeldinger, G.; Ceremuga, J.T.; D.M.: Large Batch Dimensional Metrology Demonstrated in the Example of a LIGA Fabricated Spring. To be published in Microsystems Technology

[3] R. Thelen, persönlicher Vortrag, IMT (2003)

# Die Synchrotronstrahlungsquelle ANKA für Mikrofertigung und Analytik

Michael Hagelstein, Gernot Buth, Albert Gies, Erhard Huttel,  
Wolfgang Mexner, Montserrat Pont

Institut für Synchrotronstrahlung, Forschungszentrum Karlsruhe

## Zusammenfassung

Die Synchrotronstrahlungsquelle ANKA im Forschungszentrum Karlsruhe bietet seit 2003 neun Beamlines und Experimentierplätze für die Nutzung an. Neben Strahlrohren mit Experimentierplätzen für Röntgenbeugung und Proteinkristallographie, Röntgentopographie, Röntgen- und Infrarotspektroskopie, sind Strahlrohre für die Mikrofertigung nach dem LIGA-Verfahren in Betrieb.

Das Forschungszentrum Karlsruhe betreibt die Synchrotronstrahlungsquelle ANKA (Angströmquelle Karlsruhe). Der Beschleunigerkomplex besteht aus einem 50 MeV Mikrotron, einem 500 MeV Synchrotron und dem 2,5 GeV Speicherring. Drei Strahlrohre für die Röntgentiefenlithographie werden vom Institut für Mikrosystemtechnik betrieben, ein Strahlrohr für Oberflächenbeugung von der Max-Planck Gesellschaft und fünf Strahlrohre für Röntgen- und IR Analytik vom Institut für Synchrotronstrahlung. Drei Strahlrohre mit Experimentierplätzen werden von Instituten des FZK aufgebaut.

## 1. Beschleuniger

Der Beschleunigerkomplex besteht aus dem 50 MeV Mikrotron, dem 500 MeV Synchrotron und einem 2,5 GeV Speicherring [1].



**Abb. 1:** Der Beschleunigerkomplex der Synchrotronstrahlungsquelle ANKA.

Elektronenströme von 200 mA werden typischerweise injiziert. Die Injektion wird zweimal pro Tag durchgeführt, die Strahllebensdauer beträgt zwischen 12 und 30 Stunden. Bei 2,5 GeV Elektronenenergie beträgt die kritische Photonenenergie der Ablenkmagnete 6 keV. Um weichere Röntgenstrahlung, zu erzeugen, wird der Speicherring im Sondernutzungsmodus bei Elektronenenergien von 1,8 bzw. 1,3 GeV betrieben.

Eine automatische Orbitkorrektur hält die laterale Position des Elektronenstrahls auf  $\pm 20 \mu\text{m}$  konstant. Pro Betriebsjahr werden 4000 Stunden Strahlzeit geliefert, bisher mit einer Verfügbarkeit von 92%. Die Anlage wird ganzjährig betrieben, für Wartungs- und Instandsetzungsarbeiten werden die Beschleuniger zweimal pro Jahr für 3 Wochen abgeschaltet.

## 2. Strahlrohre und Experimentierstationen

Neun Strahlrohre sind seit 2003 in Betrieb [2]. Für die Mikrofertigung stehen drei Strahlrohre zur Verfügung. Sie sind in einem Reinraum installiert. Für den Bestrahlungsschritt im LIGA-Verfahren sind die Strahlrohre mit Scannern ausgestattet. Die Präparation bzw. Nachbehandlung erfolgt in den Laboratorien des Instituts für Mikrostrukturtechnik [3].

Für zerstörungsfreie analytische Verfahren stehen 6 Strahlrohre mit 7 Experimentierstationen zur Verfügung. Ein Strahlrohr für die Untersuchung von Oberflächen mit Röntgenbeugungsverfahren wird von der Max-Planck Gesellschaft betrieben. Die fünf weiteren Strahlrohre sind für Röntgenbeugung und Proteinkristallographie, Röntgentopographie und Fluoreszenzanalyse, Röntgenabsorptionsspektroskopie und Infrarot Spektroskopie ausgelegt.



### 3. Weiterer Ausbau

Die Ausbauplanungen für den Beschleuniger richten sich nach dem Prinzip, die hohe Sicherheit und Verfügbarkeit zu erhalten, bei Erhaltung eines optimalen Preis/Leistungsverhältnisses. Mit höchster Priorität wird an der Erhöhung des Strahlstroms auf 400 mA gearbeitet. Zunächst wird der Injektor (Mikrotron, Synchrotron und Transfersystem) optimiert, um die Effizienz zu steigern. Weiterhin wird die Installation eines Fast-Feedback Systems für die Dämpfung lateraler Instabilitäten vorbereitet.

Drei Strahlrohre werden zur Zeit aufgebaut und in Betrieb genommen. Es handelt sich um das Strahlrohr des Synchrotron-Umweltlabors (SUL-X), der Weichröntgen-Analytikanlage WERA und der INE-Beamline für die Untersuchung radioaktiver Materialien. WERA und INE-BL werden von den Instituten für Festkörperphysik bzw. Nukleare Entsorgung betrieben.

### 4. Zugang und Strahlzeitvergabe

Die Strahlzeitvergabe für wissenschaftliche Projekte folgt den allgemein anerkannten Regeln für den Betrieb von Großgeräten. Projektanträge aus zwei Ausschreibungen pro Jahr werden von einem Gremium externer Wissenschaftler begutachtet und nach wissenschaftlicher Exzellenz oder technologischer Relevanz benotet und dem entsprechend wird Strahlzeit vergeben. Die Ergebnisse der Forschung werden veröffentlicht. Der erste Jahresbericht ist erschienen [4].

Für langfristig angelegte Projekte, die im allgemeinen mit der Entwicklung apparativer Einrichtungen oder methodischer Entwicklungen verbunden sind, besteht die Möglichkeit Kooperationsabkommen mit dem FZK zu schließen.

Industrieprojekte, für die keine Veröffentlichung der Ergebnisse vorgesehen ist und besondere Zugangsregelungen erfordern, werden von der ANKA GmbH, einem Tochterunternehmen des Forschungszentrums, betreut.

52% der Strahlzeit wurde 2003 an externe wissenschaftliche Projekte vergeben.

### Literatur

- [1] Einfeld, D., Hermle, S., Huttel, E., Kruessel, A., Lange, M., Pérez, F., Plesko, M., Pont, M., Ristau, U., Rossmanith, R., Schieler, H., Voigt, S., Walther, R., "Status of the 2.5 GeV storage ring ANKA", *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A* 448, 20-26, 2000
- [2] Göttlicher, J. und Hagelstein, M. (Herausgeber), „ANKA Beamline Book“, Karlsruhe, 2003
- [3] Pantenburg, F.-J., Achenbach, S., Börner, M., Mohr, J., Saile, V., „X-ray beamlines at the microfabrication laboratory at ANKA“, *Synchrotron Radiation Instrumentation Conference, San Francisco, 2003*
- [4] Göttlicher, J. (Herausgeber), „ANKA, Annual Report 2003“, Karlsruhe, 2003

# Miniaturisiertes Thermoelementarray für die Verbesserung der Kunststoff-Spritzgießsimulation

M. Guttman<sup>1)</sup>, N. Holstein<sup>2)</sup>, K. Seemann<sup>3)</sup>, W. Pfleging<sup>3)</sup>, M. Moneke<sup>4)</sup>, J. Amberg<sup>4)</sup>

<sup>1)</sup> Institut für Mikrosystemtechnik, <sup>2)</sup> Institut für Materialforschung III, <sup>3)</sup> Institut für Materialforschung I, <sup>4)</sup> Deutsches Kunststoff-Institut, Darmstadt (DKI)

## Zusammenfassung

Die Berechnung von Werkzeugfüllvorgang und Abkühlung der Kunststoffschmelze beim Spritzgießen setzt die Kenntnis der Temperatur der Schmelze zu jedem Zeitpunkt und an jedem Ort voraus. Um in kommerziellen Programmen enthaltene Stoffwertmodelle und neue Modelle zur Kristallisation zu überprüfen, wurden hochauflösende miniaturisierte Temperatursensoren entwickelt und erprobt, die erlauben, die Temperaturverteilung in der Kavität über mehrere Spritzgießzyklen zu messen. Diese Sensoren bestehen aus Mikroarrays von Ti/Cr-Thermoelementen auf ZrO<sub>2</sub>-Substraten, welche in einem mehrstufigen Prozess aus Laserbearbeitung, PVD-Verfahren, UV-Lithographie und nasschemischem Selektivätzen hergestellt wurden. Das Sensorkonzept, die Fertigung und die hiermit erzielten Ergebnisse werden beschrieben und diskutiert.

## 1. Problemstellung und Lösungsansatz

Ziel des AiF-Projektes Nr. 12544 zwischen dem Deutschen Kunststoff-Institut (DKI), Darmstadt und dem Forschungszentrum Karlsruhe GmbH war die Entwicklung, Herstellung und Erprobung eines Temperatursensors zur hochpräzisen Bestimmung der Temperaturverteilung in der Kavität eines Kunststoffspritzgießwerkzeuges während des Einspritzens, in der Phase des Nachdrucks und während des Erstarrens [1]. Diese Messungen ermöglichten erstmals den Vergleich mit Daten, die mit einem kommerziellen Spritzgießsimulationsprogramm berechnet und die aus Laborexperimenten abgeleitet wurden.

## 2. Sensordesign und Fertigung

Der Temperatursensor (Abb. 1, links) enthält ein Array aus elf mikrostrukturierten Thermoelementen (Abb. 1, rechts), die die Temperaturverteilung in der Spritzgusskavität über eine Höhe von 2,5 Millimetern erfassen. Wegen der hierdurch bedingten minimalen Leiterbahnquerschnitte wurden die Thermoelementarrays am FZK durch Sputtern, lithographische

Strukturierung und anschließendes Selektivätzen auf einem keramischen Substrat erzeugt (Abb.2). Das Exponat zeigt den Sensor in verschiedenen Fertigungsstadien.

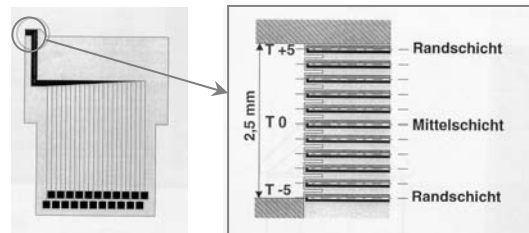


Abb. 1: Sensor (Gesamtansicht) und Meßkopf

Das Sensormaterial muss sich durch eine geringe Wärmekapazität und intrinsisch kleinst mögliche Wärmeleitung zwischen den Messstellen auszeichnen. Die Forderung nach geringster thermischer Masse bedingt eine minimale Substratdicke. Daher wurde ZrO<sub>2</sub> mit Dicken von 600, 250 und 125 µm als Substratmaterial und entsprechend den Erfordernissen an Haftung, die elektrischen Eigenschaften und das chemische Verhalten die Thermoelementpaarung Titan/Chrom ausgewählt.

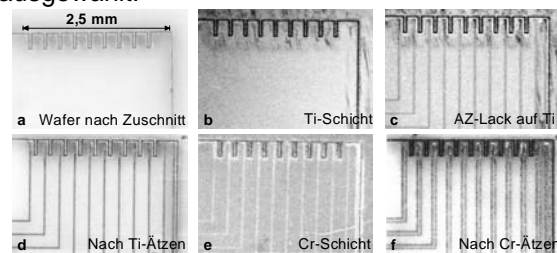
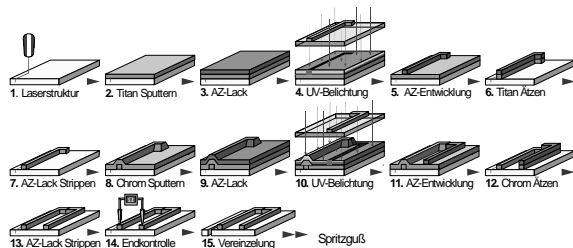


Abb. 2: Fertigungsschema des Sensorarrays und verschiedene Fertigungsstadien am Sensorkopf

### 3. Einsatz beim Spritzgießen

Am DKI erfolgte die Konstruktion und Herstellung eines speziellen Spritzgießwerkzeugs (Abb. 3). Weiterhin wurde hier mit den Sensoren die Temperaturverteilung in der Spritzgießkavität bestimmt. Aus der Zeitableitung und dem Gradienten der Temperaturverteilung wurden Temperaturleitfähigkeiten berechnet, mit welchen Simulationsrechnungen in CADMOULD durchgeführt werden konnten.

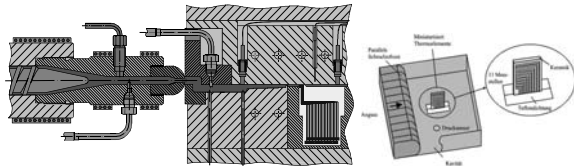


Abb. 3: Werkzeug und Position des Messkopfes

### 4. Ergebnisse beim Spritzgießen

Abb. 4 zeigt die mit einem 125 µm-Sensor ermittelten primären elf Temperaturverteilungen. Diese weisen eine gute Widergabe der Temperatur und schnelle Ansprechzeiten auf. Es ergab sich eine sehr gute Übereinstimmung mit eigens konstruierten Referenzsensoren mit der thermischen Masse  $m_{th} \approx 0$ .

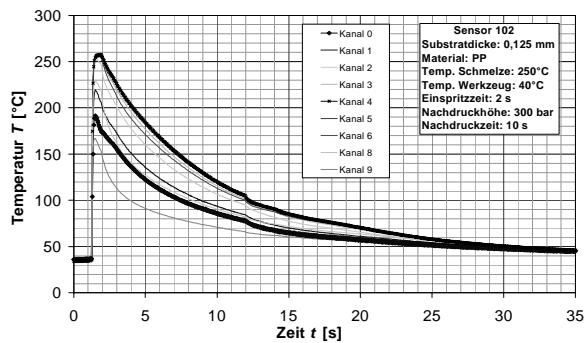


Abb. 4: Temperaturprofile an 11 Meßstellen

Aus den im Spritzgießwerkzeug als Funktion von Ort und Zeit gemessenen Temperaturen wurden die lokalen Temperaturleitfähigkeiten  $a$  als Funktion der Zeit bzw. als Funktion der lokalen Temperatur nach folgender Gleichung berechnet (graphische Darstellung siehe Abb. 5).

$$a_{\text{Spritzgieß}} = \frac{\left(\frac{\partial T}{\partial t}\right)}{\left(\frac{\partial^2 T}{\partial x^2}\right)}$$

Die Gleichung basiert auf der Fourier'schen Wärmeleitungsgleichung, die die Änderung der Wärmemenge in einem Volumen mit der Differenz der Wärmeflüsse in das und aus dem Volumen verknüpft und weitere Effekte wie die

Kristallisation vernachlässigt, und gilt streng nur für eine räumlich konstante Wärmeleitfähigkeit.

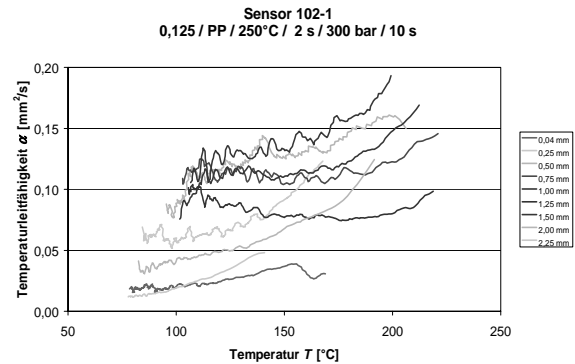


Abb. 5: Berechnete Temperaturleitfähigkeiten

Die Schwindungsanalyse mit CADMOULD (Abb. 6) zeigt eine erhebliche Abweichung theoretischer und experimenteller Daten, welche in dieser Form nur mit Hilfe der neuen Sensoren dokumentiert werden konnte. In der Abkühlphase bewirkt die Erhöhung des Nachdrucks eine bessere Kompensation der Volumenschwindung, was zu einer deutlich verringerten Formteilschwindung führt. Dieser Effekt konnte bislang in den Berechnungen nur unzureichend wiedergegeben werden [2,3].

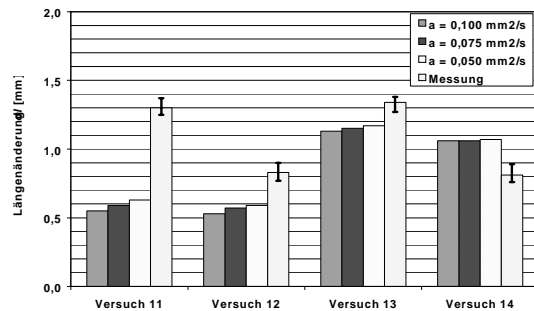


Abb. 6: Ergebnisse der Schwindungsanalyse

### Literatur

- [1] M. Moneke, J. Amberg, M. Bastian, I. Alig, New Solidification Models for the Simulation of the Injection Molding Process, ANTEC 2001, Dallas, S. 720-724.
- [2] J. Amberg, M. Guttman, N. Holstein, M. Moneke, W. Pfleging, K. Seemann, „Experimentelle Bestimmung thermischer Material- und Prozessdaten für die Spritzgießsimulation unter Verbesserung der Messtechnik“, Wissenschaftliche Berichte FZKA 6804, Forschungszentrum Karlsruhe 2003.
- [3] M. Moneke, J. Amberg, N. Holstein, M. Guttman, W. Pfleging, K. Seemann, Miniaturized Sensor for the Measurement of Temperatures in a Mold Cavity, ANTEC 2002, San Francisco, S.460-450.

# Galvanoformung mikrostrukturierter Bauteile aus Metall in Zweikomponenten-Kunststoffformen

N. Holstein, J. Lorenz, J. Konys, G. Schanz, V. Piotter, K. Naumann, E. Oskotski, R. Ruprecht  
 Institut für Materialforschung III

## Zusammenfassung

Ein Lösungsansatz für die Herstellung von Mikrosystemkomponenten in Metall in größeren Stückzahlen besteht in der Kombination zweier typischer Massenfertigungstechniken: Kunststoff-Spritzguss und galvanische Nickelabformung. Zur Replikation höherer Aspektverhältnisse  $> 5$  muss hierbei Form einen LIGA-ähnlichen Aufbau aus leitfähigem Substrat und nichtleitfähigem, mikrostrukturierten Resist aufweisen, der bei der elektrolytischen Metallabscheidung ein gerichtetes Metallwachstum erzwingt. Einlegespritzguß als Entwicklungsvorstufe des 2-Komponentenspritzgusses gestattet die relativ einfache Herstellung solcher Formen. Hiermit wurden Untersuchungen zur galvanischen Abscheidung verschiedener Polymerkombinationen von Resist und Substrat durchgeführt. Metallische Musterteile mit Aspektverhältnissen bis 40 wurden abgeformt.

## 1. Problemstellung und Lösungsansatz

Kunststoffspritzguß ermöglicht die Massenfertigung von leitfähigen Substraten, welche dann in Massenfertigung galvanisiert werden können. Mikrostrukturierte Formen mit Aspektverhältnissen  $> 5$  werden jedoch nicht mehr vollständig aufgefüllt, da die Strukturen an den oberen Kanten der mikrostrukturierten Oberfläche zuwachsen, bevor sie vollständig aufgebaut werden. So entstehen mit Elektrolyt gefüllte Hohlräume (sog. „Kirchenfenster“), welche sowohl einen potentiellen mechanischen als auch korrosiven Schwachpunkt darstellen.

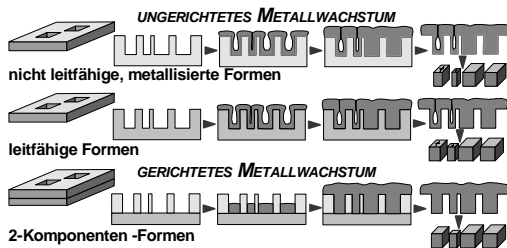


Abb. 1: Ungerichtete und gerichtete Abformung

Solche Hohlräume können verhindert werden, wenn im Kunststoff ein möglichst steiler Leitfähigkeitsgradient zwischen Boden und Kanten herrscht. Dies wird am effektivsten durch eine elektrisch isolierende, mikrostrukturierte Schicht auf leitfähigem Material erreicht, und kann mit Zweikomponenten-(2K)-Formteilen in größeren Stückzahlen realisiert werden.

## 2. 2-Komponentenformteile

Im Einlegespritzguß als Vorläufer des 2-Komponentenspritzgusses wird zunächst eine

Substratplatte aus leitfähigem Kunststoff erzeugt, welche mit Durchlässen versehen wird, durch die in einem zweiten Durchgang der isolierende Kunststoff („Resist“) in den mikrostrukturierten Formeinsatz gespritzt (Abb. 2). wird

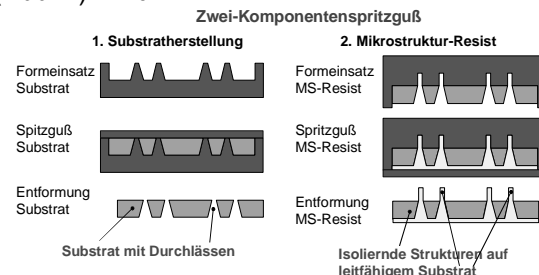


Abb. 2: Fertigung von 2-Komponentenformteilen

Der mikrostrukturierte Formeinsatz kann sowohl aus lithographischer wie mikromechanischer Fertigung stammen. Es können somit vielfältige Mikrostrukturen in 2K-Formen realisiert werden (Abb. 3).

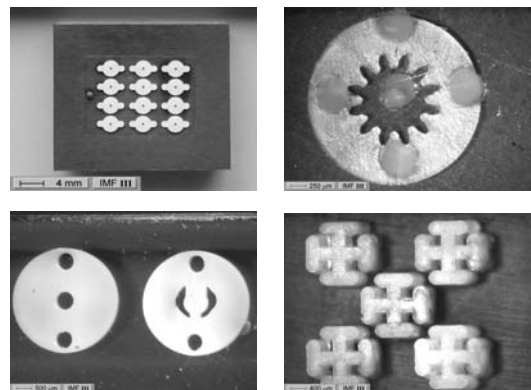
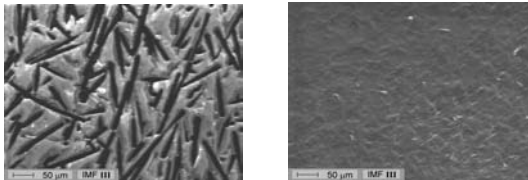


Abb. 3: 2K-Mikroformteile

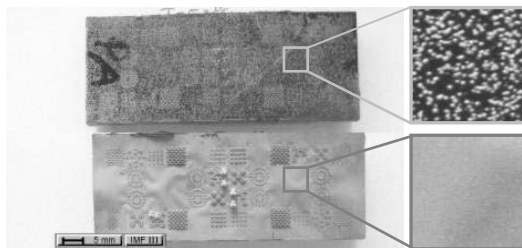
### 3. Galvanik auf leitfähigen Polymeren

Die Form des Leitfähigkeitsvermittlers Graphit (Fasern, Pulver) in den 2K-Substratplatten hat erheblichen Einfluss auf den Ablauf der galvanischen Abformung. Die Verteilungen der Leitfähigkeit sind entscheidender als die Beträge der absoluten Werte. REM-Aufnahmen dokumentieren erhebliche Unterschiede in den Leitfähigkeitsprofilen (Abb. 4). Fasergefüllte Polymere weisen für die 2K-Fertigung günstigere Festigkeit auf.



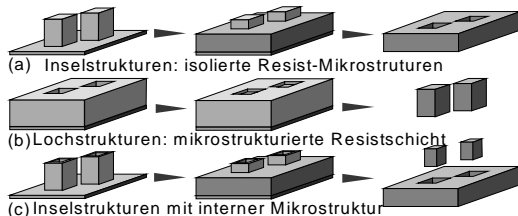
**Abb. 4:** Faser- und Pulverfüllung im REM-Bild

Faserausfüllung (Länge:  $\sim 10^2 \mu\text{m}$  in PA6.6) führt zu hemisphärischem Keimwachstum an isolierten Wachstumszentren. Da diese mit  $10^1$ - $10^2 \mu\text{m}$  relativ weit voneinander entfernt sind, erfordert Schichtbildung längere Beschichtungszeiten. Pulverfüllung ( $d = 35 \text{ nm}$  in PA12) führt zu homogen dichter Leitfähigkeit, damit zu hoher Keimdichte im Nanometerbereich und somit zu einem schon frühzeitig einsetzenden homogenen Schichtwachstum (Abb. 5).



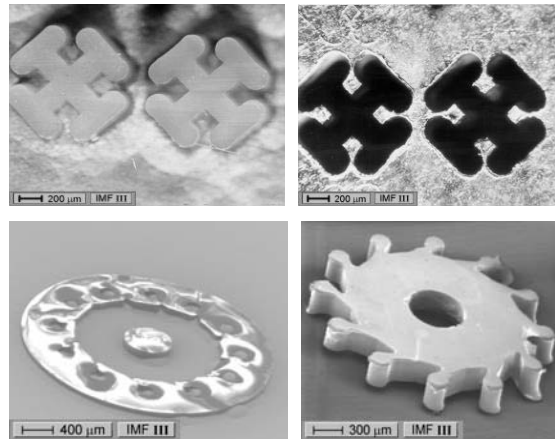
**Abb. 5:** Ni-Abformung: POM+PA6.6, PA+PA12

In 2K-Formen ist deshalb der Strukturtyp des Resistens entscheidend (Abb. 6): Nur wenn Leitfähigkeitsverteilung und Resistbedeckung ausreichend hohe Keimdichte ergibt, werden Mikrostrukturen abgeformt.



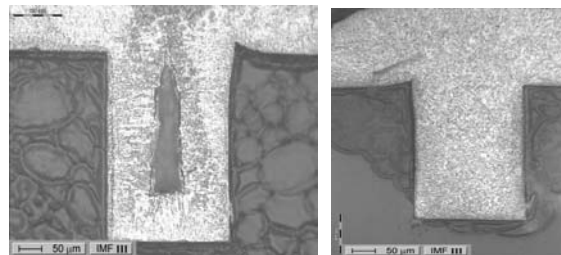
**Abb. 6:** 2-K-SG-Formtypen

„Inselstrukturen“ können auf Fasersubstraten abgeformt werden. Hier wurden Mikrostrukturen mit Aspektverhältnissen  $AV = 40$  abgeformt. Bei komplexeren „Lochstrukturen“ mit ebenso hohen  $AV$  ist jedoch Pulverfüllung weit besser geeignet (Abb. 7).



**Abb. 7:** Ni-Replikate vor und nach Vereinzlung

Die galvanische Abformung der 2K-Formen weist eindeutig die Dominanz gerichteter Abscheidung auf. Dies wird am Vergleich von Querschliffen abgeformter Mikrostrukturen von 1-K- und 2-K-Formen deutlich (Abb. 8).



**Abb. 8:** Querschliffe 1-K- und 2-K-Abformungen

### 4. Ausblick

Aktuelle Arbeiten befassen sich sowohl mit der Optimierung der Polymermaterialien als auch der galvanischen Abformungen. In Kürze erfolgt zudem die Inbetriebnahme eines integrierten 2-K-Spritzgußwerkzeuges zur automatisierten 2K-Formteillfertigung.

### Literatur

- [1] V. Piötter, N. Holstein, E. Oskotski, G. Schanz, R. Ruprecht, J. Hausseilt; Metal Micro Parts made by Electroforming on Two-component Lost Polymer Moulds, *Proc. of 4<sup>th</sup> Euspen International Conference Aachen 2003*, 367-370.
- [2] V. Piötter, N. Holstein, E. Oskotski, R. Ruprecht; Herstellung von metallischen Mikrokomponenten durch partielle Galvanoförmung auf spritzgegossenen Kunststofförmern, *Abschlussbericht zum DFG-Vorhaben PI 363/2-1 und PI 363/2-2, Juli 2003*
- [3] N. Holstein, V. Piötter, G. Schanz, R. Ruprecht; Electroforming of Metallic Microparts via Two-component Injection Molding of Sacrificial Templates, *Proc. MICRO System Technologies 2003*, 273-280; Franzis Verlag.

# Mechanische Mikrozerspanung zur Herstellung von mikrostrukturierten Abformwerkzeugen sowie zur Direktstrukturierung

Thomas Gietzelt, Lutz Eichhorn, Dennis Scherhauser, Torsten Wunsch

Institut für Mikroverfahrenstechnik (IMVT)

## Zusammenfassung

Durch mechanische Mikrozerspanung ist die Fertigung von Prototypen und Kleinserien für Machbarkeitsuntersuchungen möglich. Mit der Herstellung von Abformwerkzeugen schafft sie zudem den Ausgangspunkt einer mikrotechnischen Massenfertigung durch Kunststoffabformung.

Die Kombination mehrere Bearbeitungsverfahren wie Fräsen, Hobeln und LIGA-Technik kann in einem Werkstück realisiert werden.

## 1. Einleitung

Die Herstellung von Bauteilen durch Mikrozerspanung ist ein universelles Verfahren, mit dem Teile sehr genau und kostengünstig gefertigt werden können.

In Abhängigkeit von Design und Material können Aspektverhältnisse bis zehn realisiert werden. Die erzielbare laterale Genauigkeit liegt je nach zu bearbeitendem Material, Werkzeug und Design im Bereich von  $\pm 2\text{-}5\ \mu\text{m}$ .

Neben der direkten Herstellung von Mikrostrukturen für Kleinserien wird durch die Anfertigung von Abformwerkzeugen für das Mikrospritzgießen oder Heißprägen die Möglichkeit der kostengünstigen Erzeugung größerer Stückzahlen erschlossen [1].

Ein weiterer Nutzen ist die Kombination mit anderen Mikrostrukturierungsverfahren, z.B. in Kombination mit einem nachfolgenden LIGA-Prozess [2].

Während in der Vergangenheit Abformwerkzeuge wegen der besseren Zerspanbarkeit vor allem aus Messing gefertigt wurden, nimmt gegenwärtig die Nachfrage nach Abformwerkzeugen aus Stahl zu.

Die Gruppe Mikrozerspanung am Institut für Mikroverfahrenstechnik beschäftigt sich bevorzugt mit der Zerspanung des auslagerungshärtbaren Stahls 1.2709. Dieser im Formenbau verbreitete Stahl kann nach der Bearbeitung einer verzugsfreien Wärmebehandlung unterworfen werden, die mit einer isotropen Schwindung um nur 0,09% einhergeht und die Härte von 33 HRC auf max. 56 HRC ansteigen lässt.

## 2. Mikrohobeln

Ein Beispiel für mit rotierenden Werkzeugen nicht zugängliche Strukturen sind z. B. Stegkreuzungen mit scharfen Innenecken die durch Mikrohobeln gefertigt werden können (Abb. 1). Außerdem werden Strukturbreiten zugänglich, die unter denen verfügbarer rotierender Werkzeuge liegen. Der geometrischen Gestaltungsfreiheit ist nur durch die Form der Mikrohobelwerkzeuge Grenzen gesetzt.

Zum Mikrohobeln auf einer CNC-Fräsmaschine wird die Spindel durch eine Vorrichtung ersetzt, mit der die Schneide des Profilwerkzeugs frei drehbar ist. Zur Bearbeitung gekrümmter Nuten muss die Werkzeugschneide durch Rotation immer in die aktuelle Schnittrichtung ausgerichtet werden [3].

Die im Vergleich zu Schafffräsern größeren Querschnitte der Werkzeuge können verhältnismäßig hohe Schnittkräfte übertragen. Da die Erwärmung gering ist, können Stahlwerkstoffe auch mit Diamantwerkzeugen bearbeitet werden.

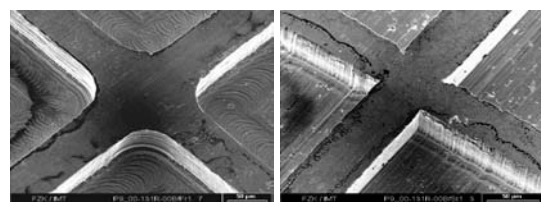


Abb. 1: Gefräste Stegkreuzungen mit runden (links) und gehobelte Stegkreuzungen mit scharfen Innenecken (rechts)

### 3. Werkzeuge für die Mikrozerspanung

Es wurden Werkzeuge aus monokristallinem Diamant zur Zerspanung von Polymeren und Messing bis hinunter zu 100 µm Durchmesser in Zusammenarbeit mit einer Industriefirma entwickelt (Abb. 2). Der Vorteil von Diamantwerkzeugen liegt in der hervorragenden und homogenen Schneidkantenqualität. Dadurch wird eine Gratbildung vermieden.

