

KfK 5251  
Oktober 1993

# **Konzeption, Entwicklung und Realisierung einer Mikromembranpumpe in LIGA-Technik**

R. Rapp, W. K. Schomburg, P. Bley  
Institut für Mikrostrukturtechnik

**Kernforschungszentrum Karlsruhe**



Kernforschungszentrum Karlsruhe

Institut für Mikrostrukturtechnik

KfK 5251

**Konzeption, Entwicklung und Realisierung  
einer Mikromembranpumpe  
in LIGA-Technik**

R. Rapp<sup>\*)</sup>, W.K. Schomburg, P. Bley

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

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe

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

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH  
Postfach 3640, 76021 Karlsruhe

ISSN 0303-4003

## Konzeption, Entwicklung und Realisierung einer Mikromembranpumpe in LIGA-Technik

### Zusammenfassung

Durch die Kombination der LIGA-Technik mit Verfahren zur Membranherstellung wurde eine Mikromembranpumpe entwickelt, mit der Gase und Flüssigkeiten gefördert werden können. Zur Fertigung der Pumpe wurde ein Verfahren erarbeitet, mit welchem LIGA-Hohlstrukturen von 100  $\mu\text{m}$  Höhe hergestellt wurden, welche einseitig durch eine flexible Membran begrenzt sind. Eine 2,7  $\mu\text{m}$  dünne Titanmembran mit 5 mm Durchmesser wurde weder durch einen statischen Differenzdruck von 6000 hPa noch durch  $10^6$  Lastspielwechsel bei periodischer Druckbeaufschlagung beschädigt und eignet sich somit als Pumpenmembran.

Die passiven und in Dünnschichttechnik hergestellten Membranventile von 0,5-1,5 mm Durchmesser bestehen aus zwei übereinanderliegenden Membranen unterschiedlichen Materials mit gegeneinander versetzt angebrachten Öffnungen. Die Ventilfunktion beruht auf der unterschiedlichen Dehnung der Membranen bei Druckbeaufschlagung. Bei Anliegen eines Drucks von 300 hPa stellt sich ein Gasfluß von bis zu 1,2 ml/s durch das Ventil ein. Bei Messungen mit Wasser sind die Flüsse um einen Faktor 10 geringer, jedoch immer noch ausreichend für einen Einsatz in der Pumpe.

Es wurden mehrere Pumpen hergestellt und mit ungefilterter Raumluft bzw. Wasser als Fördermedien getestet. Als Pumpenantrieb diente eine externe Pneumatik, mit welcher der Aktordruck zu max. 500 hPa und die Pumpfrequenz zu max. 5 Hz vorgegeben wurde. Bei einem Durchmesser der Pumpenkammer von 5 mm und bei 100  $\mu\text{m}$  Membranauslenkung ergab sich ein max. Fluß von 86  $\mu\text{l}/\text{min}$  und ein max. Arbeitsdruck von 46 hPa. Die Pumpleistung betrug 1,1  $\mu\text{W}$ , der Wirkungsgrad 1 %. Der gewünschte Gasfluß kann aufgrund einer näherungsweise linearen Abhängigkeit von den Parametern des Antriebs einfach geregelt werden. Beim Test der Pumpe mit Wasser zeigte sich, daß die Pumpe selbstansaugend ist. Insgesamt wurde die Pumpfunktion nicht durch einzelne Schmutzpartikel beeinträchtigt.

Für einen integrierten Antrieb der Pumpe erscheint die Verdampfung einer Flüssigkeit in einer Mikrokammer besonders geeignet. In ersten Versuchen konnte beim Verdampfen von Diethyläther durch eine Temperaturerhöhung um 20 K eine statische Auslenkung der Pumpenmembran um 87  $\mu\text{m}$  erzielt werden.

## Conceptual Design, Development and Manufacture of a Micromembrane Pump by the LIGA Technique

### Abstract

By combination of the LIGA technique with techniques of membrane manufacture a micromembrane pump has been developed which allows gases and liquids to be pumped. With a view to pump manufacture a technique has been elaborated by which LIGA hollow structures of 100  $\mu\text{m}$  height can be made with a flexible membrane provided on one side. A 2.7  $\mu\text{m}$  thin titanium membrane of 5 mm diameter has not suffered damage either by a static differential pressure of 6000 hPa or by  $10^6$  load cycles and periodical pressure application and, consequently, is suited as a pump membrane.

The passive membrane valves of 0.5 to 1.5 mm diameter manufactured by the thin-film technique consist of two superimposed membranes made of different materials, with ports staggered with respect to each other. The valve function results from the different strains of the membranes exposed to pressure. When a pressure of 300 hPa is supplied, a gas flow through the valve of up to 1.2 ml/s is established. When the measurements are made with water the flows are lower by a factor of 10, but still sufficient for application in the pump.

Quite a number of pumps has been manufactured and tested with unfiltered air and water, respectively, as the pumping media. An external pneumatic system served as pump drive by which the actuator pressure was specified to be 500 hPa at the maximum and the pump frequency 5 Hz at the maximum. With a diameter of the pump chamber of 5 mm and with 100  $\mu\text{m}$  deflection of the membrane, a maximum flow of 86  $\mu\text{l}/\text{min}$  and a maximum working pressure of 46 hPa have been attained. The pumping capacity was 1.1  $\mu\text{W}$ , the efficiency 1%. The gas flow can be conveniently adjusted to the desired value because it is almost linearly dependent on the parameters of the drive. When the pump was tested with water its self-priming capability was evident. All in all, the pumping function has not been impaired by single contaminating particles.

Evaporation of a liquid in a microchamber seems to be particularly suited for an integrated drive of the pump. In first experiments a static deflection of the pump membrane by 87  $\mu\text{m}$  has been attained during evaporation of diethyl ether following a 20 K rise in temperature.

## Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Konzeption einer LIGA-Mikropumpe</b>	<b>7</b>
<b>3</b>	<b>Dimensionierung der Mikropumpen</b>	<b>10</b>
3.1	Pumpenkammer und Pumpenmembran	10
3.1.1	Formeln für die Membranauslenkung	10
3.1.2	Diskussion verschiedener Membranmaterialien	11
3.1.3	Dimensionierung	13
3.2	Kanäle	15
3.3	Gesamtabmessungen der Pumpe	18
<b>4</b>	<b>Pumpenkammer mit Pumpenmembran</b>	<b>19</b>
4.1	Herstellung von Polyimidmembranen	19
4.2	Herstellung von Hohlstrukturen mit flexibler Membran	21
4.2.1	Aufbau der Mikrostrukturen auf einer Membran	21
4.2.1.1	Hohlstrukturen mit Titanmembran	22
4.2.1.2	Hohlstrukturen mit Polyimidmembran	25
4.2.2	Verkleben der Mikrostrukturen auf eine Membran	26
4.2.3	Materialauswahl für die Mikrostrukturen	29
4.2.3.1	Mikrostrukturen aus Kupfer	29
4.2.3.2	Mikrostrukturen aus Gold	31
4.3	Experimentelle Ermittlung der Membraneigenschaften	32
4.3.1	Meßmethoden	33
4.3.1.1	Statische Messung	33
4.3.1.2	Dynamische Messung	34
4.3.2	Messungen an Membranen	34
4.3.2.1	Messungen an Titanmembranen	34

4.3.2.2	Messungen an Polyimidmembranen .....	38
4.3.2.3	Vergleich der Membranmaterialien .....	39
<b>5</b>	<b>Ventile .....</b>	<b>41</b>
5.1	Grundprinzip der Ventile .....	42
5.2	Herstellungsverfahren .....	43
5.2.1	Ventile in Dünnschichttechnik .....	43
5.2.2	Galvanisierte Ventile .....	45
5.3	Opferschichtmaterialien .....	47
5.3.1	Opferschicht aus Kupfer .....	47
5.3.2	Opferschicht aus Aluminium .....	48
5.4	Ventiltypen .....	49
5.5	Messungen mit Gas (Argon) .....	53
5.5.1	Meßverfahren .....	53
5.5.2	Meßergebnisse .....	55
5.6	Messungen mit Flüssigkeit (Wasser) .....	61
5.6.1	Meßverfahren .....	61
5.6.2	Meßergebnisse .....	61
5.7	Vergleich der Ventile .....	63
<b>6</b>	<b>Pumpe .....</b>	<b>65</b>
6.1	Herstellung und Montage .....	65
6.2	Versuchsaufbau .....	66
6.3	Bestimmung des Normalgasflusses .....	68
6.4	Messungen .....	70
6.4.1	Gas als Fördermedium .....	70
6.4.1.1	Einfluß des Arbeitsdrucks .....	71
6.4.1.2	Einfluß des Aktordrucks .....	72
6.4.1.3	Einfluß der Pumpfrequenz .....	73

6.4.1.4	Leistung und Wirkungsgrad .....	75
6.4.2	Flüssigkeit als Fördermedium .....	77
<b>7</b>	<b>Thermopneumatischer Antrieb .....</b>	<b>78</b>
7.1	Anforderungen .....	79
7.2	Wirkungsprinzipien .....	79
7.2.1	Erwärmung eines Gases .....	80
7.2.2	Verdampfung einer Flüssigkeit .....	82
7.3	Experimentelle Voruntersuchungen .....	85
7.3.1	Befüllung von Hohlstrukturen .....	85
7.3.2	Statische Messung der Membranauslenkung .....	86
<b>8</b>	<b>Zusammenfassung und Ausblick .....</b>	<b>88</b>
8.1	Zusammenfassung .....	88
8.2	Ausblick .....	92
	Literaturverzeichnis .....	94

## 1 Einleitung

In den vergangenen drei Jahrzehnten waren in der Mikroelektronik enorme Fortschritte zu verzeichnen, die auf Gebieten wie der Unterhaltungselektronik, Kraftfahrzeug- und Computertechnik zu revolutionären Veränderungen geführt haben. Zur Erzielung dieses Erfolges wurden die verwendeten Fertigungsprozesse wie Fotolithographie, Dünnschicht- und Ätztechniken sowie die Aufbau- und Verbindungstechnik (AVT) auf ein hohes technisches Niveau entwickelt. Wesentlich war auch der Übergang von einer seriellen Fertigung zur parallelen Fertigung vieler verschiedener Bauelemente auf einer Siliziumscheibe (Batch-Prozeß) [Menz93]. So konnte die Leistungsfähigkeit und Zuverlässigkeit der elektronischen Komponenten und Geräte um ein Vielfaches gesteigert werden. Gleichzeitig wurden die Abmessungen, das Gewicht und die Kosten gesenkt.

Um jedoch physikalische oder chemische Meßgrößen ermitteln bzw. elektrische Steuersignale in Bewegung umsetzen zu können, sind neben elektronischen Schaltungen auch Sensoren und Aktoren erforderlich. Die Entwicklung von Prozessen zur parallelen Fertigung und Miniaturisierung von Sensoren und Aktoren konnte aber nicht mit der Entwicklung der Mikroelektronik Schritt halten. Diese Lücke zu schließen ist das Ziel der Mikromechanik, welche bestrebt ist, mechanische Bauelemente durch weitgehende Nutzung des Know-hows und der Methoden der Mikroelektronik zu entwickeln. Ein wesentlicher Unterschied zu dieser ist der Übergang von zwei- zu dreidimensionalen Strukturen, welcher die Mikromechanik vor vielfältige, neue Aufgaben stellt. Während die Entwicklung von Sensoren wie beispielsweise zur Messung von Beschleunigung, Druck und Strömungen [Heub89, Burb91] schon weit fortgeschritten ist, sind erst seit wenigen Jahren verstärkte Aktivitäten auf dem Gebiet der Aktoren zu verzeichnen. So wurde beispielsweise mit der Entwicklung von Elektromotoren [Mehr90, Wall92], aktiven Ventilen sowie unterschiedlichen Arten von Pumpen [VDP89] begonnen. Durch Kombination eines Mikroprozessors, Sensors und Aktors bzw. mehrerer dieser Komponenten entstehen intelligente Mikrosysteme, für die unter anderem in der Umwelt- und Medizintechnik ein großes Anwendungspotential besteht. So können zum Beispiel durch eine Verknüpfung spezieller Sensoren mit einer Auswertelektronik und mit Hilfe von Ventilen und Pumpen, Blutwerte wie der Elektrolytgehalt, pH-Wert oder Blutzuckerspiegel automatisch überwacht und korrigiert werden [BDW92].

In vielen Mikrosystemen werden Mikropumpen benötigt. Dies sind Pumpen, welche klein in ihren Abmessungen ( $1 \text{ mm}^3 - 1 \text{ cm}^3$ ) sind und zur Förderung von

kleinen Gas- bzw. Flüssigkeitsmengen mit Flüssen von 1 nl/min - 0,1 l/min bei Arbeitsdrücken von 1 hPa - 1000 hPa dienen [Rich92]. Da in der Mikrotechnik Reibungskräfte eine verstärkte Rolle spielen und somit bewegliche Teile wie Kolben vermieden werden sollten, sind Mikropumpen auch ohne bewegliche Teile durch Anwendung des elektrohydrodynamischen Prinzips realisiert worden [Rich91, Fuhr92]. Die meisten Mikropumpen sind jedoch als Membranpumpen konzipiert. Diese bestehen aus einer Pumpenkammer mit beweglicher Membran, welche durch einen Aktor angetrieben wird. Zudem aus einem Ein- und Auslaßventil, durch welche das Fördermedium (Gas oder Flüssigkeit) in die Pumpenkammer gelangt bzw. diese wieder verläßt. Der Antrieb und das zu pumpende Medium sind durch die Pumpenmembran getrennt, wodurch eine Kontamination des zu fördernden Mediums durch den Antrieb verhindert wird. Als klassisch zu bezeichnen ist ein Antrieb der Membran mittels eines piezoelektrischen Kristalls, der auf eine Metall- [Thom75] oder Glasmembran [Smit90, Uhle91] aufgeklebt ist. Bei Membrandurchmessern von ca. 10 mm lassen sich geringe Membranauslenkungen von wenigen Mikrometern bei Betriebsspannungen von ca. 100 V erzielen [Lint88]. Größere Auslenkungen können durch Kombination mehrerer Piezos, wie z.B. mit bimorphen Scheibenbiegern [VDP89] oder linearen Stillelementen (Piezostapeln) [Shoj89] erzielt werden. Um die Größe der Pumpen weiter reduzieren zu können, wurden in den letzten 3 Jahren verstärkt Pumpen mit anderen Antriebsprinzipien vorgestellt. Unter ihnen befinden sich elektrostatische Antriebe [Zeng92] sowie Antriebe unter Nutzung des Schwelleneffekts von Polymergelen [Hatt92] oder der Ausdehnung von Gasen [VDP89] bei deren Erwärmung. Um jedoch große Membranauslenkungen bei kleinen Abmessungen erzielen zu können, ist ein Antrieb durch Nutzung der Volumen- und Druckänderung bei der Verdampfung einer Flüssigkeit [Zdeb89] vorteilhaft. Eine Pumpe mit einem solchen Antrieb wurde kürzlich vorgestellt [Mizo92].

Mikropumpen werden bislang fast ausschließlich in Silizium-Technologie gefertigt, wobei jeweils ein oder mehrere strukturierte Wafer aus Silizium und Glas durch anodisches Bonden miteinander verbunden werden. Somit besteht auch die Pumpenmembran aus einem dieser Materialien. Aufgrund der Herstellungstechnik sind die Membranen aus Silizium ca. 20 µm [VDP89] und diejenigen aus Glas mindestens 40 µm [Uhle91] dick, so daß nur geringe Membranauslenkungen von maximal 25 µm erzielt werden können. Zudem resultieren aus der Bindung an die Kristallebenen beim anisotropen Ätzen des einkristallinen Siliziums quadratische Pumpenmembranen. Diese führen zu einer inhomogenen Spannungsverteilung bei der Membranauslenkung, wodurch die zulässigen Auslenkungen begrenzt werden. Die Ventile können aus einkristallinem Silizium

[VDP89] oder Polysilizium [Shoj89] gefertigt sein. Die Funktion dieser Ventile beruht auf der Auslenkung einer Biegezung, die eine Öffnung freigibt bzw. verschließt. Die Biegezung besteht aus Silizium und wird durch die über ihr abfallende Druckdifferenz elastisch verformt. Um ausreichende Durchflüsse zu gewährleisten, müssen die Ventile wegen des hohen Elastizitätsmoduls von Silizium entsprechend groß (2 - 8 mm Durchmesser) dimensioniert werden. Alle auf der Basis von Silizium gefertigten Pumpen werden mit Flüssigkeiten als Fördermedium betrieben. Die Flüssigkeiten müssen dabei weitgehend partikelfrei sein, damit Ventilfunktionen, wie z.B. dichtes Schließen, nicht beeinträchtigt werden [VDP89]. Da Silizium ein hydrophobes Material ist, bereitet auch die erstmalige Befüllung von Pumpen mit Wasser Schwierigkeiten [Smit90]. Für die Förderung von Gasen sind bislang keine funktionierenden Mikropumpen bekannt.

Ziel dieser Arbeit ist es deshalb, eine Mikromembranpumpe in LIGA-Technik zu konzipieren, welche sowohl Flüssigkeiten als auch Gase fördern kann, die Grundlagen für die Realisierung einer solchen Pumpe zu schaffen und erste Labormuster herzustellen.

Das am Kernforschungszentrum Karlsruhe entwickelte LIGA-Verfahren ermöglicht die Herstellung von Mikrostrukturen durch eine Kombination aus Röntgentiefenlithographie, Galvanik und Abformung [Beck86, Bley91]. Mit ihm sind weitgehend frei wählbare laterale Geometrien bei gleichzeitiger Verwendung einer Vielzahl von Materialien möglich. Es können runde Pumpen- und Ventilkammern aus Metallen wie beispielsweise Kupfer und Gold realisiert werden. Desweiteren lassen sich in Dünnschichttechnik wenige Mikrometer dünne Membranen aus Titan oder Polyimid herstellen. Aufgrund ihrer geringen Dicke und im Fall von Polyimid wegen des geringen Elastizitätsmoduls, erreichen diese Membranen unter Druckbeaufschlagung große Auslenkungen bei geringen Differenzdrücken und geringen Abmessungen der Membran. Diese Eigenschaft kann bei der Verwendung als Pumpenmembran und zur Schaffung passiver Membranventile genutzt werden.

Unter Einbeziehung der zur Verfügung stehenden Techniken wird zuerst ein Konzept für die Pumpe erstellt. Danach besteht sie aus zwei Hauptkomponenten. Zum einen aus der Pumpenkammer mit der Pumpenmembran und den Ventilen, zum anderen aus dem Antrieb der Pumpe. Beide Komponenten können unabhängig voneinander entwickelt und getestet werden, bevor sie zu einer funktionsfähigen Pumpe zusammengefügt werden. Da die Pumpfunktion auch mit einem makroskopischen Antrieb getestet werden kann, liegt der Schwerpunkt

der vorliegenden Arbeit in der Entwicklung der Pumpenkammer mit Pumpenmembran und passiven Membranventilen.

Hierzu muß eine Technik zur Fertigung von Hohlstrukturen, welche einseitig durch eine flexible Membran begrenzt sind, entwickelt werden. Die Membran kann sowohl als Pumpenmembran als auch als Bestandteil der Ventile dienen. In Abb.1 ist das Herstellungsprinzip dargestellt.

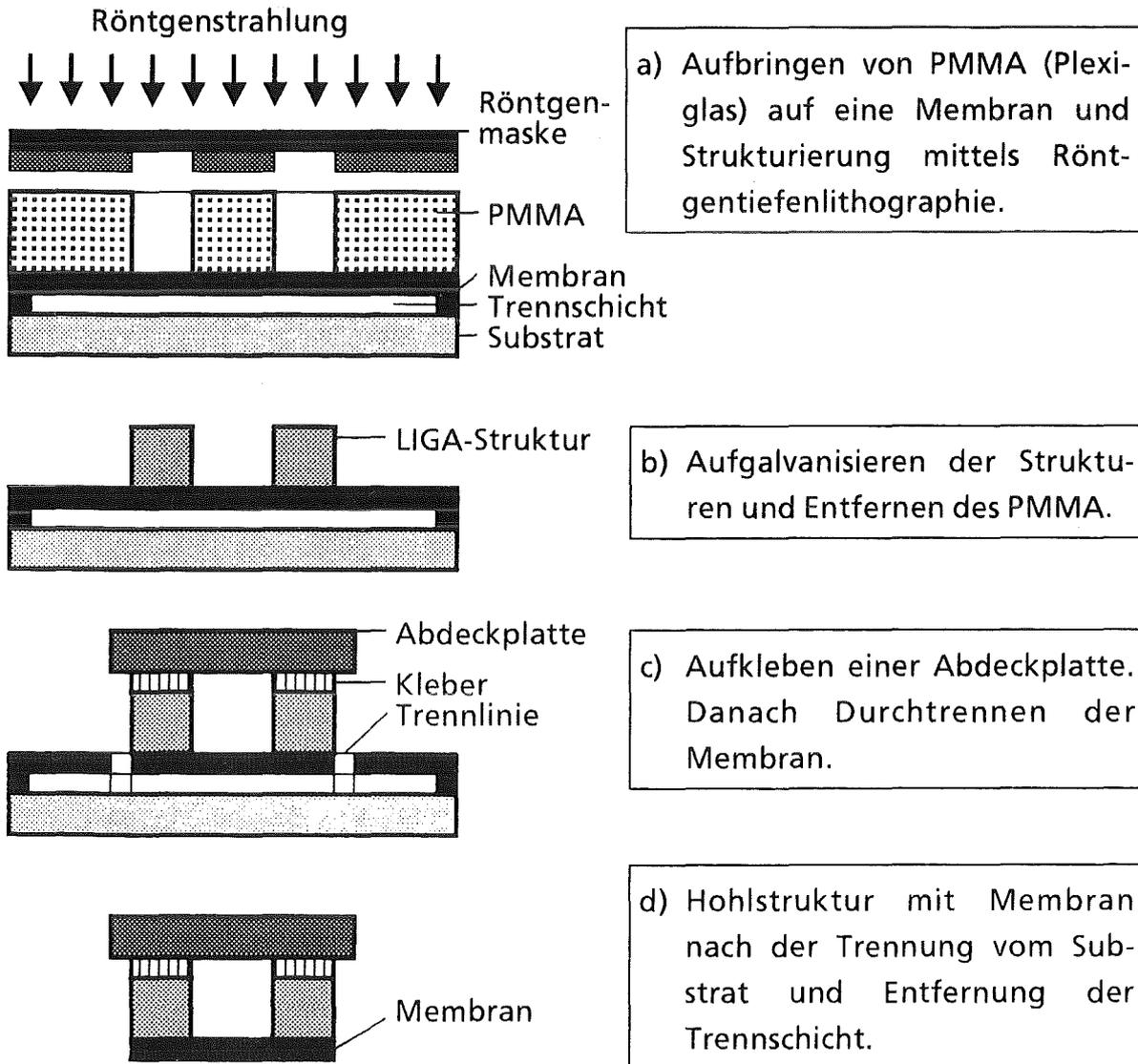


Abb.1: Herstellungsprinzip einer Hohlstruktur mit flexibler Membran.

Über einer Trennschicht ist auf einem Substrat eine Membran derart aufgebaut, daß sie lediglich im Randbereich mit dem Substrat fest verbunden ist. Auf diese Membran wird PMMA aufgebracht und mittels Röntgentiefenlithographie (Be-

lichtung mit Röntgenstrahlung über eine Röntgenmaske und Herauslösen der belichteten Bereiche) strukturiert. Nach dem Auffüllen des strukturierten PMMA durch galvanische Abscheidung eines Metalls wird das verbliebene PMMA entfernt und auf die Oberfläche der Mikrostruktur eine Abdeckplatte aufgeklebt. Nachdem die Membran um die Struktur herum durchtrennt ist, kann diese zusammen mit der Membran vom Substrat gelöst werden. Somit liegt nach dem Entfernen der Trennschicht eine Hohlstruktur vor, deren Seitenwand durch die galvanisierte Mikrostruktur gebildet wird und welche durch eine flexible Membran verschlossen ist.

Bei Anwendung dieser Herstellungstechnik muß untersucht werden, ob die galvanisierte Mikrostruktur für die Verklebung eine ausreichende Oberflächenqualität (Ebenheit) besitzt und ob gegebenenfalls eine beschädigungsfreie Oberflächenbearbeitung der Mikrostruktur durchgeführt werden kann. Dabei ist zu beachten, daß sich diese nicht auf einem festen Substrat, sondern auf einer über dem Substrat gespannten Membran befindet. Bei der Verklebung der Mikrostruktur auf die Abdeckplatte darf kein Klebstoff in die Mikrostruktur fließen.

Bei Verwendung einer wie beschrieben hergestellten dünnen Membran als Pumpenmembran sollten große Membranauslenkungen durch geringe Differenzdrücke erreicht werden können. Aufgrund der großen Auslenkungen kann ein hohes Kompressionsverhältnis bei der Förderung von Gasen erzielt werden. Die geringen Differenzdrücke führen zu einem hohen Wirkungsgrad der Pumpe.

Als Ventile für die Pumpe sind passive Membranventile ausreichend, welche bei Anliegen von Druckdifferenzen geöffnet bzw. geschlossen werden. Sie müssen sowohl einen ausreichenden Durchfluß von Gasen und Flüssigkeiten bei geringen Druckdifferenzen ermöglichen, als auch eine ausreichende Dichtigkeit in Sperrichtung aufweisen. Dabei sollten sie unempfindlich gegenüber Staubpartikeln oder sonstigen geringfügigen Verunreinigungen des Fördermediums sein.

Zur Fertigung des Pumpenkörpers mit Ventilen müssen vor dem Aufbringen von PMMA (vgl. Abb.1) die passiven Ventile in die Membran integriert werden. Somit werden die Prozesse zur Herstellung der Ventile (Dünnschichttechnik) und der Hohlstrukturen (LIGA-Technik) nacheinander auf demselben Substrat durchgeführt. Da sich die Prozesse hierbei gegenseitig beeinflussen, ist eine Abstimmung der Prozeßführung notwendig.

Nach der Herstellung erster, funktionsfähiger Labormuster der Pumpe wird das dynamische Verhalten der Ventile und der Pumpenmembran getestet, indem die Pumpenmembran mit einem pneumatischen Antrieb periodisch mit Druck beaufschlagt wird. Desweiteren werden die Leistungsdaten der Pumpe wie z.B. der

Förderstrom und der Arbeitsdruck experimentell ermittelt. Hieraus läßt sich eine Korrelation zwischen den Leistungsdaten der Pumpe und den Parametern des Antriebs gewinnen, was sehr wichtig für eine künftige Realisierung eines in Mikrotechnik gefertigten Antriebs ist.