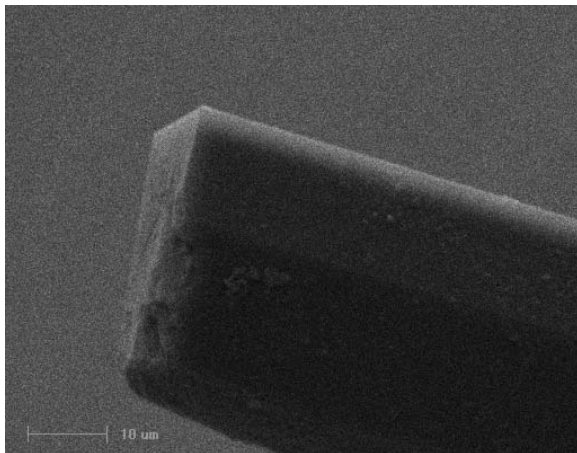


Abb. 2: Fräser aus monokristallinem Diamant, Durchmesser 100 µm

Daneben kommen am IMVT auf einer Präzisionsschleifmaschine selbst geschliffene Hartmetallwerkzeuge bis hinunter zu 50 µm Durchmesser zum Einsatz (Abb. 3). Durch Verwendung spezielle Feinstkornhartmetalle konnte die Biegebruchfestigkeit und Schneidkantenqualität dieser Miniaturwerkzeuge verbessert werden. Da die Schneidkante durch in die Bindemetallmatrix eingelagerte Hartmetallkörnern gebildet wird, erreicht sie nicht die Qualität einer Diamantschneidkante. Eine Gratbildung kann nicht immer vollständig vermieden werden.

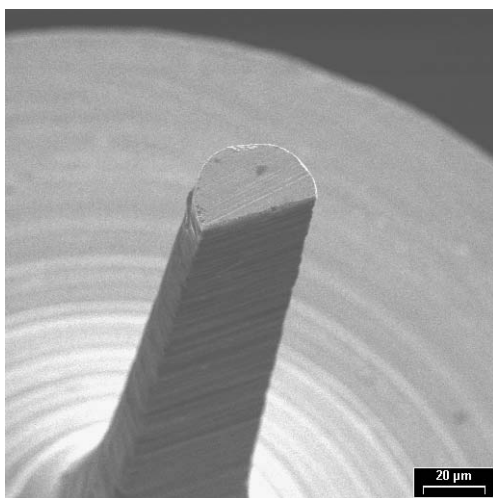


Abb. 3: Hartmetallfräser, Durchmesser 50 µm

Zur Gratentfernung bzw. zur Verbesserung der Oberflächenqualität wurde das Elektropolieren bzw. elektrochemische Entgraten von kohlenstoffarmen Stählen, Nickelbasislegierungen und Messing etabliert.

Es werden bevorzugt Bereiche mit überhöhter Feldliniendichte abgetragen. Neben Graten betrifft dies auch hervorstehende Details oder Stege. Daher muss der Vorgang anhand von Erfahrungswerten unterbrochen und der Fortschritt visuell begutachtet werden um Kantenverrundungen zu vermeiden.

### Literatur

- [1] Schaller, T, Hecke, M, Ruprecht, R, "Mechanical Micromachining for Mold Insert Fabrication and Replication", *Proceedings ASPE 1999 Spring Topical Meeting, Vol. 19* (1999) 3
- [2] Wallrabe, U., Dittrich, H., Friedsam, G., Hanemann, T., Mohr, J., Müller, K., Piotter, V., Ruther, P., Schaller, T., Zißler, W., "Rib-Con®: Micromolded easy-assembly multi fiber connector for single- and multimode applications", *HARMST'01, Baden-Baden, Book of Abstracts* (2001) 231
- [3] Schaller, T., Schubert, K., "Micromachining by CNC Slotting Using a Steered Tool", *ASPE 16th Annual Meeting, Crystal City, USA, Proceedings Vol. 25* (2001) 469

# Neue Ultraschallsensoren in der Computertomographie

R. Stotzka, T. Müller, K. Schlote-Holubek, G. Göbel, H. Gemmeke

Institut für Prozessdatenverarbeitung und Elektronik, Forschungszentrum Karlsruhe

## Zusammenfassung

Im IPE wurde ein Demonstrator für 2D Ultraschall Computertomographie fertiggestellt. Damit rekonstruierte Querschnitte verfügen über erheblich bessere räumliche Auflösung und höheren Kontrast als Aufnahmen konventioneller Ultraschallbildgebung. Um Untersuchungen an biologischem Gewebe zu ermöglichen, wird zur Zeit ein vollständiger 3D Ultraschall Computertomograph aufgebaut.

## 1. Problemstellung

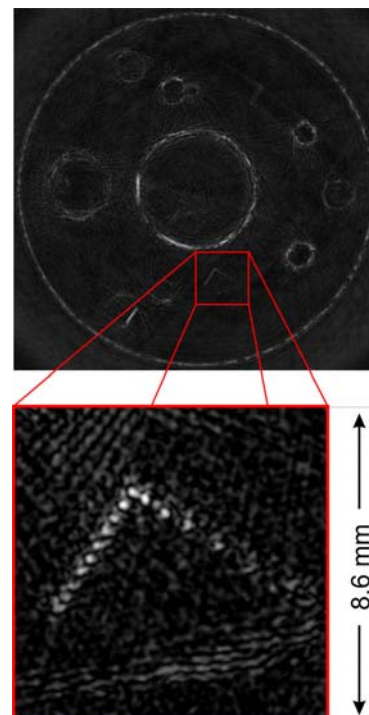
In der medizinischen Bildgebung ist Ultraschall eine der am häufigsten eingesetzten bildgebende Verfahren. In der Brustkrebs-Diagnose liefert Ultraschall wichtige diagnostische Informationen über Gewebeeränderungen der Brustdrüse. Ohne das Gewebe zu schädigen, kann Ultraschall auch bei jungen Frauen häufig eingesetzt werden. Nachteile der konventionellen Ultraschalldiagnostik liegen in den stark verrauschten Bildern mit geringer räumlicher Auflösung ( $>1$  mm), die dem untersuchenden Arzt einen großen Interpretationsspielraum lassen. Darüber hinaus wird der Schallkopf von Hand geführt und deformiert dabei das Gewebe, so dass der Ort einer Läsion aufgrund der Bildinformation nicht eindeutig bestimmbar ist. Eine automatische Fusion der Bilder mit anderen bildgebenden Modalitäten wie z.B. MR- oder Röntgen-Mammographie und eine gemeinsame computergestützte Auswertung ist nicht möglich.

## 2. Stand der Technik: Ultraschall Computertomographie

Ultraschall Computertomographie ist ein neues bildgebendes Ultraschall-Verfahren, mit dem die Aufnahme von Volumenbildern mit wesentlich gesteigerter räumlicher Auflösung und höherem Gewebekontrast möglich wird. Das abzubildende Volumen, z.B. die weibliche Brust, befindet sich im Zentrum eines zylindrischen Arrays von Ultraschall-Wandlern. Ein Wandler sendet ein Ultraschallsignal mit kugelförmiger Schallkeule in das Volumen, alle anderen Wandler zeichnen simultan alle Transmissions-, Reflexions- und Streu-Signale auf. Diese Prozedur wird für alle anderen Wandler wiederholt.

Im IPE wurde ein Versuchsaufbau fertiggestellt, mit dem die Funktionsweise des Verfahrens nachgewiesen werden konnte. Der Aufbau be-

steht aus einem wassergefüllten Topf mit zwei Ultraschallwandler-Arrays (3 MHz) mit jeweils 16 Elementen, der zugehörigen Sende- und Empfangselektronik, einem Computer zur Datenaufnahme und Bildrekonstruktion. Die Wandler sind auf einem Ring beweglich angeordnet, so dass sukzessive ein vollständiges Ringanordnung mit 100 Sende- und 1440 Empfangspositionen simuliert werden kann. Mit den derart aufgenommenen Daten können zweidimensionale Querschnitte durch das zu untersuchende Volumen rekonstruiert werden. In den rekonstruierten Bildern sind Strukturen der Größe 0.1 mm noch deutlich zu erkennen (Abb. 1).



**Abb. 1:** Mit 3 MHz rekonstruierter Querschnitt eines Ultraschallphantoms, aufgenommen mit dem 2D Versuchsaufbau. Die Ausschnittsvergrößerung zeigt Nylonfäden im Abstand von 0,5 mm und einem Durchmesser von 0,1 mm.

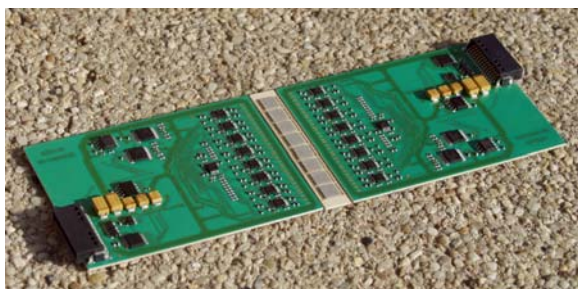


### 3. Methoden und wesentlicher Fortschritt: Die Ultraschallwandler-Array-Systeme

Zur Untersuchung von biologischem Gewebe ist der Versuchsaufbau aufgrund der sequentiellen Datenaufnahme und den damit verbundenen Aufnahmezeiten von ca. 12 Stunden nicht geeignet. Deswegen ist ein erweiterter Aufbau in 3D mit mehreren Tausend Wandlern und paralleler Datenaufnahme nötig. Hohe Anforderungen werden dabei an die Ultraschallwandler gestellt:

- Frequenz 2-3 MHz
- Bandbreite ca. 50 %
- Schallkeule idealerweise kugelförmig, Öffnungswinkel mind. 30 Grad
- gutes Signal-Rausch-Verhältnis
- hohe Reproduzierbarkeit
- preiswert

Geeignete kommerzielle Ultraschallwandler-Arrays für diesen Versuchsaufbau sind nur schwer erhältlich und mit hohen Kosten verbunden. Im IPE haben wir daher Ultraschallwandler-Array-Systeme mit integrierter Ansteuer- und Verstärker-Elektronik für die Ultraschall-Computertomographie (Abb. 2) entwickelt und gefertigt. Der Aufbau der Wandler ist so gewählt, dass die Fertigung mit der im IPE existierenden Aufbau- und Verbindungstechnik größtenteils maschinell und automatisch durchgeführt werden kann. Damit wird eine hohe Reproduzierbarkeit und Zuverlässigkeit der Wandler-Systeme gewährleistet.



**Abb. 2:** Mit unserem neu entwickelten Fertigungsverfahren ist es möglich, Ultraschallwandler kostengünstig und mit reproduzierbarer Charakteristik herzustellen. Bei der Methode werden die Piezoelemente zuerst maschinell strukturiert und kontaktiert. Im nächsten Schritt wird die zuvor bestückte Sende- und Empfangselektronik zu beiden Seiten der Piezoelemente angeordnet. Die Ansteuer- und Verstärker-Elektronik und die strukturierten Piezoelemente werden elektrisch miteinander verbunden. Zuletzt wird das Sensorsystem „zusammengeklappt“ und wasserdicht versiegelt.

Ein Wandler-Array besteht aus einer strukturierten Piezokeramik mit jeweils 8 Sende- und 32 Empfangselementen. Jedes Element hat eine Wandlerfläche von  $1.4 \times 1.4 \text{ mm}^2$  eine Resonanzfrequenz von 2.8 MHz und eine Schallkeule mit einem Öffnungswinkel von ca. 35 Grad. Im Wandler-Gehäuse ist für jeden Kanal eine Verstärkerelektronik integriert, um die Zuleitungen zu den Wandlern so kurz wie möglich zu halten. Die Sende- und Empfangselemente sind getrennt adressierbar. Für jedes Sendeelement kann eine beliebige Signalform durch „Coded Excitation“ erzeugt werden.

### 4. Zukünftige Arbeiten: Ultraschall-Computertomographie in 3D

Mit den entwickelten Ultraschallwandler-Array-Systemen wird im IPE ein neuer 3D Ultraschall Computertomograph aufgebaut. 48 Wandler-Systeme mit insgesamt 1920 Elementen werden auf einem Zylinder mit einem Durchmesser von 24 cm angeordnet. Das Array kann in 6 Stufen durch einen Motor gedreht werden, um die Lücken zwischen den Wandlern zu füllen. Somit erhält man insgesamt 2304 Sende- und 9216 Empfangspositionen. Die Datenaufnahme erfolgt durch eine DAQ-Elektronik mit insgesamt 192 parallelen Kanälen. Jeder Kanal wird analog verstärkt und gefiltert sowie mit 10 MHz digitalisiert und 12 Bit quantisiert. Die Weiterverarbeitung und Speicherung erfolgt durch FPGAs, in denen später auch komplexere digitale Signalverarbeitungen implementiert werden können. Auf einem Standard-PC werden anschließend die Volumendaten rekonstruiert. Auf der Messe ‚Produktion‘ 2003 wurden Wandler-Systeme sowie Teile für die Datenakquisition vorgestellt.

### Literatur

- [1] Stotzka, R., Göbel, G., and Schlote-Holubek, K., „Development of transducer arrays for ultrasound-computertomography“, in SPIE's Internl. Symposium Medical Imaging, 2003
- [2] Stotzka, R., Müller, T.O., Schlote-Holubek, K et al., „Aufbau eines Ultraschall-Computertomographen für die Brustkrebstdiagnostik“, in Informatik Aktuell, BVM 2004, 438 – 442
- [3] Stotzka, R., Würfel, J., and Müller, T., „Medical Imaging by Ultrasound-Computertomography“, in SPIE's Internl. Symposium Medical Imaging, 2002, 110 - 119

# Neuer Ultraschallgenerator für das optimierte Dünndrahtbonden

Thomas Blank, G. Göbel

Institut für Prozessdatenverarbeitung und Elektronik (IPE)

## Zusammenfassung

Das Dünndrahtbonden ist trotz interessanter Neuentwicklungen wie das „Wafer Level Bumping“ nach wie vor die marktbeherrschende Technologie, Siliziumchips elektrisch an das Leadframe des Chipgehäuses anzubinden. Neu- und Weiterentwicklungen im Bereich der Schweißnadeln (Wedges) haben dazu geführt, dass die zum Bonden erforderlichen Ultraschallgeneratoren weiterentwickelt werden müssen, um die Prozesssicherheit zu gewährleisten und sie zu erhöhen.

Am Institut für Prozessdatenverarbeitung und Elektronik (IPE) wird ein neuer Ultraschallgenerator entwickelt, der, basierend auf modernsten digitalen Signalprozessoren und hochwertigen analogen Komponenten, das Ultraschallsignal extrem frequenzstabil und sehr in das mechanische System einspeist und dadurch die Prozesssicherheit signifikant erhöhen kann.

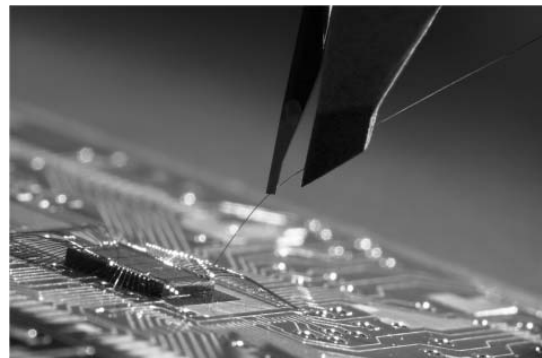
## 1. Dünndrahtbonden

Dünndrahtbonden ist eine Fertigungstechnik, mit der Drähte aus Gold, Aluminium oder Kupfer mit einem Durchmesser von  $17\ \mu\text{m}$  – ca.  $80\ \mu\text{m}$  auf eine Gold, Nickel oder Aluminiumfläche geschweißt werden. Der Schweißprozess wird durch die Größen Ultraschall, Kraft und Temperatur gesteuert.

### 1.1 Qualitätssicherungsprozesse beim Dünndrahtbonden

Moderne, hochkomplexe Chips verfügen über eine Vielzahl elektrischer Anschlussstellen. Darüber hinaus werden mehrere Chips in so genannte Multi-Chip-Module integriert, die nebeneinander oder neuerdings auch übereinander gestapelt werden. Multi-Chip Module, die vom IPE zurzeit für das ALICE Experiment im Cern aufgebaut werden, verfügen über weit mehr als 400 Bonddrahtverbindungen (siehe Bild 1). Ist nur eine dieser Bondstellen defekt, kann das gesamte Modul nicht verwendet werden. Da allgemein bekannt ist, dass Fehler, die erst am Ende einer Fertigungskette entdeckt werden, sehr hohe Kosten verursachen, ist ein überaus stabiler und zuverlässiger Fertigungsprozess zwingend erforderlich. Eine frühzeitige Diagnose fehlerhafter Bauteile wird durch eine leistungsfähige Prozesskontrolle gewährleistet, mit der defekte Teile von der weiteren Verarbeitung ausgeschlossen werden. Moderne Bondautomaten wie der Wedge-Wedge Drahtbonder der Firma Hesse & Knipps kontrollieren den Drahtbondprozess durch die Überwachung der Drahtverformung über der Zeit. Dieser Technik liegt

die Erfahrung zugrunde, dass die Drahtverformungsverläufe eines stabilen Prozesses sehr gleichförmig verlaufen. Erkennt der Automat, dass sich die Drahtverformung beim Schweißen nicht innerhalb eines vorgegebenen Toleranzfensters bewegt, so wird der Bondprozess für den Chip gestoppt und der Benutzer informiert.

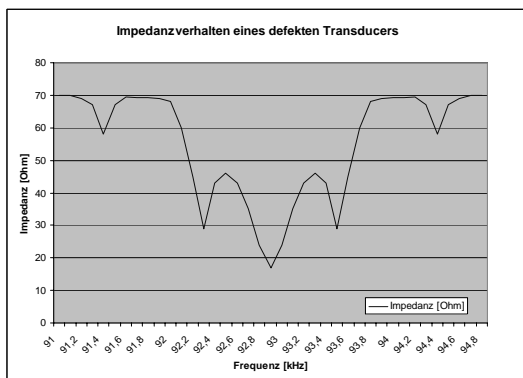


*Bild 1: Herstellung der elektrischen Kontakte zwischen einem Chip und einer Leiterplatte im Wedge-Wedge Bondverfahren*

## 2. Aufbau und Funktionsweise von Ultraschall-Drahtbondautomaten

Ultraschall-Drahtbondautomaten bestehen im Allgemeinen aus drei Schlüsselkomponenten, dem Bondkopf, der Steuerelektronik und dem Steuerrechner. Die zum Schweißen wesentlichen Komponenten des Bondkopfes sind das Wedge, das Horn und ein Piezostapel zur Umsetzung von elektrischen Schwingungen in mechanische[1,2].

Der Piezostapel antwortet auf ein elektrisches Signal mit einer mechanischen Schwingung, die über das Horn auf die Nadel weitergeleitet wird. Bei optimaler Abstimmung des elektro-mechanischen Systems befindet sich in der Bondspitze ein Schwingungsbauch, das heißt die Spitze des Wedges und damit der Draht unter dem Wedge werden maximal bewegt. In diesem Arbeitspunkt befindet sich das System in Resonanz, der Ultraschallgenerator zur Erzeugung der elektrischen Anregung sieht eine minimale elektrische Last (siehe Bild 2). Die mechanische Schwingungsamplitude ist hierbei näherungsweise linear mit der eingespeisten elektrischen Leistung verknüpft.



*Bild 2: schematische Darstellung des Impedanzverhalten eines Transducers, in dem ein Wedge aus minderwertigem Material eingesetzt wurde. Herkömmliche Ultraschallgeneratoren finden das Resonanzminimum von 93 kHz nicht zwangsläufig und können sich auf den Nebenresonanzstellen einloggen.*

Wird das mechanische System nicht auf der Resonanzfrequenz zum Schwingen angeregt, so befindet sich in der Wedgespitze kein Schwingungsbauch, im schlechtesten Fall ist dort sogar ein Schwingungsknoten vorhanden. In diesem Betriebszustand ist kein stabiler Fertigungsbetrieb möglich. Eine formschlüssige Schweißverbindung kann nicht erzeugt werden.

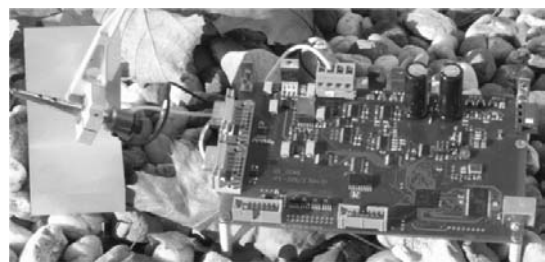
## 2.1 Aufbau des IPE Ultraschall-Generators

Der am IPE entwickelte Ultraschallgenerator, wie in Bild 3 dargestellt, wird durch einen digitalen Signalprozessor (DSP) hoher Rechenleistung gesteuert. Er ermöglicht eine Online Prüfung der Materialeigenschaften des Transducers und

## Literatur

[1] H. Reichel, „Direktmontage“, Springer Verlag Berlin, 1998, ISBN 3-540-64203-X

kann den Benutzer jederzeit über mangelhafte Materialeigenschaften und Schwankungen der Resonanzfrequenzen informieren. Der Maschinennutzer erhält somit wertvolle Informationen, die ihn bei der Prozesseinrichtung der Maschine unterstützen, aber auch während der Fertigung, falls sporadische Schwankungen der Impedanz auftreten. Der Ultraschallgenerator erhält die Schweißparameter wie die Leistung und deren Dauer über den Steuerrechner, die dort durch den Bediener hinterlegt wurden. Über eine Rückkopplungsschleife überwacht der DSP die Signalamplitude sowie die Frequenz, auf der der Piezo schwingt. Treten Abweichungen auf, die außerhalb der einstellbaren Toleranzen liegen, wird der Bondvorgang mit einer Warnung ab-



*Bild 3: IPE-Ultraschallgenerator mit angeschlossenem Transducer*

gebrochen.

## 3. Zusammenfassung und Ausblick

Das IPE hat einen neuen Ultraschallgenerator entwickelt, mit dem der Drahtbondprozess durch eine bessere Prozesskontrolle optimiert und die Zuverlässigkeit erhöht werden kann. Mit der Online-Kontrolle der Impedanz erhält der Nutzer neben der Bonddrahtverformung ein weiteres allgemeines Kriterium zur Beurteilung der Bondqualität. Dies ist durch die Verwendung modernster digitaler Signalprozessoren möglich geworden. Nach der erfolgreichen Inbetriebnahme des Generators und der Implementierung der Analyse des Impedanzverhaltens über der Frequenz wird zukünftig das Verhalten des Generators unter definierten Fehlerbedingungen der Bondmaterialien (Verschmutzung am Bondpad oder Wedge, abgeplatzte Bondpads) untersucht, um Ultraschallsignalförmigkeiten zu ermitteln, die eine Differenzierung von schlechten von guten Bondverbindungen ermöglichen.

[2] T. Hoffmann, „Miniaturisierung auf Baugruppenebene“, Hüthig Verlag, Heidelberg, 1992

# Montage von Mikrosystemen

## Flexible und modulare Lösungen für kleine und mittlere Stückzahlen

Franz Eberle, Ulrich Gengenbach, Andreas Hofmann, Bernd Köhler,  
Susanne Maier, Henrik Skupin, Rudolf Scharnowell

Institut für Angewandte Informatik

### Zusammenfassung

Die Montage von Mikrosystemen stellt grundlegend andere Anforderungen an die eingesetzten Fertigungsmittel und –prozesse als die Montageautomatisierung bei makroskopischen Systemen. Auf Grund der geringen Größe der Komponenten verändern sich die Randbedingungen bei der Handhabung. Die Realisierung von prozesssicheren und wirtschaftlichen Lösungen erfordert somit eine ganzheitliche Herangehensweise, bei der frühzeitig alle Einflussfaktoren berücksichtigt werden. Der vorliegende Beitrag gibt einen kleinen Überblick über die Arbeiten in diesem Bereich.

### 1. Einleitung

Bei der Herstellung von hybrid aufgebauten Mikrosystemen in kleinen bis mittleren Stückzahlen ist heute die vollständige Automatisierung der Montage meist nicht wirtschaftlich zu realisieren. Die geringen Stückzahlen, die unterschiedlichen eingesetzten Materialien und die Formen- und Größenvielfalt der zu montierenden Bauteile führen dazu, dass in diesem industriellen Sektor kaum standardisierte Fertigungsmittel zur Verfügung stehen. Zwar gibt es leistungsfähige Sonderlösungen, jedoch ist in der Produkteinführungsphase bzw. bei den oft zu geringen Gesamtstückzahlen die Amortisation von Sonderlösungen meist nicht zu erreichen. Andererseits ist eine automatisierte Handhabung der Komponenten oft unerlässlich, um sowohl eine reproduzierbare Qualität als auch eine wirtschaftliche Produktion sicherzustellen. Bei der automatisierten Montage von Mikrosystemen sind ferner die physikalischen Randbedingungen von enormer Bedeutung. Im Vergleich zur makroskopischen Montage steigt der Einfluss der Oberflächen gebundenen Kräfte wie Elektrostatik und Adhäsion. Ebenso ist zu beachten, dass die Bauteiltoleranzen teilweise im Größenbereich der Bauteilabmessungen liegen.

### 2. Lösungsansatz

Ziel der Arbeiten im Bereich der Montage von hybriden Mikrosystemen ist die Bereitstellung und Umsetzung von flexiblen und modularen Lösungen mit klar definierten Schnittstellen. Dies gilt für die Zuführung, für die Handhabung aber auch für das Fügen der Bauteile und deren Qualitätskontrolle. Es werden, wo dies möglich und technisch wie wirtschaftlich sinnvoll ist, standardisierte bzw. standardisierbare Lösungen ange-

strebt. [1] gibt einen Überblick über die zu Grunde liegende Philosophie. In [2] wird der ganzheitliche Ansatz bei der Betrachtung einer Prozesskette dargestellt. Insbesondere steht hier der Punkt „Fertigungsgerechtes Design“ im Mittelpunkt. Im Folgenden wird ein Teil der Arbeiten im vom Bundesministerium für Bildung und Forschung BMBF geförderten Verbundprojekt „Greiferbaukasten für Mikrosysteme“ präsentiert.

### 3. Baukasten für die Mikromontage

#### 3.1 Struktur des Baukastens

Die Handhabungs- und Fügeprozesse in der Mikromontage erfordern Greifsysteme, die im Vergleich zu Standardsystemen um einige Funktionen erweitert sind. Die bisher vorgestellten Lösungen, es handelt sich überwiegend um Systeme, die im Labormaßstab aufgebaut wurden, sind teilweise vom Konzept her bereits modular. Die Aufteilung in auswechselbare funktionale Module (Greiferbacken, Aktoren, Sensorikkomponenten, etc.) ermöglicht die flexible Anpassung an die Montageaufgabe bzw. den Austausch defekter Einheiten. Diese Systeme sind leistungsfähige Einzellösungen, bei denen jedoch die einzelnen Module nicht untereinander ausgetauscht werden können. Es gibt keine Vereinheitlichung im Aufbau und somit intern wie extern keine definierten Schnittstellen. Hier setzt das Verbundprojekt „Greiferbaukasten“ an. Ausgehend von der Anbindung an die Maschine wird ein Konzept für einen Baukasten für Montagesysteme erarbeitet, der aus einzelnen Modulen besteht, deren Schnittstellen zueinander klar definiert sind. Dieses Schnittstellenkonzept ist im Normungsprozess [3] und mit Vorliegen einer Norm können weitere Anbieter eigene, auf die Norm aufbauende Module anbieten.

### 3.2 Modul Schnittstelle

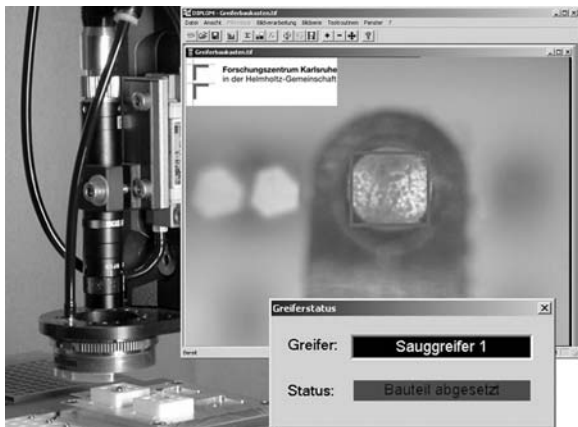
Abbildung 1 zeigt einige der im Projekt realisierten Module: Sauggreifer, Zweifingergreifer, Feinpositioniermodul. Alle Module verfügen über eine definierte Schnittstelle entsprechend der Norm zur Anbindung an das Gesamtsystem. Weitere Module sind bei den einzelnen Projektpartnern realisiert bzw. in Vorbereitung.



**Abb. Nr. 1:** Module des Greiferbaukastens (Quelle: Forschungszentrum Karlsruhe, Fa. piezosystem jena, Fa. Schunk, FhG IOF Jena).

### 3.3 Modul Bilderfassung

Für viele Montageaufgaben ist es sehr hilfreich den aktuellen Prozess über eine Kamera zu erfassen. Neben der Kamera gehören zum Bilderfassungssystem noch eine geeignete Optik und ggf. eine Beleuchtung. Die Verwendung der erfassten Bilder kann dabei sehr unterschiedlich sein. Das reicht von einer einfachen Beobachtung des Montagevorgangs durch den Bediener bis hin zu einer automatischen Steuerung des Prozesses durch den Einsatz digitaler Bildverarbeitungstechniken (s. Abb. 2).



**Abb. Nr. 2:** CCD-Kamera ( $\varnothing$  12 mm) integriert in einer Mikromontagemaschine; die Teileanwesenheitskontrolle wurde mit dem digitalen Bildverarbeitungssystem DIPLOM [4] realisiert.

Eine wichtige Rolle bei der Auswahl des Bilderfassungssystems spielt dessen Masse und der zur Verfügung stehende Bauraum. Im Rahmen

des Projektes Greiferbaukasten wurden verschiedene baukleine Bilderfassungssysteme untersucht und deren Leistungsfähigkeit getestet. Die Palette der untersuchten Kameras reicht dabei von einfachen CMOS-Kameras aus dem Überwachungsbereich bis hin zu CCD-Kameras mit abgesetztem Kopf. Auch bei den Optiken reicht die Bandbreite der untersuchten Objektiven von einfachen Systemen mit nur einer Linse bis hin zu telezentrischen Makroobjektiven; zusätzlich wurden auch Endoskopoptiken untersucht.

Je nach Anwendung und deren Anforderung kann somit ein geeignetes Bilderfassungssystem aus der Palette der getesteten Systeme ausgewählt werden. Der Anwender wird bei der Auswahl durch die Ergebnisse der durchgeführten Tests unterstützt. Mit dem Bildverarbeitungssystem DIPLOM [4] wurden die Vergrößerung, die auftretende Verzeichnung und das erreichbare Auflösungsvermögen der Bilderfassungssysteme automatisch bestimmt.

## 4. Schlussbetrachtung

In der Arbeitsgruppe Automatisierung für Mikrofertigungs- und -logistiksysteme werden Lösungen zur wirtschaftlichen, automatisierten Fertigung von Mikrosystemen erarbeitet. Die Umsetzung der Arbeiten in die Produktion wird durch die enge Zusammenarbeit mit Partnern aus der Industrie sichergestellt.

Der Dank für die vertrauensvolle Zusammenarbeit gilt den Projektpartnern [5] und dem betreuenden Projektträger VDI/VDE-IT sowie den beteiligten Mitarbeitern des Instituts.

## Literatur

- [1] Hartmut Gemmeke, Thomas Blank, Ulrich Gengenbach: „Von der Mikrokomponente zum System - Handhabung, Maschinen und Prozesse“, 5. Statuskolloquium der Mikrosystemtechnik, FZKA-Bericht 6990, Karlsruhe, 2004.
- [2] Andreas Hofmann, et.al.: „Mikro-Femos: Mikrofertigungstechnik für hybride mikrooptische Sensoren - Realisierung der Prozesskette“, 5. Statuskolloquium der Mikrosystemtechnik, FZKA-Bericht 6990, Poster 25, Karlsruhe, 2004.
- [3] DIN 32565, Fertigungsmittel für Mikrosysteme: „Schnittstelle zwischen Endeffektor und Handhabungsgerät“, Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, 2003.
- [4] <http://www.iai.fzk.de/diplom>
- [5] <http://www.iai.fzk.de/greiferbaukasten>

# Ein- und Mehrkomponenten-Mikro-Pulverspritzgießen: BMBF-Projekte Micro-P-PIM und 2K-PIM

Gissur Örlygsson, Klaus Müller, Guido Finnah, Volker Piotter, Robert Ruprecht, Jürgen Haußelt

Institut für Materialforschung III

## Zusammenfassung

Im Projekt 2K-PIM entwickelt das IMF III die Herstellung von multifunktionalen Keramik-Mikrokomponenten durch 2K-Keramik-Pulverspritzgießen. Durch Kombination geeigneter Werkstoffe sollen mindestens zwei Keramiken mit unterschiedlichen elektrischen Leitfähigkeiten in einem Bauteil integriert werden. Ziel ist die Funktionsintegration in einem Bauteil durch Werkstoffe mit unterschiedlichen physikalischen Eigenschaften ohne zusätzlichen Montageschritt.

Gesamtziel des Projekts Micro-P-PIM ist die Entwicklung einer für Mikropräzisionsbauteile aus Keramik und Metall optimierten, nachbearbeitungsarmen Pulverspritzgießtechnologie inklusive der Maschinen-, Werkzeug-, Werkstoff-, und Prozesstechnik. Als Demonstrationsobjekte wurden von den Industriepartnern zwei metallische und zwei keramische Präzisionsbauteile definiert.