Ein solcher Antrieb soll bei geringen Abmessungen große Kräfte für die Auslenkung der Pumpenmembran und die Verdrängung des Fördermediums aufbringen können. Desweiteren soll eine Pumpfrequenz von mindestens 1 Hz realisierbar sein. Ein thermopneumatischer Antrieb wird in einem theoretischen Teil bezüglich dieser Anforderungen überprüft. Desweiteren werden in Voruntersuchungen erste experimentelle Erfahrungen zur Realisierung dieses Antriebs gewonnen.

## 2 Konzeption einer LIGA-Mikropumpe

Die LIGA-Mikropumpe ist als Membranpumpe mit einem externen pneumatischen Antrieb und zwei passiven Ventilen konzipiert. Nach Abb.2 beinhaltet die Ebene A eine Pumpenkammer mit Pumpenmembran, zwei Ventilkammern mit passiven Ventilen für den Ein- bzw. Auslaß sowie je einen Zufuhr- und Auslaßkanal, durch welche die Verbindung zwischen den Ventilkammern und der Pumpenkammer hergestellt wird. Oberhalb der Ventile und der Pumpenkammer von Ebene A sind in Ebene B Anschlüsse angebracht, über welche die Pumpe mit Hilfe von Schläuchen mit ihrer Umgebung verbunden ist. Durch einen externen pneumatischen Antrieb wird die Pumpenmembran periodisch mit Druck beaufschlagt und aufgrund der entstehenden Druckdifferenzen werden die passiven Ventile betätigt.

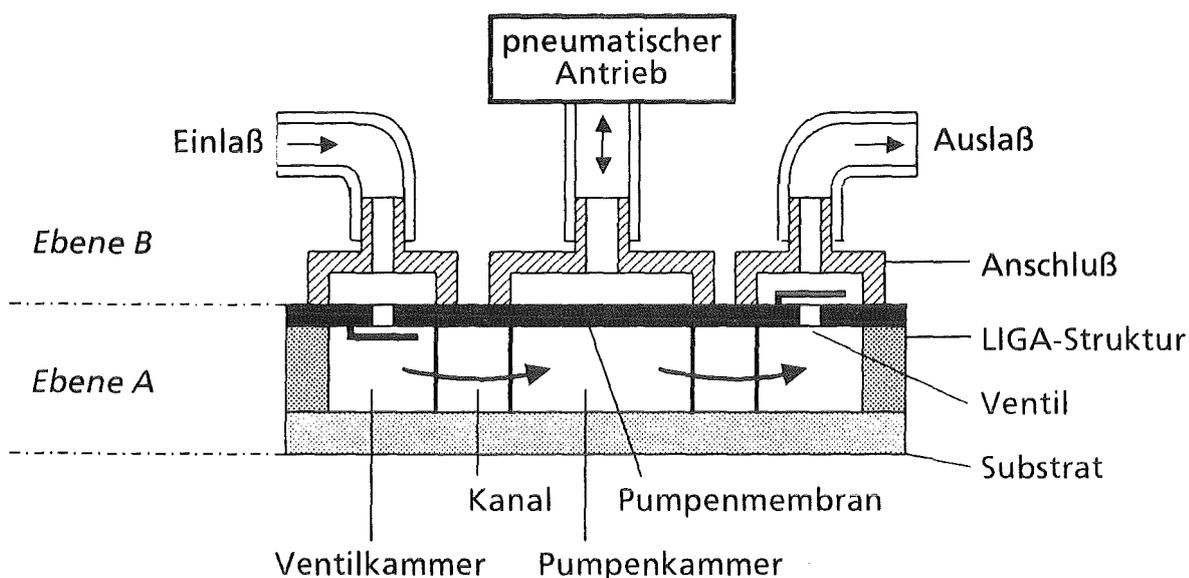


Abb.2: Konzeption einer LIGA-Mikropumpe. Ebene A enthält die Ventile für den Ein- und Auslaß sowie die Pumpenmembran. In Ebene B befinden sich der pneumatische Antrieb sowie Anschlüsse zur Verbindung der Pumpe durch Schläuche mit dem Ein- und Auslaß sowie dem Antrieb. Die Pumpenmembran wird mittels des pneumatischen Antriebs periodisch mit Druck beaufschlagt und durch die entstehenden Druckdifferenzen werden die passiven Ventile betätigt.

Das Konzept zur Herstellung der Ebene A der Pumpe ist in Abb.3 dargestellt.

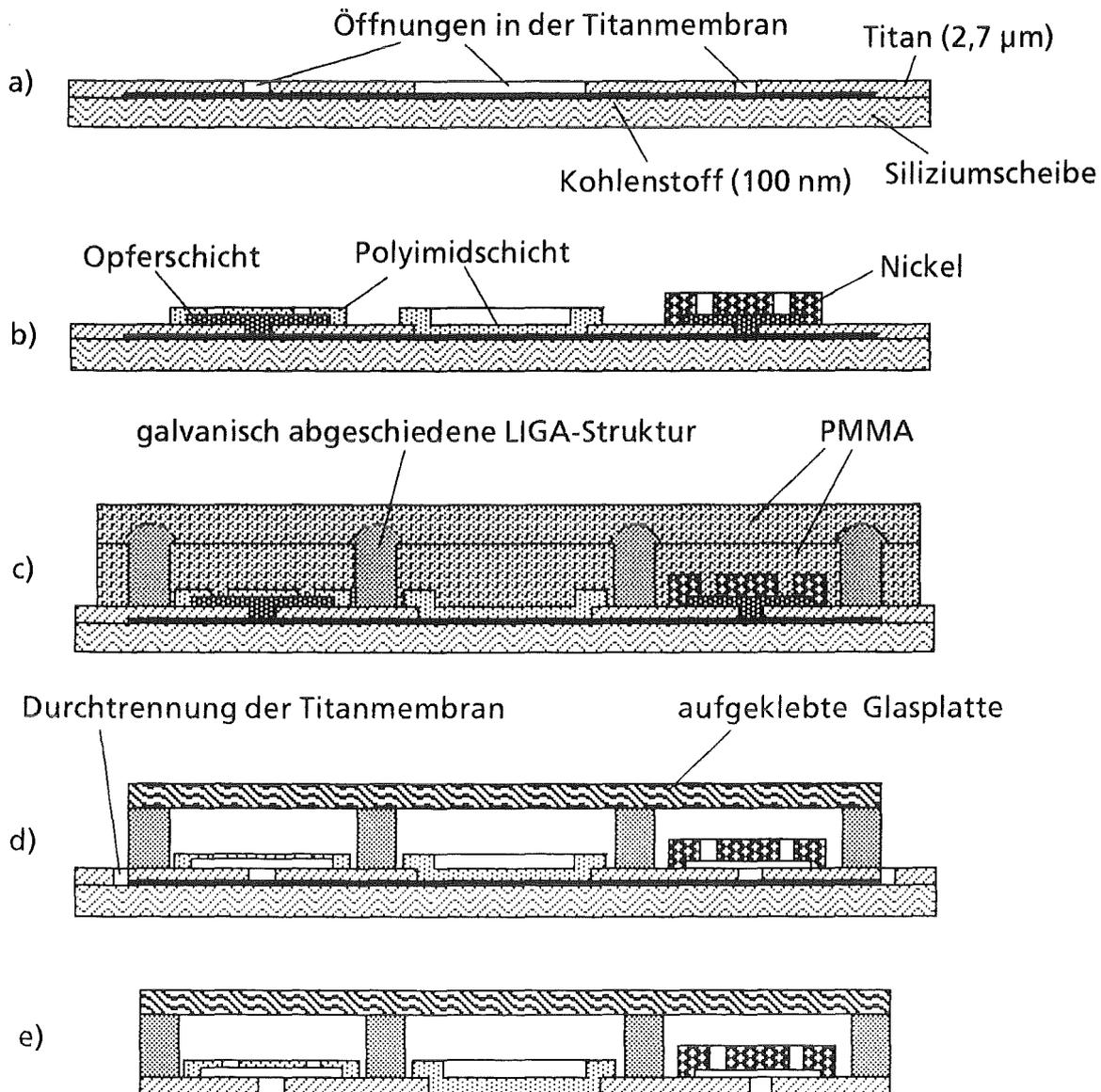


Abb.3: Konzept zur Herstellung der Ebene A der Pumpe.

Auf einer als Substrat dienenden Siliziumscheibe werden eine Trennschicht aus Kohlenstoff und eine Titanmembran aufgebracht. Die Titanmembran wird anschließend mit Öffnungen versehen. Dieser Zustand ist in Schritt (a) gezeigt. Danach werden die Ventile und eine Pumpenmembran aus Polyimid hergestellt, indem nacheinander eine Opferschicht, eine Polyimidschicht und eine Nickelschicht aufgebracht und strukturiert werden (b). Hierauf wird PMMA aufgebracht, mit Röntgenstrahlung strukturiert und galvanisch aufgefüllt (LIGA-Prozess). Um eine ausreichende Ebenheit zu erzielen, müssen die übergalvanisierten

Strukturen oberflächenbearbeitet werden. Hierzu werden sie in eine weitere PMMA-Schicht eingebettet (c). Nach der Oberflächenbearbeitung der Mikrostrukturen wird das PMMA aufgelöst, die Opferschicht der Ventile entfernt und danach eine Glasplatte (Abdeckplatte) aufgeklebt. Vor der Ablösung von der Siliziumscheibe muß in Schritt (d) die Titanmembran um die Pumpenstruktur herum durchtrennt werden. Dann wird die Titanmembran zusammen mit den Ventilen, der Metallstruktur und der Glasplatte mechanisch von der Siliziumscheibe getrennt. Die Kohlenstoffschicht wirkt bei diesem Vorgang als Trennschicht und ermöglicht eine rein mechanische Trennung. Schritt (e) zeigt den Endzustand nach der Trennung von der Siliziumscheibe.

In Abb.4 ist eine rasterelektronenmikroskopische Aufnahme einer Pumpe vor dem Aufkleben der Glasplatte (Schritt d in Abb.3) gezeigt. Die dunklen Stellen sind Bereiche mit einer Polyimidmembran. Die Schicht aus Nickel ist durch die helle, kreisförmige Fläche gegeben. Für eine spätere justierte Montage eines in Mikrotechnik gefertigten Antriebs auf die Ebene A sind in der galvanisch abgeschiedenen Metallstruktur vorsorglich mehrere Justierkreuze angebracht.

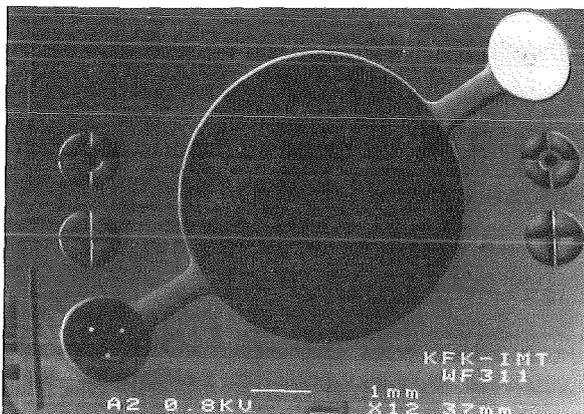


Abb.4: Ebene A der Mikromembranpumpe vor dem Aufkleben der in Abb.2 als Substrat dienenden Glasplatte (vgl. Schritt d in Abb.3).

### 3 Dimensionierung der Mikropumpen

Bevor ein Design für die Pumpe und ihre Einzelkomponenten erstellt werden kann, müssen diese dimensioniert werden.

#### 3.1 Pumpenkammer und Pumpenmembran

Für die Dimensionierung der Pumpenkammer bzw. der Pumpenmembran muß das Verhalten der Membran unter Druckbeaufschlagung theoretisch untersucht werden. Um nicht beschädigt zu werden, darf bei einer Druckbeaufschlagung die Spannung in der Membran nur einen Bruchteil ihrer Berstspannung erreichen. Es werden Formeln für die Auslenkung von Membranen unter einem Differenzdruck angegeben, verschiedene Membranmaterialien diskutiert und schließlich eine Dimensionierung der Membranen für einen Einsatz in der Mikropumpe durchgeführt.

##### 3.1.1 Formeln für die Membranauslenkung

In LIGA-Technik können runde Pumpenkammern und somit auch runde Pumpenmembranen auf einfache Weise realisiert werden. Runde Membranen sind besonders vorteilhaft, da sich bei ihrer Auslenkung eine homogene Spannungsverteilung einstellt. Quadratische Membranen haben zum Beispiel bei gleichem Hubvolumen einen nur um 7 % höheren Platzbedarf als runde Membranen. Da jedoch die Spannungsverteilung beim Auslenken quadratischer Membranen inhomogen ist, sind geringere Auslenkungen zulässig, da sonst die Berstspannung der Membran lokal überschritten werden könnte. Für eine runde Membran, deren Auslenkung  $\omega$  klein gegenüber dem Membranradius  $a$  ist und welche ohne Membranauslenkung unter einer inneren Spannung  $\sigma_0$  steht, gilt bei gleichmäßiger Druckbeaufschlagung  $\Delta p_M$  nach [Beam59]:

$$\Delta p_M = \frac{4 d \omega}{a^2} \cdot \sigma \quad \text{mit} \quad \sigma = \sigma_0 + \frac{2}{3} \cdot \frac{E}{(1-\nu)} \cdot \left(\frac{\omega}{a}\right)^2 \quad (1)$$

Hierin bezeichnet  $\sigma$  die Spannung der Membran,  $d$  die Dicke,  $E$  den Elastizitätsmodul und  $\nu$  die Poisson-Zahl der Membran. Durch Einsetzen von  $\sigma$  in Gl.1 erhält man:

$$\Delta p_M = \frac{4 d}{a^2} \cdot \sigma_0 \cdot \omega + \frac{8 d}{3 a^4} \cdot \frac{E}{(1-\nu)} \cdot \omega^3 \quad (2)$$

Analog zu Gl.1 lassen sich, unter Annahme eines linear elastischen Verhaltens, die Druckdifferenz  $\Delta p_B$ , die Membranspannung  $\sigma_B$  und die Membranauslenkung  $\omega_B$  im Berstzustand der Membran berechnen:

$$\Delta p_B = 4 \cdot \frac{d \cdot \omega_B}{a^2} \cdot \sigma_B \quad \text{mit} \quad \sigma_B = \sigma_0 + \frac{2}{3} \cdot \frac{E}{(1-\nu)} \cdot \left(\frac{\omega_B}{a}\right)^2 \quad (3)$$

Ist die Berstspannung  $\sigma_B$  der Membran bekannt, so ergibt sich  $\omega_B$  aus Gl.3:

$$\omega_B = \sqrt{\frac{3}{2} \cdot (1-\nu) \cdot \frac{(\sigma_B - \sigma_0)}{E}} \cdot a \quad (4)$$

Damit beträgt die Berstdruckdifferenz  $\Delta p_B$ :

$$\Delta p_B = \frac{d}{a} \cdot 4 \cdot \sigma_B \cdot \sqrt{\frac{3}{2} \cdot (1-\nu) \cdot \frac{(\sigma_B - \sigma_0)}{E}} \quad (5)$$

Um einen sicheren Betrieb der Pumpe zu gewährleisten, müssen zusätzlich Temperatureinflüsse, die Biegewechselbeanspruchung der Membran und Alterungseffekte berücksichtigt werden. All dies ist in einem effektiven Sicherheitsfaktor  $S_{eff}$  zusammengefaßt, so daß für die erlaubten Druckdifferenzen  $\Delta p_M$  gilt:

$$\Delta p_M \leq \Delta p_{max} \quad \text{mit} \quad \Delta p_{max} = \frac{\Delta p_B}{S_{eff}} \quad (6)$$

### 3.1.2 Diskussion verschiedener Membranmaterialien

Für Mikropumpen in Silizium-Technologie, welche durch Bonden einer oder mehrerer strukturierter Siliziumscheiben auf eine oder mehrere Glasscheiben hergestellt werden, verwendet man Membranen aus Silizium oder Glas. Desweiteren werden bei makroskopischen Pumpen Membranen aus Kunststoff bzw. Metall eingesetzt [Bohl81]. Als Kunststoff wird meist PTFE (Polytetrafluorethylen) verwendet, als Metallmembran ein dünnes, kaltgewalztes Blech, z.B. aus austenitischem Stahl oder Titan. Für die in LIGA-Technik gefertigte Pumpe ist eine Kunststoffmembran aus Polyimid denkbar. Zwar sind mit PTFE größere Membranauslenkungen möglich, jedoch ist die Herstellung dünner PTFE-Schichten sehr schwierig. Eine Polyimidschicht hingegen kann durch Aufschleudern in einer Dicke von wenigen Mikrometern hergestellt werden. Als Metallmembran kann eine durch Sputtern hergestellte Titanmembran von ca. 3  $\mu\text{m}$  Dicke verwendet

werden, wobei die aus der Maskentechnik gewonnene Erfahrung mit solchen Membranen genutzt werden kann [Scho91]. Um oben genannte Materialien bezüglich ihrer Eignung als Pumpenmembranmaterial beurteilen zu können, sind in Tab.1 diejenigen Größen, welche für die Membranauslenkung (vgl. Gl.2) wichtig sind, aufgeführt. In Abb.5 ist für je eine Membran von 2 mm Durchmesser und 1  $\mu\text{m}$  Dicke der zur Membranauslenkung notwendige Differenzdruck als Funktion der Auslenkung dargestellt.

	Silizium 1)	Glas 2)	Titan 3)	Polyimid 4)
E [GPa]	170	61	115	2,5
$\nu$	0,28	0,20	0,36	0,35
$E/(1-\nu)$ [GPa]	236	76	180	3,8
$\sigma_0$ [MPa]	68	>50	200	50
$\sigma_B$ [MPa]	2800	267	1000	100
$\omega_B/a$	0,132	<0,065	0,085	0,140

Tab.1: Kenngrößen für verschiedene Membranmaterialien. Die Indizes geben die Referenzen an: 1) [Bene88] 2) [Boro88] 3) [Stob89] 4) [Good90] 5) [Hita] 6) [Kade92]

Da der Biaxialmodul  $E/(1-\nu)$  sowohl bei Silizium als auch bei Titan groß ist, werden in beiden Fällen hohe Differenzdrücke zur Membranauslenkung benötigt. Aufgrund der deutlich höheren Berstspannung  $\sigma_B$  von einkristallinem Silizium gegenüber aufgesputtertem Titan sind mit Membranen aus Silizium ähnlich große Membranauslenkungen (vgl.  $\omega_B/a$  in Tab.1) wie bei der Verwendung von Polyimidmembranen möglich. Bei der Verwendung von Glas sind wegen dessen Materialparametern nur geringe Membranauslenkungen bei mittleren Differenzdrücken erlaubt. Polyimid hingegen ermöglicht aufgrund seines geringen Elastizitätsmoduls große Auslenkungen bei kleinen Differenzdrücken.

Ein wesentlicher Aspekt beim Vergleich der Membranmaterialien ist auch die realisierbare Membrandicke  $d$ , da der zur Membranauslenkung benötigte Differenzdruck nach Gl.2 proportional zu dieser ist. Die Verwendung dünner Membranen aus einkristallinem Silizium oder Glas ist problematisch, so daß in Pumpen bislang nur Siliziummembranen von mindestens 20  $\mu\text{m}$  Dicke [VDP89] und Glasmembranen von mindestens 40  $\mu\text{m}$  Dicke [Uhle91] zum Einsatz kommen. Titan- oder Polyimidmembranen hingegen können durch Magnetronspütern bzw. Aufschleudern (Spincoaten) auf eine Siliziumscheibe in einer Dicke von

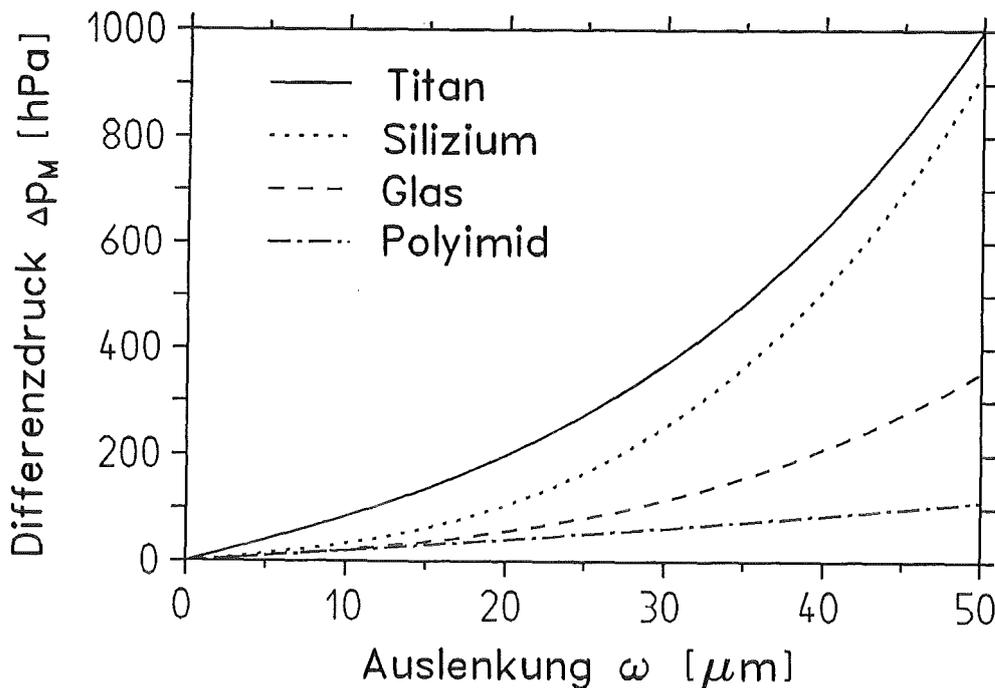


Abb. 5: Aufzubringender Differenzdruck  $\Delta p_M$ , um Membranen unterschiedlichen Materials um  $\omega$  auszulenken. Die Kurven wurden mit Gl.2 und den Parametern aus Tab.1 berechnet. Für die Membranen wurde jeweils eine Dicke von 1  $\mu\text{m}$  und ein Durchmesser von 2 mm angenommen.

wenigen Mikrometern hergestellt werden, wodurch erst große Membranauslenkungen bei geringen Differenzdrücken möglich werden. Da Polyimidmembranen für ihre Auslenkung, bei gleichen geometrischen Abmessungen, wesentlich geringere Differenzdrücke benötigen als Titanmembranen, sind sie diesen prinzipiell vorzuziehen.

### 3.1.3 Dimensionierung

Der Radius  $a$  der Pumpenkammer bzw. der Pumpenmembran muß so dimensioniert sein, daß die Membran beschädigungsfrei um 50  $\mu\text{m}$  ausgelenkt werden kann. Die zur Auslenkung der Membran benötigten Drücke  $\Delta p_M$  dürfen hierbei nach Gl.6 nicht größer als ein maximaler Differenzdruck  $\Delta p_{\text{max}}$  sein, welcher um einen effektiven Sicherheitsfaktor  $S_{\text{eff}}$  kleiner als der Berstdruck  $\Delta p_B$  der Membran ist. Zur Bestimmung des maximalen Differenzdrucks  $\Delta p_{\text{max}}$  wird zunächst ein effektiver Sicherheitsfaktor  $S_{\text{eff}}$  sowohl für die Titan- als auch für die Polyimidmembran abgeschätzt. Nach [Erha79] setzt sich dieser Faktor aus dem Sicherheitsfaktor  $S$  und den Abminderungsfaktoren  $A$  wie folgt zusammen:

$$S_{eff} = S \cdot A_T \cdot A_{dyn} \cdot A_W \quad (7)$$

Hierbei berücksichtigt  $A_T$  den Temperatureinfluß auf die Festigkeit,  $A_{dyn}$  den Einfluß dynamischer Belastung und  $A_W$  die Alterung aufgrund von Feuchtaufnahme. Setzt man einen Sicherheitsfaktor  $S$  von 2 fest und bestimmt nach [Erha79] die Abminderungsfaktoren bei Verwendung von Polyimid zu 1.11, 1.30 und 1.05, so ergibt sich ein effektiver Sicherheitsfaktor  $S_{eff}$  von 3. In Abb.6a wird für die maximal verwendete Polyimiddicke von 2,2  $\mu\text{m}$  der nach Gl.6 bestimmte maximale Differenzdruck  $\Delta p_{max}$  mit dem nach Gl.2 notwendigen Differenzdruck  $\Delta p_M$  zur Auslenkung der Polyimidmembran um 50  $\mu\text{m}$  verglichen. Zur Berechnung wird die innere Spannung  $\sigma_0$  und der Biaxialmodul  $E/(1-\nu)$  von Polyimid nach Tab.1 verwendet. Es ist jeweils der Differenzdruck als Funktion des Membranradius dargestellt. Gl.6 ist für denjenigen Bereich von  $a$  erfüllt, in dem  $\Delta p_M$  kleiner als  $\Delta p_{max}$  ist. Somit gibt der Schnittpunkt der Kurven von  $\Delta p_M$  und  $\Delta p_{max}$  den minimal erlaubten Radius  $a_{min}$  der Pumpenkammer an. Da sowohl  $\Delta p_M$  als auch  $\Delta p_{max}$  nach Gl.2 bzw. Gl.6 proportional der Membrandicke  $d$  sind, ist der minimal erlaubte Radius  $a_{min}$  unabhängig von dieser.

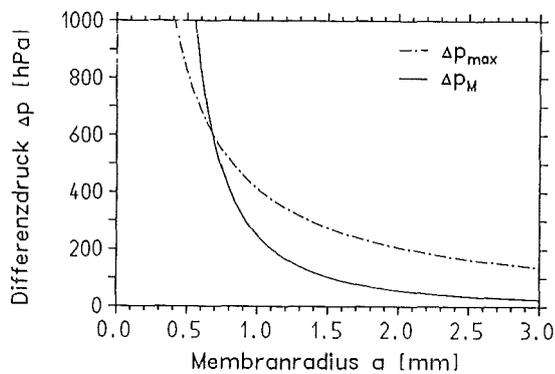


Abb.6a: Vergleich der Druckdifferenz  $\Delta p_M$  zur Auslenkung einer 2,2  $\mu\text{m}$  dünnen Polyimidmembran um 50  $\mu\text{m}$  mit der maximal erlaubten Druckdifferenz  $\Delta p_{max}$  unter Annahme eines Sicherheitsfaktors 3. Dabei wird der Membranradius  $a$  variiert.