## 1. Einleitung

Im Zuge der Miniaturisierung von Baugruppen und Produkten hat sich ein Bedarf für kleinere und in jeder Hinsicht präzisere Bauteile aus Keramik und Metall entwickelt. Das Mikro-Pulverspritzgießen bietet hier vielversprechende Lösungsansätze, mit der Mehrkomponenten-Variante als einer Methode, um noch höhere Funktionsdichten zu erreichen.

## 2. Multifunktionale Werkstoffe für Mikroteile durch Mehrkomponenten-Pulverspritzgießen, 2K-PIM

Im Institutsverbundprojekt 2K-PIM (Förderkennzeichen 03N1080, Beginn 10/2001), welches mit dem Fraunhofer IFAM, Bremen, durchgeführt wird, werden die Grundlagen der Material- und Verfahrenstechnik zum 2K-Mikro-Keramik-Pulverspritzgießen erarbeitet [1,2]. Dazu wird die Werkzeugtechnik und der Formgebungsprozess entwickelt, aber auch die Feedstocks und die Entbinderung und Sinterung von spritzgegossenen Teilen. Zudem werden die Eigenschaften der Feedstocks, der Grünlinge und der gesinternten Teile untersucht.

### 2.1 Werkzeug und Formeinsätze

Im 2K-Probekörper-Spritzgießwerkzeug sind zwei Werkzeugvarianten berücksichtigt worden: Ein zeitgleiches Einspritzen der beiden Formmassen, wobei zwei Schmelzeströme aufeinander treffen, und ein zeitversetztes Einspritzen der

beiden Formmassen, verbunden mit einer Schieberfunktion. Bei der ersten Variante soll eine möglichst haftfeste Verbindung der beiden Komponenten miteinander erreicht werden. Die zweite Variante hat den Vorteil, dass die Lage der Bindaht an einer definierten Stelle fixiert ist. Für das Werkzeug sind drei Formeinsätze hergestellt worden, deren zugrunde liegenden Formteilgeometrien einen Zugprüfkörper, einen Sinterverzugsprüfkörper, und einen Demonstrator in der Form eines Heizstabes darstellen.

### 2.2 Feedstockentwicklung, Feedstockeigenschaften

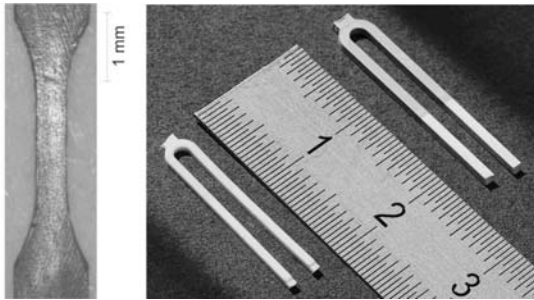
Mit dem Ziel multifunktionale Werkstoffe herzustellen werden Feedstocks für unterschiedlich elektrisch leitfähige Keramiken entwickelt. Ausgehend von Aluminiumoxid als Matrixkomponente und Titanitrid als leitfähiger Komponente, sowie kommerziellen Bindern, wurden Feedstocks sowohl im Mischknetzer als auch im Doppelschneckenextruder hergestellt.

Im Bestreben eine Sinterschrumpfanpassung von unterschiedlichen Feedstocks zu erreichen wurden z.B. Experimente mit Benetzungsmitteln durchgeführt, um Mischungen mit höherem Pulveranteil spritzgießen zu können.

### 2.3 Spritzgießversuche in Ein- und Zweikomponenten-Modus

Aus  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -TiN-Feedstocks sind z.B. Mikrozugprüfkörper abgeformt worden, Abb.1. In Abb. 1

sind ferner „grüne“ und gesinterte Teile gezeigt, die im Formeinsatz „Heizstab“ im 2K-Verfahren aus  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Feedstocks spritzgegossen wurden.



**Abb. 1:** Links: „Grüner“ Mikrozugprüfkörper aus einem  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -TiN-Feedstock (Volumenverhältnis  $\text{Al}_2\text{O}_3$ :TiN von 75:25 und 15 Gew.% Binder).  $l=4,7$  mm,  $d=130$   $\mu\text{m}$ ,  $b$  (Prüflänge)=260  $\mu\text{m}$ . Rechts: „Grüne“ (rechts) und gesinterte (links) Teile, im 2K-Verfahren aus  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Feedstocks spritzgegossen. Zeitgleiches Einspritzen: Die Lage der Bindenaht wurde durch die Variation der Einspritzgeschwindigkeit definiert

### 3. Pulverspritzgießen für nachbearbeitungsarme Mikropräzisionsbauteile aus Keramik und Metall, Micro-P-PIM

Das Ziel des Industrieverbundprojekts Micro-P-PIM (Förderkennzeichen 02PD2136, Beginn 10/2002), welches unter Federführung der Firma Junghans Feinwerktechnik mit fünf weiteren Partnern durchgeführt wird, ist die wirtschaftliche Produktion für Mikro-Präzisionsbauteile aus Metall und Keramik. Dabei soll der Aufwand der Nachbearbeitung möglichst reduziert werden, und die Sintertoleranzen auf unter 0,5% optimiert werden. Zusätzlich sollen Handhabungsschritte optimiert oder eliminiert werden. Im weiteren Verlaufe sollen Gestaltungsrichtlinien und Werkstoffdaten auf der Basis der Ergebnisse zusammengetragen werden.

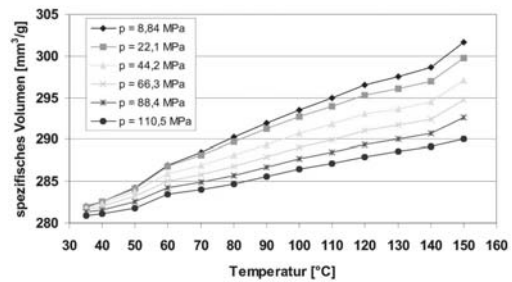
#### 3.1 Arbeitspakete

Die Aufgaben des IMF III im Projekt Micro-P-PIM sind die Feedstockentwicklung und -charakterisierung, die Prozessentwicklung für mikrostrukturierte Teile, auch unter Einsatz von Simulationsrechnungen, die Ermittlung von Gestaltungsrichtlinien und Werkstoffkennwerten an Probe-

#### Literatur

[1] Örlýgsson, G.; Piottter, V.; Finnah, G.; Rupprecht, R.; Haußelt, J.: Ceramic Microparts by Multi-Component Powder Injection Moulding, Materials Week 2002, 30.9.- 2.10. 2002, München, auf CD

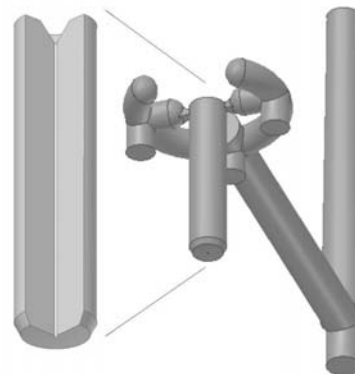
körpern und die Prozessentwicklung zum Spritzgießen von Ferrulen einschließlich des Entbinderns und Sinterns.



**Abb. 2:** Gemessene pVT-Daten für einen kommerziellen Ferrulenfeedstock ( $\text{ZrO}_2$ )

#### 3.2 Demonstratoren

Als Demonstratoren sind eine Zahnblende aus  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Keramik, Ferrule aus  $\text{ZrO}_2$ -Keramik, zwei unterschiedliche metallische Getriebeteile, sowie verschiedene Probekörpergeometrien vorgesehen. Spritzgießwerkzeuge und Formeinsätze für die Demonstratoren sowie für verschiedene Probekörper zu Formfüllungs- und Fließuntersuchungen liegen bereits vor.



**Abb. 3:** Modellzeichnung eines Angussystems mit Ferrule. Ferrule im Längsschnitt. Durchmesser Glasfaserführung: 0,125 mm (gesintert)

Vollständige Materialcharakterisierung bezüglich der Daten für die Simulation ist an einem Ferrulenfeedstock durchgeführt worden. Exemplarisch sind in Abb. 2 die gemessenen pVT-Daten gezeigt. Abb. 3 stellt Modellzeichnungen des Formteils für Ferrulen dar.

[2] Örlýgsson, G.; Piottter, V.; Finnah, G.; Rupprecht, R.; Haußelt, J.: Two-Component Ceramic Parts by Micro Powder Injection Moulding, Proceedings of the Euro PM 2003, 20.10.-22.10.2003, Valencia, Spanien

# Einfluss der Urmodelle auf die Abformung mikrostrukturierter Keramikbauteile in einer Rapid Prototyping Prozesskette

Regina Knitter, Peter Risthaus, Thomas Greiner

Institut für Materialforschung III

## Zusammenfassung

Bei der Herstellung mikrostrukturierter Keramikbauteile über eine Rapid Prototyping Prozesskette hat die Qualität der eingesetzten Urmodelle einen entscheidenden Einfluss auf die erreichbare Genauigkeit und die Abformeigenschaften. Werden hohe Anforderungen an die Oberflächengüte gestellt und für Strukturdetails kleiner als 250  $\mu\text{m}$ , sollten statt Printverfahren hochauflösende Stereolithographieverfahren zur Herstellung der Urmodelle bevorzugt werden.

## 1. Einleitung

Für die schnelle Bereitstellung von keramischen Prototypen und Vorserien wurde eine Rapid Prototyping Prozesskette etabliert, in der Rapid Prototyping (RP) und keramischer Niederdruckspritzguss kombiniert werden [1, 2]. Unter Umgehung hoher Kosten für Formeinsätze ist es damit möglich, Funktionsteile kostengünstig herzustellen, die die Eigenschaften des späteren Endproduktes aufweisen.

Am Anfang der Prozesskette steht das dreidimensionale CAD-Modell, das entsprechend der erwarteten Sinterschwindung des späteren Keramikbauteils skaliert wird. Diese Daten werden genutzt, um ein Urmodell durch ein geeignetes RP Verfahren anzufertigen. Das positive Urmodell wird in Silikonkautschuk abgeformt, und das so erhaltene Silikon-Negativ kann dann direkt als Werkzeug im Niederdruckspritzguss eingesetzt werden. Nach Entbindern und Sintern des Keramikkörpers resultiert das fertige Funktionsteil.

Um die Auflösung verschiedener RP Verfahren und die Abformeigenschaften der hergestellten Urmodelle zu untersuchen, wurde eine spezielle Teststruktur entworfen (Abb. 1) und mit einer Kantenlänge von 10 oder 20 mm über verschiedene Verfahren hergestellt. Neben Printverfahren wurden insbesondere verschiedene Stereolithographieverfahren genutzt, die die Erreichung einer hohen Auflösung und Abformgenauigkeit erwarten ließen [3].

## 2. Ergebnisse und Diskussion

Für die Abformung durch Niederdruckspritzguss wurden Paraffin-basierte  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - und  $\text{ZrO}_2$ -Feedstocks mit einem Feststoffgehalt von 67 bzw. 60 Vol.% eingesetzt [3]. Nach einem Entbindungsschritt, bei dem die organischen Bestand-

teile freigesetzt werden, und anschließender Sinterung wurden Dichten von ca. 95 % der theoretischen Dichten erreicht.

Ein Charakteristikum aller RP Verfahren ist der schichtweise Aufbau der Modelle, so dass alle gegenüber der z-Achse geneigten Flächen durch Stufen angenähert werden müssen. Bei Printverfahren, bei denen die Modelle durch Tröpfchen aufgebaut werden, ist die Auflösung in x-y-Ebene zusätzlich durch die diskrete Tröpfchengröße limitiert. Insbesondere jene Printverfahren, bei denen neben dem eigentlichen Bauprodukt auch ein Supportmaterial verwendet wird, zeigten sehr hohe Rauigkeiten, die sowohl die Entformung des Urmodells als auch die des Grünkörpers aus der Silikonform erschwerten und damit die Abformung sehr feiner, freistehender Strukturen verhinderten.

Am Beispiel eines Rapid ToolMaker™ (RTM) Urmodells (Sanders Design Int.) ist in Abbildung 2 erkennbar, dass die Oberflächenstruktur des Urmodells in die Silikonform übertragen wird und letztlich zu einer hohen Oberflächenrauigkeit und hier zudem zu einer scheinbaren Porosität der



**Abb. 1:** CAD-Modell der Teststruktur zur Untersuchung verschiedener RP Verfahren.

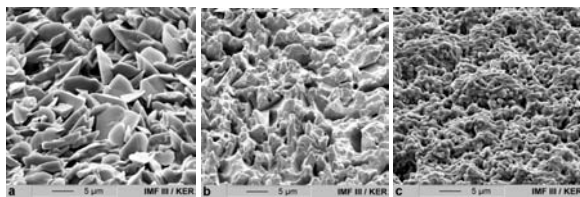


Keramik führt. Es wird aber auch deutlich, dass über den Abformprozess keine Details wiedergegeben werden können, die in der Größenordnung der Korngröße der Keramik liegen.

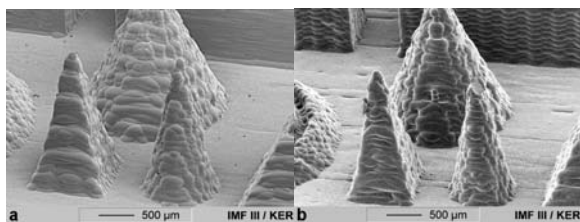
In Abbildung 3 sind ein Urmodell, hergestellt durch Multijet Modelling (MJM) (Thermojet, 3D Systems), und das entsprechende  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Bauteil gegenübergestellt. Man erkennt, dass die Details des Urmodells in Keramik abgeformt werden konnten, die Auflösung jedoch limitiert ist. Die Oberflächenrauigkeit im Keramikbauteil resultiert aus der Oberflächenstruktur des Urmodells, das durch ca. 90  $\mu\text{m}$  große Thermopolymertröpfchen aufgebaut ist. Im Gegensatz zum RTM Modell, ist die Oberfläche dieses Modells gut abformbar, da keine enge Verzahnung von Form und Abformkörper auftritt.

Eine gegenüber Printverfahren höhere Auflösung bieten moderne Stereolithographieverfahren. In der von EnvisionTEC entwickelten Perfactory® Anlage wird ein Monomer schichtweise über ein digitales Maskensystem belichtet. Da dadurch das Urmodell aus diskreten Volumenelementen aufgebaut wird, besitzt die Oberfläche des Urmodells eine charakteristische 'Voxelstruktur', die in das Keramikbauteil übertragen wird. Wie das Urmodell zeigt auch das  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Bauteil in Abbildung 4 an geneigten oder gekrümmten Flächen eine gute Annäherung an das CAD-Modell.

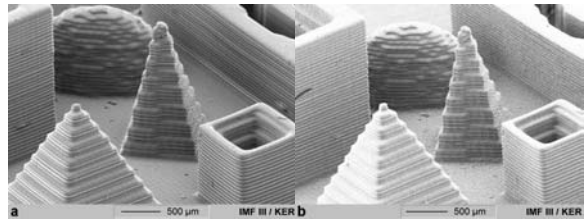
Eine noch bessere Wiedergabe der Details des CAD-Modells wird durch das RMPD® Modell von MicroTEC erreicht, welches mit einer Schichtdicke von nur 10  $\mu\text{m}$  aufgebaut wurde (Abb. 5).



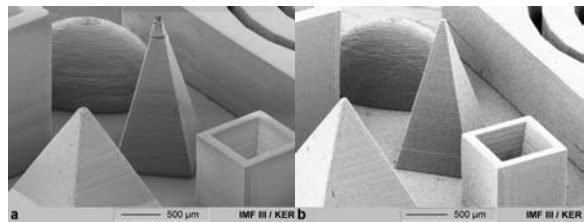
**Abb. 2:** Die raue Oberfläche des RTM Urmodells (a) wird in die Silikonform (b) übertragen und führt zu einer hohen Oberflächenrauigkeit im  $\text{ZrO}_2$ -Bauteil (c).



**Abb. 3:** Details eines MJM Urmodells (a) und eines abgeformten  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Bauteils (b).



**Abb. 4:** Perfactory Urmodell (a) und das abgeformte  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Bauteil (b) demonstrieren eine gute Annäherung geneigter Flächen.



**Abb. 5:** RMPD Urmodell (a) und das abgeformte  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Bauteil (b) zeigen eine sehr hohe Detailtreue und geringe Oberflächenrauigkeiten.

Gekrümmte und geneigte Flächen sind sehr gut angenähert und besitzen eine geringe Rauigkeit. Aus der hohen Auflösung resultiert letztlich auch die hohe Oberflächenqualität im Keramikbauteil.

In den Untersuchungen zeigte sich, dass die Auflösung der RP Methoden nicht nur die Oberflächenqualität der Keramikbauteile und die detailgetreue Wiedergabe des CAD-Modells stark beeinflusst, sondern die mit abnehmender Auflösung steigende Rauigkeit der Urmodelle auch die keramische Abformung erschwert. Während Printverfahren nur zur Abformung von Bauteilen einsetzbar sind, die keine Strukturen unter ca. 250  $\mu\text{m}$  aufweisen, und wenn keine zu hohe Anforderung an die Oberfläche gestellt wird, bieten moderne Stereolithographieverfahren die Möglichkeit, eine Auflösung im Mikrometerbereich und gute Oberflächeneigenschaften im Keramikbauteil zu erreichen.

## Literatur

- [1] Knitter, R.; Bauer, W.; Göhring, D.; Haußelt, J., "Manufacturing of Ceramic Microcomponents by a Rapid Prototyping Process Chain", *Adv. Eng. Mat.* 2001, 3 [1-2] 49-54.
- [2] Bauer, W.; Knitter, R., "Development of a Rapid Prototyping Process Chain for the Production of Ceramic Microcomponents", *J. Mater. Sci.* 2002, 37 [15] 3127-3140.
- [3] Knitter, R.; Bauer, W.; Göhring, D., "Microfabrication of Ceramics by Rapid Prototyping Process Chains", *J. Mech. Eng. Sci.* 2003, 217 [C1] 41-51.

# Modellierung für piezokeramische Werkstoffe in der Mikrosystemtechnik

B. Laskewitz, M. Kamlah, U. Böhle, D. Zhou, Z. Wang

Forschungszentrum Karlsruhe GmbH, Institut für Materialforschung II

## Zusammenfassung

Dieser Beitrag gibt einen Überblick über die Tätigkeiten des Instituts für Materialforschung II auf dem Gebiet der piezokeramischen Werkstoffe. Es wurde ein Versuchsaufbau für einachsige Beanspruchung entwickelt, um das Verhalten von Piezokeramiken unter mechanischem Druck und zyklischem elektrischem Feld zu untersuchen. Des Weiteren wurde ein einfaches konstitutives Modell in ein Finite-Elemente-Programm implementiert. Zur Zeit wird ein mikromechanisch und thermodynamisch motiviertes konstitutives Modell entwickelt.

### 1. Piezoelektrizität

Die Piezoelektrizität beschreibt die Wechselwirkung zwischen elektrischen und mechanischen Zustandsgrößen in Kristallen, deren Einheitszellen polare Achsen aber kein Symmetriezentrum besitzen. In einer Piezokeramik liegt unterhalb der Curietemperatur  $T_C$  eine tetragonale Phase mit spontaner Polarisation und Dehnung vor.

Bei dem in dieser Phase vorhandenen piezoelektrischen Effekt unterscheidet man den *direkten piezoelektrischen Effekt* (vgl. Abb. Nr. 1),

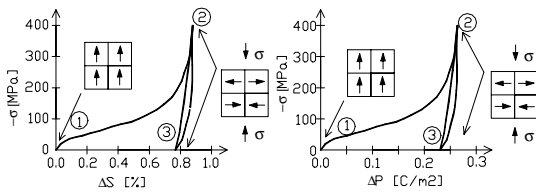


Abb. Nr. 1: Mechanische Depolarisation

bei dem eine mechanische Spannung zu einer ihr proportionalen Änderung der Polarisation führt, sowie den *inversen piezoelektrischen Effekt*, der durch das Auftreten einer Dehnung proportional zu einem angelegten elektrischen Feld charakterisiert ist (vgl. Abb. Nr. 2).

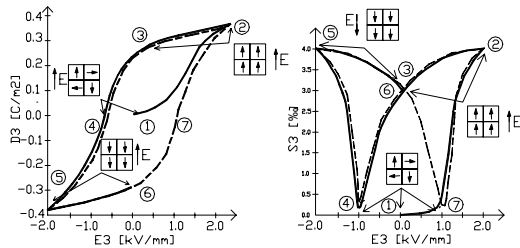


Abb. Nr. 2: Dielektrische Hysterese und Schmetterlingshysterese

Das Auftreten von Domänen als Bereiche mit gleicher spontaner Polarisation und deren Umklappverhalten ist verantwortlich für die in Abb. Nr. 1 und 2 beobachteten Hysterese-Eigenschaften.

### 2. Versuche

Es wurde ein Versuchsaufbau für einachsige elektromechanische Belastungen entwickelt, der in Abb. Nr. 3 dargestellt ist.

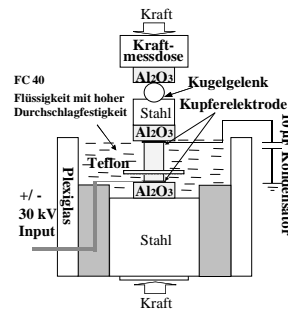


Abb. Nr. 3: Versuchsaufbau

Unter anderem wurde das Verhalten von Piezokeramiken unter einachsiger elektrischer Belastung bei verschiedenen Druckspannungen untersucht. Ergebnisse sind in Abb. Nr. 4 dargestellt.

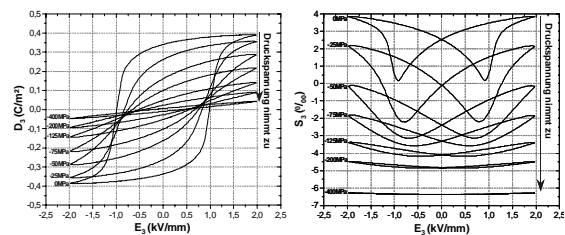


Abb. Nr. 4: Vollständige ferroelektrische Hysteresen bei verschiedenen Druckspannungen

### 3. Konstitutive Modelle

Durch additive Zerlegung der Polarisation  $\vec{P} = \vec{P}^r + \vec{P}^i$  und der Dehnung  $S = S^r + S^i$  in einen reversiblen und einen irreversiblen Anteil kann ein phänomenologisch motiviertes Modell formuliert werden. Das reversible Verhalten von Piezokeramiken wird durch  $\vec{P}^r = dl : T + \kappa \cdot \vec{E}$  und  $S^r = -^1 : T + dl^T \cdot \vec{E}$  beschrieben. Das irreversible Verhalten folgt Evolutionsgleichungen für  $\vec{P}^i$  und  $S^i$ .

Abb. Nr. 5 zeigt die ferroelektrischen Hysteresen des Modells im Vergleich zu Versuchswerten. Zur Zeit wird ein mikromechanisch und thermodynamisch motiviertes Modell auf der gleichen Grundlage der additiven Zerlegung der Polarisation und der Dehnung entwickelt.

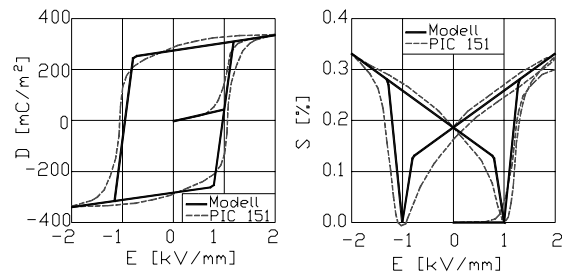


Abb. Nr. 5: Berechnete ferroelektrische Hysteresen im Vergleich zu Versuchen

### 4. Berechnungsbeispiel

Im Folgenden wird die Anwendbarkeit des phänomenologischen Modells anhand einer Finite-Elemente-Berechnung gezeigt. Bei einem Stapelaktuator in Multilayer-Bauweise (vgl. Abb. Nr. 6) wurde der Polungsprozess analysiert.

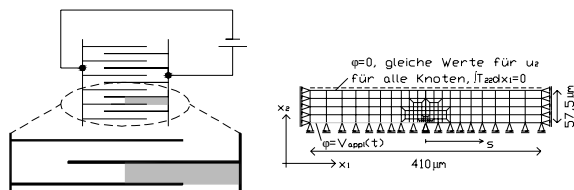


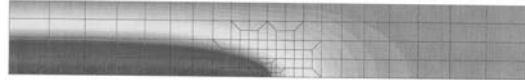
Abb. Nr. 6: Stapelaktuator und Finite-Elemente-Netz

In Abb. Nr. 7 sind die Ergebnisse für das elektrische Potential für eine nichtlineare ferroelektrische Berechnung dargestellt. Das untere Bild zeigt den Zustand nach Polung mit einem Rest des elektrischen Potentials bei nichtlinearer Berechnung.

Aufgrund der irreversiblen Polarisation nach Polung verbleiben Restspannungen an der unteren Kante des Modells. Dieser Einfluss der

Hysterese auf den gepolten Zustand ist in Abb. Nr. 8 dargestellt.

nichtlinear ferroelektrisch, max. elektrische Spannung



nichtlinear ferroelektrisch, nach Polung

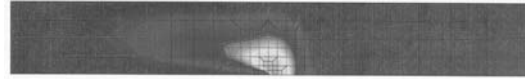


Abb. Nr. 7: Elektrisches Potential

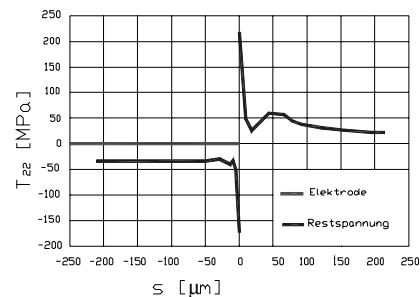


Abb. Nr. 8: Restspannungen an der unteren Kante

Durch die nicht unbeachtlichen Zugspannungen kann es schon bei Polung eines Stapelaktors zu Rissen kommen. Allerdings ist zu berücksichtigen, dass in unmittelbarer Umgebung der Elektroden Spitze durch die dort vorhandene Singularität die Spannungen in ihrer Quantität nicht zu beurteilen sind. Im elektrodenfreien Bereich erreichen die Zugspannungen jedoch Größenordnungen, die bei Überlagerung mit Spannungen aus dem Betrieb bei einer typischen Zyklenzahl zu Ermüdungsrissen führen können.

### Literatur

- [1] Zhou, D.: *Experimental Investigation of Non-linear Constitutive Behaviour of PZT Piezoceramics*, Forschungszentrum Karlsruhe GmbH, FZKA 6869, 2003
- [2] Böhle, U.: *Phänomenologische Modellierung und Finite-Elemente-Simulationen von nichtlinearen elektromechanischen Vorgängen in ferroelektrischen Materialien*, Forschungszentrum Karlsruhe GmbH, FZKA 6347, 1999
- [3] Kamlah, M.: *Zur Modellierung von nichtlinearen elektromechanischen Koppelphänomenen in Piezokeramiken*, Universität Gesamthochschule Kassel, Berichte des Instituts für Mechanik, 2000
- [4] Kamlah, M., Wang, Z.: *A Thermodynamically and Microscopically Motivated Constitutive Model for Piezoceramics*, Forschungszentrum Karlsruhe GmbH, FZKA 6880, 2003

# Materialcharakterisierung an metallischen LIGA-Proben

K. Bade<sup>1)</sup>, A. Janssen<sup>1)</sup>, J. Aktaa<sup>2)</sup>, J.-Th. Reszat<sup>2)</sup>, D. Exner<sup>2)</sup>, C.A. Volkert<sup>2)</sup>

<sup>1)</sup> Institut für Mikrostrukturtechnik

<sup>2)</sup> Institut für Materialforschung II

## Zusammenfassung

Für eine in der Fertigung hohen Präzision im unteren  $\mu\text{m}$ -Bereich, einer hohen Zuverlässigkeit und belastbaren Aussagen zu Materialveränderungen im technischen Einsatz ist eine standardisierte Qualifizierung der Fertigungsprozesse notwendig. Dazu werden über das LIGA-Verfahren Mikroprüfproben mit präzisen Abmessungen unter Verwendung standardisierter Prozessschritte erzeugt. Nach geometrischer Vermessung werden diese Prüfkörper mit Mikrozugprüfung mechanisch getestet und mit Rasterelektronen- und fokussierter Ionenstrahlmikroskopie nach dem Bruch untersucht.

## 1. Motivation

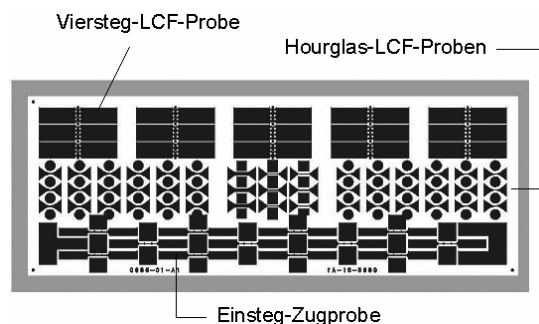
Neben Polymeren und Keramiken werden auch metallische Materialien für Mikrobauerteile und Werkzeuge der Mikrotechnik eingesetzt. Für eine in der Fertigung hohen Präzision im unteren  $\mu\text{m}$ -Bereich, einer hohen Zuverlässigkeit und belastbaren Aussagen zu Materialveränderungen im technischen Einsatz ist eine standardisierte Qualifizierung der Fertigungsprozesse notwendig. Dabei werden für die Werkzeugtechnik genaue Kenntnisse der durch die Herstellungsprozesse beeinflussten Materialeigenschaften zunehmend wichtig. Gleiches gilt auch für die Herstellung von Mikrokomponenten.

Dabei muss sichergestellt werden, dass der Fertigungsprozess präzise und ohne Veränderungen der Materialkennwerte erfolgt. Deshalb sind für die Einstellung von Arbeitsfenstern und für die Qualitätssicherung entsprechend qualifizierte Prüfungen zwingend notwendig. Entscheidend dabei ist, dass die zur Materialprüfung eingesetzten Prüfkörper unter gleichen Prozessbedingungen und Qualitätsstandards hergestellt werden, wie die endgültigen Mikrokomponenten.

Die Analyse an standardisierten Mikroproben erlaubt somit – neben ihrer Verwendung zur Materialforschung – die Aufdeckung von Prozessfehlern durch die Materialanalyse und ist damit äußerst wertvoll bei der Aufstellung von Fehlerketten und deren Vermeidung.

## 2. Herstellung der Mikroprüfproben

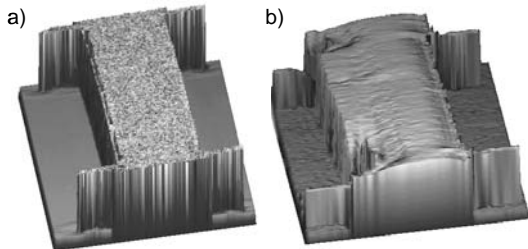
Die Mikroprüfproben werden unter Gewährleistung präziser Abmessungen mit dem LIGA-Verfahren hergestellt, wobei die realen Fertigungsbedingungen durch die Wahl von Standardsubstraten und Standardmikrostrukturierungsschritten umgesetzt werden. Dazu wurde ein optimiertes Layout (Abb. 1) entworfen, das verschiedene Typen von Mikroprüfkörpern für Zug- und Ermüdungsversuche enthält. Dabei wurden Erfahrungswerte aus vorherigen Arbeiten eingebracht [1].



**Abb. 1:** Layout des modifizierten Mikroprüfkörper-Wafers.

### 3. Qualitätssicherung und Maßgenauigkeit

Mit Hilfe von berührungslosen oder abtastenden Messverfahren wird die Geometrie der Mikrozugproben bestimmt. Dabei können äußere Beschädigungen erfasst und 3-dimensional abgebildet werden.



**Abb. 2:** 3-dimensionales Profil einer maßgenauen (a) und einer vorgeschädigten (b) Einsteg-Mikrozugprobe (M. Blumhofer, IMF I).

### 4. Beispiele der Materialprüfung an Mikroproben

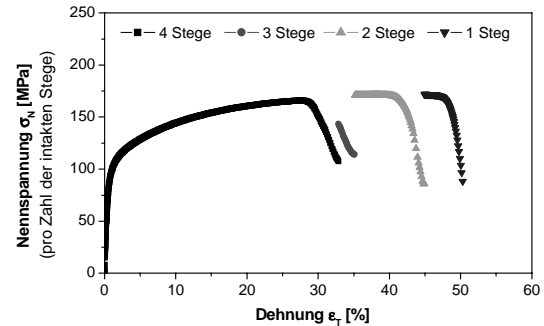
Die Kombination von mechanischer Mikroprüfung mit hochauflösenden Analysetechniken gestattet die gezielte Untersuchung mikroskopischer Abläufe in Korrelation mit den sich daraus ergebenden Werkstoffkennwerten.

#### 4.1 Mikrozugprüfung

Mit der Mikrozugprüfanlage am IMF II können mechanische Kennwerte wie E-Modul, Festigkeit und Bruchdehnung last- und dehnungskontrolliert ermittelt werden [2]. Zusätzlich kann mit einem Videosystem während des Versuchs die Verformung der Mikroprobe zeitgleich aufgenommen werden. Dadurch war es möglich auch komplexe Prüfkörpergeometrien zu studieren, wie z.B. Viersteg-LCF-Mikroproben. Hier konnte mit Hilfe des Videosystems der Bruchzeitpunkt eines jeden Steges exakt zugeordnet werden und so der effektive Spannungs-Dehnungsverlauf rekonstruiert werden (s. Abb. 3).

### Literatur

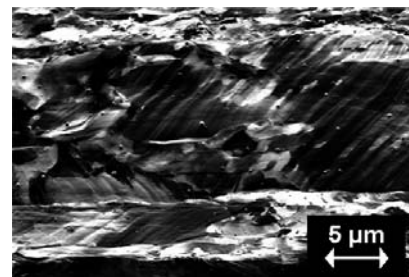
[1] Ilzhöfer, A., „Eine Zugprüfvorrichtung zur Untersuchung mikrostrukturierter Proben“, Dissertation, Universität Karlsruhe, 1998



**Abb. 3:** Spannungs-Dehnungsverlauf einer Gold-Viersteg-Zugprobe.

#### 4.2 FIB Untersuchungen an Bruchflächen - Versagensanalytik

Zur Untersuchung der bruchmechanischen Ursachen und Prozesse, die zum Versagen der Mikrozugproben führen, steht am IMF II ein hochmodernes Dual-Beam-Mikroskop mit REM und FIB (Focussed Ion Beam Microscope) zur Verfügung. Die Kombination dieser beiden Mikroskope in einem Gerät eröffnet zusätzliche Möglichkeiten bei der Analyse von Bruchoberflächen. So erlaubt der Einsatz des FIB nicht nur die Abbildung von Probenoberflächen anhand unterschiedlicher Kontrastmechanismen sondern bietet zusätzlich die Möglichkeit Oberflächen zu bearbeiten, wodurch z.B. oberflächen-nahe Querschnitte für weitere Analyseschritte freigelegt werden können.



**Abb. 4:** FIB-Aufnahme der Oberfläche einer duktil verformten LIGA-Gold-Zugprobe. Die Kombination des Kontrasts zwischen einzelnen Körnern (Channeling) und des Topographiekontrasts der Oberflächen erlaubt die Bestimmung von Bruch- und Verformungsmechanismen.

[2] Schneider, H.; Huber, K.; Aktaa, J., „Investigation of microshaped samples of metallic materials and carbon fibers“, Proc. MicroMat 2000, Berlin/Dresden, 2000, 740

# Ermittlung des viskoplastischen Spannungs-Dehnungsverhaltens metallischer Werkstoffe in Mikrodimension

Eduard Tyulyukovskiy <sup>1)</sup>, Dmitry Shakhvorostov <sup>2)</sup>, Oliver Kraft <sup>1,3)</sup>, Norbert Huber <sup>1)</sup>

<sup>1)</sup> Institut für Materialforschung II / Forschungszentrum Karlsruhe

<sup>2)</sup> IAVF Antriebstechnik AG, Karlsruhe

<sup>3)</sup> Institut für Zuverlässigkeit von Bauteilen und Systemen / Universität Karlsruhe (TH)

## Zusammenfassung

Die Ermittlung des Spannungs-Dehnungsverhaltens von Werkstoffen, die in Mikrodimension hergestellt werden, erfordert aufgrund der kleinen Probenvolumina entsprechend angepasste Mess- und Auswertemethoden. Die Nanoindenter-Methode ermöglicht durch die sehr lokale Deformation die mechanische Prüfung von Strukturen deutlich unterhalb eines Mikrometers. Die Auswertung von gemessenen Kraft-Eindringtiefekurven bezüglich des Spannungs-Dehnungsverhaltens erfolgt mit Hilfe von Finite-Elemente-Simulation und Neuronalen Netzen.

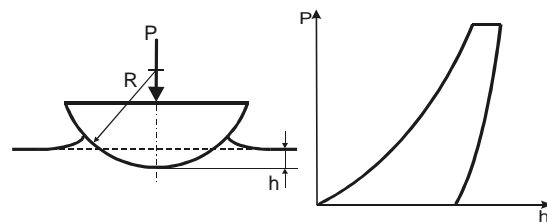
## 1. Einleitung

In der Mikrosystemtechnik werden Metalle, Keramiken und Polymere in vielfältiger Weise eingesetzt. Metalle werden in der Regel als Schichten abgeschieden und dienen z.B. als Haftvermittlerschichten, Leiterbahnen, Heizelemente, Membrane oder LIGA-Formeinsätze. In der Anwendung werden sie dabei häufig thermischen und mechanischen Belastungen unterworfen. Die Dicke solcher Schichten bewegt sich zwischen mehreren 10 nm bis zu einigen hundert  $\mu\text{m}$ . Für die Verbesserung der Stabilität und die Bewertung der Zuverlässigkeit von Mikrosystemen ist es notwendig, die mechanischen Eigenschaften dieser Materialien, die sich von Bulk-Materialien deutlich unterscheiden, in Abhängigkeit vom Herstellungszustand bestimmen zu können.

Aufgrund der sehr lokal eingebrachten Deformation in Verbindung mit der einfachen Probenpräparation ist die Nanoindenter-Methode besonders prädestiniert für die mechanische Prüfung von dünnen Schichten, wobei sich konventionelle Auswertemethoden auf die Bestimmung von E-Modul und Härte beschränken. In den hier beschriebenen Arbeiten wird das Ziel verfolgt, das Messverfahren mit Hilfe innovativer Simulations- und Analysemethoden hinsichtlich der Bestimmung des Spannungs-Dehnungsverhaltens dünner Metallschichten zu erweitern.

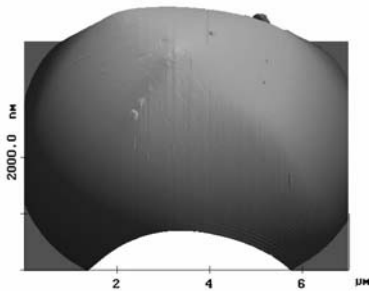
## 2. Nanoindenter-Methode

Das Nanoindenter-Experiment entspricht einer Härtemessung, bei der während Be- und Entlastung Kraft und Eindringtiefe kontinuierlich gemessen werden (s. Abb. 1). Üblicherweise werden pyramidenförmige Prüfkörper verwendet, mit denen im Fall von Bulk-Materialien eine von der Eindringtiefe unabhängige Härte gemessen wird. Kugelförmige Prüfkörper hingegen eignen sich besonders für die Ermittlung des Spannungs-Dehnungsverhaltens, da sie keine geometrisch ähnliche Deformation erzeugen und daraus eine von der Eindringtiefe abhängige Information über das plastische Verformungsverhalten abgeleitet werden kann.



**Abb. Nr. 1:** Skizze der Geometrie und des Last-Eindringtiefeverhaltens eines Kugel-Eindruck-experiments in Metall:  $P$  bezeichnet die Kraft,  $h$  die Eindringtiefe und  $R$  den Kugelradius

Typische Kugelradien für Nanoindenter liegen zwischen  $R=2\mu\text{m}$  bis  $R=20\mu\text{m}$ . Die Prüfkörper werden aus Diamant gefertigt und können in diesen Abmessungen nicht mit genügender Genauigkeit hergestellt werden. Abbildung 2 zeigt dieses am Beispiel der Geometrie eines Prüfkörpers mit  $R=5\mu\text{m}$ . Die Abweichung von der idealen Kugelform muss in der Auswertung berücksichtigt werden, um diesen Fehler nicht in das Spannungs-Dehnungsverhalten abzubilden.



**Abb. Nr. 2:** Prüfkörpergeometrie ( $R=5\mu\text{m}$ ), Messung mit Rasterkraftmikroskopie

### 3. Analysemethode und Ergebnisse

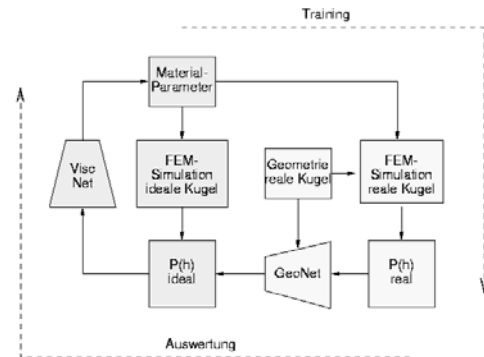
Für die Identifikation des Spannungs-Dehnungsverhaltens aus Last-Eindringtiefekurven werden Neuronale Netze eingesetzt, die mit Hilfe von Beispielen aus Finite-Elemente Simulationen trainiert wurden (siehe hierzu [1-3]). Den Simulationen liegt ein Materialmodell der Viskoplastizität zugrunde, das für große Deformationen formuliert ist (s. [1] und dort zitierte Literatur).

Die Ermittlung des viskoplastischen Materialverhaltens der Schicht wird in zwei Schritten durchgeführt. Für ideale Kugelgeometrie liegen bereits Neuronale Netze vor, die die Materialparameter aus den zugeordneten Last-Eindringtiefekurven ermitteln [4]. Diese sind in Abb. 3 schematisch als *ViscNet* (grün) dargestellt und bestimmen E-Modul, Viskositätsparameter sowie die nichtlineare isotrope Verfestigung.

### Literatur

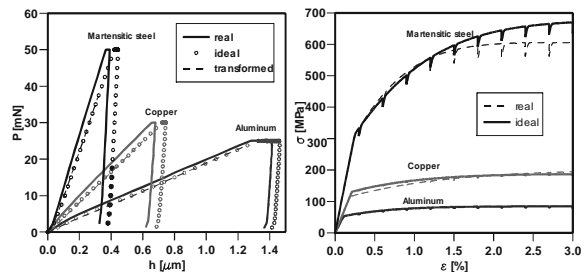
- [1] Huber, Norbert: „Anwendung Neuronaler Netze bei nichtlinearen Problemen der Mechanik“, *Wissenschaftliche Berichte, FZKA-6504 (August 2000)*, Forschungszentrum Karlsruhe, zugleich Habilitationsschrift, Universität Karlsruhe, 2000.
- [2] Huber, Norbert, Nix, William D. und Gao, Huajian: „Identification of elastic-plastic material parameters from pyramidal indentation of thin films“, *Proceedings of the Royal Society London A*, Vol. 458, pp. 1593-1620, 2002.

Für die Berücksichtigung der realen Prüfkörpergeometrie wurde ein weiteres Neuronales Netz *GeoNet* trainiert, wobei für das gleiche Material Simulationen für je einen idealen und eine zufällig gewählten realen Prüfkörper durchgeführt wurden.



**Abb. Nr. 3:** Schema der Identifikation in zwei Schritten für imperfekte Kugelprüfkörper

Erste Auswertungen für einen Prüfkörper guter Qualität mit  $R=10\mu\text{m}$  an Bulk-Materialien sind in Abb. 4 dargestellt. Besonders für harte Materialien und kleinere Eindringtiefen ergeben sich deutliche Unterschiede zwischen idealer und realer Geometrie in dem resultierenden Spannungs-Dehnungsverhalten. Für kleinere Prüfkörperadien sind deutlich größere Unterschiede zu erwarten.



**Abb. Nr. 4:** Last-Eindringtiefekurven und Spannungs-Dehnungskurven ohne und mit Geometriekorrektur

- [3] Huber, Norbert, Tsagrakis, Ioannis und Tsakmakis, Charalampos: „Determination of constitutive properties of thin metallic films on substrates by spherical indentation using neural networks“, *International Journal of Solids and Structures*, Vol. 37; No. 44, pp. 6499-6516, 2000.
- [4] Huber, Norbert und Tyulyukovskiy, Eduard: „Neural networks for the identification of viscoplasticity parameters from nanoindentation experiments“, *Plasticity, Tenth International Symposium, Quebec City*, 7.-11.07.2003.

# Charakterisierung von elektrisch beheizten Mikrowärmeübertragern

Torsten Henning, Jürgen J. Brandner, Klaus Schubert

Institut für Mikroverfahrenstechnik IMVT

## Zusammenfassung

Elektrisch beheizte Mikrowärmeübertrager, deren Kernelemente mikrostrukturierten Metallfolien sind, wurden mit Wasser als Medium hinsichtlich ihres Wirkungsgrades und der Wandtemperaturüberhöhung charakterisiert. Während das Referenzdesign mit mechanisch mikrostrukturierten Folien die niedrigste Wandtemperaturüberhöhung zeigt, erwiesen sich Designvarianten mit verkürzten Kanälen und gewundenen Kanälen als besser bezüglich des Wirkungsgrades für kleinere Durchsätze bzw. ihrer Eignung als Mikroverdampfer.

## 1. Elektrisch beheizte Mikrowärmeübertrager und -verdampfer

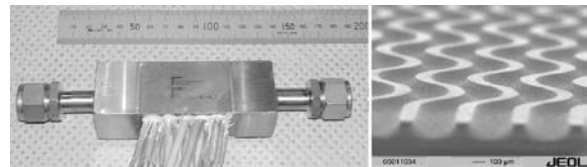
Elektrisch beheizte Mikrowärmeübertrager (MWÜ, [1]) bestehen aus metallischen Folien, die eine Vielzahl paralleler Mikrokanäle (typische Querschnitte:  $100 \times 200 \mu\text{m}^2$ ) enthalten, und aus Metallblöcken, in die elektrische Heizpatronen eingesetzt werden. Die Blöcke und Folien werden alternierend gestapelt, verschweißt (an den Kanten oder als Ganzes per Diffusionsschweißen) und mit fluidischen Adaptern versehen. Das große Oberflächen-zu-Volumen-Verhältnis und die räumliche Nähe zwischen den Heizpatronen und dem in den Kanälen strömenden Fluid erlauben eine besonders schnelle und kontrollierte Aufheizung des Fluids.

Diese Mikrostrukturapparate lassen sich auch als Mikroverdampfer verwenden. Allerdings sind das Siedeverhalten von Wasser und das Strömungsverhalten von Wasser-Dampf-Gemischen in Mikrokanälen noch nicht hinreichend bekannt, um die Mikrokanäle hierfür optimal auszulegen. Deshalb ist neben Grundlagenuntersuchungen zur Verdampfung in Mikrokanälen eine empirische Validierung und Optimierung verschiedener Apparate-Designs erforderlich, wie sie im folgenden und in [2] gezeigt wird. Gleichzeitig liefern die hier gezeigten Untersuchungen Datenmaterial für die Weiterentwicklung von Simulationswerkzeugen [3].

## 2. Erwärmung von Wasser

Die Ergebnisse von drei Mikrostrukturapparaten werden hier exemplarisch vorgestellt. Dabei handelt es sich zum einen um das Referenzdesign mit 54 mm langen mechanisch mikrostrukturierten (geraden) Kanälen (Abb. 1), zum anderen um eine Variante mit kürzeren Kanälen (26 mm) und zum dritten um eine Variante mit

geätzten Kanälen mit sinusartigem Verlauf (Abb. 1).



**Abb. 1:** Elektrische Mikrowärmeübertrager: Außenansicht des Referenzdesigns, REM-Aufnahme der sinusoidalen Kanäle.

Die Apparate wurden bei konstanter elektrischer Leistung und konstantem Wasserdurchsatz betrieben. Nach einer Variation dieser Parameter wurde gewartet, bis sich die Temperaturen auf einen gleichbleibenden Wert eingestellt hatten. Der Wirkungsgrad wurde anhand der Meßwerte in diesem „steady state“ berechnet, als Quotient aus der zum Erwärmen des Wassers benötigten Leistung und der tatsächlich aufgewendeten elektrischen Leistung. Im Optimum liegt der Wirkungsgrad deutlich über 0.9. Die Version mit verkürzten Kanälen erreicht dieses Optimum bei kleineren Durchsätzen als das Referenzdesign, während zwischen geraden und sinusförmigen Kanälen kein signifikanter Unterschied festzustellen ist.

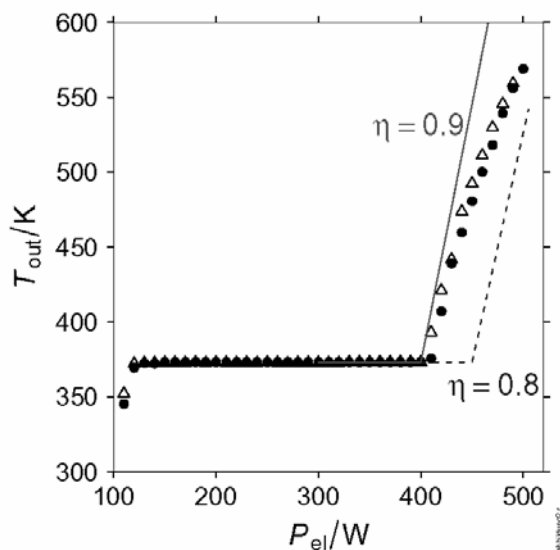
Für potentielle Anwendungen dieser Apparate, bei denen es darauf ankommt, lokale Überhitzungen zu vermeiden, ist die Frage nach der maximalen Wandtemperaturüberhöhung wichtig. Bei kleinen Durchsätzen ist die Austrittstemperatur des Wassers immer bestimmt durch die Temperatur der heißesten Wandstelle (statt der exakten Wandtemperatur werden hier die Temperaturen aller Heizpatronen gemessen). Während dieser Bereich beim Referenzdesign bis mindestens 16 kg/h reicht, zeigen sowohl das verkürzte als auch das sinusoidale Design schon bei weniger als der Hälfte dieses Durchsatzes



eine deutlich höhere Temperatur der heißesten Patrone, die bis zu 20 K über der Austrittstemperatur liegen kann.

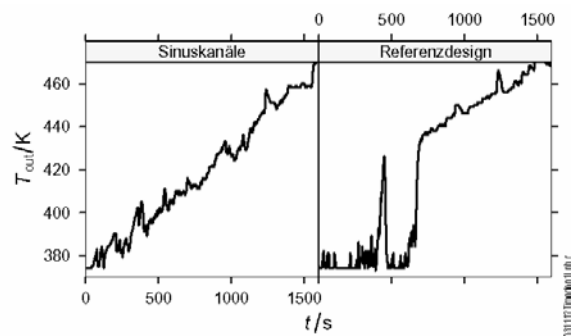
### 3. Verdampfung von Wasser

Sowohl das Referenzdesign als auch der Apparat mit den sinusoidalen Kanälen können als Durchlaufverdampfer betrieben werden, wenn der Durchsatz hinreichend klein ist. Für 0.5 kg/h Durchsatz wird dabei ein totaler Wirkungsgrad (Erwärmung, Verdampfung und Dampfüberhitzung) von 0.8 bis 0.9 erreicht (Abb. 2).



**Abb. 2:** Verdampfung und Dampfüberhitzung von Wasser, 0.5 kg/h. Referenzdesign (offene Dreiecke) und Sinuskanaldesign (gefüllte Kreise) unterscheiden sich nicht signifikant.

Bei höherem Durchsatz von 1 kg/h hingegen zeigt sich, daß mit den sinusoidalen Kanälen Wasser sehr viel besser verdampft werden kann als mit geraden Kanälen. Während bei letzterem abwechselnde Pulse von heißem Dampf und Wasser bei Siedetemperatur auftreten, weist der Apparat mit Sinuskanälen einen sehr viel sanfteren Übergang vom Sättigungs- zum Überhitzungsbereich auf (Abb. 3). Nur für Überhitzungen oberhalb von 440 K ist das Referenzdesign wieder gleichwertig mit der Sinusvariante.



**Abb. 3:** Übergang vom Sättigungs- zum Überhitzungsbereich für das Referenzdesign und den Apparat mit Sinuskanälen. Durchsatz 1 kg/h Wasser. Die elektrische Leistung wurde alle 240 s um 10 W erhöht.

Da die beobachtete Instabilität des Apparats mit geraden Kanälen auch von der Rate abhängt, mit der die elektrische Leistung variiert wird, sind hier noch Messungen erforderlich, bevor weitergehende Aussagen getroffen werden können. Komplementiert werden können diese dann durch Untersuchungen an einem speziellen Mikrostrukturapparat mit einer einzelnen Folie und einem gläsernen Deckel, der eine direkte Beobachtung der Vorgänge im Mikrokanal erlaubt.

Erste Ansätze zur Simulation des Verhaltens im Verdampfungsbereich mit einem Integralcode (Entwicklung des IRS) zeigen bereits eine gute Übereinstimmung mit dem Experiment [3].

### Literatur

- [1] Schubert, K.; Brandner, J.; Fichtner, M.; Linder, G.; Schygulla, U.; Wenka, A.: „Microstructure Devices for Applications in Thermal and Chemical Process Engineering“, *Micro-scale Thermophysical Engineering* 5:17-39, 2001.
- [2] Henning, T.; Brandner, J. J.; Schubert, K.: „Characterisation of electrically powered micro heat exchangers“ (Arbeitstitel), eingereicht bei *Chemical Engineering Journal*
- [3] Wörner, M.; Wenka, A.; Halbritter, A.; Imke, U.; Ghidersa, B.: „Simulation der Wärmeübertragung und Zweiphasenströmung in Apparaten der Mikroverfahrenstechnik“, *dieses Kolloquium*.

# Wasserstoffherzeugung aus Kohlenwasserstoffen mit Mikrostrukturkomponenten

Peter Pfeifer, Lothar Bohn, Oliver Görke, Katja Haas-Santo

Institut für Mikroverfahrenstechnik

## Zusammenfassung

Brennstoffzellen sind für mobile und dezentrale Stromerzeugung aufgrund der Einhaltung von gesetzlichen Vorschriften zur Abgaskontrolle bzw. zur zukünftigen Schonung von Ressourcen von enormem Interesse. Höhere Wirkungsgrade, geringere Geräuschemission und die Vermeidung umweltrelevanter Schadstoffemissionen können erreicht werden. Problematisch ist die H<sub>2</sub>-Bereitstellung und -Lagerung aufgrund der geringen Energiedichten bzw. schweren Lagersysteme für H<sub>2</sub>. Eine Alternative ist die Herstellung des Wasserstoffes vor Ort. Dabei ist für die Systemkomponenten wie den chemischen Reaktor/Reformer und die Wärmetauscher eine sehr gute Dynamik und Effizienz gefordert. Die Mikrostrukturtechnik kann hier ein Lösungsweg sein, da extrem hohe Wärme- und Stoffübertragungskoeffizienten die Apparategrößen, -gewicht und Energieverluste minimieren können. Im vorliegenden Beitrag wird ein Überblick über die Entwicklungen im Institut für Mikrostrukturtechnik im Bereich der Wasserstoffherzeugung aus den Rohstoffen Methan, Methanol, Propan sowie Benzin gegeben.

## 1. Einleitung

Die Generierung von H<sub>2</sub> für Brennstoffzellen (BZ) kann aus Kohlenwasserstoffen bzw. -gemischen erfolgen. Ein wichtiger Faktor ist die H<sub>2</sub>-Ausbeute bezogen auf die Anzahl der Kohlenstoffatome im Molekül. Je gesättigter, je kurzketziger bzw. weniger verzweigt die Verbindung ist, desto höher ist die Wasserstoffausbeute. Die Wahl der Verbindung hängt jedoch stärker von der Verfügbarkeit und der Transportabilität ab.

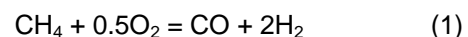
Die H<sub>2</sub>-Ausbeute ist außerdem vom Prozeß abhängig. Wird der Kohlenwasserstoff partiell oxidiert, so ist der Prozeß exotherm (es wird keine Zusatzenergie für den Prozeß benötigt) und die Wasserstoffausbeute gering. Wird eine Reformierung durchgeführt, d.h. Wasserdampf zur Erhöhung der H<sub>2</sub>-Ausbeute zugegeben so ist der Prozeß endotherm (Wärmezufuhr zur Reaktion). Eine Zwischenlösung ist die Autotherme Reformierung, die unter Berücksichtigung der Wärmeverluste an die Umgebung energieneutral abläuft (Partielle Oxidation + Reformierung).

Ein wichtiger Aspekt neben der benötigten hohen Dynamik ist außerdem das Temperaturniveau des Prozesses, welcher von der Prozeßführung und dem gewählten Kohlenwasserstoff abhängt. Dieses kann zwischen 300 und 800°C variieren.

Insgesamt wird jedoch prozeß- und temperaturunabhängig eine gute Wärmerückkopplung und Wärmemanagement gefordert, was den Einsatz von Mikrostrukturbauteilen lohnenswert macht.

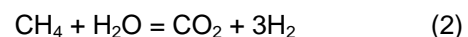
## 2. Wasserstoff aus Methan

Methan kommt als Rohstoff sowohl für die dezentrale Energieversorgung (z.B. Haustechnik), die klein- bis mittelgroßen Blockheizkraftwerke sowie für Bus-Systeme in Betracht. In größeren Anlagen kommen Solid Oxide oder Molten Carbonate Brennstoffzellen zum Einsatz, bei denen die H<sub>2</sub>-Reinheit niedriger sein darf. In Verbindung mit Polymer Elektrolyt Membran (PEM) BZ ist die Minimierung des Brennstoffzellengiftes CO zu berücksichtigen. Für ersteren Fall wurden Versuche zur partiellen Methanoxidation



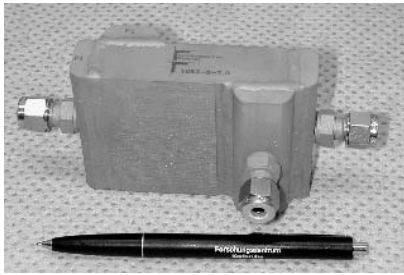
an strukturierten Rhodium-Wabenkörpern (BMBF-Projekt „Mikreak“) bei 1000-1400°C durchgeführt. Dabei konnte eine Erhöhung der Selektivität der partiellen Oxidation gegenüber der Totaloxidation zu CO<sub>2</sub> und H<sub>2</sub>O durch den Einsatz der Mikrostruktur gezeigt werden. Dies ließ sich auf die erhöhte axiale Wärmeleitfähigkeit entlang der Reaktionsachse zurückführen.

Darüber hinaus wurden im Rahmen des BMBF-Projektes „H<sub>2</sub>-Erzeugung in Mikrosystemen“ Versuche zur Dampfreformierung



bei ca. 800°C durchgeführt um den Anteil an CO für den PEM-Einsatz zu reduzieren. Der mit Katalysator beschichtete Reformer konnte ausgehend von ersten Demonstratoren mit kleinem Methandurchsatz bereits bis auf eine Leistung des BZ-Systems von 500 W<sub>el</sub> skaliert werden (Bild 1). Die Beheizung erfolgte simultan durch

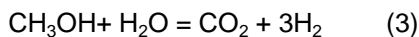
Verbrennung von Methan auf der zweiten Fluid-Passage des Mikrostrukturreaktors.



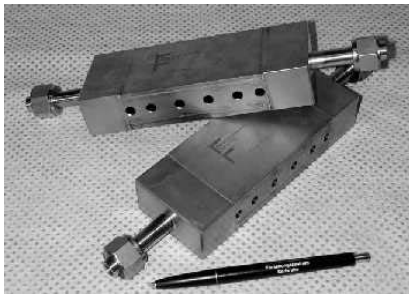
**Abb. Nr. 1:** Methanreformer für 500 W<sub>el</sub>

### 3. Wasserstoff aus Methanol

Der Rohstoff Methanol eignet sich besonders für mobile Anwendungen bzw. Kleinanwendungen, da er eine hohe Energiespeicherdichte in flüssiger Form besitzt. Es wurden Demonstratoren mit Katalysatorbeschichtung und elektrischer Heizung für die Reformierung von Methanol



und einer BZ-Systemleistung von 200 W<sub>el</sub> (bei 280°C Reaktortemperatur) gebaut (Bild 2).



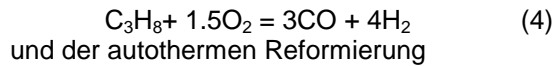
**Abb. Nr. 2:** Methanolreformer für 200 W<sub>el</sub>

An diesen wurden die Vorteile der präzisen Einstellbarkeit der Reaktionstemperatur, der reduzierten CO-Bildung und der erhöhten H<sub>2</sub>-Leistung durch Einsatz der Mikrotechnik demonstriert. Die mit den Demonstratoren erreichten Anspringzeiten (Kaltstart) lagen bereits in der Region optimierter konventioneller Systeme.

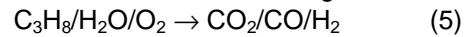
Darüber hinaus wurde im Rahmen des BMBF-Projektes „H<sub>2</sub>-Erzeugung in Mikrosystemen“ die Machbarkeit einer durch Wärmetausch mit Öl (wiederum durch katalytische Verbrennung von Methanol beheizt) betriebenen Variante eines Mikroreaktors gezeigt.

### 4. Wasserstoff aus Propan

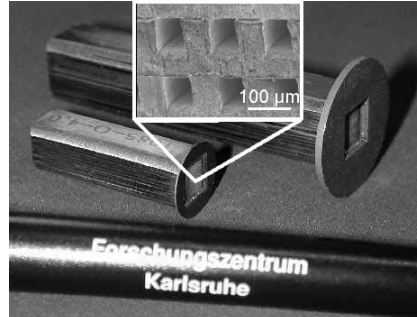
Wegen der vielseitigen Einsatzmöglichkeit von Propan, dezentral als auch mobil, wurden zusammen mit dem norwegischen Partner SINTEF die Möglichkeiten der partiellen Oxidation



und der autothermen Reformierung



an mikrostrukturierten und mit Katalysator beschichteten Wabenkörpern bei 700 – 1000°C untersucht (Bild 3).



**Abb. Nr. 3:** Mikrostrukturkörper für die H<sub>2</sub>-Erzeugung aus Propan

Dabei konnten bisher gute Erfolge im laufenden Projekt hinsichtlich der Wasserstoffausbeute und der Selektivität zur Reformierung bei autothermen Betrieb (Gleichung 5) erzielt werden.

### 5. Wasserstoff aus Benzin

H<sub>2</sub> aus Benzin wird derzeit vor allem seitens der Automobilindustrie forciert. Die Reformierung von Benzin soll ohne Umstieg auf Zusatztreibstoffe zunächst den Strom für Bordaggregate liefern. Dieser wird konventionell (Lichtmaschine) sehr ineffizient erzeugt (besonders bei Motor-Leerlauf). Ziel im BMBF-Projekt „Micromotive“ ist es, mit Hilfe der Mikrotechnik die Edukte Wasser und Benzin auf Reaktionstemperatur (ca. 700°C) zu bringen. Auch der Reformer soll aus Effizienzgründen „Mikro“ sein. Nach Reaktion soll möglichst viel Wärme auf dem Weg zum BZ-Niveau (80°C) zurückgewonnen werden.

Ein Projektziel ist auch die kostengünstige Herstellung der Mikrokomponenten durch Evaluierung der Fabrikationsmöglichkeiten.

Erste Ergebnisse in Form von speziellen Wärmetauschern für das System liegen vor (Bild 4).



**Abb. Nr. 4:** Mikrostruktur-Wärmetauscher für das Brennstoffzellensystem mit Benzin

# Einsatz eines elektrisch heizbaren Mikrowärmeübertragers an einer Biodieselproduktionsanlage

Günter Rinke<sup>1)</sup>, Herbert Holpe<sup>2)</sup>, Achim Wenka<sup>1)</sup>,

<sup>1)</sup> Institut für Mikroverfahrenstechnik

<sup>2)</sup> Biowerk Sohland GmbH (Sachsen)

## Zusammenfassung

Ein elektrisch heizbarer Mikrowärmeübertrager für 20 kW wurde an einer Biodieselproduktionsanlage im laufenden Betrieb bei Durchflüssen bis 1000 kg/h erfolgreich untersucht.

## 1. Einleitung

Mikrostrukturapparate wie Mikrowärmeübertrager zeigen aufgrund des großen Verhältnisses von Oberfläche zu Volumen ausgezeichnete Wärmeübertragungseigenschaften [1,2]. Diese können auch vorteilhaft bei elektrisch beheizten Mikrowärmeübertragern ausgenutzt werden [3]. Ziel dieser Entwicklung war der Einsatz eines solchen Bauteils zur Aufheizung von Biodiesel in Biodieselproduktionsanlagen. Damit sollen die großen konventionellen Erhitzer ersetzt werden, was für die Unterbringung in Containern von Bedeutung ist.

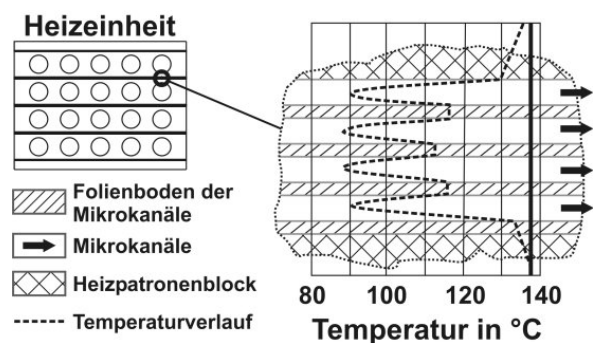
## 2. Mikrowärmeübertrager

Der elektrisch beheizte Mikrowärmeübertrager (Abb. 1) wurde für einen Durchfluss von 1000 kg/h und eine Aufheizung um 25 °C ausgelegt. Er ist komplett aus Edelstahl (1.4301) gefertigt und besteht aus 4 Platten mit Bohrungen für je 5 Heizpatronen mit 1 kW, jeweils 10 cm lang und 10 mm dick. Dazwischen sind jeweils 4 mikrostrukturierte Edelstahlfolien von 95 mm Länge, 100 mm Breite und 0,3 mm Dicke angeordnet. Jede Folie weist 226 rechteckige Kanäle mit 0,3 mm Breite und 0,2 mm Tiefe auf, die mikromechanisch hergestellt wurden. Die Verbindung aller Einzelteile erfolgte in diesem Fall mittels WIG-Schweißen. Die Wärmeübertragungsfläche beträgt 0,34 m<sup>2</sup>.