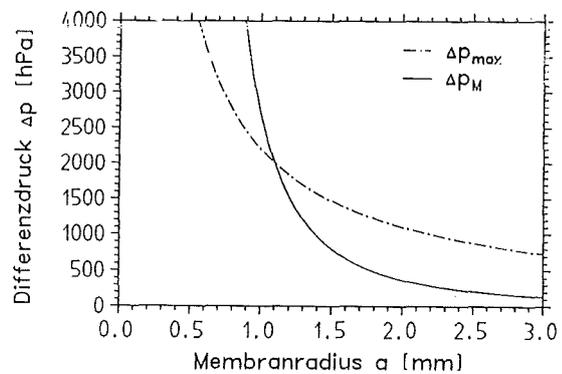


Abb.6b: Vergleich der Druckdifferenz  $\Delta p_M$  zur Auslenkung einer 2,7  $\mu\text{m}$  dünnen Titanmembran um 50  $\mu\text{m}$  mit der maximal erlaubten Druckdifferenz  $\Delta p_{max}$  unter Annahme eines Sicherheitsfaktors 4. Dabei wird der Membranradius  $a$  variiert.

Aus Abb.6a ergibt sich für Polyimid ein minimaler Radius  $a_{min}$  der Pumpenmembran von 0,7 mm. Die zur Membranauslenkung der 2,2  $\mu\text{m}$  dünnen Polyimidmembran um 50  $\mu\text{m}$  benötigten Differenzdrücke sind kleiner als 600 hPa.

Für Titan wird ebenso wie für Polyimid ein Sicherheitsfaktor  $S$  von 2 angenommen. Desweiteren wird aus [LaBö65] ein  $A_T$  von 1,2 und ein  $A_{dyn}$  von 1,7 ermittelt. Eine Alterung aufgrund von Feuchtigkeitsaufnahme wird nicht angenommen. Somit ergibt sich für Titan nach Gl.7 ein effektiver Sicherheitsfaktor von 4. Analog zu Abb.6a sind in Abb.6b die für eine 2,7  $\mu\text{m}$  dünne Titanmembran berechneten Werte aufgetragen.

Für Titan sind Membranradien größer als 1,1 mm notwendig, damit  $\Delta p_M$  kleiner als  $\Delta p_{max}$  ist. Die Druckdifferenzen sind jedoch mit Werten bis zu 2000 hPa deutlich höher als bei Verwendung von Polyimid.

Sowohl für Titan- als auch für Polyimidmembranen beträgt der minimale Radius  $a_{min}$  für eine Membranauslenkung um 50  $\mu\text{m}$  ca. 1 mm. Mit einem Differenzdruck  $\Delta p_M$  von 370 hPa sollte es möglich sein, eine Polyimidmembran ab 1 mm Radius und eine Titanmembran von mindestens 2 mm Radius um 50  $\mu\text{m}$  auszulenken. Deshalb sind im Pumpendesign Membranradien von 1, 1.5, 2.0 und 2.5 mm realisiert.

### 3.2 Kanäle

Bei der Dimensionierung der Verbindungskanäle zwischen den Ventilkammern und der Pumpenkammer sind mehrere Aspekte zu berücksichtigen. Um die Verbindung der Pumpe mit der Außenwelt einfach gestalten zu können, sollen sich die Ventilkammern in ausreichendem Abstand von der Pumpenkammer befinden. Deshalb werden je nach Größe der Pumpen- bzw. Ventilkammern Kanallängen von 1,25 - 1,75 mm gewählt. Bei der Wahl der Kanalbreite  $b$  muß der Tatsache Rechnung getragen werden, daß mit der Pumpe sowohl Gase als auch Flüssigkeiten gefördert werden sollen. Deshalb müssen die Kanäle breit genug gewählt werden, damit der Druckabfall im Kanal beim Transport von Flüssigkeiten nicht zu groß wird. Will man Gase pumpen, so ist das Totvolumen, zu welchem auch die Verbindungskanäle beitragen, möglichst gering zu halten. In diesem Fall sollten die Kanäle so eng wie möglich sein.

Um den oberen Grenzwert für den Strömungswiderstand bzw. Druckabfall im Verbindungskanal zu berechnen, wird von Wasser als Fördermedium mit einer kinematischen Viskosität  $\gamma$  von  $1,0 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$  bzw. einer dynamischen Viskosität  $\eta$  von  $1,0 \cdot 10^{-3} \text{ Pa}\cdot\text{s}$  ausgegangen. Da die Mikrostrukturen zwischen 50 - 100  $\mu\text{m}$  hoch sein sollen, wird für die Kanalhöhe  $h$  der minimale Wert von 50  $\mu\text{m}$  angenommen. Desweiteren wird mit einer Pumpfrequenz von 1 Hz gerechnet. Da der

Druckabfall  $\Delta p$  im Kanal proportional der Fließgeschwindigkeit ist, ergibt sich der Wert für höhere Frequenzen einfach durch Multiplikation mit der Frequenz.

Bei einer Membranauslenkung um 50  $\mu\text{m}$  und einem Durchmesser der Pumpenkammer von 2 - 5 mm beträgt der maximale Volumenstrom  $dV/dt$  im Kanal 0,137 - 0,872  $\mu\text{l/s}$ . Aufgrund der geringen Fließgeschwindigkeiten ist die Strömung im Kanal auch bei sehr kleinen Kanalbreiten stets laminar, d.h. die Reynoldszahl  $Re$  ist stets kleiner als die kritische Reynoldszahl  $Re_{krit}$ , oberhalb derer die Strömung turbulent wird [Zier82]. Somit gilt:

$$Re < Re_{krit} \quad \text{mit } Re = \frac{v \cdot d_H}{\nu} \quad \text{und } Re_{krit} = 2300 \quad (8)$$

Hierin beschreibt  $v$  die mittlere Fließgeschwindigkeit, welche durch den Volumenstrom  $dV/dt$  und den Kanalquerschnitt  $A$  gegeben ist. Die Breite des Kanals wird mit  $b$ , dessen Höhe mit  $h$  bezeichnet. Für die Fließgeschwindigkeit  $v$  gilt:

$$v = \frac{1}{A} \cdot \frac{dV}{dt} \quad \text{mit } A = b \cdot h \quad (9)$$

In Gl.8 ist mit  $d_H$  der hydraulische Durchmesser bezeichnet. Dieser berücksichtigt die Querschnittsform bei Strömungen in Leitungen mit nichtkreisförmigem Querschnitt. Für einen rechteckigen Leitungsquerschnitt ergibt sich der hydraulische Durchmesser  $d_H$  zu [Hütt89]:

$$d_H = \frac{4 \cdot A}{U} = \frac{2 \cdot b \cdot h}{b + h} \quad (10)$$

Mit  $U$  ist hierbei der benetzte Umfang der Leitung bezeichnet.

Für den Druckverlust  $\Delta p$  in geraden Leitungen gilt bei ausgebildeter Strömung eines Mediums der Dichte  $\rho$  [Hütt89]:

$$\Delta p = \frac{1}{2} \cdot \rho \cdot v^2 \cdot \frac{l}{d_H} \cdot \lambda \quad \text{mit } \lambda: \text{ Rohrreibungszahl} \quad (11)$$

Die Rohrreibungszahl  $\lambda$  ist bei laminarer Strömung jedoch von der Geometrie des Kanals abhängig. In [Hütt89] ist das Produkt aus  $Re$  und  $\lambda$  für verschiedene Querschnittsformen dargestellt. Deshalb wird Gl.11 umgeformt zu:

$$\Delta p = \frac{1}{2} \cdot \eta \cdot l \cdot \frac{dV}{dt} \cdot \frac{Re \cdot \lambda}{b \cdot h \cdot d_H^2} \quad (12)$$

Hierin bezeichnet  $\eta$  die dynamische Viskosität des strömenden Mediums.

Der relative Anteil der Kanäle am Totvolumen der Pumpe RAT ist gegeben durch das Verhältnis der Kanalvolumina  $V_{\text{Kanal}}$  zum Totvolumen  $V_{\text{Tot}}$  und ergibt sich mit den Radien  $a$  der Pumpenkammer und  $R_a$  der Ventilkammer zu:

$$RAT = \frac{V_{\text{Kanal}}}{V_{\text{Tot}}} = \frac{l \cdot b}{l \cdot b + \left( \frac{a^2}{4} + R_a^2 \right) \cdot \pi} \quad (13)$$

Unter der Forderung, daß der Druckabfall  $\Delta p$  im Kanal nur wenige hPa und der Anteil der Kanäle am Totvolumen nicht mehr als 10 % betragen sollen, wurden aus obigen Gleichungen je nach Kanallänge und gewünschtem Volumenfluß Kanalbreiten von 110 - 500  $\mu\text{m}$  berechnet, welche einen Druckabfall von 2,32 - 3,52 hPa und einen Anteil am Totvolumen von 8,6 - 14,6 % ergeben. Aufgrund der kleinen Reynoldszahl  $Re$  wurde dabei die Länge  $l_e$  der Rohreinlaufströmung vernachlässigt. Diese ergibt sich nach [Zier82] zu:

$$l_e \approx 0,03 \cdot Re \cdot d_H \quad (14)$$

und beträgt nur 4,04 - 9,71  $\mu\text{m}$ .

In Tab.2 sind jeweils der untere und obere Grenzwert (min,max) der wichtigsten Größen zur Berechnung des Druckabfalls in den Verbindungskanälen der Pumpen aufgeführt.

	dV/dt [nl/s]	l [ $\mu\text{m}$ ]	b [ $\mu\text{m}$ ]	d <sub>H</sub> [ $\mu\text{m}$ ]	Re	Re· $\lambda$	l <sub>e</sub> [ $\mu\text{m}$ ]	$\Delta p$ [hPa]	RAT [%]
min	157	1200	110	69	2,0	63,8	4	2,3	8,6
max	982	1750	500	91	3,6	84,7	10	3,5	14,6

Tab.2: Grenzwerte der wichtigsten Größen bei der Berechnung des Druckabfalls bei verschiedenen Pumpen.

Da der Druckabfall bei der Förderung gasförmiger Medien deutlich geringer ist als für flüssige Medien, sind die in Tab.2 aufgeführten Kanaldimensionen auch bei Verwendung gasförmiger Medien ausreichend.

### **3.3 Gesamtabmessungen der Pumpe**

Für die Mikropumpe sind passive Ventile vorgesehen, welche durch einen über dem Ventil abfallenden Differenzdruck geöffnet und geschlossen werden. Je nach Größe der Pumpenkammer bzw. zu erwartendem Förderstrom werden Ventile mit Durchmessern von 0,5 mm bis 1,5 mm gewählt. Hieraus und mit den bereits beschriebenen Abmessungen der anderen Komponenten ergeben sich für die Pumpen Gesamtabmessungen von 7,5 x 8,5 mm<sup>2</sup> bis 11,0 x 8,5 mm<sup>2</sup>. Durch eine Optimierung der Anschlußtechnik sollten diese Abmessungen weiter reduziert werden können.

## 4 Pumpenkammer mit Pumpenmembran

Für die Realisierung einer Pumpenkammer mit Pumpenmembran nach Abb.2 ist ein Verfahren zur Herstellung von LIGA-Hohlstrukturen, welche einseitig durch eine flexible Membran verschlossen sind (vgl. Abb.1), notwendig. Dieses Ziel ist auf verschiedenen Wegen zu erreichen, wobei auch die Wahl des Membran- bzw. Galvanikmaterials eine Rolle spielt. Nach der Herstellung solcher Hohlstrukturen lassen sich experimentell die zur Auslenkung der Pumpenmembran benötigten Druckdifferenzen bestimmen.

### 4.1 Herstellung von Polyimidmembranen

Nach Abb.5 sind für die Auslenkung von Membranen aus Polyimid deutlich geringere Differenzdrücke erforderlich als bei der Verwendung von Titanmembranen. Um Pumpenmembranen aus Polyimid verwirklichen zu können, muß eine Titanmembran lokal entfernt und durch eine Polyimidscheibe ersetzt werden. Die hierzu notwendigen Verfahrensschritte sind in Abb.7 dargestellt.