Das thermische Verhalten des Mikrowärmeübertragers für einen Biodieseldurchsatz von 1000 kg/h wurde mittels numerischer Simulation untersucht. Besonderes Interesse galt der Wandtemperatur in den Mikrokanälen. Abb. 2 zeigt eine Schnittzeichnung der Heizeinheit und in einem vergrößerten Ausschnitt den Temperaturverlauf innerhalb von vier Mikrokanälen zwischen zwei Heizpatronen auf der Ausflusseite.



**Abb. Nr. 1:** Elektrisch beheizter (20 kW) Mikrowärmeübertrager für einen Durchsatz von 1000 kg/h Biodiesel. Die Bohrungen dienen der Aufnahme von Heizpatronen.



**Abb. Nr. 2:** Berechnetes Temperaturprofil innerhalb des Mikrowärmeübertragers quer zur Strömungsrichtung bei Schnitt durch die letzten Heizpatronen.

Die gestrichelte Kurve mit den vier parabelförmigen Abschnitten zeigt insbesondere den simulierten Temperaturverlauf innerhalb der Mikrokanäle sowie die Temperaturen in den Böden und

an den Wänden. Sie variiert von 90°C in der Kanalmitte bis zu 130°C an der Kanalwand.

Durch diese Simulation konnte gezeigt werden, dass die Temperaturen im Bauteil in einem Bereich liegen, der für die Biodieselerhitzung sinnvoll ist.

### 3. Biodieselerzeugungsanlage

Der elektrisch beheizte Mikrowärmeübertrager wurde im Biowerk Sohland GmbH (Sachsen) getestet. Diese Biodieselanlage hat eine Produktionskapazität von 5.000 Tonnen Biodiesel pro Jahr. Die Umesterung des Rohöls wird unter alkalischen Bedingungen mit KOH und Methanol durchgeführt, wobei zwei getrennte Phasen, Fettsäuremethylester (Rohbiodiesel) und Glycerin, entstehen. Das als Nebenprodukt anfallende Glycerin wird in Biogasanlagen verwendet oder zu technischem Glycerin aufbereitet. Zur Entfernung des restlichen Methanols wird der Rohbiodiesel mit einem konventionellen elektrischen Erhitzer von 100 °C auf 125 °C erhitzt und das Methanol in einer Abdampfstufe entfernt und dem Prozess wieder zugeführt.

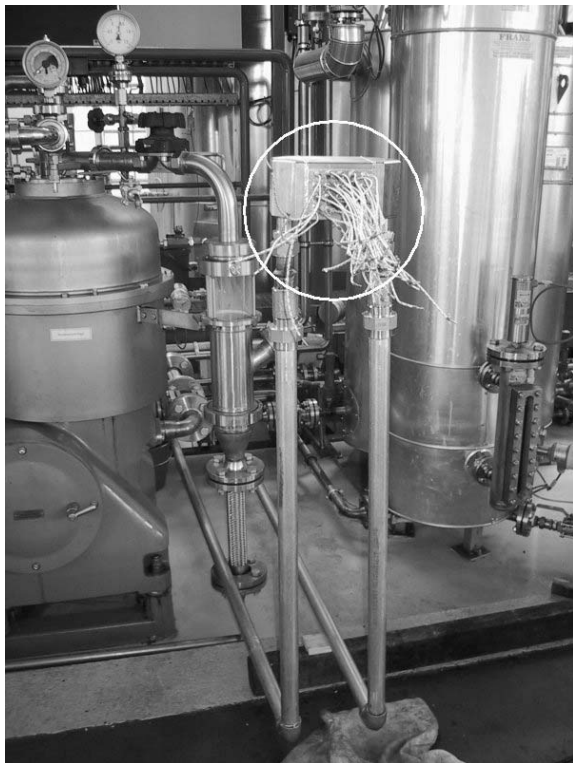
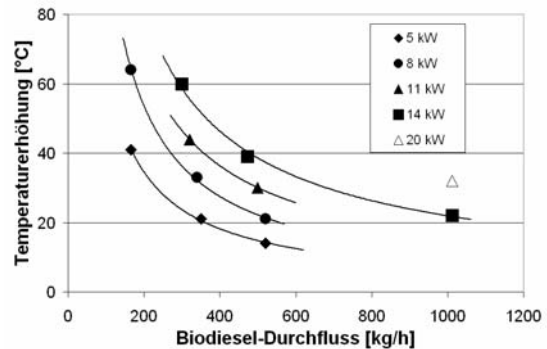


Abb. Nr. 3: Versuchsaufbau im Biowerk

Abb. 3 zeigt den elektrisch heizbaren Mikrowärmeübertrager (im Kreis, noch nicht verkabelt) innerhalb der Biodieselanlage. Rechts sind zwei ca. 3 m hohe Apparate ähnlicher Bauform angeordnet, vorne der Verdampfer und dahinter z. T. verdeckt der konventionelle Erhitzer. Der Mikrowärmeübertrager wurde über 2 Stahlrohre und 3

Ventile angeschlossen, so dass er im by-pass oder direkt in der Produktionslinie betrieben werden konnte. Der Durchfluss wurde nur über die Stellung der Ventile geregelt, da der laufende Produktionsbetrieb nicht gestört werden sollte.

Abb. Nr. 4: Aufheizung von Biodiesel



(Eingangstemperatur 100 °C)

### 4. Ergebnisse

Abb. 4 zeigt die Temperaturerhöhung des mit 100 °C eintretenden Rohbiodiesels bei Durchflüssen bis 1000 kg/h und elektrischen Leistungen bis 20 kW. Es wurden Temperaturen bis 165 °C erreicht. Bei einem Durchfluss von 1000 kg/h und 20 kW erzeugte der elektrisch heizbare Mikrowärmeübertrager die erforderliche Erwärmung von über 25 °C und arbeitete ohne by-pass direkt in der Produktionslinie. Der sehr große, konventionellen Erhitzer kann daher durch solch einen Mikroapparat prinzipiell ersetzt werden. Damit lassen sich Biodieselanlagen noch kompakter realisieren, was für die Installation in Containern wichtig ist.

### Literatur

- [1] Schubert, K., „Metallische Mikrostrukturapparate - neue Wege in der Verfahrenstechnik“, *Nachrichten* 34(2-3), Forschungszentrum Karlsruhe, 2002, S. 119 – 128
- [2] Kautt, M., Holpe, H., Rinke, G., Schubert, K., „Kleine Details mit großer Wirkung – Mikrotechnische Apparate als Alternative in der industriellen Produktion“, *Verfahrenstechnik* 7-8/2001
- [3] Brandner, J., Fichtner, M., Schubert, K., „Elektrisch beheizte Wärmeübertrager und Verdampfer mit Mikrokanalstrukturen“, 4. Statuskolloquium Mikrosystemtechnik, 30.-31. März 2000, S. 237-238

# Herstellung von polymeren Wellenleitern – dotierte Polymere mit modifizierten optischen Eigenschaften

J. Böhm<sup>3)</sup>, K. Litfin<sup>1)</sup>, S. Finke<sup>1)</sup>, P. Henzi<sup>2)</sup>, W. Pfleging<sup>1)</sup>, L. Steinbock<sup>1)</sup>, Th. Hanemann<sup>3)</sup>

<sup>1)</sup> Institut für Materialforschung I, <sup>2)</sup> Institut für Mikrostrukturtechnik,

<sup>3)</sup> Institut für Materialforschung III

## Zusammenfassung

Polymeren Optischen Wellenleitern (POFs) wird eine große Zukunft bescheinigt. Dies liegt zum einen an ihrer hohen Flexibilität, zum anderen sind sie im Vergleich zu den vorhandenen Glasfaserkabeln wesentlich billiger herzustellen. Die große Nachfrage nach POFs bei industriellen Anwendungen im Automobilsektor, in der Telekommunikation und in an deren Bereichen führen daher zu einer konzentrierten Suche nach geeigneten Polymeren mit modifizierten optischen Eigenschaften.

Der Brechungsindex von Polymeren kann durch Hinzugabe nanoskaliger keramischer Füllstoffe oder geeigneten Organischen Verbindungen so verändert werden, dass die gewünschte Totalreflexion an der Grenzfläche von Kern und Mantel möglich ist. Dazu werden die Füllstoffe oder die organischen Substanzen mittels geeigneter Einrührverfahren in die Polymermatrix dispergiert oder gelöst, und anschließend Probekörper mittels lichtinduziertem Reaktionsgießen abgeformt. Die Probekörper sind dann auf ihre optischen Eigenschaften hin zu analysieren und hinsichtlich Transmissionsfähigkeit zu optimieren.

## 1. Materialien und Probekörperherstellung

### 1.1 Anorganische Füllstoffe

Verschiedene nanoskalige keramische Füllstoffe wie z.B.  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{SiO}_2$  oder  $\text{TiO}_2$  werden mittels geeigneter Dispergierverfahren in verdünntem Polymethylmethacrylat (PMMA) eingebracht. Die beim Einrühren auftretenden Scherkräfte sind dabei maßgeblich für die Dispersion der Nanoteilchen im niedrig viskosen Reaktionsharz. Als geeignet erweisen sich dabei sog. Dissolver-Rührer, Hochgeschwindigkeits-Rührer wie der Ultra-Turrax oder der High Pressure Homogenizer Emulsi-Flex, der die Suspension mit hohem Druck durch eine dünne Düse presst.

### 1.2 Organische Verbindungen

Organische Verbindungen lassen sich ebenfalls in Reaktionsharzen lösen. Hierbei zeigt sich, dass vor allem aromatische Verbindungen mit zwei oder drei Benzolringen, die nicht linear angeordnet sind, gut lösbar sind und dabei kaum die optische Transparenz beeinträchtigen.

### 1.3 Herstellung von Probekörpern

Nach einer optionalen Untersuchung der Viskosität der Suspensionen erfolgt eine Herstellung von ca. 1mm dünnen Probepfättchen mittels lichtinduziertem Reaktionsgießen. Anschließend werden optische Eigenschaften wie Transmission, Dämpfung, Verlust und Brechungsindex bestimmt.

## 2. Messtechnik und Ergebnisse

### 2.1 Transmission und Optischer Verlust

PMMA hat hervorragende Transmissionseigenschaften im Wellenlängenbereich bis ca. 1100 nm und zwei weitere Fenster niedriger Absorption bei 1250 nm und 1530 nm, die es als Wellenleitermaterial für Übertragungen bei 650 nm, 850 nm, 1310 nm und 1550 nm attraktiv machen. Für die Charakterisierung von PMMA-Bulkmaterial steht ein Transmissionsmessstand zur Verfügung, der mit Hilfe von drei faseroptischen Spektrometern einen Wellenlängenbereich von 200nm bis 1750nm abdeckt. Verschiedene geometrische Anordnungen erlauben es dabei, die Verluste im Bulkmaterial nach Absorption und Streuung zu unterscheiden. Weiterhin kann mit Hilfe eines Photonics All Parameter Analyser durch Laufzeitmessung des Lichtstrahls im modifizierten Bulkmaterial der Brechungsindex bei 1520 nm bis 1550 nm hochpräzise bestimmt werden. Messungen an mit Phenanthren angereichertem Polystyrol zeigen eine starke Brechzahlhöhung, die in erster Näherung linear mit der Phenanthrenkonzentration einhergeht. Dabei bleiben die Transmissionseigenschaften des reinen Polystyrol fast unbeeinträchtigt. Im PMMA zeigt Phenanthren ähnlich gute Eigenschaften bezüglich der Absorption und des Brechungsindexes.

Von den keramischen Füllstoffen weisen die Pfättchen mit Kieselsäure die besten Transmissionswerte bei den Telekommunikationswellenlängen 1310 nm und 1550 nm auf. Alle anderen

anorganischen Füller zeigen mit zunehmendem Füllgrad eine Abnahme des Transmissionsvermögens und damit eine entsprechende Zunahme des optischen Verlusts.

Die Organika sind, unabhängig von der Einwaage, im gesamten Wellenlängenbereich vergleichsweise sehr gut transparent.

## 2.2 Brechungsindexbestimmung

Die Brechungsindexbestimmung wurde mittels eines kommerziellen Abbé-Refraktometers (Zeiss Modell A) durchgeführt. Das Messprinzip beruht auf einer Winkelmessung, bei der der Grenzwinkel der Totalreflexion ermittelt wird. Die Messung erfolgt bei 633 nm mittels eines HeNe-Lasers bei 20°C. Die Eichung wurde mit optischen Gläsern bekannter Brechzahl (BK 7, FK 5, K 10) durchgeführt. Die Genauigkeit der Brechzahlbestimmung ist abhängig von Oberflächengüte und Transparenz des Materials und liegt bei den verwendeten Proben bei ca.  $\pm 0.001$ .

Mit Hilfe von den anorganischen Füllstoffen kann der Brechungsindex etwa um  $\pm 0.002$  variiert (Abbildung 1), mit den Organika um maximal 0.05 angehoben werden (Abbildung 2).

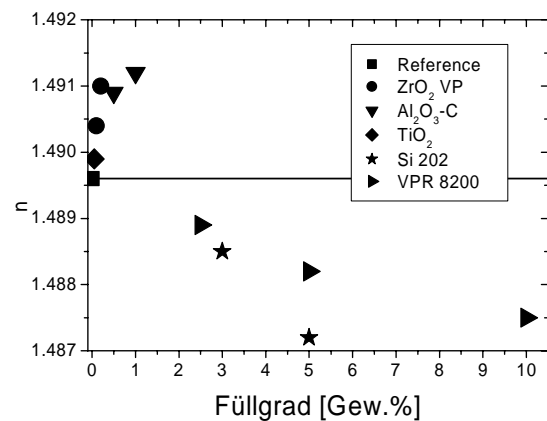


Abbildung 1: Brechungsindex nanoskaliger Keramikpulver in PMMA in Abhängigkeit vom Füllgrad

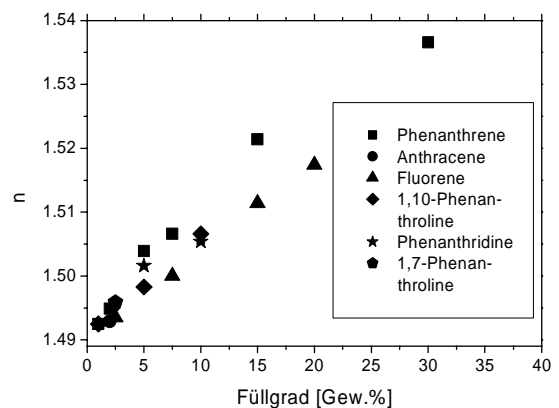


Abbildung 2: Brechungsindizes diverser Organika in PMMA in Abhängigkeit vom Füllgrad

## Literatur

[1] Hanemann, T., Ulrich, H., Ruprecht, R., Haußelt, J. H., "Micromolding of Polymer Waveguides", Proc. SPIE, 3799, pp225, 1999.

[2] Pfleging, W., Böhm, J., Finke, S., Gaganidze, E., Hanemann, T., Heidinger, R., und Litfin, K., "Direct laser-assisted processing of polymers for micro-fluidic and microoptical applications", Laser Applications in Microelectronic and Optoelectronic Manufacturing VIII, 27-29 January 2003, San Jose, USA. Proceedings of SPIE Vol. 4977 (2003), pp346.

# Herstellung von polymeren Wellenleitern- UV-induzierte Brechzahlmodifikation

P. Henzi<sup>1)</sup>, S. Finke<sup>2)</sup>, E. Gaganidze<sup>2)</sup>, K. Litfin<sup>2)</sup>, U. Wallrabe<sup>1)3)</sup>, J. Mohr<sup>1)</sup>, R. Heidinger<sup>2)</sup>, W. Pflöging<sup>2)</sup>

<sup>1)</sup> Institut für Mikrostrukturtechnik, <sup>2)</sup> Institut für Materialforschung I

<sup>3)</sup> seit 1. 10. 03 IMTEK/ Universität Freiburg

## Zusammenfassung

Die UV-induzierte Herstellung von Wellenleitern in Polymeren ist eine vielversprechende Methode, die eine kostengünstige Realisierung integrierter optischer Komponenten erlaubt. Monomodige Wellenleiter in Polymethylmethacrylate wurden mittels unterschiedlicher Strukturierungsmethoden hergestellt und in eine LIGA mikrooptische Bank integriert.

## 1. Einleitung

Der erfolgreiche Einsatz optischer Technologien im Bereich Telekommunikation und Sensorik hängt von der Verfügbarkeit mikro-optischer Funktionsmodule ab. Deren Realisierung erfordert die Bereitstellung geeigneter integrierter optischer Komponenten. Für die kostengünstige Herstellung solcher Komponenten werden angepasste Fertigungstechniken benötigt, wobei gerade die optische Aufbau- und Verbindungstechnik, deren Kosten in der Regel den überwiegenden Teil der Gesamtkosten eines Bauelementes ausmachen, eine besondere Rolle spielt. Die UV-induzierte Brechzahlmodifikation von Polymeren in Verbindung mit geeigneten Strukturierungsmethoden zur Wellenleiterherstellung wird dieser Aufgabe besonders gerecht.

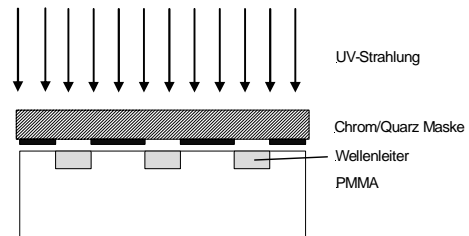
## 2. Experimentelle Methoden

Die UV-induzierte Brechzahlmodifikation ist ein Verfahren, bei dem aufgrund der Erhöhung der elektronischen Polarisierbarkeit und Veränderung der Dichte eines Polymers durch UV-Strahlung der Brechungsindex verändert wird [1]. Die UV-induzierte Modifikation der hier verwendeten Polymere, findet in einem Wellenlängenbereich zwischen 220 - 280 nm statt. Für die Prozessentwicklung wurden kommerzielle Homo- und Copolymere auf Methacrylat Basis (Hesa<sup>®</sup>-Glas, Notz-Plastic, Lucryl G77 Q11, BASF) verwendet. Die lokale Strukturierung des Brechungsindex erfolgte durch serielle Laserschreibverfahren bzw. maskenabbildende Verfahren.

### 2.1 Chrom/Quarz Maske

Für die Herstellung von Wellenleiterstrukturen mit hoher optischer Qualität erfolgte die lokale Brechzahlmodifikation lithographisch mittels einer Chrom/Quarzmaste (Abb. 1.). Als Licht-

quelle wurde ein UV-Strahler UV VAPRINT CM (Dr. Höhnle GmbH), der mit einer Quecksilber-Xenon-Hochdrucklampe (Bogenleistung 150 W/cm) ausgestattet war, verwendet.



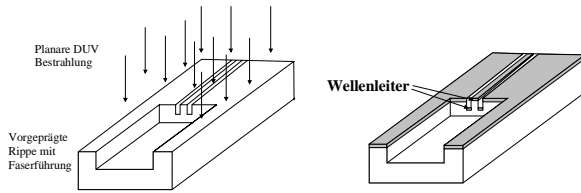
**Abb. 1:** Schematische Darstellung der Wellenleiterherstellung mittels Chrom/Quarz Maske.

### 2.2 Vorgeprägte Substrate

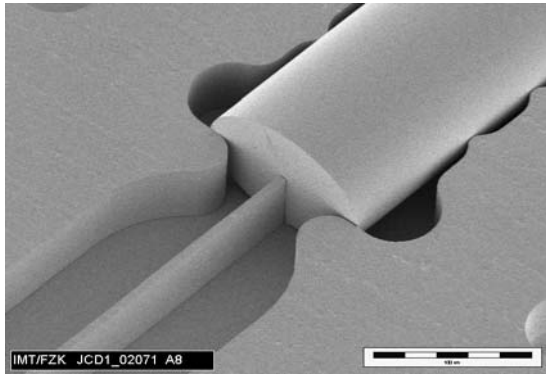
Die Kombination der UV-induzierten Brechzahlmodifikation mit der LIGA-Technik eröffnet die Möglichkeit, die Wellenleiter in eine polymere mikrooptische Bank zu integrieren. Hierbei wird durch eine Rippen- oder Grubenstruktur, die die Wellenleiter darstellen, innerhalb der mikrooptischen Bank das Polymer für eine anschließende planare UV-Bestrahlung maskiert. Weitere Strukturen (z.B. Faserführungsstrukturen) können durch die Gestaltung des Werkzeuges mitgeprägt werden. Abb. 3 stellt die Methode schematische für eine Rippenstruktur dar.

Durch die parallele Strukturierung von mikrooptischer Bank und Wellenleiterstrukturen in einem Prozessschritt wird eine hohe Genauigkeit der passiven Kopplung von Glasfasern oder optoelektronischen Komponenten und eine einfache Aufbau und Verbindungstechnik für photonische Komponenten gewährleistet





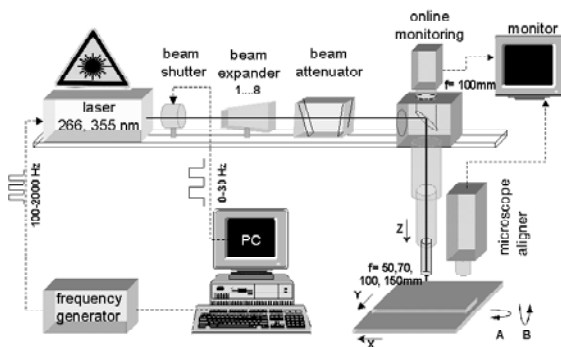
**Abb. 3:** Wellenleiterherstellung mittels LIGA und UV induzierter Brechzahlmodifikation.



**Abb. 4:** REM: Ridge Wellenleiter mit passiver Faserankopplung.

### 2.3 Laser-Direktschreiben

Als eine ergänzende Fertigungstechnik zu den maskengebundenen Verfahren wurde ein lasergestütztes direktschreibendes Verfahren zur Herstellung der Wellenleiter entwickelt [2]. Hierzu wurde ein frequenzvervierelter Nd:YAG Laser (266 nm) verwendet (Abb. 2).



**Abb. 2:** Experimenteller Aufbau zum lasergestützten Schreiben von Wellenleitern.

Das direkte Schreiben bietet eine hohe Variabilität bezüglich des Strukturdesigns und lässt sich auch bei großen zu bearbeitenden Flächen anwenden.

### 3. Ergebnisse

In Tab. 1 sind erste Ergebnisse der Transmissionseigenschaften der Wellenleiter für die unterschiedlichen Strukturierungsmethoden gegenübergestellt. Die Wellenleiter die mittels einer Chrom/Quarz Maske hergestellt wurden, zeigen hervorragende Dämpfungswerte von 1 dB/cm, die nahe am intrinsischen Materialverlust des Ausgangsmaterials liegen (0.7 dB/cm). Wellenleiter, die in vorgeprägten Substraten hergestellt wurden und bei denen die Faser aktiv angekoppelt wurde, zeigen Dämpfungswerte von 4 dB/cm, was hauptsächlich auf die Oberflächenrauheit des LIGA-Formwerkzeugs ( $r_a = 100 \text{ nm}$ ) zurückzuführen ist. Fortführende Arbeiten zur Erhöhung der Oberflächenqualität werden zur Zeit durchgeführt. Beim lasergestützten direktschreibenden Verfahren konnten bisher nur Multimodewellenleiter erzeugt werden, wobei die weitere Prozessentwicklung auf die Erhöhung der Strukturgenauigkeit, durch z.B. den Einsatz von Excimer Lasern, abzielt.

Strukturierung	Wellenleiter	PDL	Faser-Chip-
Chrom/Quarz Maske	1 dB/cm	< 0.15 dB	0.5
Vorgeprägte Substrate	4 dB/cm	-	0.5
Laserschreiben	5.5 dB/cm	< 0.15 dB	0.5

**Tab. 1:** Wellenleitereigenschaften bei 1550 nm.

Zur Demonstration der Funktionalität des vorgestellten Verfahrens zur Fertigung integriert optischer Bauelemente wurden 3 dB Leistungsteiler mittels Chrom/Quarz-Maske hergestellt. Die Einfügedämpfungen von 4.5 dB und der Uniformitätsparameter von 0.5 dB spiegeln die hohe Qualität des Verfahrens wieder.

### Literatur

- [1] P. Henzi.: Dissertation, Fakultät Maschinenbau, Universität Karlsruhe (2003)
- [2] W. Pflöging, S. Finke, E. Gaganidze, K. Litfin, L. Steinbock, R. Heidinger: Laser-assisted fabrication of monomode polymer waveguides and their optical characterization, Mat.-wiss. u. Werkstofftechn. 2003, 34, No. 10/11, S. 904-911

# Mikro-Femos: Mikrofertigungstechnik für hybride mikrooptische Sensoren

## Realisierung der Prozesskette

Andreas Hofmann<sup>1)</sup>, Ulrich Gengenbach<sup>1)</sup>, Ingo Sieber<sup>1)</sup>, Rudolf Scharnowell<sup>1)</sup>, Harald Dittrich<sup>2)</sup>, Mathias Hecke<sup>2)</sup>, Uwe Hollenbach<sup>2)</sup>, Jürgen Mohr<sup>2)</sup>, Werner Schomburg<sup>2)</sup>, Martin Schröder<sup>2)</sup>, Ulrike Wallrabe<sup>2)</sup>, Manfred Bär<sup>3)</sup>, Klaus Kadel, Holger Reinecke<sup>4)</sup>, Hermann Utech<sup>5)</sup>, Torsten Stautmeister<sup>6)</sup>

<sup>1)</sup> Institut für Angewandte Informatik, <sup>2)</sup> Institut für Mikrostrukturtechnik, <sup>3)</sup> IEF Werner GmbH,  
<sup>4)</sup> STEAG microParts GmbH, <sup>5)</sup> Wickert GmbH, <sup>6)</sup> MICRO-OPTRONIC GmbH

### Zusammenfassung

Im BMBF Verbundprojekt Mikro-FEMOS wird eine Fertigungskette zur wirtschaftlichen Produktion eines mikrooptischen Abstandssensors entwickelt und aufgebaut. Ziel des Projekts ist die Etablierung einer verteilten Fertigungsinfrastruktur zur Produktion von kleinen bis mittleren Stückzahlen. Die Realisierung einer verteilten Fertigung erfordert eine genaue Definition der Schnittstellen zwischen den Gliedern der Fertigungskette. Um eine kostengünstige Produktion des Sensors sicherzustellen, werden im Rahmen des Projekts Richtlinien zur fertigungsgerechten Gestaltung der Sensoren erarbeitet.

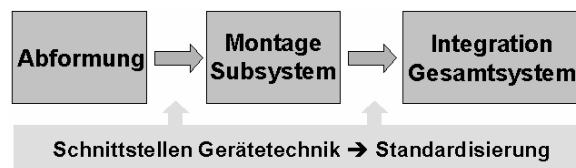
Die Posterpräsentation Mikro-FEMOS setzt sich aus den drei Teilbereichen zusammen, die durch das Projekt abgedeckt werden: Konzept und Layout des Referenzprodukts, der Prägetechnik zur Herstellung der eingesetzten mikrooptischen Bank und der Fertigung des ungehäuseten OEM-Produkts mit Schwerpunkt auf der Handhabung.

### 1. Einleitung

Ziel des vom Bundesministerium für Bildung und Forschung BMBF geförderten Verbundprojektes Mikro-FEMOS ist die Entwicklung und der Aufbau einer Fertigungskette mit den dazugehörigen serienfertigungstauglichen Fertigungsmitteln zur Herstellung mikrooptischer Sensorsysteme. Die mikrooptischen Kernkomponenten werden in LIGA-Technik gefertigt. Der Nachweis der Serienfertigungstauglichkeit wird im Rahmen der Modellfertigung eines Abstandssensors nach dem Triangulationsprinzips erbracht. Um ein technisches und ökonomisches Optimum zu erzielen, arbeiten in dem Projekt Fertigungsgerätehersteller mit den entsprechenden Komponentenherstellern und Systemintegratoren zusammen.

### 2. Darstellung der Prozesskette

Die Fertigungskette umfasst drei Glieder: Abformung, Montage und Integration Gesamtsystem (s. Abb. 1). Vorgelagert ist noch die entsprechende Anpassung des Sensorlayouts an die Erfordernisse der einzelnen Prozessschritte, außerdem die Erstellung der für den LIGA-Prozess benötigten Bestrahlungsmasken und die Lithografieprozesse. Durch den modularen Aufbau der Fertigungskette mit eindeutig definierbaren Schnittstellen und Subsystemen hat das Projekt Modellcharakter, d.h. die

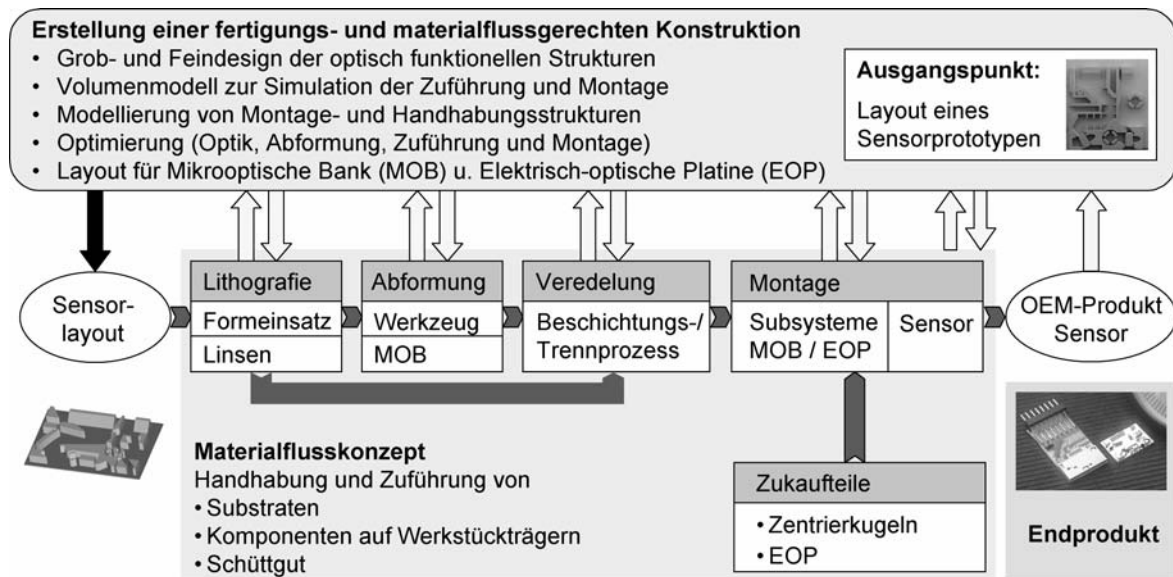


**Abb. Nr. 1:** Schematische Darstellung der Prozesskette BMBF-Verbundprojekt Mikro-FEMOS.

entwickelten Prozesse und Maschinen sind über das Projekt hinaus nutzbar und eröffnen den Partnern somit neue Märkte. Ebenso wird dadurch aufgezeigt, wie mittelständische Unternehmen im Allgemeinen als Hersteller und Zulieferer von Subsystemen einen Beitrag zur Fertigung von komplexen mikrooptischen Systemen leisten können. Mit dem Projekt werden auch mikrotechnische Fertigungsmethoden für weitere Sensorfirmen und auch für Firmen anderer Branchen nutzbar.

#### 2.1 Fertigungsgerechtes Design

Im Rahmen des Projekts ist die Erarbeitung von Gestaltungsregeln für eine fertigungsgerechte Konstruktion ein wichtiger Punkt (Stichwort: „Design-Rules“). Dies umfasst beispielsweise die prozessgerechte Gestaltung der Bestrahlungsmasken u.a. bezogen auf die Prägetechnik und nachgelagerter Beschichtungsprozesse, aber



**Abb. Nr. 2:** Realisierung der Prozesskette auf Basis eines ganzheitlichen Materialflusskonzepts

auch die handhabungsgerechte Gestaltung von Einzelkomponenten bzw. einzelner Module. Abbildung 2 zeigt einen Überblick über die einzelnen Prozessschritte, die bei der Gestaltung des Sensorlayouts und der Bestrahlungsmasken aber auch der elektrisch-optischen Platine (EOP) berücksichtigt wurden. Es wurde, ausgehend von den Vorgaben des Anbieters des Referenzprodukts, das Sensorlayout an die Anforderungen, die sich aus der Prozesskette ergeben, angepasst. Die den Sensor betreffenden Arbeiten werden im Unterkapitel „Design und Prototyping“ dieses dreifachen Beitrags erläutert. Im Unterkapitel „Abformtechnik für mikro-optische Bänke“ werden die Aspekte der Abformtechnik vertieft. Im Weiteren werden kurz die die Handhabung betreffenden Arbeiten aufgelistet.

### 3. Handhabungstechnik in der Prozesskette

Die Handhabungstechnik, die die Bereiche Zuführen, Handhaben und Fügen umfasst, bildet die durchgängige Verknüpfung innerhalb der Fertigungskette. Dies beginnt bei der automatisierten Beladung der Prägemaschine und geht bis zum Fügen der Subsysteme des Sensors zum OEM-Produkt durch alle relevanten Prozessschritte.

Der Transport der Komponenten bzw. die Zuführung in den Arbeitsraum der Montagemaschine erfolgt auf Basis genormter Werkstückträger im Format 2 Zoll (E DIN 32561-2003). So wird zum Beispiel die mikrooptische Bank nach dem Prägen, dem Vereinzeln und dem Beschichten in einen Werkstückträger eingelegt. Bis zur Integration zum ungehäuseten OEM-Produkt verbleibt diese Komponente im Werkstückträger. Hierdurch wird der Aufbau einer verketteten Ferti-

gung auf Basis standardisierter Materialflusssysteme möglich. Der sichere Transport zwischen den Fertigungsstellen der verteilten Fertigung wird hiermit ebenfalls gewährleistet.

Die Montage des Sensors wird auf einer neu entwickelten Montagemaschine im Format einer „Tischfabrik“ realisiert [1]. Diese Montagemaschine verfügt über die entsprechenden Schnittstellen zum Einschleusen und Fixieren der eingesetzten Werkstückträger. Die erforderlichen, bauteilspezifischen Werkzeuge werden im Rahmen dieses Projekts entwickelt.

### 4. Zusammenfassung

Im Projekt Mikro-FEMOS wird die Prozesskette zur Fertigung mikrooptischer Sensoren, die in LIGA-Technik aufgebaut werden, realisiert. Die enge Kooperation der Projektpartner ermöglicht die Erarbeitung eines fertigungsgerechten, an das Materialflusskonzept angepassten Sensorlayouts und damit die Realisierung einer wirtschaftlichen Produktion. Die Konzeption der Materialflusslogistik auf Basis von standardisierten bzw. standardisierbaren Lösungen ermöglicht eine flexible Anpassung der Fertigungsmittel an andere Aufgaben. Die automatisierte Fertigung von mikrooptischen Sensoren wird hierdurch auch für kleinere Stückzahlen wirtschaftlich.

Der Dank für die vertrauensvolle Zusammenarbeit gilt dem betreuenden Projektträger des BMBF für Produktion und Fertigungstechnologien - PFT.

### Literatur

- [1] Hofmann A., Gengenbach U., Scharnowell R., Bär M., „Handling and assembly of micro-optical components - modules and solutions“, Proc. Microtec, München, 2003.

# Mikro-FEMOS: Mikrofertigungstechnik für hybride mikrooptische Sensoren Design und Prototyping

U. Hollenbach <sup>1)</sup>, J. Mohr <sup>1)</sup>, U. Wallrabe <sup>1)</sup>, I. Sieber <sup>2)</sup>, T. Stautmeister <sup>3)</sup>, H. Reinecke <sup>4)</sup>

<sup>1)</sup>Institut für Mikrostrukturtechnik (IMT), <sup>2)</sup>Institut für Angewandte Informatik (IAI)

<sup>3)</sup>MICRO-OPTRONIC GmbH, Langebrück, <sup>4)</sup>Steag microParts GmbH, Dortmund

## Zusammenfassung

Das Projekt Mikro-FEMOS soll die Möglichkeit einer verteilten Fertigungskette für die Serienproduktion modular mikrooptischer Sensoren nachweisen. Unterschiedlich spezialisierte Hersteller produzieren die Mikromodule, das Subsystem und letztlich das hybride mikrooptische System. Referenzprodukt im Projekt ist ein mikrooptischer Abstandssensor. Bereits in der Designphase muss die verteilte Fertigung berücksichtigt werden.

## 1. Modulares Aufbaukonzept

Das im Projekt Mikro-FEMOS verfolgte modulare Aufbaukonzept nutzt die Tatsache, dass mikrooptische Systeme in der Regel in zwei funktional unterschiedliche Basiskomponenten aufgetrennt werden können: 1. die mikrooptische Bank (MOB) mit passiven mikrooptischen Komponenten, 2. die elektrisch-optische Platine (EOP) mit aktiven optischen Elementen und entsprechender Mikroelektronik. Beide Basiskomponenten werden zu einem elektrooptischen Mikrosystem integriert /1/. Mit diesem Ansatz lassen sich beide Komponenten von spezialisierten Herstellern getrennt fertigen /2/. Ein weiterer Hersteller vereint die modularen Komponenten zu einem Mikrochip. Der Sensorsystemhersteller schließlich ergänzt die applikationsgerechte Elektronik und das Gehäuse. Im Projekt Mikro-Femos wird die verteilte Fertigung an einem miniaturisierten Abstandssensor demonstriert.

## 2. Fertigungsgerechtes Design

Bei dem beschriebenen Konzept müssen die Bedürfnisse der einzelnen Fertiger entlang der gesamten Fertigungskette berücksichtigt werden, insbesondere müssen im Design die prozesstechnischen Randbedingungen (Abformen der MOB durch Heißprägen, Montage der EOP unter Verwendung von verbessertem Elektronikmontageequipment) eingehalten werden; an den Schnittstellen dürfen keine Probleme auftreten. Zunächst richtet sich das Design nach Vorgaben des Sensorsystemherstellers. Zwei unterschiedliche Abstandssensoren mit einem Mess-

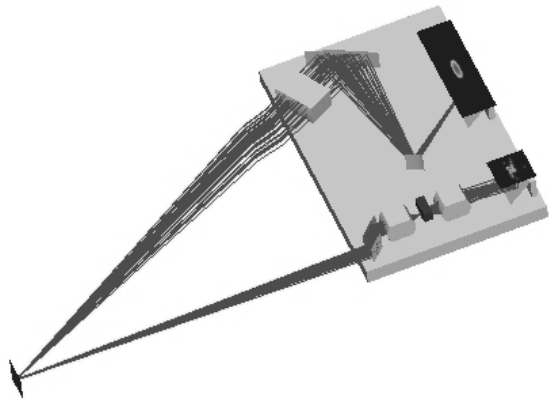
bereich von 1 mm (Typ 1) und 10 mm (Typ 2) bei einem jeweiligen Grundabstand von 10 mm und 20 mm sind herzustellen. Als aktive Bauelemente wird eine Laserdiode, eine Monitordiode und ein positionsempfindlicher Detektor (PSD) vorgesehen. Die Sensorfunktion soll auf dem Triangulationsprinzip basieren.

### 2.1 Triangulationsprinzip

Bei dem nach dem Triangulationsprinzip arbeitenden Sensor wird der Laserstrahl im Sendeteil des Sensors über eine Optik auf ein Objekt fokussiert (Abb. 1). Das dort gestreute Licht gelangt über die Sensorapertur in den Empfangsteil des Sensors und wird mit einer weiteren Optik auf den PSD fokussiert. Entsprechend der Schwerpunktslage des Spots werden zwei unterschiedliche Photoströme erzeugt. Die Differenz der beiden Stromwerte normiert auf ihre Summe ist proportional zur Abstandsänderung.

### 2.2 Simulation des Abstandssensors

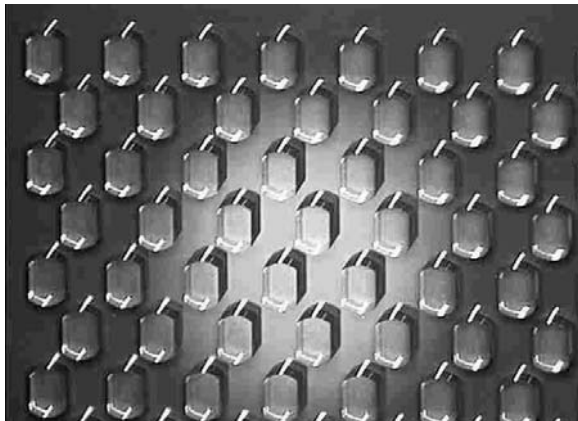
Zur fertigungsgerechten Auslegung der Sensormodule wird die Simulation in drei Schritten durchgeführt /3/. Im ersten Schritt werden alle optisch wirksamen Grenzflächen mit Hilfe eines Ray-Trace-Programms (ZEMAX) optimiert. Für den Sende- und Empfangsstrahlverlauf werden die optischen Schnitte an Mikrolinsen und Spiegelkrümmungen getrennt optimiert. In der zweiten Phase der Simulation kombiniert man die Strahlverläufe zu einem Gesamtmodell (Abb. 1) und ergänzt zusätzliche Strukturen wie z.B.: Trägerplatine, Laserdiode und Detektoren.



**Abb. 1:** Simulation des Sensors Typ 1 mit 1 mm Messbereich und 10 mm Grundabstand. Das Objekt befindet sich im Abstand von 10.5 mm.

Abb. 1 zeigt den Gesamtstrahlverlauf des Abstandssensors Typ 1 über alle notwendigen optischen Bauteile. Sendeseitig benötigt man eine Zylinderlinse und einen elliptischen Spiegel für die Fokussierung und einen Umlenkspiegel um das Licht auf das Objekt zu strahlen. Empfängerseitig erfolgt die Fokussierung auf den PSD ebenfalls mit einer Zylinderlinse in Kombination mit einem elliptischen Spiegel. Mit einem zusätzlich angeordneten asphärisch gekrümmten Spiegel erzielt man bei diesem Design eine lineare Spotbewegung am PSD, was in herkömmlichen Sensoren nicht optisch integriert, sondern nur durch die Prozessorelektronik realisiert wird.

Im 3. Schritt werden Rand- und Wand-, Halte-, Klemm- und Fügestrukturen a) für Mikrolinsen und b) für die Kombination der Mikromodule unter Berücksichtigung von Fertigungsaspekten moduliert. Anschließend liegt ein fertigungsgerichtetes Design vor, das alle Vorgaben von Optik, Abformung und Montage berücksichtigt.



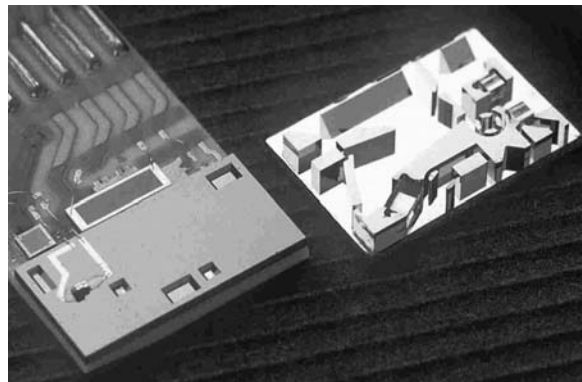
**Abb. 2:** Mikro-Zylinderlinsen in einer Teilansicht des Wafers. Größe der Linsen  $L \times B \times H = 1 \text{ mm} \times 0.74 \text{ mm} \times 0.75 \text{ mm}$

### 3. Prototyping der Mikromodule

Sowohl die sendeseitigen Linsen aus PMMA der Größe  $L \times B \times H = 1 \text{ mm} \times 0.74 \text{ mm} \times 0.75 \text{ mm}$  als auch die empfangsseitigen Linsen der Größe  $L \times B \times H = 1 \text{ mm} \times 0.74 \text{ mm} \times 1.5 \text{ mm}$  werden durch Röntgentiefenlithographie hergestellt und sind je zur Hälfte für einen Sensortyp in einem Masken-Layout mit insgesamt ca. 550 Stück enthalten (Abb. 2).

Erste Strukturen der MOB werden für Prototypen ebenfalls mit Röntgentiefenlithographie hergestellt und anschließend mit Gold verspiegelt. Abb. 3 rechts zeigt eine MOB-Strukturen der Größe  $L \times B \times H = 6 \text{ mm} \times 9.5 \text{ mm} \times 0.75 \text{ mm}$ . Man erkennt neben den integriert gefertigten optischen Elementen die hybrid eingebauten Linsen.

Die EOP (Abb. 3, links) ist ein Verbund aus Keramikträger und Si-Chip und beinhaltet die Laserdiode, die Monitordiode und den PSD. In zwei quadratischen Ätzgruben, zu denen die Laserdiode mit Toleranzen  $< 5 \mu\text{m}$  ausgerichtet ist, werden später Zentriertkugeln eingeklebt. Sie sorgen zusammen mit den Fügestrukturen auf der MOB für eine passgenaue Ausrichtung beider Mikromodule zueinander.



**Abb. 3:** Mikromodule für Abstandssensor; **links:** Elektrooptische Platine (EOP); **rechts:** Mikrooptische Bank (MOB), metallisch verspiegelt

### Literatur

- [1] Mohr J., Last A., Hollenbach U., Oka T., Wallrabe U.: "A Modular Fabrication Concept for Micro Optical Systems", *Jour. Lightwave Technol.*, 21, no. 3, 2003, pp. 643-647
- [2] Wallrabe U., Hollenbach U., Mohr J., Oka T.: „Manufacturing Line for the Distributed Fabrication of Modular Microoptical Systems“, *Proc. Microtec, München, 2003*, pp 195-199
- [3] Sieber I., Hofmann A., Hollenbach U.: "Application of the Microoptical Construction Kit to a Microoptical Distance Sensor", *Proc. Microtec, München, 2003*, pp 381-386

# Mikro-FEMOS: Mikrofertigungstechnik für hybride mikrooptische Sensoren Abformtechnik für mikro-optische Bänke

Mathias Hecke<sup>1)</sup>, Harald Dittrich<sup>1)</sup>, Werner Schomburg<sup>1)</sup>, Martin Schröer<sup>1)</sup>, Hermann Utech<sup>2)</sup>

<sup>1)</sup> Institut für Mikrostrukturtechnik  
<sup>2)</sup> Fa. Wickert Maschinenbau, Landau

## Zusammenfassung

Mit der Heißprägetechnik soll im Projekt Mikro-FEMOS demonstriert werden, dass sich hochwertige mikrooptische Bänke in Kunststoff in industriellem Maßstab fertigen lassen. Voraussetzung dafür ist eine Anlagentechnik, mit der hohe Stückzahlen durch größere Prägeflächen und kürzere Zykluszeiten erzielt werden können. Mit dem Bau einer hydraulisch angetriebenen Heißprägemaschine, einem modular aufgebauten Plattenwerkzeug für Formeinsätze mit bis zu 8" Durchmesser und dem Zusammenspiel mit einer teilautomatischen Handhabung werden die Grundlagen für das Heißprägen von polymeren Mikroteilen im industriellen Maßstab geschaffen.

## 1. Einleitung

Die mikrooptische Bank (MOB) als Träger der passiven mikrooptischen Komponenten wie sie im Projekt Mikro-FEMOS im Demonstrator vorgesehen ist, wird als kostengünstiges Bauteil für die Massenfertigung in Kunststoff ausgeführt.

Für die Fertigung der MOB ist der Einsatz der Heißprägetechnik unverzichtbar. Die geforderte Präzision ist nur erreichbar, wenn die einzelnen optischen Komponenten sich nicht auf einem gemeinsamen Polymersubstrat befinden, sondern weitgehend getrennt voneinander auf einem Substrat mit geringem Wärmeausdehnungskoeffizienten. Durch Heißprägen mit einer geringen Restschicht auf einem Wafer als Trägersubstrat kann diese Forderung erfüllt werden.

Obwohl inzwischen einige hochpräzise Heißprägemaschinen für Anwendungen im Forschungsbereich am Markt verfügbar sind, fehlt es noch an Anlagen, welche für eine durchgehende Fertigungskette im industriellen Einsatz entwickelt wurden.

## 2. Heißprägen

Für die relativ langen Zykluszeiten, die einen Einsatz der Heißprägetechnik für die Fertigung von Mikrokomponenten bislang behindern, sind zwei Gründe verantwortlich. Das Bestücken und die Entnahme der Teile dauert noch zu lange, ebenso wie das Aufheizen des Polymers über die geheizten Prägestempel. Eine wesentliche Prozessverkürzung kann durch Verändern dieser beiden Punkte erzielt werden:

Für die Handhabung sind keine extrem schnellen Komponenten nötig. Optimale Abstimmung

auf Öffnen und Schließen der Anlage und sichere Handhabung bringen bereits deutliche Zeitgewinne.

Die für die Mikroabformung notwendige variotherme Prozessführung benötigt bei konventionellen Werkzeugen eine enorme zyklische Heiz- und Kühlleistung, die in keinem Verhältnis zu den geringen Polymermengen steht, welche über die Erweichungstemperatur erhitzt werden müssen. Dieser große Energieeinsatz und die damit verbundenen langen Prozesszeiten sollen durch ein komplett neues Werkzeugkonzept verringert werden

Darüber hinaus soll die mit jedem Fertigungsschritt mikrostrukturierte Fläche gegenüber bisherigen Maschinen auf das vierfache erhöht werden, indem der mögliche Durchmesser der Formeinsätze auf 8" erhöht wird.

## 3. Anlagentechnik

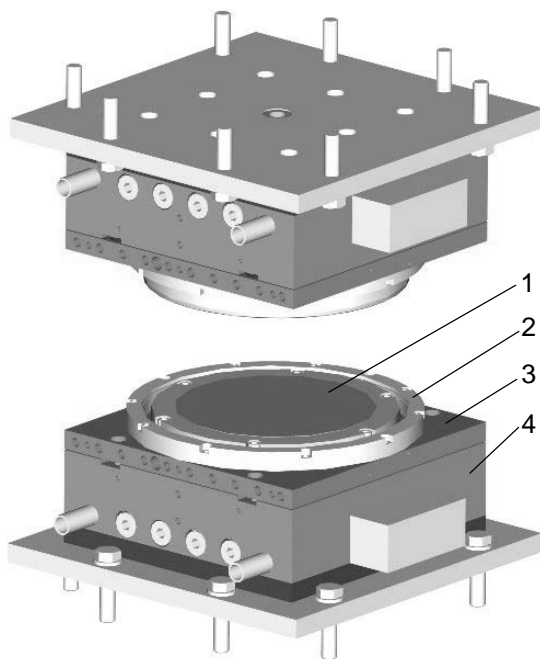
Die Vergrößerung der Prägeflächen auf einen Durchmesser bis zu 8" bedeutet, dass auch die Prägekräfte entsprechend höher werden müssen. Damit unterscheidet sich die in diesem Projekt entwickelte Anlage von anderen 8"-Anlagen [3], die für den Einsatz im Bereich Nanoimprinting für kleinere Aspektverhältnisse entwickelt wurden. Die neue Maschine ist deswegen für eine maximale Prägekraft von 1000 kN ausgelegt.

Gleichzeitig soll aber auch eine hochpräzise Kraft und Wegregelung mit minimalen Prägeschwindigkeiten vorhanden sein, um in allen Prozessphasen einen exakten Ablauf der Abformung zu gewährleisten. Darüber hinaus ist es

für die Realisierung von kurzen Zykluszeiten unerlässlich, dass das Werkzeug schnell geöffnet und wieder geschlossen werden kann. Die jahrelange Erfahrung der Fa. Wickert Maschinenbau im Pressenbau setzt dabei auf ein hydraulisches Antriebskonzept, welches sowohl hohe Kräfte als auch eine exakte Steuerung erlaubt.

#### 4. Werkzeugkonzept

Ziel der Werkzeugentwicklung war es die thermischen Massen zu reduzieren, ohne die für den Prägeprozess benötigte mechanische Stabilität zu verlieren. Die Heizplatten sind aus diesem Grund so dünn wie möglich ausgelegt und durch einen Luftspalt vom kalten Werkzeugteil isoliert. Erst für den Abkühlvorgang wird der Isolierspalt geschlossen und das heiße Prägewerkzeug gegen den massiven Kühlblock gedrückt. Damit erhält die Heizplatte die benötigte Stabilität in der Nachdruckphase, in der die volle Kraft zur Verfügung stehen muss.

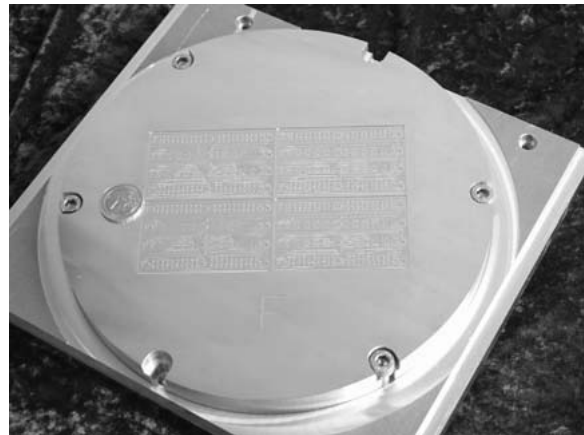


**Abb. Nr. 1:** Konstruktion eines modular aufgebauten Abformwerkzeugs mit geringem Vakuumkammervolumen und optimalem Zugriff für das Handhabungssystem. (1= Wafer; 2= Vakuumdichtung, 3= Heizplatte, 4 Kühlplatte).

Dieses variable Konzept kann modular mit Normteilen aufgebaut werden. Der Prägeraum ist außerdem sehr klein gehalten, dabei aber optimal zugänglich. So muss nur ein minimales Volumen evakuiert werden und der Handhabung steht ein ausreichender Arbeitsbereich zu Verfügung.

#### 5. Mikrostrukturierte Formeinsätze

Neben der Verkürzung der Zykluszeit für eine höhere Produktivität ist auch die Vergrößerung der Prägefläche ein Projektziel. Als Demonstrator wird hier ein 8" Werkzeug eingesetzt, das mikromechanisch strukturiert wurde (Abb. 2). Hauptproblem bei der Replikation solch großer Flächen ist der Schrumpf des Polymers in der Abkühlphase, der zur Beschädigung von Formteil und Formeinsatz führen kann. Hier kann auf ein speziell für das Mikroheißprägen angepasste Simulationstool zurückgegriffen werden [2]. Die Simulationsergebnisse finden aber auch ihren Niederschlag bei der Erstellung eines prägegerechten Designs beim LIGA-Formeinsatz für die MOB. So konnten die extrem kritischen Linsenhaltestrukturen abformgerecht modifiziert werden.



**Abb. Nr. 2:** Mikrostrukturierter Formeinsatz aus Messing mit fluidischen Komponenten für großflächige Abformversuche. Durchmesser: 8". Hergestellt von Fa. I-sys. Zum Größenvergleich eine 2€-Münze.

#### Literatur

- [1] Fahrenberg, J., Hecke, M., "Ergebnisbericht des Verbundprojektes PROBE", Wissenschaftliche Berichte, FZKA-PFT 192 (November 98).
- [2] Worgull, M., Hecke, M. "New aspects of simulation in hot-embossing," Proc. DTIP, Cannes Mandelieu, 5<sup>th</sup> - 7<sup>th</sup> May 2003.
- [3] C. Schaefer, T. Glinsner, P. Lindner, R. Pelzer, C. Gourgon, Large Area Nanoimprint Lithography on 200 mm wafers, MANCEF 2003

# HymoSens: Hybride mikrooptische Sensoren

Peter Lücke <sup>1)</sup>, Arndt Last <sup>1)</sup>, Jürgen Mohr <sup>1)</sup>, Aiko Ruprecht <sup>2)</sup>, Wolfgang Osten <sup>2)</sup>, Hans Tiziani <sup>2)</sup>, Peter Lehmann <sup>3)</sup>, Sven Schönfelder <sup>4)</sup>

<sup>1)</sup> Institut für Mikrostrukturtechnik (IMT), <sup>2)</sup> Institut für Technische Optik, Uni Stuttgart (ITO)  
<sup>3)</sup> Mahr GmbH, Göttingen, <sup>4)</sup> Steag microParts GmbH, Dortmund

## Zusammenfassung

Steigende Anforderungen an die Kontrolle von Fertigungstoleranzen bei kleinen mechanischen und optischen Präzisionsbauteilen erfordern eine immer genauere Messtechnik. In dem vom Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF) geförderten Verbundprojekt „HymoSens“ wird ein optischer Sensor nach dem Prinzip der konfokalen Abstandsmessung entwickelt, der diesen anspruchsvollen Messaufgaben gerecht werden soll. Zusammen mit zwei Industriepartnern und dem Institut für Technische Optik (ITO) der Universität Stuttgart wird hierzu am Institut für Mikrostrukturtechnik (IMT) das Sensordesign simuliert und ausgelegt, sowie anschließend die Fertigung der mikrooptischen Bank durchgeführt.

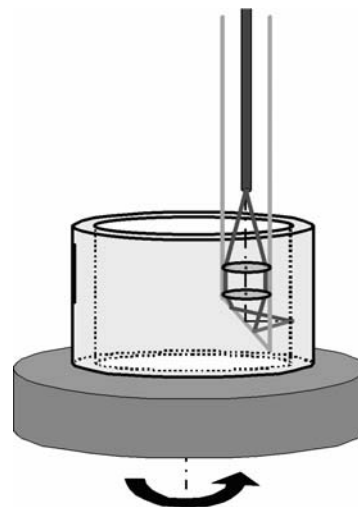
## 1. Motivation und Anwendung

Rasante Entwicklungsfortschritte in der modernen Fertigungstechnik lassen die Toleranzen für Präzisionsbauteile immer anspruchsvoller werden. Die Geometrien dieser Bauteile nehmen gleichzeitig in ihrer Komplexität zu und ihre Dimensionen und damit die Größe der zu prüfenden Strukturelemente nehmen vielfach ab (z.B. im Bereich der Kfz-Einspritztechnik). Die Anforderungen an die Einhaltung von Fertigungstoleranzen liegen heute oft im Submikrometerbereich, bei optischen Komponenten sogar im Bereich einiger zehn Nanometer.

Ein Teil der aktuell bestehenden Messaufgaben in der industriellen Fertigung lässt sich mit konventionellen taktilen Messgeräten nur unzureichend lösen. Diese Geräte zeichnen sich durch eine große Robustheit und hohe Zuverlässigkeit aus, haben aber für tastende Systeme typische Einschränkungen. Beim Messen optischer Flächen möchte man wegen der mechanischen Berührung ohnehin am liebsten auf taktile Messsysteme verzichten. Aber auch in anderen Bereichen der Messtechnik stoßen taktile Tastsysteme zunehmend an ihre physikalischen Grenzen, z.B. wenn Strukturen mit großem Aspektverhältnis gemessen oder Formelemente in kleinen Bohrungen mit hoher Genauigkeit erfasst werden sollen. Es muss dabei mit geringsten Antastkräften gearbeitet werden, um einerseits eine Deformation der Oberfläche des Messobjektes und andererseits eine Durchbiegung des Taststiftes zu vermeiden. Beide Effekte führen zu Messfehlern, die zwar teilweise kompensiert werden können, letztlich jedoch zu einer Erhöhung der Messunsicherheit beitragen. Dies gilt insbesondere dann, wenn aufgrund der ungüns-

tigen Geometrie des Messobjektes lange Taststifte mit geringem Durchmesser und entsprechend reduzierter Steifigkeit eingesetzt werden müssen.

## 2. Messprinzip

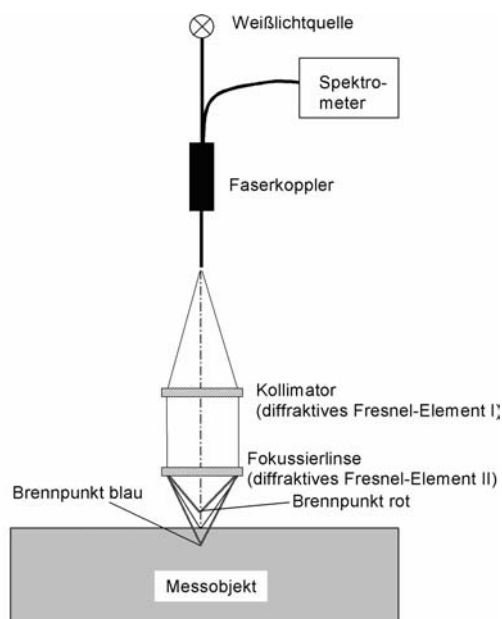


**Abb. 1:** Rotationssymmetrisches Messobjekt auf einem präzisionsgelagerten Drehtisch und radial an das Messobjekt herangeführter optischer Sensor

Optische Sensoren (Abb. 1) arbeiten berührungslos, so dass Effekte, die bei der taktilen Messung durch die Antastkraft bedingt sind, entfallen und höhere Messgeschwindigkeiten als im Fall der mechanischen Abtastung erreicht werden können. Punktförmig messende optische Sensoren werden in vielfältigen Ausführungsformen angeboten. Ihre Einsatzmöglichkeiten sind jedoch wegen unzureichender Auflösung, ihrer geometrischen Dimensionen oder der ho-



hen Kosten und der großen Massen, die durch den konventionellen optischen Aufbau bedingt sind, eingeschränkt. Bei der Auswahl eines geeigneten Messprinzips ist es wichtig, welche maximale Oberflächenneigung eines Messobjektes gegenüber der optischen Achse der Sensor tolerieren kann. Bei glatten Oberflächen ist der zulässige Neigungswinkel proportional zur numerischen Apertur des Sensors. Weil sich außerdem mit großen numerischen Aperturen ein kleiner Messfleck realisieren lässt, kommt der numerischen Apertur im Anwendungsfall eine doppelte Bedeutung zu. Ein kleiner Messfleck ermöglicht den Einsatz des Sensors sowohl in der Form- als auch in der Oberflächenmesstechnik.



**Abb. 2:** Chromatisches konfokales Messprinzip als Abstandssensor mit Faseroptik

In dem vom BMBF geförderten Verbund-Projekt „HYMOSENS“ wird ein miniaturisierter Abstandssensor entwickelt, der diesen anspruchsvollen Messaufgaben gerecht werden soll. Zur Detektion des Abstandes mit der geforderten hohen Auflösung wurde das chromatische konfokale Messprinzip gewählt, da dieses Longitudinalauflösungen im Nanometerbereich mit einem kleinen Messfleck erlaubt und robust gegenüber Störlicht ist. Bei diesem Messprinzip (Abb. 2)

wird unter Nutzung der chromatischen Abberation eine weiße Punktlichtquelle über refraktive beziehungsweise diffraktive Elemente einer Optik so auf die Messoberfläche abgebildet, dass mit steigendem Abstand von dem Sensor jeweils eine andere Farbe auf der Messoberfläche im Fokus ist. Das vom zu messenden Objekt reflektierte Licht wird über eine Lochblende auf eine Faser abgebildet, die mit einem Spektrometer verbunden ist. Durch die Lochblende gelangt nur Licht aus dem Messfleck zum Spektrometer. Aus der Farbe des Messflecks lässt sich dann auf den Abstand des Objekts schließen.

Die Entwicklungsarbeiten im Verbundprojekt „HYMOSENS“ werden zusammen mit zwei Industriepartnern und dem Institut für Technische Optik der Universität Stuttgart durchgeführt. Am IMT wird das Sensordesign simuliert und ausgelegt, sowie anschließend die Fertigung der mikrooptischen Komponenten durchgeführt sowie der Sensorkopf aufgebaut.

### 3. Simulation und Design

Der erste Schritt auf dem Weg zur Realisierung derartiger Sensoren ist die Simulation und Auslegung des diffraktiven Elementes unter Berücksichtigung der geforderten Eigenschaften des Sensors, z.B. Messfleckdurchmesser, Auflösung, Arbeitsbereich und -abstand. Im nächsten Schritt werden weitere optische Komponenten (z.B. Linsen) und die optischen Strahlengänge unter Berücksichtigung fertigungstechnischer Aspekte simuliert. Dabei wird das Miniaturisierungspotenzial konsequent genutzt, das die Kombination von mikrooptischen Bänken mit Faseroptik und mikrooptischen Elementen zur Kollimation und Fokussierung bietet. [2].

### Literatur

- [1] Last, A., Lehmann, P.: „Was verbirgt sich hinter HymoSens?“, *Inspect*, Ausgabe 2, S. 64-66, GIT-Verlag, Oktober 2003
- [2] Mohr J., Last A., Hollenbach U., Oka T., Wallrabe U.: „A Modular Fabrication Concept for Micro Optical Systems“, *Jour. Lightwave Technol.*, 21, no. 3, 2003, pp. 643-647

# Formgedächtnis-Mikroscanner

Daniel Brugger, Manfred Kohl  
Institut für Mikrostrukturtechnik

## Zusammenfassung

Ein optischer Mikroscanner basierend auf einer neuen magnetischen Formgedächtnislegierung (MFGL) wird vorgestellt. Dazu wurde ein neuartiger Aktormechanismus entwickelt, bei dem einerseits intrinsische magnetische Kräfte und andererseits Formgedächtnis-Kräfte in einem Mikrobauteil gleichzeitig nutzbar sind. Da keine weiteren Elemente zur Krafterzeugung benötigt werden, sind äußerst kompakte Aufbauten möglich. Bei einer Baugröße von  $9 \times 3 \times 5 \text{ mm}^3$  werden mit dem Mechanismus große Scanwinkel bis zu  $120^\circ$  in einem breiten Frequenzband bis 75 Hz ermöglicht.