In Schritt (a) ist auf einer Siliziumscheibe mit einem Durchmesser von 100 mm und einer Dicke von 625  $\mu\text{m}$  eine ca. 100 nm dünne Schicht aus Kohlenstoff durch Magnetronspütern aufgebracht. Bei dieser Schicht kommt es auf eine möglichst geringe Haftung auf der Siliziumscheibe an, da sie als Trennschicht vorgesehen ist. Anschließend wird durch Kathodenerstäubung mit einer Magnetronanlage eine 2,7  $\mu\text{m}$  dünne Titanmembran aufgebracht, die zunächst eine Druckspannung von 600 MPa besitzt. Durch einen halbstündigen Tempersschritt bei 450 °C wird die Druckspannung in eine Zugspannung  $\sigma_0$  von 200 MPa umgewandelt. Trotz dieser Zugspannung und der Trennschicht aus Kohlenstoff löst sich die Titanmembran nicht von der Siliziumscheibe ab, da sie am Rand direkt mit dieser verbunden ist [Scho90]. In der Titanmembran können durch veränderte Temperbedingungen auch andere innere Spannungen erzeugt werden. Eine Spannung von 200 MPa ist einerseits klein genug, um bei der Verwendung einer Titanmembran als Pumpenmembran die zur Membranauslenkung notwendigen Differenzdrücke klein zu halten, andererseits aber auch groß genug, um die spätere Trennung der Titanmembran von der Siliziumscheibe zu ermöglichen. Nach der Oxidation der Titanmembran wird mittels einer Lackschleuder (Spincoater) eine 3,2  $\mu\text{m}$  dünne Fotolackschicht (AZ4210, Fa. Kalle Infotec) aufgeschleudert und anschließend ausgebacken (Prebake). Dann wird der Fotolack durch Kontaktkopie einer Chrommaske 1 mittels einer Quecksilberdampfampe (UV-Strahlung) belichtet und die belichteten Bereiche in einem Maschinenentwickler durch Sprühentwicklung mit

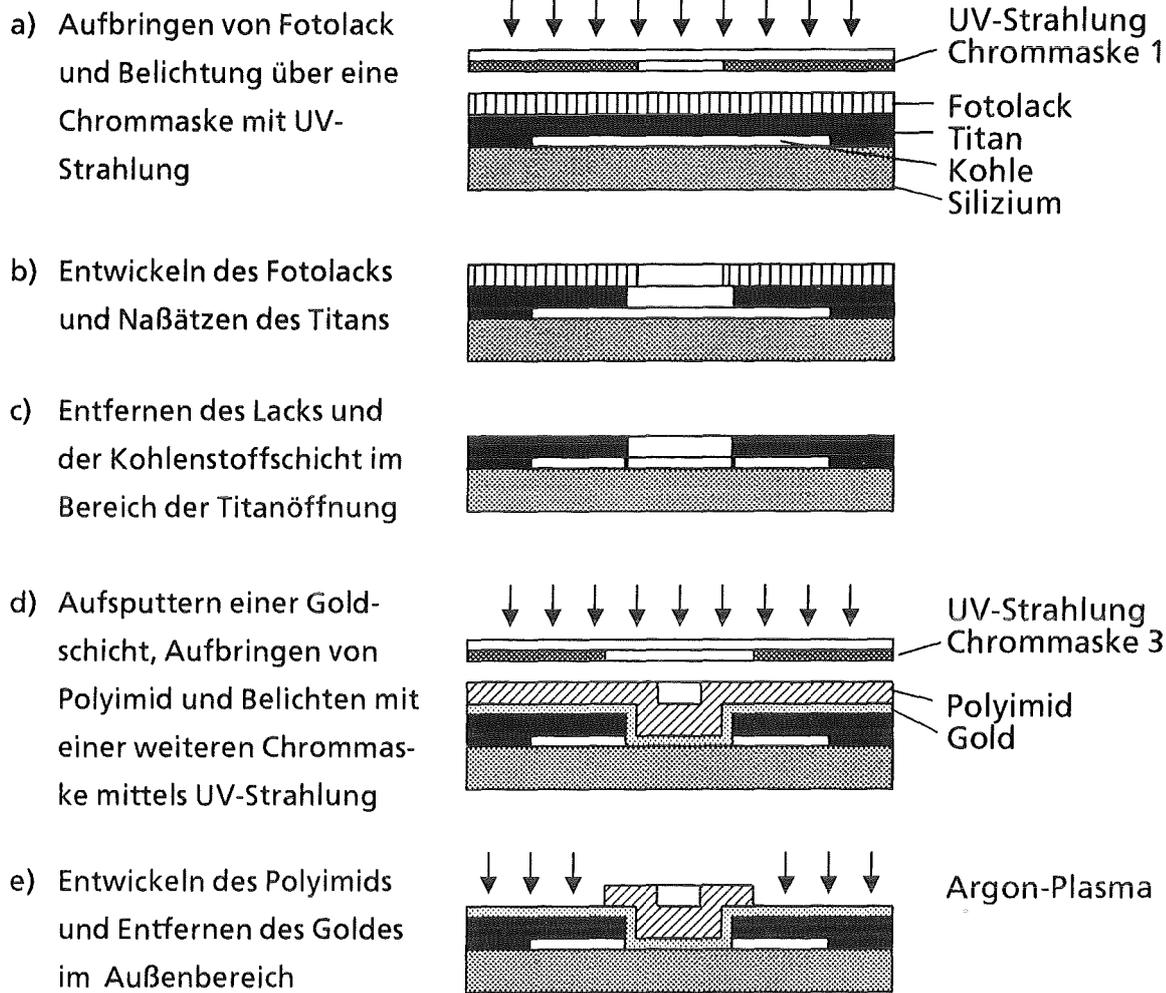


Abb.7: Verfahren zur Herstellung einer lokalen Polyimidmembran durch Integration in eine Titanmembran.

KOH entfernt. Der strukturierte Fotolack dient in Schritt (b) als Maskierung beim naßchemischen Ätzen der Titanmembran mit Flußsäure. Zur besseren Benetzung wird der Flußsäure etwas Netzmittel (Snap 5, Candorchemie Bochum) zugegeben. Um eine möglichst geringe Unterätzung des Fotolacks zu erreichen, wird die Konzentration der Flußsäure zu 5 % gewählt, wodurch sich bei einer Ätzzeit von ca. 30 s unabhängig von der Größe der geätzten Fläche eine Unterätzung von 5  $\mu\text{m}$  ergibt. Dies entspricht bei einer Titandicke von 2,7  $\mu\text{m}$  einem Unterätzfaktor 2, wie er auch in [Burb91] ermittelt wurde. Zu kleineren Konzentrationen hin steigt der Unterätzfaktor linear an, bei höheren Konzentrationen als 5 % kann der Endpunkt der Ätzung aufgrund der hohen Ätzrate nicht mehr genau bestimmt werden. Nach gründlichem Spülen der Probe wird in Schritt (c) der Fotolack auf der Lackschleuder mit Azeton gestrippt. Die dünne Kohlenstoffschicht in dem geätzten Bereich wird teils schon während des Ätzvorgangs stellenweise beschädigt,

der Rest wird beim Strippen des Fotolacks mit entfernt. In Schritt (d) wird zunächst eine 50 nm dünne Goldschicht in einem Parallelplattenreaktor durch Kathodenzerstäubung aufgebracht. Die Goldschicht weist eine sehr geringe Haftung zum Silizium auf, haftet aber sehr viel besser auf der oxidierten Titanoberfläche. Sie kann deshalb in einem späteren Prozeßschritt als Trennschicht verwendet werden [Kade92]. Auf diese Goldschicht wird dann in der gewünschten Dicke von 0,5 - 2,2 µm ein fotosensitives Polyimid (Probimid 408, Fa. Ciba-Geigy) aufgeschleudert, gebacken (Prebake) und durch Kontaktkopie einer weiteren Chrommaske 3 mit UV -Strahlung belichtet. Nach Entfernung der unbelichteten Bereiche mittels eines Entwicklers (QZ3301) und erneutem Ausbacken des Polyimids (Hardbake) wird in Schritt (e) mittels eines Argon - Plasmas die Goldschicht an den freigelegten Stellen entfernt. Die Entfernung der Goldschicht ist notwendig, da nur so eine ausreichende Haftung bei einem nachfolgenden Aufbau von Mikrostrukturen mittels des LIGA-Verfahrens (vgl. Abb.1) um die Polyimidmembran herum sichergestellt werden kann. In einem Test mit Goldstärken von 10 nm, 50 nm, 150 nm und 300 nm zeigte sich, daß beispielsweise LIGA-Strukturen aus Kupfer lediglich bei einer Goldstärke von 10 nm eine ausreichende Haftung besaßen. Diese Schichtdicke ist jedoch für eine Funktion als Trennschicht zwischen Polyimid und Silizium zu gering.

## **4.2 Herstellung von Hohlstrukturen mit flexibler Membran**

Zur Herstellung von Hohlstrukturen mit einer flexiblen Membran aus Titan oder Polyimid gibt es zwei Möglichkeiten. Die mit dem LIGA-Verfahren hergestellten Mikrostrukturen, welche die Wände der Hohlstruktur bilden, können einerseits direkt auf der späteren Membran aufgebaut werden. Sie können aber auch auf einem festen Substrat aufgebaut und dann auf eine Membran geklebt werden.

### **4.2.1 Aufbau der Mikrostrukturen auf einer Membran**

Durch den Aufbau von Mikrostrukturen auf einer unstrukturierten Titanmembran können Hohlstrukturen hergestellt werden, die mit einer flexiblen Membran aus Titan verschlossen sind. Es kann aber auch eine Hohlstruktur mit Polyimidmembran geschaffen werden, indem vor dem Aufbau der Mikrostrukturen die Titanmembran, wie in Abb.7 gezeigt, strukturiert und lokal durch Polyimid ersetzt wird.

#### 4.2.1.1 Hohlstrukturen mit Titanmembran

In Abb.8 sind die notwendigen Prozeßschritte zum Aufbau einer Mikrostruktur auf einer Membran aus Titan dargestellt. Es resultiert eine Hohlstruktur, welche einseitig durch eine flexible Membran aus Titan begrenzt ist.

Wie in Kap. 4.1 beschrieben, wird auf eine Siliziumscheibe eine Kohlenstoffschicht und eine Titanmembran aufgebracht. Damit die in Schritt (a) zum Aufpressen des PMMA verwendeten Abstandsstreifen außerhalb des Kohlebereichs aufgelegt werden können, wird der Kohlenstoff mit Hilfe einer Rechteckblende von 30 x 70 mm<sup>2</sup> nur im zentralen Bereich der Scheibe aufgebracht. Ansonsten besteht die Gefahr, daß beim Entfernen der Streifen die Titanmembran mit abgelöst wird. Auch ist es für die spätere Oberflächenbearbeitung von Vorteil, den Bereich der Kohlenstoffschicht möglichst klein zu wählen, um die Beanspruchung der Titanmembran gering zu halten.

Anschließend werden mit dem LIGA-Verfahren [Beck86, Bley91] metallische Mikrostrukturen auf der Titanmembran aufgebaut. Um eine gute Haftung des PMMA und der galvanisch abgeschiedenen Mikrostrukturen zu erreichen, wird die Titanmembran 4 min in einer Lösung aus H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> und NaOH naßchemisch oxidiert und erhält dadurch eine rauhere Oberfläche [Bach92]. Anschließend wird ein ca. 100 µm dicker, röntgenempfindlicher Resist (PMMA) auf die Titanmembran aufgebracht und auspolymerisiert. Die Dicke der Resistschicht wird mit Hilfe von Abstandsstreifen eingestellt, welche auf die Titanmembran aufgelegt und nach der Polymerisation abgezogen werden [Mohr88]. Im nächsten Schritt (b) erfolgt die Strukturierung des PMMA. Über eine Röntgenmaske wird das PMMA mit Synchrotronstrahlung belichtet und die bestrahlten Bereiche in einem geeigneten Entwickler herausgelöst. Diese Bereiche werden in Schritt (c) galvanisch aufgefüllt. Hierbei zeigte sich, daß aufgrund der Unebenheit der Galvanik eine anschließende Oberflächenbearbeitung unumgänglich ist, da ansonsten in Schritt (e) keine lückenlose Verbindung zwischen den Mikrostrukturen und der Abdeckplatte erzielt werden kann. Bei dieser Oberflächenbearbeitung gehen bis zu 50 % der Strukturhöhe verloren. Da jedoch die Strukturierung des Resists mit Synchrotronstrahlung mit einem hohen Aufwand, der überproportional zur Resistdicke zunimmt, verbunden ist, wird angestrebt, die gesamte Höhe durch Galvanisieren von bis zu weiteren 100 µm über den Rand des Resists zu nutzen. Eine Oberflächenbearbeitung solcher übergalvanisierter Strukturen durch Polierfräsen kann jedoch nur beschädigungsfrei durchgeführt werden, indem sie vor der Bearbeitung vollständig in eine weitere PMMA-Schicht eingegossen werden. Dadurch

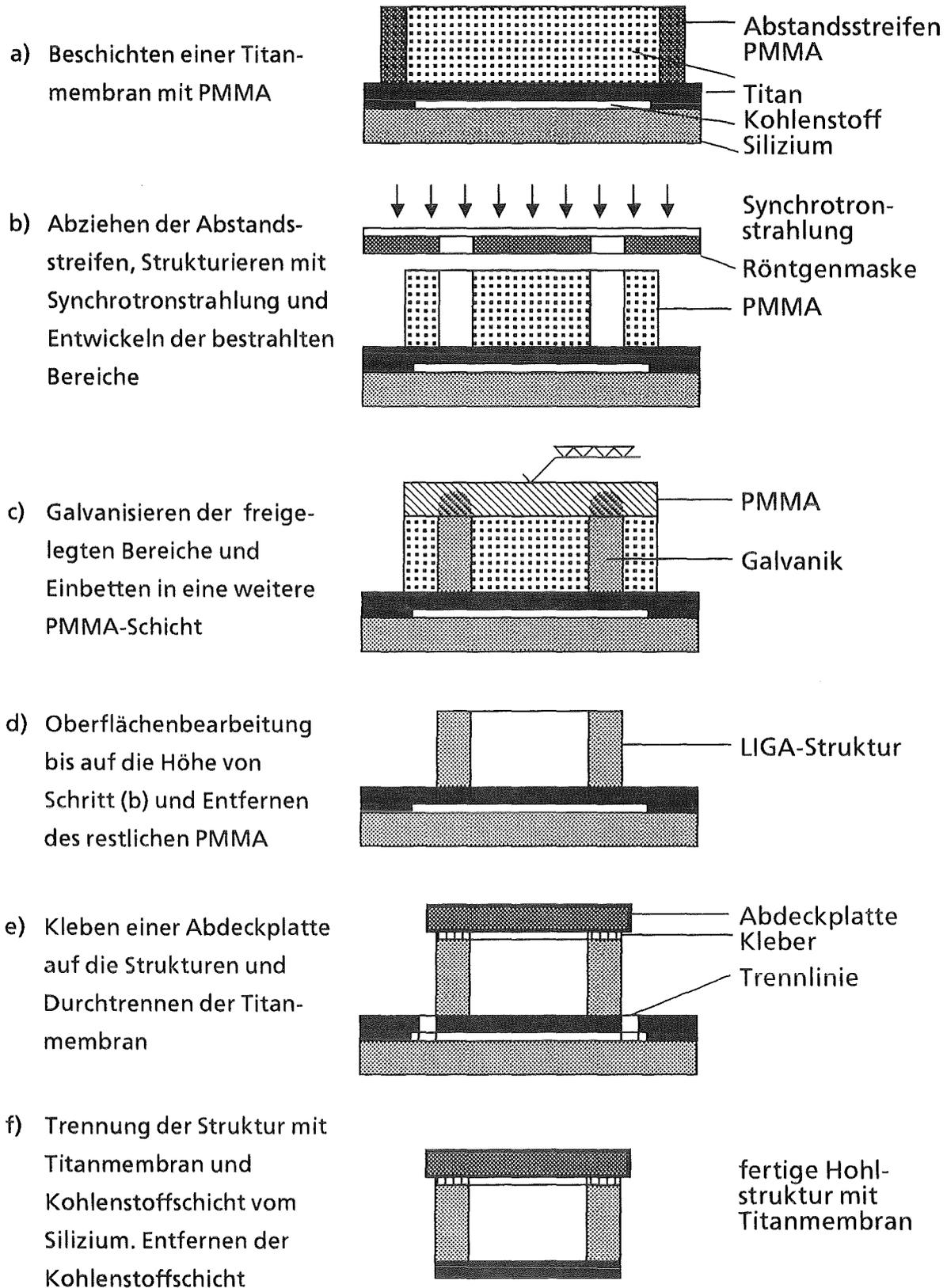


Abb.8: Prozeßfolge zur Herstellung von LIGA-Hohlstrukturen, die einseitig durch eine flexible Titanmembran verschlossen sind. Die Mikrostrukturen werden auf einer Titanmembran aufgebaut und nach der Oberflächenbearbeitung wird eine Abdeckplatte aufgeklebt. Nach der Trennung vom Silizium liegt eine Hohlstruktur mit Titanmembran vor.

entsteht beim Fräsen eine gleichmäßige Belastung über den gesamten Fräsbereich hinweg und somit ist die Belastung für die Strukturen geringer. Zudem werden die Strukturen zusätzlich gestützt. Ohne das Eingießen in eine weitere PMMA-Schicht würden, durch die bei der Bearbeitung auftretenden Kräfte, die Strukturen entweder von der Titanmembran oder mitsamt dieser von der Siliziumscheibe gelöst. Im folgenden Schritt (d) werden die Strukturen bis knapp unter die Höhe des bestrahlten Resists abgearbeitet und das verbleibende PMMA mit Ethylacetat bei 50 °C entfernt. Dabei muß eine beschädigungsfreie Titanmembran vorliegen, da ansonsten das Ethylacetat unter die Membran läuft und zu einer vorzeitigen Ablösung von der Siliziumscheibe führt. Es ergeben sich besonders ebene Oberflächen der Mikrostrukturen, deren Rauigkeit durch das gewählte Bearbeitungsverfahren optimal an das spätere Verbindungsverfahren angepaßt werden kann. Die Höhe der Mikrostrukturen beträgt nach der Bearbeitung 50 - 100 µm. Der Zustand einer Siliziumscheibe mit Pumpenstrukturen nach der Oberflächenbearbeitung und nach Entfernen des PMMA ist in Abb.9 dargestellt.

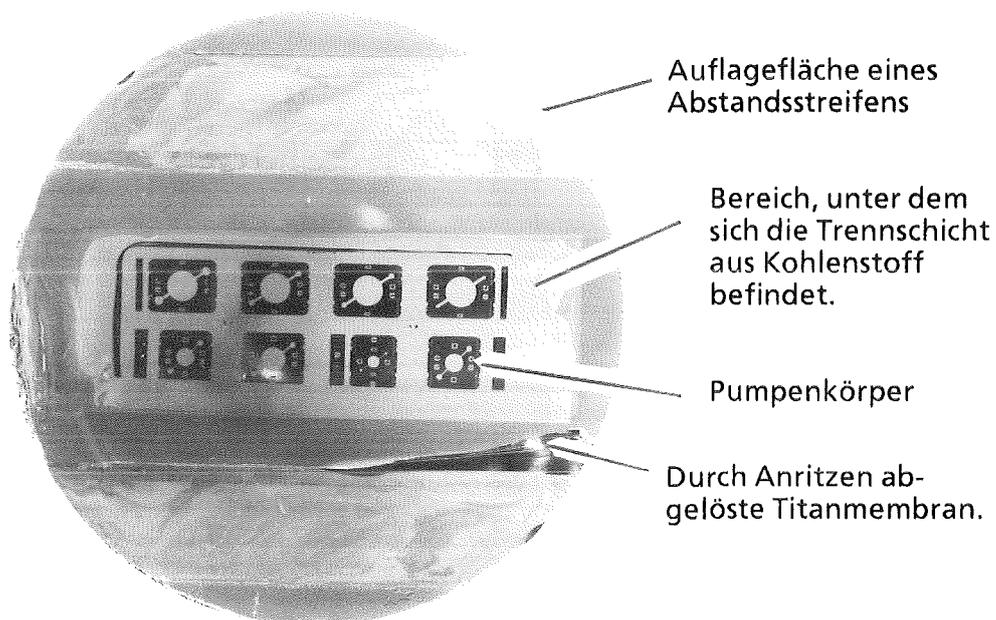


Abb.9: Siliziumscheibe mit acht Pumpenkörpern aus Kupfer, die mit dem LIGA-Verfahren auf einer Titanmembran aufgebaut sind (vgl.Schritt d in Abb.8). Im Bereich unterhalb der Pumpenkörper ist eine Trennschicht aus Kohlenstoff zwischen der Titanmembran und der Siliziumscheibe angebracht.

Die beiden horizontalen, außen liegenden Streifen in Abb.9 sind Bereiche, auf welchen die Abstandstreifen lagen. Der helle, rechteckige Bereich im Zentrum

der Siliziumscheibe markiert die Stellen, an denen sich eine Kohlenstoffschicht unter der Titanmembran befindet. Um das Vorhandensein einer Titanmembran zu verdeutlichen, wurde diese entlang des unteren Abstandstreifens angeritzt. Aufgrund der inneren Spannung rollte sie sich ein. Als Mikrostrukturen sind im zentralen Bereich der Siliziumscheibe acht oberflächenbearbeitete Pumpenkörper aus Kupfer zu sehen. Diese Mikrostrukturen werden in Schritt (e) mit einer steifen Abdeckplatte, vorzugsweise aus mindestens 1 mm dickem Glas, verklebt. Eine Abdeckplatte aus Glas bietet den Vorteil, daß eine Beobachtung des Innenraums der Hohlstruktur möglich ist, wodurch bei einer Anwendung als Pumpenkammer der Transport des Fördermediums durch die Pumpe beobachtet werden kann. Der Klebstoff muß bei der Verklebung derart aufgetragen werden, daß er nicht in die Strukturen läuft [Kell93]. Anschließend wird die Titanmembran am Außenrand der Strukturen durchtrennt, um in Schritt (f) eine Trennung der Mikrostrukturen, zusammen mit der Titanmembran und der Kohlenstoffschicht, von der Siliziumscheibe mittels der Übertragungstechnik [Stob89] zu ermöglichen. Die Kohlenstoffschicht kann abschließend noch mit Hilfe eines Sauerstoffplasmaschritts entfernt werden, so daß eine einseitig mit einer flexiblen Titanmembran verschlossene LIGA-Hohlstruktur resultiert.

#### 4.2.1.2 Hohlstrukturen mit Polyimidmembran

Um auch Pumpenmembranen aus Polyimid in einer Pumpe realisieren zu können, muß ein Verfahren zur Herstellung von Hohlstrukturen, welche einseitig durch eine flexible Membran aus Polyimid begrenzt sind, zur Verfügung stehen.

Eine Möglichkeit der Realisierung besteht darin, analog zu Abb.7 eine lokale Polyimidmembran in eine Titanmembran zu integrieren und anschließend die Mikrostrukturen mit dem LIGA-Verfahren um die Polyimidmembran herum auf der Titanmembran aufzubauen. Hierbei erfolgt der Aufbau der Mikrostrukturen und die weitere Prozessierung analog zu Abb.8.

Der Zustand bei der justierten Strukturierung des PMMA durch Röntgentiefenlithographie ist in Schritt (a) von Abb.10 dargestellt. Zur Trennung der Membranen von der Siliziumscheibe dient im Bereich der Titanmembran die Kohlenstoff-, im Bereich der Polyimidmembran die Goldschicht als Trennschicht. Wie experimentell gezeigt wurde, kann keine einheitliche Kohlenstoffschicht als Trennschicht verwendet werden, da diese für eine Trennung des Polyimids zu fest auf dem Silizium haftet. Dadurch werden zu große Kräfte auf die Polyimidmembran von 2-5 mm Durchmesser übertragen, so daß diese an der oberen Randkante der geätzten Titanöffnung reißt. Im Gegensatz hierzu konnten mit

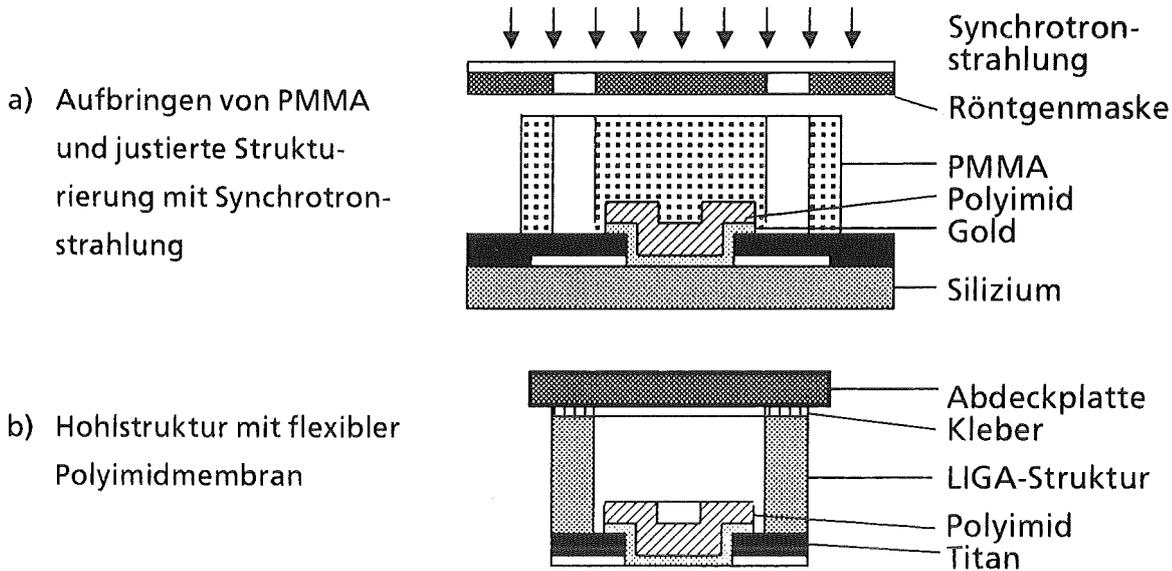


Abb.10: Herstellung von Hohlstrukturen mit flexibler Polyimidmembran durch den Aufbau von LIGA-Strukturen auf einer strukturierten und lokal durch Polyimid ersetzten Titanmembran (vgl. Abb.7) sowie der Trennung von der Siliziumscheibe.

einer Trennschicht aus Gold die entsprechenden Polyimidmembranen ohne Beschädigung von der Siliziumscheibe getrennt werden. Dabei wurde der Bereich, in dem die Polyimidmembran auf der oxidierten und mit Gold beschichteten Titanmembran haftet, so groß gewählt wie die Öffnung in der Titanmembran. In Schritt (b) von Abb.10 ist die fertige Hohlstruktur mit einer flexiblen Membran aus Polyimid dargestellt. Die Trennschicht aus Kohlenstoff kann noch, falls notwendig, in einem Sauerstoffplasma entfernt werden.

#### 4.2.2 Verkleben der Mikrostrukturen auf eine Membran

Eine alternative Möglichkeit, Hohlstrukturen mit einer flexiblen Membran in LIGA-Technik herzustellen, besteht darin, die Mikrostrukturen auf einem festen Substrat aufzubauen und dann auf eine Folie zu kleben. Dieser Verfahrensweg ist in Abb.11 für die Herstellung einer Hohlstruktur mit Titanmembran dargestellt. Klebt man in Schritt (d) von Abb.11 die Mikrostrukturen auf eine Siliziumscheibe, wie sie in Schritt (e) von Abb.7 gezeigt ist, so kann mit demselben Verfahrensweg auch eine Hohlstruktur mit Polyimidmembran geschaffen werden. Bei diesem Verfahren befindet sich beim Aufbau und während der Oberflächenbearbeitung der Mikrostrukturen keine Trennschicht aus Kohlenstoff zwischen der Titanmembran und der Siliziumscheibe. Damit können bei den weiteren Prozessschritten keine Defekte aufgrund einer Ablösung der Membran von der Siliziumscheibe auftreten.