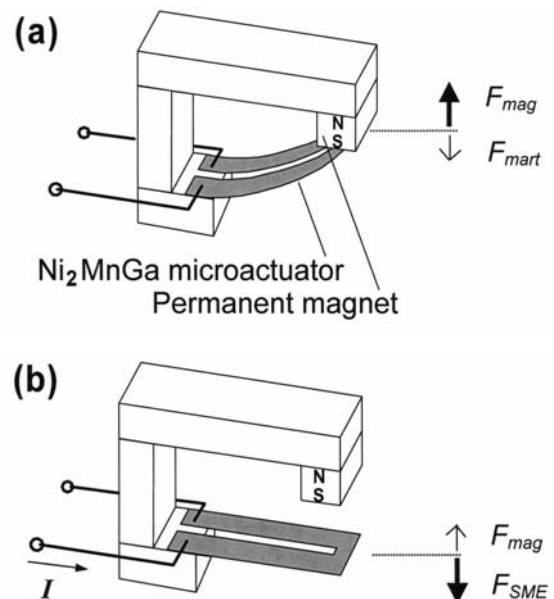
## 1. Einleitung

Mittlerweile haben Formgedächtnislegierungen (FGL) vermehrt in der Mikrosystemtechnik Einzug erhalten. Ausgangsmaterialien sind gesputterte FGL-Dünnschichten oder gewalzte FGL-Folien. In jüngster Zeit finden insbesondere FGL mit ferromagnetischen Eigenschaften großes Interesse. Diese bieten eine interessante Kombination von thermoelastischen und magnetischen Eigenschaften und werden allgemein als magnetische Formgedächtnislegierungen (MFGL) bezeichnet. Der folgende Beitrag zeigt einen FGL-Mikroscanner, der einen neuen Aktormechanismus auf der Grundlage von MFGL nutzt [1]. Das Funktionsprinzip wird erläutert und die Leistungsmerkmale werden vorgestellt.

## 2. Aktormechanismus

Die grundlegende Idee des entwickelten Aktormechanismus besteht darin, gleichzeitig die im Material vorhandenen magnetischen- und Formgedächtnis-Kräfte zur Erzeugung von Bewegung in zwei unabhängige Richtungen zu nutzen. Da das Material eine ferromagnetische und martensitische Phasenumwandlung aufweist, können die Kräfte durch Aufheizen/Abkühlen über/unter die entsprechenden Phasenumwandlungstemperaturen kontrolliert werden. Insbesondere bei  $\text{Ni}_2\text{MnGa}$  mit einem Ni-Gehalt über 54 mol % kann durch Temperaturänderung ein direkter Phasenübergang von einem paramagnetischen Austenit-Zustand in einen ferromagnetischen Martensit-Zustand hervorgerufen werden. Diese Eigenschaft kann geschickt benutzt werden, um mit einem einzigen Mikrobauteil einen perfekten Antagonismus zu realisieren, bei dem die magnetische Kraft stark im Falle einer kleinen Formgedächtniskraft ist und umgekehrt [1].

Abb.1 zeigt den Aktormechanismus für den Fall eines Biegeaktors, der sich im magnetischen Feld eines Dauermagneten befindet. Zum direkten Beheizen sind elektrische Kontaktierungen angebracht.



**Abb. 1:** Schematische Darstellung des vorgestellten Aktormechanismus. N und S bezeichnen den Nord- und Südpol des Dauermagneten. I bezeichnet den elektrischen Strom.

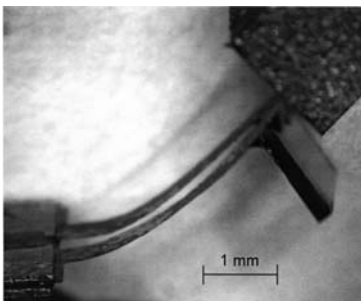
Fließt kein Heizstrom, befindet sich der Aktor im ferromagnetischen, martensitischen Zustand. Die magnetische Kraft  $F_{mag}$  dominiert, während die Rückstellkraft  $F_{mart}$  aufgrund der Nachgiebigkeit des im martensitischen Zustand befindlichen Materials sehr klein ist. Als Ergebnis wird das Ende des Biegebalkens zum Magneten hin gezogen (Abb. 1a). Durch Heizen über die ferro-

magnetischen und martensitischen Umwandlungstemperaturen wird der Mikroaktor paramagnetisch und zugleich austenitisch. Dadurch nimmt die magnetische Kraft beträchtlich ab. Gleichzeitig tritt eine starke Formgedächtniskraft  $F_{SME}$  in entgegengesetzter Richtung auf. In diesem Fall geht der Aktor in seine planare Formgedächtnisgestalt über (Abb. 1b).

Der vorgestellte Mechanismus kann neben Biegebewegungen auch für Torsions-, und Streckbewegungen oder beliebige Kombinationen dieser genutzt werden. Durch Befestigung eines Spiegels am vorderen Ende des Biegeaktors lässt sich ein Mikros Scanner realisieren.

### 3. Herstellung

Die Biegeaktoren bestehen aus gesputterten Dünnschichten und werden mit photochemischen Mikrostrukturierungsverfahren hergestellt. Die Abmessungen jedes der beiden Biegebalken betragen  $5 \times 0,5 \times 0,01 \text{ mm}^3$ . Die Mikrospiegel sind aus einem mit Au beschichteten Si-Wafer hergestellt. Mikromagnete werden mit Hilfe von Drahterosion aus SmCo gefertigt. Abschließend werden die einzelnen Komponenten mit Klebetechniken mechanisch miteinander verbunden und der Aktor mittels Spaltschweißen elektrisch kontaktiert. Abb. 2 zeigt einen Prototypen des optischen Mikros Scanners. Die Gesamtabmessungen betragen  $9 \times 3 \times 5 \text{ mm}^3$ .

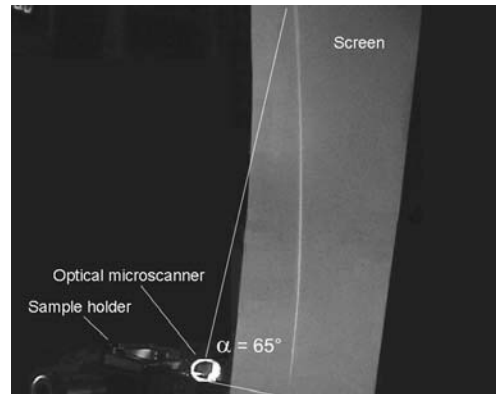


**Abb. 2:** Prototyp eines optischen Mikros Scanners aus  $\text{Ni}_2\text{MnGa}$ . Die Dicke des Mikroaktors beträgt  $10 \mu\text{m}$ .

### 4. Optische Eigenschaften

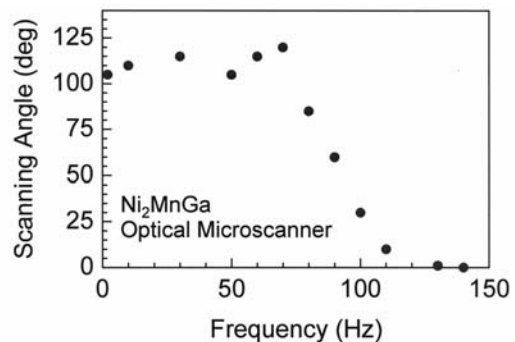
In Abb. 3 ist das Scanbild eines über den Mikrospiegel abgelenkten Laserstrahls zu sehen. Die gerade Linie zeigt, dass keine störenden lateralen Bewegungen im periodisch schwingenden Mikroaktor auftreten. Der Scanwinkel  $\alpha$  wird aus maximaler und minimaler Ablenkung des Laserstrahls bestimmt.

Eine Scanwinkel - Frequenz-Kennlinie mit optimaler Ansteuerleistung zeigt Abb. 4. Die Pulsdauer des elektrischen Heizimpulses beträgt



**Abb. 3:** Ein von einem Mikros Scanner-Prototypen abgelenkter Laserstrahl.  $\alpha$  bezeichnet den Scanwinkel.

2 ms. Es werden extrem große Scanwinkel von  $120^\circ$  beobachtet. Unterhalb einer kritischen Frequenz von ca. 75 Hz bleibt der Scanwinkel nahezu konstant. Dieses Tiefpassverhalten wird



**Abb. 4:** Scanwinkel - Frequenz - Kennlinie eines Mikros Scanner-Prototypen.

durch die Dynamik des Wärmeübergangs zum Mikroaktor bestimmt. Anhand der Pulsdauer von 2 ms und der kritischen Frequenz resultiert eine Zeitkonstante des Abkühlvorgangs im Biegeaktor von 10 ms.

Neben grundlegenden Scanneranwendungen mit einer Ablenkungsrichtung wie z.B. 1D-Barcodescannern erlaubt die Kombination von zwei Spiegelaktoren und eines Time-of-Flight-Systems die Realisierung komplexer 3D-Laserscanner-Systeme, z.B. zur Objekterkennung im Straßenverkehr (Fahrerassistenz-Systeme), für medizinische Analysen oder in der Umwelttechnik.

### Literatur

- [1] Kohl M., Brugger D., Ohtsuka M. und Takagi T., "A Novel Actuation Mechanism based on ferromagnetic SMA thin films", Proc., Transducers '03, Boston, USA, 2003, pp. 1011-1014.

# Refractive Röntgenlinsen in Polymer nach dem LIGA - Verfahren

Vladimir Nazmov <sup>1),2)</sup>, Elena Reznikova <sup>1)</sup>, Sven Achenbach <sup>1)</sup>, Martin Börner <sup>1)</sup>, Jürgen Mohr <sup>1)</sup>

<sup>1)</sup> Institut für Mikrostrukturtechnik, <sup>2)</sup> Universität Karlsruhe

## Zusammenfassung

Planare refractive Röntgenlinsen mit kreisförmigem, segmentartigem parabolischem und quasi-parabolischem (kinoform) Profil wurden mit Hilfe des LIGA – Verfahrens in SU8-Resist hergestellt. Die Linsen wurden im Energiebereich von 12 keV bis 55 keV an der ESRF getestet. Die parabolischen Linsen ermöglichen eine Fokalbreite von 0.32  $\mu\text{m}$ . Der Intensitätsgewinn beträgt 327. Die Linsen sind mindestens bis zu einer Strahlungsdosis von 2  $\text{MJ}/\text{cm}^3$  gegen Synchrotronstrahlung stabil.

## 1. Einführung

Refractive Röntgenlinsen stellen im Vergleich zu Zonenplatten und gebogenen Spiegeln ein einfaches und billiges Element zur Fokussierung von Röntgenstrahlung dar. Für Photonenenergien von 20 bis 100 keV liegt die theoretische Auflösungsgrenze für Linsen mit parabolischem Profil aus leichten Materialien bei ca. 20 nm. [1]. Um diesen Wert zu erreichen, sind präzise Fertigungsverfahren wie die LIGA-Technik mit Röntgentiefenlithografie notwendig.

## 2. Herstellung und Charakterisierung der Linsen

Für die Herstellung von planaren refraktiven Röntgenlinsen wird der Resist SU-8 verwendet. Dieser wandelt sich bei Röntgenbestrahlung und einem anschließenden Backprozess vom Pre-Polymer in ein strahlungsstabiles Polymernetzwerk. Mittels Röntgenabsorptionsmessung an ANKA wurde die chemische Zusammensetzung von SU-8 ermittelt. Mit einem Anteil von über 98% an leichten Elementen (Wasserstoff, Sauerstoff, Kohlenstoff) ist der lineare Absorptionskoeffizient im Energiebereich von 10 bis 30 keV etwa 10 mal kleiner als für Aluminium oder Silizium [2]. Damit ist es möglich bei einem optimierten Design der Linsen auch in diesem Energiebereich einen Intensitätsgewinn im Fokalfleck von mehreren Hundert zu erzielen (Abb.1) [3].

Da die Röntgentiefenlithografie Maßabweichung unter 1  $\mu\text{m}$  über die gesamte Strukturhöhe bis 1,1 mm ermöglicht, wurden refractive parabolische Linsen in SU-8 Schichten von 500  $\mu\text{m}$  bis

1100  $\mu\text{m}$  mit Krümmungsradien von 5  $\mu\text{m}$  bis 250  $\mu\text{m}$  und Stegen zwischen den Parabolsegmenten von 3  $\mu\text{m}$  hergestellt (Abb. 2). Der kleine Krümmungsradius von einigen Mikrometern und die dichte Anordnung der Linsensegmente ermöglicht eine kurze Brennweite auch für hochenergetische Röntgenstrahlung.

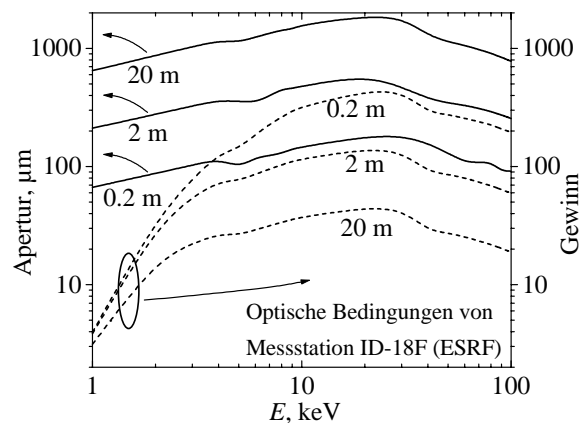


Abb. 1: Optimale Apertur und Intensitätsgewinn für refractive parabolischen Linsen aus SU-8 in Abhängigkeit von der Photonenenergie

Die horizontale Apertur der Linsen lag im Bereich einiger hundert Mikrometer. Sie lässt sich mittels Kinoformprofil bis 1500  $\mu\text{m}$  bei gleichzeitiger Absorptionsreduktion erweitern.

Tests zur Strahlungsstabilität ergaben auch bei einer Strahlungsdosis von 2  $\text{MJ}/\text{cm}^3$  keine Veränderungen, die die Fokussiereigenschaften beeinflussen. Dies ermöglicht bei normalen Bedingungen einen Einsatz der Linsen von mehreren Jahren [4].

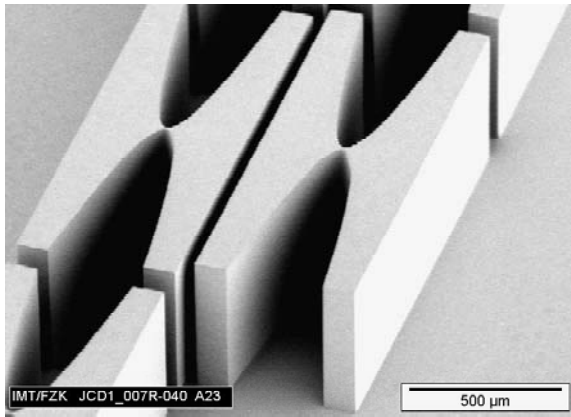


Abb 2: Lineare refractive planare Linse. Mit der Linse wird eine  $0.32 \mu\text{m}$  breite Fokallinie erzielt (Photonenenergie:  $14 \text{ keV}$ , gemessen an ID-18F von ESRF). Der Intensitätsgewinn beträgt 327.

Durch zwei schräge Bestrahlungen wurden unter einem Winkel von  $+45^\circ$  und  $-45^\circ$  stehende Strukturen mit parabolischem Profil erzeugt. Sie bilden eine Linse, die in einen Punkt fokussiert (Abb. 3). Die fokussierenden Eigenschaften entsprechen in diesem Fall einer Linse mit dem Profil eines Rotationsparaboloids.

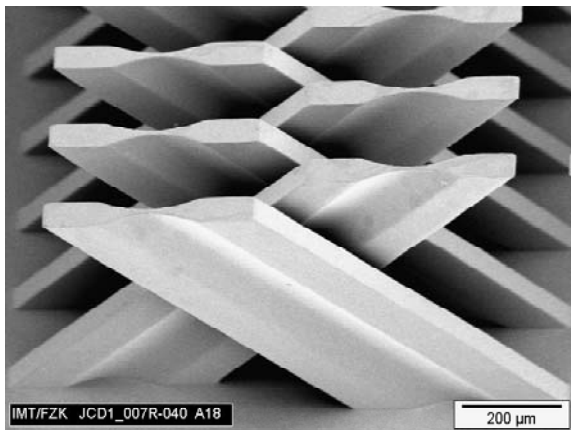


Abb.3. Gekreuzte Linse. Mit dieser Linse wurde ein Fokalfleck von  $2,7 \mu\text{m} \times 4,5 \mu\text{m}$  bei einer Photonenergie von  $14 \text{ keV}$  (gemessen an ID-18F an der ESRF) erzielt. Der Intensitätsgewinn betrug 239.

Die lithographische Herstellung mittels LIGA - Verfahren erlaubt es, verschiedene fokussierende Bauteile auf einem Wafer zu erzeugen, z.B. ein Linsenarray mit Linsen für unterschiedliche Photonenergien von  $1 \text{ keV}$  bis  $100 \text{ keV}$ . Dabei kann die Fokallänge der Linsen so eingestellt werden, dass sich die zu analysierende Probe in einem konstanten Abstand von der Linse befindet. Die mit diesen Linsen erzielbare örtliche Auflösung liegt bei etwa  $0,3 \mu\text{m}$ .

Die Linsen wurden an der ESRF und an ANKA charakterisiert. Dabei sind die Ergebnisse der linearen Linsen sowohl bzgl. Intensitätsgewinn ( $327$  an ID-18F der ESRF) und Fokalbreite ( $0,32$

$\mu\text{m}$ ) vergleichbar mit den theoretischen Ergebnissen und im Wesentlichen von der beugungsbegrenzten Auflösung und der Quellfleckgröße des Elektronenstrahls bestimmt. Die Werte für die gekreuzten Linsen sind kleiner als die theoretisch ermittelten. Dies liegt an der Verzerrung der Parabel durch die schräge Bestrahlung, was zu einem nicht idealen Paraboloid führt. Dieses Problem wird in einem zukünftigen Design behoben.

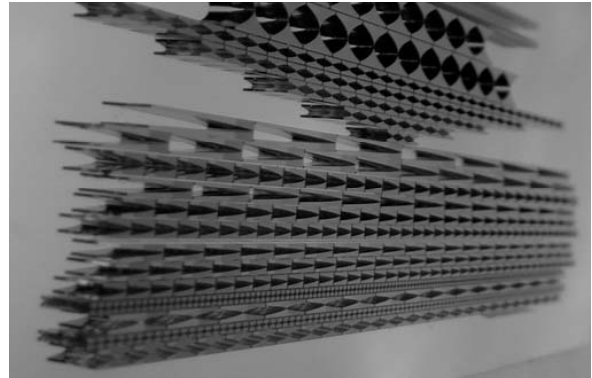


Abb. 4: Linsenarray auf einem Wafer zur Fokussierung von Photonen verschiedener Energie in einen Punkt ohne Brennweitenänderung.

### 3. Schlussfolgerungen

Fertigungsbedingungen und Designprinzipien zur Herstellung von refraktiven Röntgenlinsen aus SU-8 wurden erarbeitet. Die experimentell ermittelten Werte der Fokalfleckabmessungen und des Intensitätsgewinns bei Linsen mit einem Fokalabstand von etwa  $20 \text{ cm}$  sind in guter Übereinstimmung mit Rechnungen. Die gemessenen Fokalfleckabmessungen werden hauptsächlich von der Elektronenstrahlgröße bestimmt.

### Literatur

- [1] Lengeler B., Schroer C., Tümmler J., Benner B., Richwin M., Snigirev A., Snigireva I., Drakopoulos M., *J.Synchrotron Rad.* 6, 1153-1167 (1999).
- [2] Nazmov V., Rothe J., Reznikova E., Mohr J., *Nucl.Instr.Meth.Phys.Res.B*, (2003), in press
- [3] Nazmov V., Reznikova E., Snigirev A., Snigireva I., Mohr J., Achenbach S., and Saile V., *Microsystem Technologies*, in press
- [4] Nazmov V., Reznikova E., Snigirev A., Snigireva I., DiMichiel M., Grigoriev M., Mohr J., Matthis B., and Saile V., *Microsystem Technologies*, in press.

# Ein neuer Opto-ASIC für ein hochintegriertes Spektrometer

Sascha Wüstling, Thomas Kühner

Institut für Prozessdatenverarbeitung und Elektronik (IPE)

## Zusammenfassung

Wir stellen einen am IPE entwickelten Fotodiodenzeilen-ASIC mit per-pixel ADCs vor. In Verbindung mit dem am Institut für Mikrostrukturtechnik (IMT) entwickelten mikrooptischen LIGA-Spektrometerbaustein und einer einfachen aber kompakten Aufbau- und Verbindungstechnik bildet er die Grundlage für ein hochintegriertes VIS-Spektrometersystem. Das Ziel der Miniaturisierungsanstrengungen ist, das Spektrometer einschließlich einer Standardschnittstelle z.B. in einen USB-Stecker oder eine PCMCIA-Karte zu integrieren und gleichzeitig die Herstellungskosten zu senken.

## 1. Einleitung

Wie bei vielen Mikrosensorsystemen war auch die Miniaturisierung des LIGA-basierten Mikrospektrometers, das z.B. in [2] beschrieben wird, begrenzt durch die zugehörige Elektronik, die als Ausleseschaltung und zur Datenvorverarbeitung benötigt wird. Das Ziel der hier präsentierten Arbeit ist es, die Abmessungen der Spektrometerelektronik auf eine Grundfläche zu reduzieren, die diejenige des mikrooptischen Bausteines nicht überschreitet. Zur Erreichung dieses Zieles müssen die Möglichkeiten des full-custom ASIC<sup>1</sup>-Designs, die bis zum System-on-chip (SoC) reichen, und moderner Aufbau- und Verbindungstechnik ausgeschöpft werden.

## 2. LIGA-Mikrospektrometerbaustein

In [1] wird ein in LIGA-Technik hergestelltes, auf einem Hohlwellenleiter basierendes mikrooptisches Spektrometerbauelement beschrieben. Ein gleichartiges, jedoch für den sichtbaren Wellenlängenbereich dimensioniertes Bauelement wird im Rahmen der hier beschriebenen Arbeit benutzt. Es hat eine Grundfläche von 44 mm x 21,5 mm und eine Dicke von 2,3 mm. Das eigentliche funktionale Kunststoffteil benötigt zur Herstellung nur einen einzigen Abformschritt und besitzt eine hervorragende optische Güte. Das zu untersuchende Licht wird über eine Lichtleitfaser in das Bauelement eingekoppelt, während der Austritt des spektral zerlegten Lichtes etwa senkrecht zur Hauptebene über eine geneigte Reflexionsfläche erfolgt.

## 3. Fotodiodenzeilen-ASIC

Die Nutzung eines *flip-chip*-montierten Fotodiodenzeilen-ASICs anstatt einer kommerziellen Fotodiodenzeile im DIL-Gehäuse plus weiterer Ausleseelektronik ist die wichtigste Maßnahme bei der Integration der Spektrometerelektronik. Am IPE wurde ein Prototyp eines Fotodiodenzeilen-ASICs mit folgenden Merkmalen entwickelt:

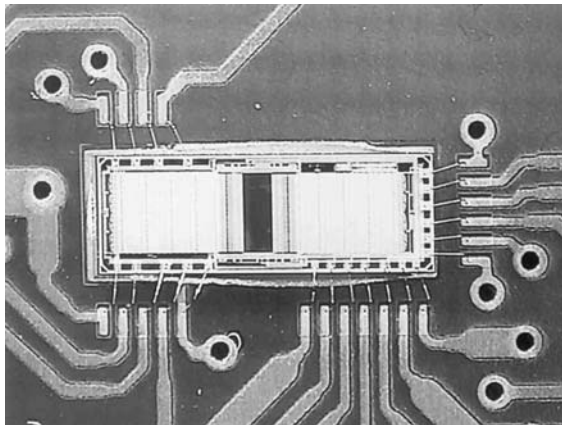
- 64 Pixel (zur Kostenersparnis, die endgültige Version wird 192 Pixel aufweisen), 25  $\mu\text{m}$  Pitch, 600  $\mu\text{m}$  Pixelhöhe, angepasst an den LIGA-Mikrospektrometerbaustein
- Per-pixel  $\Sigma\Delta$  ADCs erster Ordnung mit 16-bit Dezimierungsfiltern. Durch diese Architektur werden alle Pixel synchron integriert und - da jeder Pixel seinen eigenen ADC hat - die Geschwindigkeitsanforderungen an die ADCs sind relativ gering.
- Ein typischer Betriebsmodus liefert eine Frame-Rate von 76 Hz (13 ms Integrationszeit).
- Die Schnelle Synchroner Serieller Schnittstelle (SSC) erlaubt einfaches Auslesen.
- Standard-0.8 $\mu\text{m}$ -CMOS-Prozess (mixed-signal), gut geeignet für Einchip-Lösungen (SoC)
- 5V Single Supply

**Bild 1** zeigt den Chip auf einer Testbaugruppe, auf der er in Drahtbond-Technik (*chip-on-board*) montiert ist. Die Testbaugruppe ist kompatibel zu unserem hauseigenen Modulsystem zur Mikrosensor-Evaluierung, das auf dem Prozessor 80C164 von Infineon basiert. Die Daten werden über eine CAN-Schnittstelle an einen PC weiter-

---

<sup>1</sup> Application Specific Integrated Circuit

geleitet, wo sie nachbearbeitet und visualisiert werden.



*Bild 1: Der Prototyp des Fotodiodenzeilen-ASICs montiert in konventioneller Chip-on-board-Technik auf einer Testbaugruppe*

#### 4. Steuerungs- und Schnittstellen-IC

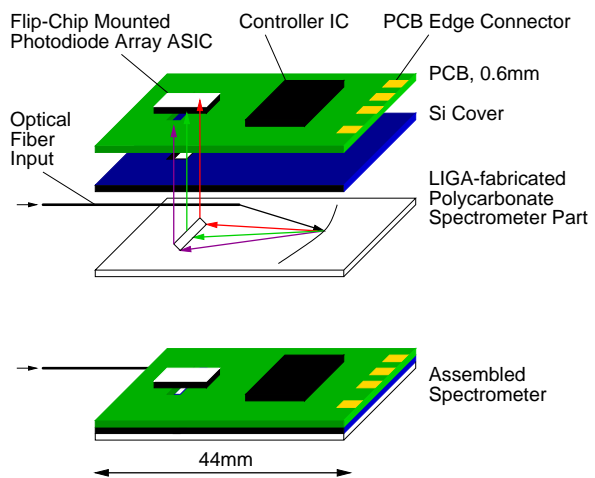
Die Nachverarbeitung, Analyse und Visualisierung von Messdaten geschieht heute sehr häufig auf PCs, deren Rechenleistung ausreichend ist, auch den Rohdatenstrom des hier vorgestellten Spektrometers zu verarbeiten. Auch aktuelle Schnittstellen wie USB sind schnell genug, um den Rohdatenstrom transferieren zu können. Die Hauptaufgabe eines Steuerungs- und Schnittstellen-ICs in einer Prototypvariante des Spektrometers ist daher lediglich die Umsetzung der vom Fotodioden-ASIC über die SSC-Schnittstelle gelieferten Daten in das gewünschte Standard-Schnittstellenformat, z.B. USB. Für diese Aufgabe ist nicht unbedingt ein Mikrocontroller nötig, sondern eine FPGA-basierte Lösung ist im Prototypstadium ausreichend. Dies hat zudem den Vorteil, dass eine Anpassung an verschiedene Anwendungen oder Schnittstellenformate durch Umprogrammierung des FPGAs einfach möglich ist. Für ein Seriengerät kann die FPGA-Logik leicht auf eine SoC-geeignete CMOS-Technologie portiert werden.

#### Literatur

[1] P.Krippner, J.Mohr: Hochempfindliche LIGA-Mikrospektrometersysteme für den Infrarotbereich, FZKA-Bericht 6346, Forschungszentrum Karlsruhe, 1999

#### 5. Aufbau- und Verbindungstechnik

Die flache, geschichtete Struktur des LIGA-Mikrospektrometerbausteins legt eine direkte Laminierung mit der Leiterplatte (PCB) nahe, die die Spektrometerelektronik mit dem Fotodioden-ASIC trägt (Bild 2). Der ASIC ist in *flip-chip-Technik* (also mit der lichtempfindlichen Seite nach unten) montiert, das spektral zerlegte Licht erreicht den Chip von unten durch einen Schlitz in der Leiterplatte. Die Komplexität des Spektrometeraufbaus wird somit auf ein Minimum reduziert. Justagemaßnahmen während der Fertigung werden auf einen einzigen 2D-Justageschritt beim Verkleben mit dem mikrooptischen Baustein reduziert.



*Bild 2: Aufbau- und verbindungstechnisches Konzept*

#### 6. Resümee

Durch den Einsatz eines optoelektronischen full-custom-ASICs, der eine Integration bis hin zur Ein-Chip-Lösung (SoC) ermöglicht, und geeigneter Aufbau- und Verbindungstechnik ist es möglich, ein komplettes Mikrospektrometer zu bauen, dessen Grundfläche nicht größer als die des mikrooptischen Bausteins ist. Die geringe Baugröße und die reduzierten Herstellungskosten eröffnen eine Vielzahl neuer Anwendungsmöglichkeiten des LIGA-basierten Mikrospektrometers. Attraktive Anwendungsbeispiele sind u.a. ein Spektrometer in einem USB-Stecker oder in einer PCMCIA-Karte.

[2] T.Kühner, P.Krippner: Systementwicklung für LIGA-Spektrometer, Wissenschaftlich-Technische Berichte, FZR-280, Forschungszentrum Rossendorf, 1999, S.41-46

[3] S.Wüstling: Highly Integrated VIS-Spectrometer, Proceedings of MICRO.tec 2003 VDE World Microtechnologies Congress, October 13-15, Munich, Germany, pp. 409-414

# Lab-on-a-Chip Systeme für die Kapillarelektrophorese

Andreas E. Guber<sup>1)</sup>, Dirk Herrmann<sup>1)</sup>, Holger Mühlberger<sup>1)</sup>, Werner Hoffmann<sup>2)</sup>, Mathias Heckeke<sup>1)</sup>, Alban Muslija<sup>1)</sup>, Andreas Gerlach<sup>3)</sup>, Norbert Gottschlich<sup>3)</sup>

<sup>1)</sup> Institut für Mikrostrukturtechnik

<sup>2)</sup> Institut für Instrumentelle Analytik

<sup>3)</sup> Greiner Bio-One GmbH, 72636 Frickenhausen

## Zusammenfassung

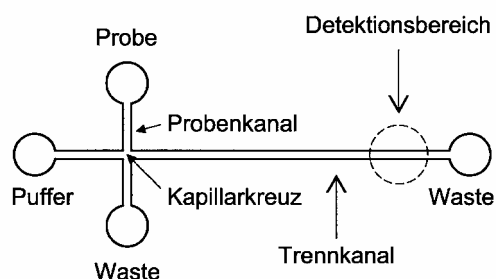
Miniaturisierte Analysensysteme (Lab-on-a-Chip-Systeme) gewinnen innerhalb der Life Sciences und der Biomedizintechnik immer mehr an Bedeutung. Typische Einsatzgebiete finden sich beispielsweise in einigen Bereichen der pharmazeutischen Industrie und in der diagnostischen Labormedizin. Mit Lab-on-a-Chip-Systemen, die nach dem Prinzip der Kapillarelektrophorese arbeiten, lassen sich Lösungen von anorganischen und organischen Ionen sowie auch sehr komplexe Lösungen von Biomolekülen in ihre Bestandteile auftrennen und mittels optischer oder elektrochemischer Messtechniken auch in geringen Konzentrationen nachweisen. Die hier vorgestellten Chipsysteme sind auf Basis von mikrotechnisch strukturierten Polymersubstraten erzeugt worden.

## 1. Einleitung

Lab-on-a-Chip-Systeme enthalten häufig ein System aus intelligent miteinander verschalteten Mikrokanälen, in denen sich mit Hilfe von elektrisch angelegten Feldern geeignete Flüssigkeiten (z. B. Biomoleküle oder Ionen) gezielt manipulieren lassen. Ebenso ist in einem elektrischen Feld die Auftrennung von Substanzmischungen aus verschiedenen Biomolekülen (DNA, Proteinen, etc.) oder anorganischen Ionen mittels Kapillarelektrophorese (CE) möglich. In den verschiedenen Bereichen der Life Sciences (Biotechnologie, pharmazeutische Industrie, etc.) und der biomedizinischen Labordiagnostik werden derzeit immer häufiger miniaturisierte CE-Systeme für diese Analysenaufgaben benötigt.

## 2. Funktionsweise und mikrotechnische Fertigung von Lab-on-a-Chip-Systemen zur Kapillarelektrophorese

Abb. 1 zeigt in einer schematischen Darstellung den Aufbau sowie die Funktionsweise eines mikrofluidischen Systems zur Kapillarelektrophorese. Es besteht in der einfachsten Ausführungsform lediglich aus zwei sich kreuzenden Mikrokanälen, die über Reservoirbereiche befüllt werden können. Nach dem Einbringen von Pufferlösung in das gesamte mikrofluidische CE-System, dient der kürzere Kanal als Probenkanal zur Einschleusung von Probenmaterial in den Bereich des Kapillarkreuzes.



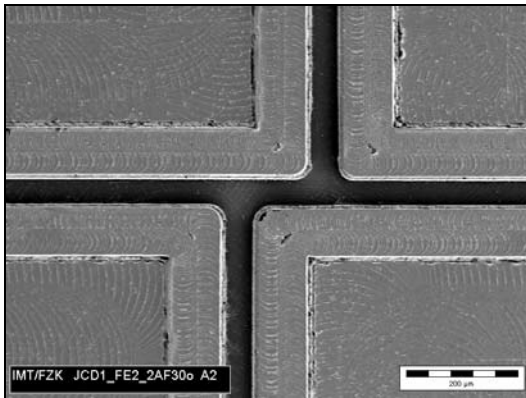
**Abb. 1:** Aufbau und Funktionsweise eines Lab-on-a-Chip-Systems zur Kapillarelektrophorese.

Das Einschleusen geschieht mit Hilfe eines zwischen dem Proben-Reservoir und dem Waste-Reservoir angelegten elektrischen Feldes. Dabei wird die aufzutrennende Probenmischung durch den gesamten Probenkanal transportiert. Dafür müssen entweder entsprechende Elektroden von oben in die Reservoirbereiche abgesenkt werden oder es müssen direkt auf dem CE-Chip elektrische Leiterbahnen geführt werden. Nach dem Umschalten des elektrischen Feldes wird im wesentlichen die im eigentlichen Kreuzungsbereich befindliche Probenmenge in den Trennkanal injiziert und dort entsprechend der elektrischen Ladungen und der Molekülgröße in ihre einzelnen Bestandteile aufgetrennt. Eine optische oder elektrochemische Detektion erfolgt am Ende des Trennkanals.

Zur Fertigung mikrofluidischer Systeme stehen inzwischen verschiedene mikrotechnische Fertigungsmethoden zur Verfügung. Eine kostengünstige Produktion von CE-Chips auf Polymer-



basis ist mit den gängigen Replikationstechniken, wie dem Vakuumheißprägen oder dem Mikrospritzgießen möglich. In allen Fällen wird ein geeignetes metallisches Abformwerkzeug benötigt, welches die inversen Formen der mikrofluidischen Strukturen aufweist. Entsprechend den Anforderungen (Kanaldesign, Qualität der Kanaloberflächen, etc.) kann dabei auf verschiedene Herstellungsverfahren zurückgegriffen werden. Dazu zählen die Mikrozerspanung, die  $\mu$ EDM-Technik (Mikro-Erodiertechnik), die UV-Lithographie kombiniert mit einem mikrogalvanischen Schritt oder die LIGA-Technik. Abb. 2 zeigt das REM-Bild eines durch Heißprägen erzeugten Mikrokanalsystems aus PMMA mit einer integrierten Doppel-T-Kanalkreuzung. Weitere mikrofluidische CE-Systeme werden in der Zwischenzeit auch aus anderen Materialien wie z. B. COC, PS und PC hergestellt.



**Abb. 2:** REM-Bild einer Doppel-T-Kanalkreuzung zur Vergrößerung des Injektionsvolumens.

Mikrokapillarstrukturen erhält man erst durch passgenaues Abdecken aller Mikrokanäle mit speziell angepassten Abdeckfolien, die mittels verschiedener Verbindungstechnologien (z. B. Lösungsmittelkleben, UV-unterstütztes Bonden, Thermobonden) aufgebracht werden.

### 3. Durchführung von CE-Trennungen in den Lab-on-a-Chip-Systemen

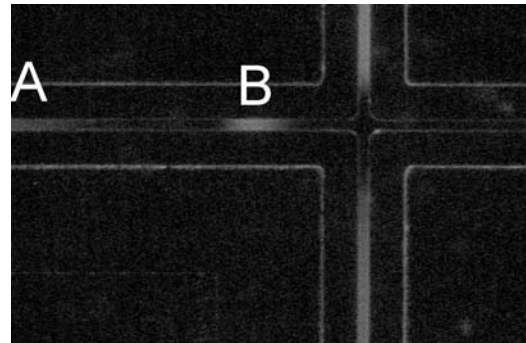
An den verfügbaren CE-Systemen können Trennversuche von geladenen Teilchen in elektrischen Feldern durchgeführt werden.

Abb. 3 zeigt das Ergebnis eines elektrokinetischen Injektionsversuchs, bei dem ein Fluoreszenzfarbstoffgemisch aus Fluorescein und Dich-

#### Literatur

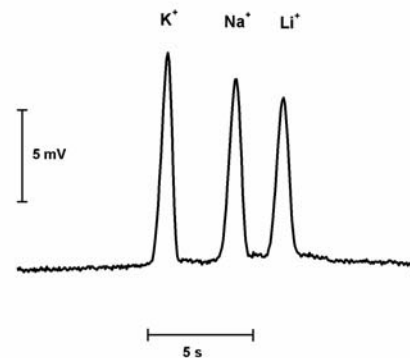
- [1] Guber, A.E. et al.: *Microfluidic Lab-on-a-Chip Systems based on Polymers – Fabrication and Application*. IMRET7-Konferenz, Book of Abstracts (2003) 109-111.

lorfluorescein in den Trennkanal injiziert worden ist. Deutlich sind zwei aufgetrennte Plugs in etwa 0,5 und 1,75 mm Entfernung vom Kapillarkreuz zu erkennen.



**Abb. 3:** Injektion eines Fluoreszenzfarbstoffgemischs in den Trennkanal und Auftrennung der Komponenten.

Zur elektrochemischen Detektion von im Trennkanal separierten Ionenmischungen stehen verschiedene Meßmethoden zur Verfügung. So kann z. B. am Ende des Trennkanales mit Hilfe von integrierten miniaturisierten Messelektroden die elektrische Leitfähigkeit direkt in der Lösung gemessen werden oder über zwei extern angeordnete Messelektroden wird die Leitfähigkeit „kontaktlos“ gemessen (CCD-Technik). Abb. 4 zeigt als Beispiel ein Elektropherogramm, das die exakte Auftrennung von drei Kationen ( $K^+$ ,  $Na^+$ ,  $Li^+$ ) mittels CCD-Technik demonstriert.



**Abb. 4:** Elektropherogramm von drei aufgetrennten Kationen.

- [2] Gottschlich, N. et al.: *Mass Production of Plastic Chips for Microfluidic Applications*. Proc. LabAutomation 2004, San Diego, USA.
- [3] Gerlach, A. et al.: *High Density Plastic Microfluidic Platforms for Capillary Electrophoresis Separation and High Throughput Screening*. Sensors and Materials 14 (3) (2002) 119-128.

# AMANDA-Flusssensor für Mikrodosieranwendungen

Ralf Ahrens<sup>1)</sup>, Dirk Dittmann<sup>1)3)</sup>, Zeno Rummler<sup>1)4)</sup>, Werner K. Schomburg<sup>1)5)</sup>,  
Klaus Schlote-Holubek<sup>2)</sup>

<sup>1)</sup> Institut für Mikrostrukturtechnik

<sup>2)</sup> Institut für Prozessdatenverarbeitung und Elektronik

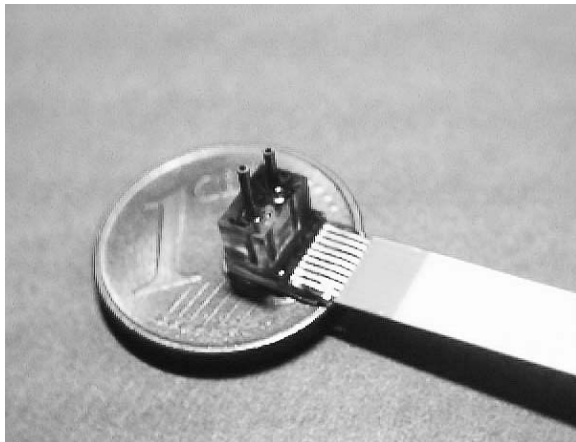
neue Adressen: <sup>3)</sup> Robert Bosch GmbH, Reutlingen, <sup>4)</sup> SAP AG, Walldorf, <sup>5)</sup> RWTH Aachen

## Zusammenfassung

Am Institut für Mikrostrukturtechnik wurde ein Flusssensor entwickelt, der mit dem AMANDA-Verfahren hergestellt wird. Dieser Flusssensor (Abb. 1) mit den Abmessungen  $5,5 \times 5,7 \times 1,2 \text{ mm}^3$  arbeitet nach dem thermischen Anemometerprinzip und kann sowohl mit Gasen als auch mit Flüssigkeiten betrieben werden. Abhängig von der Geometrie des Fluidkanals konnte in Flüssigkeiten eine Empfindlichkeit von 100 nl/min erreicht werden.

## 1. Einführung

Für die Dosierung kleinster Flüssigkeitsmengen besteht ein Bedarf an kostengünstigen Flusssensoren. Das am Institut für Mikrostrukturtechnik entwickelte AMANDA-Verfahren [1] bietet die Möglichkeit, preiswerte mikrofluidische Komponenten aus polymeren Werkstoffen in einem Batchprozess zu fertigen.

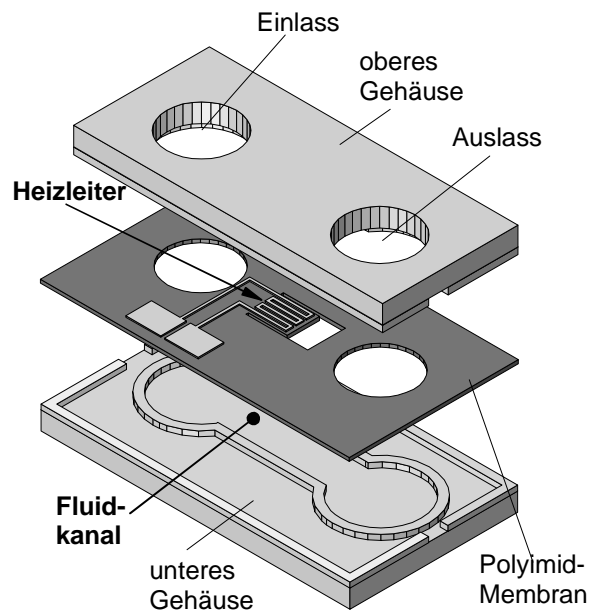


**Abb. 1:** Flusssensor verglichen mit einer 1 Cent-Münze

## 2. Design des Flusssensors

Ein auf dem thermischen Anemometerprinzip basierender Flusssensor besteht aus mindestens einem „Heizdraht“, der in einem Fluidkanal aufgehängt ist. Werden Temperatur, Zusammensetzung und Druck des Fluids konstant gehalten, entspricht die Energie, die nötig ist, um eine vorgegebene Temperaturerhöhung aufrecht zu erhalten, der Strömungsgeschwindigkeit und damit dem Volumenstrom des Fluids. Da im

allgemeinen die Temperatur des Mediums nicht konstant gehalten werden kann, wird üblicherweise ein zweiter Heizdraht zur Temperaturmessung eingesetzt. Ist dagegen wie im vorliegenden Fall die thermische Masse des Sensors sehr klein, genügt ein einziger Heizleiter, um abwechselnd Temperatur und Strömungsgeschwindigkeit zu messen.



**Abb. 2:** Aufbau des Flusssensors

Abb. 2 zeigt den Aufbau des Flusssensors [2]. Die beiden abgeformten Gehäuseschalen bilden den Fluidkanal, wobei die obere Gehäuseschale Öffnungen für Ein- und Auslass beinhaltet. Dazwischen ist eine  $2,4 \mu\text{m}$  dünne Polyimidmembran angeordnet, in der der  $5 \mu\text{m}$  breite und  $100 \text{ nm}$  hohe Heizleiter eingebettet ist. Durch die

nur einseitige Einspannung der Membran wird gewährleistet, dass sich Zugspannungen aufgrund der thermischen Ausdehnung des Gehäuses nicht auf den Heizleiter übertragen können.

### 3. Experimentelle Ergebnisse

#### 3.1 Ansprechzeit des Sensors

Zur Ermittlung der Ansprechzeit des Sensors wurde der Heizleiter in einen Zweig einer Wheatstone-Brückenschaltung integriert, in die ein Konstantstrom eingespeist wurde. Dann wurde der Sensor unmittelbar mit dem Ausgang eines Piezoventils verbunden, dessen Ansprechzeit weniger als 1 ms beträgt [3].

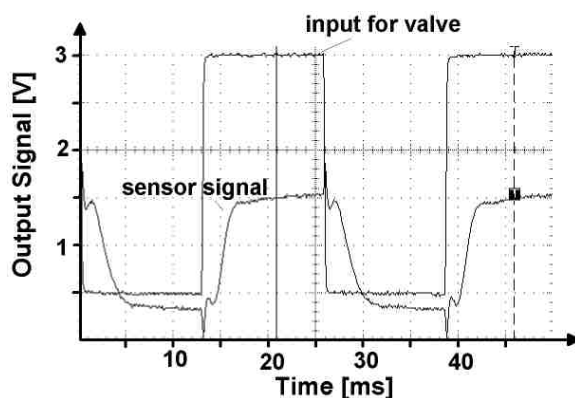


Abb. 3: Ansprechzeit des Flusssensors

2,5 bis 3 ms nach dem jeweiligen Schaltvorgang des Ventils zeigte der Sensor eine Änderung des Gasflusses an, wobei diese Ansprechzeit der Summe der Reaktionszeiten von Ventil und Sensor entspricht (siehe Abb. 3).

Diese kurze Ansprechzeit erlaubt es, bei diesem Flusssensor nur einen einzigen Heizleiter zu verwenden, der mit Hilfe einer speziellen Elektronik abwechselnd zur Temperatur- und Strömungsmessung verwendet wird.

#### 3.2 Betrieb mit Gasen und Flüssigkeiten

Im Verlauf der Entwicklungsphase wurden Sensoren mit Kanalgeometrien zwischen  $45 \times 220 \mu\text{m}^2$  und  $600 \times 240 \mu\text{m}^2$  aufgebaut. Die entsprechenden Messbereiche lagen zwischen 0,1 sccm und 500 sccm für Stickstoff und zwischen 1  $\mu\text{l}/\text{min}$  und 2,5  $\text{ml}/\text{min}$  für Wasser.

Abb. 4 zeigt ein typisches Beispiel eines Sensors mit einem Kanalquerschnitt von  $390 \times 240 \mu\text{m}^2$  für den Betrieb mit Stickstoff. Die Temperaturerhöhung wurde auf 33 °C eingestellt.

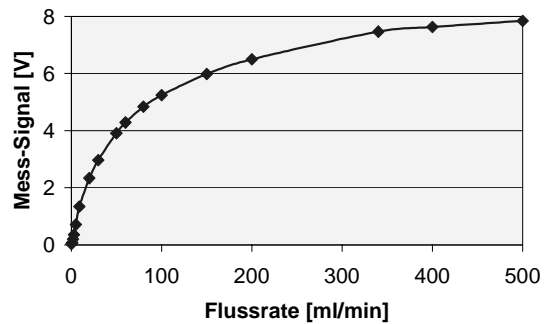


Abb. 4: Mess-Signal als Funktion der Flussrate von Stickstoff

Bei Betrieb mit Wasser wurde eine kleinere Temperaturerhöhung von 8 °C gewählt. Abb. 5 zeigt das Messergebnis für einen Sensor mit der gleichen Kanalgeometrie.

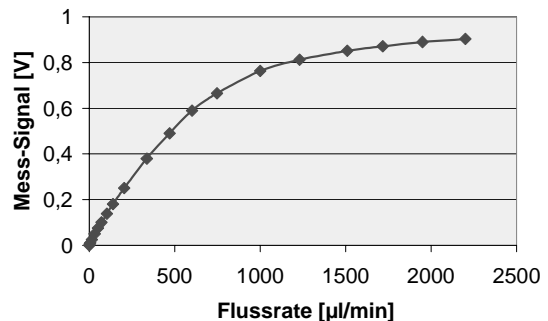


Abb. 5: Mess-Signal als Funktion der Flussrate von Wasser

Auf Basis der vorliegenden Ergebnisse wurde ein optimiertes Sensordesign entworfen, das die Batchfertigung von 40 einheitlichen Sensoren mit einer Kanalgeometrie von  $400 \times 240 \mu\text{m}^2$  erlaubt.

### Literatur

- [1] Schomburg, W.K., Ahrens, R., Bacher, W., Martin, J., Saile, V., „AMANDA – Surface Micromachining, Molding, and Diaphragm Transfer“, *Sensors and Actuators A* 76, 1999, 343 – 348.
- [2] Dittmann, D., Rummler, Z., Schlote-Holubek, K., Schomburg, W.K., „Durchflusssensoren aus Kunststoff für sehr kleine Volumenströme auf der Basis des AMANDA-Verfahrens“, *Wissenschaftliche Berichte, FZKA-6710*, 2000; und *Dissertation, Universität Karlsruhe* 2001
- [3] Rogge, T., Rummler, Z., Schomburg, W. K., „Piezo-Driven Polymer Microvalve Manufactured by the AMANDA Process“, *Proc. Eurosensors XVI, Prague, 15 – 18 September 2002*, 109-110.

# Die Karlsruher Mikronase KAMINA: Universeller chemischer Zustandsmelder für Industrie, Umwelt und Haushalt als integrierbares kostengünstiges Mikrosystem

Thomas Walter, Christina Arnold, Joachim Goschnick  
Forschungszentrum Karlsruhe, Institut für Instrumentelle Analytik

## Zusammenfassung

Die am Forschungszentrum Karlsruhe entwickelte Karlsruher Mikronase KAMINA beruht auf einem einzigartigen, hochintegrierten Gradienten-Mikroarray aus einem einzigen gasempfindlichen Metalloxidfilm. Durch konsequente Anwendung der Mikrosystemtechnik ist es gelungen, exzellente Empfindlichkeit und hohes Gasunterscheidungsvermögen mit kompakter Bauweise, geringem Energieverbrauch und niedrigen Kosten zu kombinieren. Die Entwicklung der KAMINA ist darauf angelegt, ein vielseitig einsetzbares, integrierbares gasanalytisches Modul zu niedrigen Kosten verfügbar zu machen, welches die weite Palette potentieller Anwendungen in Industrie, Umwelt und Medizin sowie letztlich auch in Massenprodukten erschließt. Beispielhaft wird die Anwendung der KAMINA als Luftqualitätsmonitor mit Warnfunktion vorgestellt.

## 1. Einleitung

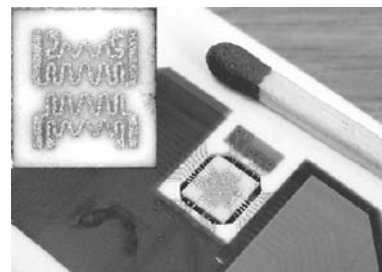
Ein Geruch ist häufig charakteristisch für die Qualität eines Produkts oder den Zustand eines Prozesses. Verdorbene Lebensmittel, schmorende Elektrokabel und gesundheitsschädliche Gase warnen uns durch ihren Geruch. Aber auch wenn die menschliche Nase keinen Geruch wahrnimmt, zeichnet sich ein Prozesszustand oder die Qualität eines Produkts oft durch ein charakteristisches Gasensemble aus. Dies ist die Grundlage für eine schnelle Bewertung der Produktqualität bzw. eine kontinuierliche Überwachung und Regelung von Prozessen mit der Elektronischen Nase KAMINA.

Die Entwicklung am Forschungszentrum Karlsruhe zielt darauf ab, hohe gasanalytische Leistung derart platzsparend und kostengünstig zu realisieren, dass damit auch Massenprodukte wie Haushaltsgeräte, gebäudetechnische Anlagen oder Automobile ausgestattet werden können. Die Verfügbarkeit chemisch-analytischer Informationen in Systemen der Industrie oder im Haushalt eröffnet neue Dimensionen intelligenter Systeme, die mehr Sicherheit bieten, weniger Energie und Material verbrauchen, umweltverträglicher sind und nicht zuletzt auch mehr Funktion und Komfort bieten als ihre konventionellen Vorläufer.

## 2. Funktionsweise

Herzstück der KAMINA ist ein Sensorchip (Abb. 1 und 2), der aus einem einzigen monolithischen Metalloxidfeld besteht, welches durch parallele Elektrodenstreifen in graduell unterschiedliche

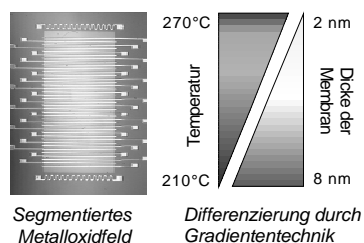
Sensorsegmente unterteilt wird. Das Messprinzip beruht auf der reversiblen Abhängigkeit der elektrischen Leitfähigkeit halbleitender Metalloxide bei erhöhter Temperatur von der Zusammensetzung der sie umgebenden Gas-Atmosphäre.



**Abb. 1:** In einer Keramikträgerkarte an Golddrähten aufgehängter KAMINA-Chip mit 16 Sensorsegmenten. Die Drähte dienen sowohl der elektrischen Kontaktierung als auch der mechanischen Halterung. Auf der Rückseite (oben links) sind vier Heizmäander zur kontrolliert inhomogenen Beheizung des Mikroarrays.

Die Neuartigkeit der Karlsruher Technologie besteht in der Bauweise des Multisensorfelds. Durch das Aufbringen der Elektrodenstruktur entsteht das gesamte Mikroarray in einem einzigen Fertigungsschritt [1,2]. Daher ist der KAMINA-Chip kostengünstig herstellbar. Ein kontrollierter Temperaturgradient in Kombination mit einem Schichtdicken-Gradienten einer über der Metalloxidschicht aufgetragenen gaspermeablen Membran (Größenordnung einige nm) sorgt für eine Sensorreaktion, die von Segment

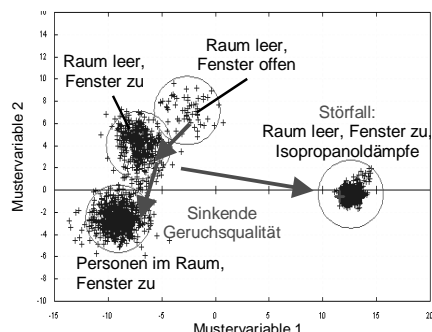
zu Segment graduell variiert. Die Signale der Sensorelemente bilden ein charakteristisches Leitfähigkeitsmuster, dessen Art und Intensität die Zusammensetzung des Umgebungsgases widerspiegelt. Jeder Punkt einer LDA (Lineare Diskriminanzanalyse) repräsentiert ein derartiges Leitfähigkeitsmuster.



**Abb. 2:** Segmentiertes Metalloxydfeld mit 39 Elektrodenstreifen sowie zwei Platinmäandern zur Temperaturmessung (links). Schematische Darstellung der Differenzierung der Sensorsegmente durch die Gradiententechnik (rechts).

### 3. Anwendungsbeispiel Raumluftqualität

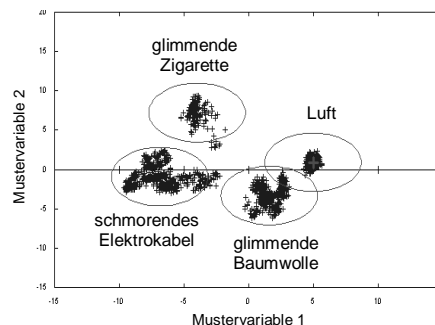
Die universelle Einsetzbarkeit des Gradienten-Mikroarrays eröffnet eine immense Palette an Anwendungsmöglichkeiten [1,2]. Beispielhaft werden an dieser Stelle Untersuchungen zum Einsatz der KAMINA als Luftqualitätsmonitor mit Warnfunktion vorgestellt.



**Abb. 3:** LDA der Signalmuster des KAMINA-Chips bei Luftqualitäts-Messungen in einem Vortragsraum sowie bei der Simulation eines Störfalls mit Isopropanol

In einem Vortragsraum wurde die durch die Anwesenheit von Personen hervorgerufene Luftbeeinträchtigung verfolgt. Im leeren Raum wurden außerdem wenige Mikroliter Isopropanol ausgebracht, um Störfälle zu simulieren. Die verschiedenen Zustände der Raumluftqualität können deutlich voneinander unterschieden werden (Abb. 3). Bei offenem Fenster ist die Belastung der Raumluft am geringsten, bei geschlossenem Fenster machen sich bereits die raumimmanenten Gerüche der Baustoffe und des Mobiliars deutlich bemerkbar. Zusätzlich zu

diesen permanenten Quellen kommen während eines Seminars die Ausdünstungen und der Atem der anwesenden Personen hinzu. Störfälle können eindeutig von den Zuständen einer normalen Raumnutzung unterschieden und entsprechende Warnmeldungen ausgegeben werden. Zuvor eintrainierte Störfälle können darüber hinaus auch identifiziert und bei Bedarf quantifiziert werden.



**Abb. 4:** LDA der Signalmuster des KAMINA-Chips bei verschiedenen Brandsituationen.

Analog ist auch der Einsatz der KAMINA als Brandmelder möglich (Abb. 4). Dazu wurden die Ausdünstungen verschiedener schmoresender Materialien bereits vor der eigentlichen Rauchentwicklung analysiert. Unterschiedliche Materialien wie beispielsweise überhitzte Kabelisolationen können differenziert werden [3]. Damit lässt sich eine pränatale Brandwarnung realisieren, die bereits vor dem Auftreten eines offenen Feuers Alarm schlägt. Auch Gaslecks sind in dieser Weise identifizierbar [4].

### Literatur

- [1] Goschnick, J., „An electronic nose for intelligent consumer products based on a gas analytical gradient microarray“, *Micro-electronic Engineering*, 57-58 (2001) S. 693-704
- [2] Goschnick, J., Walter, T. (Hrsg.), „ELMINA: Elektronische Mikronasen für Überwachungs- und Regelaufgaben in Gebäuden und Produktionsanlagen“, *Wissenschaftliche Berichte, FZKA-6893* (2003)
- [3] Harms, M., Goschnick, J., „Early Detection and Distinction of Fire Gases with a Gas Sensor Microarray“, *12<sup>th</sup> International Conference On Automatic Fire Detection, Gaithersburg, USA, (2001) Proceedings* S. 416-431
- [4] Goschnick, J., „Die Elektronische Nase: Ein neuer Weg für kostengünstige Überwachung und Regelung“, *Gaswärme International*, 50 (2001) S. 293-299

## Institute im Programm Mikrosystemtechnik

IAI:	Institut für Angewandte Informatik	IMF III:	Institut für Materialforschung III
IFIA:	Institut für Instrumentelle Analytik	IMT:	Institut für Mikrostrukturtechnik
IKET:	Institut für Kern- und Energietechnik	IMVT:	Institut für Mikroverfahrenstechnik
IMB:	Institut für Medizintechnik und Biophysik	IPE:	Institut für Prozessdatenverarbeitung und Elektronik
IMF I:	Institut für Materialforschung I	IRS:	Institut für Reaktorsicherheit
IMF II:	Institut für Materialforschung II	ITG:	Institut für Toxikologie und Genetik

## Autorenverzeichnis

<u>Name</u>	<u>Seite</u>
Achenbach, Sven	25, 181, 183, 231
Ahrens, Ralf	237
Aktaa, J.	207
Amberg, J.	189
Arendt, Markus	185
Arnold, Christina	239
Bade, Klaus	95, 181, 207
Bär, Manfred	221
Barié, Nicole	111
Bauer, Werner	95
Baumeister, Gundi	95
Bekker, V.	103
Bender, Florian	111
Binder, J.R.	39
Bittner, Klaus	75
Blank, Thomas	51, 147, 197
Bley, P.	1
Böhle, U.	205
Böhm, Johannes	217
Bohn, Lothar	129, 213
Börner, Martin	179, 231
Bouquet, Heiko	111
Brandner, Jürgen J.	129, 211
Brenner-Weiß, Gerald	117
Brugger, Daniel	229
Bruns, Michael	153
Buth, Gernot	187
Büttner, Jörg	153
Dickerhof, Markus	75
Dittmann, Dirk	237
Dittrich, Harald	221, 225
Eberle, Franz	199
Ehrhard, P.	165
Eichhorn, Lutz	193
Eppler, Wolfgang	111
Exner, D.	207
Fabricius, N.	1
Farangis Zadeh, Hamid	165
Fettig, R.	25
Finke, Steffi	217, 219
Finnah, Guido	201
Frietsch, Markus	45
Gaganidze, E.	219
Gemmeke, Hartmut	147, 195
Gengenbach, Ulrich	75, 147, 199, 221

<u>Name</u>	<u>Seite</u>
Gerlach, Andreas	235
Ghidrsa, Bradut	171
Gies, Albert	187
Gietzelt, Thomas	89, 193
Göbel, G.	195, 197
Görke, Oliver	213
Goschnick, Joachim	19, 239
Göttert, Jost	179
Gottschlich, Norbert	235
Greiner, Thomas	203
Guber, Andreas E.	235
Guttmann, Markus	181, 189
Haas-Santo, Katja	213
Hagelstein, Michael	187
Hahn, Lothar	181
Halbritter, Anke	171
Hanemann, Thomas	13, 95, 179, 217
Hansjosten, Edgar	129
Hartmann, Volker	111
Haußelt, Jürgen	13, 39, 179, 201
Heckele, Mathias	95, 221, 225, 235
Heidinger, Roland	89, 219
Hein, Herbert	183
Heldele, Richard	179
Henning, Torsten	211
Hensel, Andreas	137
Henzi, Patric	183, 217, 219
Herberger, Ursula	187
Hermatschweiler, M.	25
Herrmann, Dirk	235
Hertkorn, Katrin	187
Hoffmann, Holger	71
Hoffmann, Werner	235
Hofmann, Andreas	199, 221
Holleck, H.	31
Hollenbach, Uwe	159, 221, 223
Holpe, Herbert	215
Holstein, Nils	95, 189, 191
Hörhold, Andreas	51
Huber, Norbert	153, 209
Huttel, Erhard	187
Imke, Uwe	171
Jakobs, Peter	183, 185
Janssen, Achim	181, 183, 207
Kadel, Klaus	221

<b><u>Name</u></b> .....	<b><u>Seite</u></b>
Kamlah, M.....	205
Kando, J.....	25
Klose, E. ....	39
Knitter, Regina.....	203
Knorpp, E.....	39
Kohl, Manfred .....	229
Köhler, Bernd.....	199
Köhler, Uwe .....	181
Konys, J.....	191
Kraft, Oliver .....	153, 209
Kraut, Manfred.....	137
Kreuzberger, S. ....	57
Kühner, Thomas .....	233
Lange, Jürgen.....	185
Länge, Kerstin .....	117
Laskewitz, B. ....	205
Last, Arndt .....	181, 227
Lehmann, Peter .....	227
Leiste, H.....	103
Litfin, Karsten.....	217, 219
Lorenz, J.....	191
Lubert, Karl-Heinz.....	111
Lücke, Peter .....	227
Maas, Dieter .....	183
Maier, Susanne .....	199
Mappes, T.....	25
Matthis, Barbara .....	183
Meisel, D. C. ....	25
Meisel, I. ....	165
Merz, Lothar .....	95
Mexner, Wolfgang .....	187
Meyer, Pascal.....	183, 185
Mohr, Jürgen .....	25, 57, 71, 123
.....	219, 231, 221, 223, 227
Moneke, M. ....	189
Moritz, Holger .....	65, 75
Motz, Günter .....	179
Mühlberger, Holger.....	235
Müller, Klaus .....	201
Müller, T.....	195
Muslija, Alban .....	235
Naumann, K.....	191
Nazmov, Vladimir .....	231
Örlygsson, Gissur .....	201
Oskotski, E. ....	191
Osten, Wolfgang.....	227
Pfeifer, Peter.....	129, 213
Pfeifer, Steffen.....	187
Pfleging, Wilhelm.....	89, 189, 217, 219
Piotter, Volker .....	95, 191, 201
Pont, Montserrat .....	187
Rakoczy, Rainer A.....	137
Rapp, Michael.....	111, 117

<b><u>Name</u></b> .....	<b><u>Seite</u></b>
Reinecke, Holger .....	221, 223
Reszat, J.-Th.....	207
Reznikova, Elena .....	231
Rinke, Günter .....	129, 215
Risthaus, Peter .....	203
Ritzhaupt-Kleissl, Hans-Joachim .....	13, 39
Rohde, Magnus.....	89
Rummler, Zeno .....	237
Ruprecht, Aiko .....	227
Ruprecht, Robert.....	13, 95, 191, 201
Schacht, Michael.....	137
Schaller, Thomas .....	65, 89
Schanz, G. ....	191
Scharnowell, Rudolf .....	199, 221
Scherhauser, Dennis .....	193
Schlote-Holubek, Klaus.....	195, 237
Schneider, Thomas.....	19
Schomburg, Werner K. ....	57, 221, 225, 237
Schönfelder, Sven.....	227
Schröer, Martin .....	221, 225
Schubert, Klaus.....	129, 137, 137, 211
Schulz, Joachim .....	83, 181, 185
Schulz, Michael.....	179
Schygulla, Ulrich .....	129
Seemann, K. ....	103, 189
Shakhvorostov, Dmitry.....	209
Sieber, Ingo.....	159, 221, 223
Skupin, Henrik.....	199
Stautmeister, Torsten.....	221, 223
Steinbock, Lothar .....	217
Stotzka, R.....	195
Stüber, M.....	31
Szabo, Vinga.....	13
Thelen, Richard.....	185
Tiziani, Hans .....	227
Truckenmüller, Roman.....	95
Tyulyukovskiy, Eduard .....	209
Uetz, Peter .....	117
Ulrich, S.....	31
Utech, Hermann.....	221, 225
Voigt, Achim.....	111, 117
Volkert, C.A. ....	207
Wallrabe, Ulrike.....	219, 221, 223
Walter, Thomas.....	19, 239
Wang, Z.....	205
Wegener, M.....	25
Wenka, Achim .....	137, 171, 215
Winkler, Frank.....	181
Wörner, Martin .....	171
Wunsch, Torsten.....	193
Wüstling, Sascha .....	233
Zhou, D. ....	205