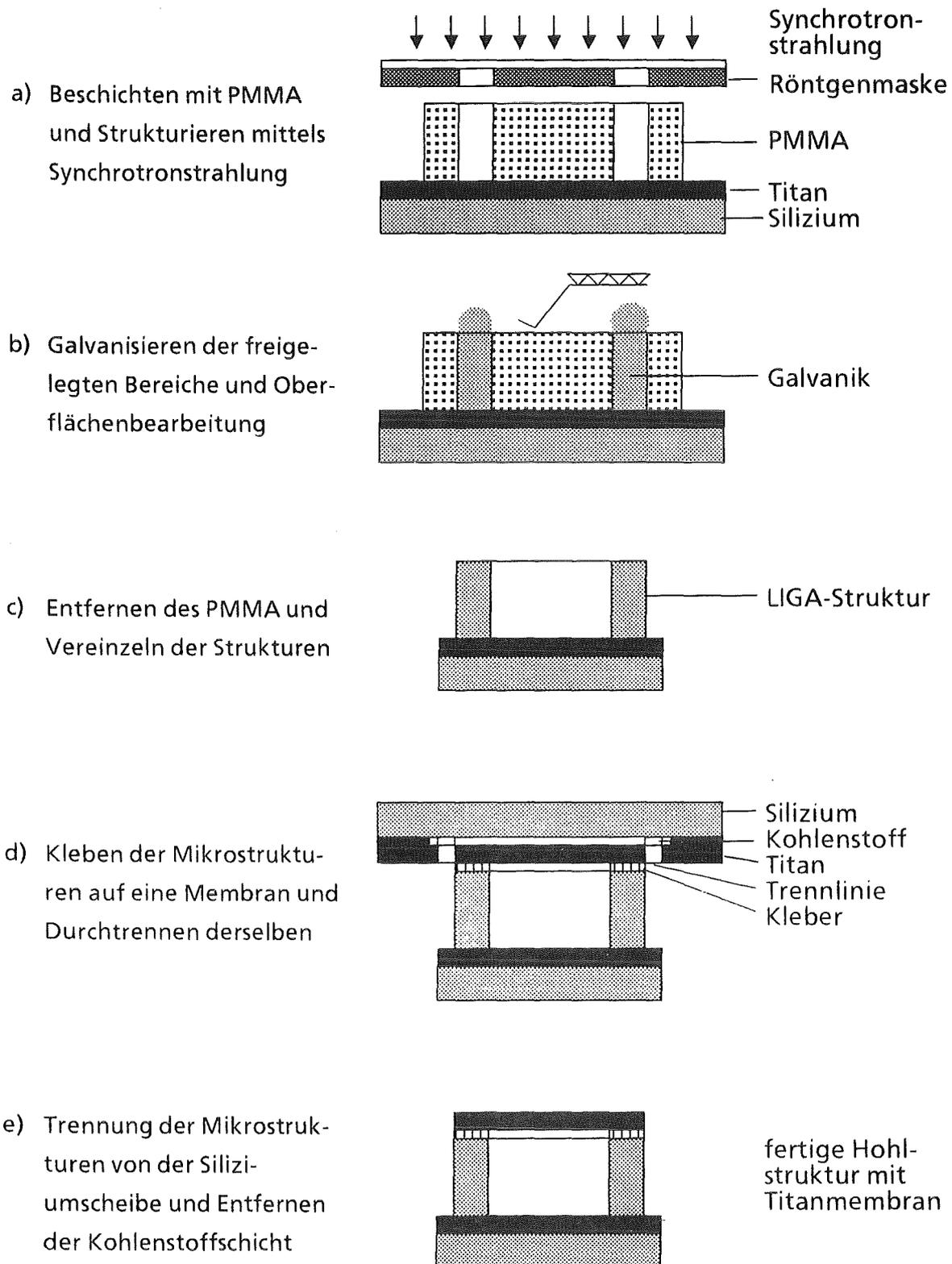


Abb.11: Alternative Prozeßfolge zu Abb.8 zur Herstellung von LIGA-Hohlstrukturen, die einseitig durch eine flexible Titanmembran verschlossen sind. Die Mikrostrukturen werden auf einem festen Substrat aufgebaut und nach der Oberflächenbearbeitung auf eine Titanmembran geklebt.

In Schritt (a) wird eine PMMA-Schicht auf die oxidierte Titanmembran aufgebracht und mittels Röntgentiefenlithographie strukturiert. Die freigelegten Bereiche werden in Schritt (b) galvanisch über die Höhe des Resists aufgefüllt und die Oberfläche mechanisch bearbeitet. Nach Entfernen des PMMA werden in Schritt (c) die Mikrostrukturen durch Trennen der Siliziumscheibe in kleine Teile vereinzelt. Die so vereinzelteten Teile werden in Schritt (d) auf eine Titanmembran geklebt, welche über einer Kohlenstoffschicht auf einer Siliziumscheibe aufgebracht ist. Wie in Abb.8 wird die Titanmembran am Außenrand der Strukturen durchtrennt und in Schritt (e) zusammen mit den Mikrostrukturen von der Siliziumscheibe abgelöst. Falls erwünscht, kann abschließend die Kohlenstoffschicht in einem Sauerstoffplasma entfernt werden.

Dieses alternative Fertigungsverfahren weist den Vorteil auf, daß der Prozeß auf einem festen Substrat abläuft und nicht, wie in Abb.8, auf einer Titanmembran, die oberhalb einer Trennschicht auf der Siliziumscheibe aufgebracht ist, durchgeführt werden muß. Damit entfallen die Probleme beim Entfernen der Abstandstreifen und bei der Oberflächenbearbeitung. So ist es beispielsweise nicht mehr notwendig, die übergalvanisierten Strukturen vor der Oberflächenbearbeitung in PMMA einzubetten und sie können durch Polierfräsen ohne Defekte bearbeitet werden. Als Nachteil ist jedoch zu nennen, daß die Klebung auf der Seite der Titanmembran durchgeführt werden muß und damit die Gefahr besteht, daß Klebstoff auf die freien Membranbereiche läuft. Desweiteren ist im Gegensatz zu Abb.8 die fertige Hohlstruktur durch Silizium begrenzt, so daß das Innere der Hohlstruktur auf optischem Wege nicht eingesehen werden kann. Um dies zu ermöglichen, wäre ein LIGA-Aufbau auf einem transparenten Substrat neu zu entwickeln. Liegt zudem wie in Abb.7 eine lokale Polyimidmembran vor, so ist eine justierte Verklebung notwendig, welche mit diesem Aufbau nicht ohne größeren Aufwand durchgeführt werden kann. Beim Verfahrensschritt (a) nach Abb.10 hingegen kann die Erfahrung mit einer justierten Bestrahlung am Synchrotron genutzt werden.

Um die Tauglichkeit dieses alternativen Verfahrens zu demonstrieren, wurde eine Probe mit Mikrostrukturen aus Gold nach Abb.11 prozessiert. Es konnten Hohlstrukturen mit Titanmembranen von 2-5 mm Durchmesser ohne Defekte hergestellt werden.

### 4.2.3 Materialauswahl für die Mikrostrukturen

Als Materialien für die galvanische Abscheidung von Mikrostrukturen stehen am IMT zur Zeit Nickel, Kupfer und Gold routinemäßig zur Verfügung. Durch Röntgentiefenlithographie hergestellte PMMA-Strukturen erscheinen für die Pumpe als nicht so geeignet, da PMMA zum Beispiel schon durch Wasser als zu förderndes Medium angegriffen wird und quillt. Kupfer bietet sich als Galvanikmaterial besonders an, da am IMT langjährige Erfahrung bezüglich des PolierfräSENS von Kupferoberflächen vorliegt. Bei der Fertigung von Hohlstrukturen nach Abb.8 ist jedoch zu beachten, daß die Strukturen nicht fest auf einem Substrat verankert, sondern auf einer Membran aufgebaut sind. Deshalb muß die Bearbeitung derart durchgeführt werden, daß die Kräfte auf die Mikrostrukturen und die Membran während der Oberflächenbearbeitung möglichst gering sind. Auch bei Gold erscheint eine Bearbeitung durch PolierfräSEN möglich. Bei der Verwendung von Gold als Strukturmaterial kann die Tatsache genutzt werden, daß Gold als Edelmetall gegen fast alle Stoffe chemisch resistent ist. Dadurch verhält es sich neutral gegenüber dem Fördermedium, was in der Medizintechnik und der chemischen Analytik sehr wichtig ist. Nickel hingegen weist eine hohe Zähigkeit auf und die Bearbeitung von fest auf dem Substrat verankerten Strukturen durch PolierfräSEN ist aufgrund der hohen Schneidkräfte mit einem zu großen Verschleiß des Werkzeugs verbunden. Zudem nehmen auch die Mikrostrukturen während der Oberflächenbearbeitung durch Verformung Schaden [Frit92]. Eine Bearbeitung von Nickelstrukturen durch Schleifen ist prinzipiell möglich, jedoch ist auch bei diesem Prozeß mit großen Kräften auf die Mikrostrukturen zu rechnen. Desweiteren ist eine Gratbildung an den Kanten der bearbeiteten Mikrostrukturen zu erwarten, welche zu einer Beschädigung der Membran führen kann. Zudem müßte dieses Verfahren zuerst erprobt und Erfahrung gewonnen werden, weshalb im Rahmen der vorliegenden Arbeit von Nickel als Galvanikmaterial abgesehen wurde.

#### 4.2.3.1 Mikrostrukturen aus Kupfer

Um Mikrostrukturen aus Kupfer durch Galvanisieren herzustellen, wird ein Fluoroboratelektrolyt [Rupr91] verwendet. Dieser besitzt gegenüber dem ebenfalls am IMT verwendeten Sulfatelektrolyten die doppelte Abscheiderate und auch eine bessere Ebenheit. In einem 3D-Scan der über die Resisthöhe hinaus galvanisierten Strukturen (Abb.12) zeigt sich ein deutliches Gefälle der Galvanik-

höhe von den Rändern der Strukturen zur Mitte hin (Wanneneffekt). Die lokalen Höhenunterschiede über dem Resist können bis zu  $80\ \mu\text{m}$  betragen. Daher ist eine Oberflächenbearbeitung für eine spätere dichte Verbindung mit einer Abdeckplatte (vgl. Abb.8) unumgänglich, wobei für eine optisch saubere Oberfläche ca.  $20\ \mu\text{m}$  unter die ursprüngliche PMMA-Höhe gefräst werden sollte.

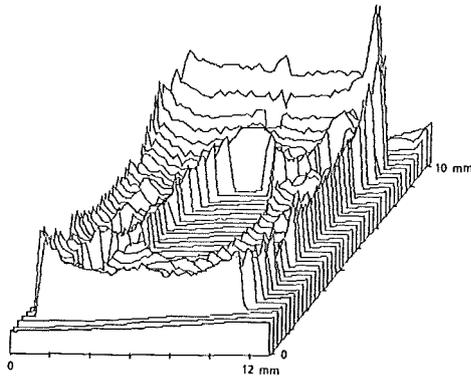


Abb.12: 3D-Scan einer übergalvanisierten Pumpenstruktur aus Kupfer.

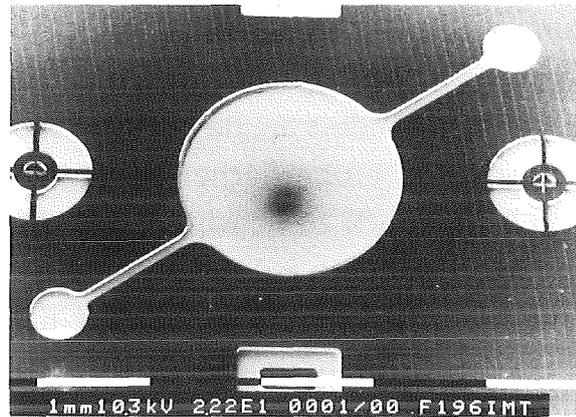


Abb.13: Poliergefräste Pumpenstruktur aus Kupfer

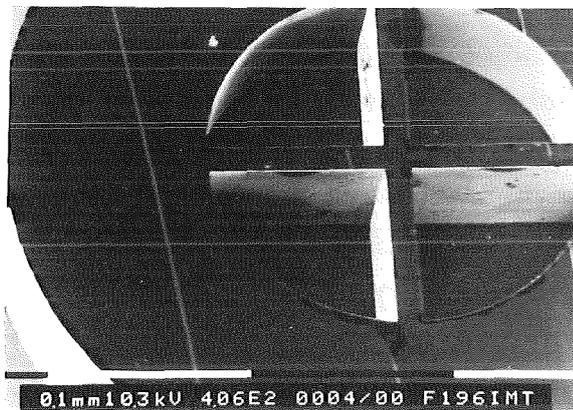


Abb.14: Poliergefrästes Justierkreuz mit sich kreuzenden Stegen von  $10\ \mu\text{m}$  Breite.

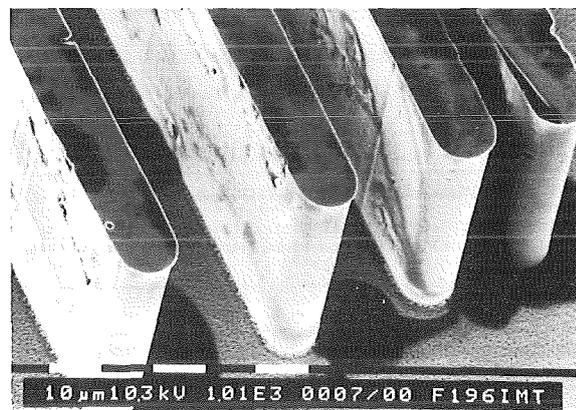


Abb.15: Teststrukturen:  $55\ \mu\text{m}$  hohe,  $10\ \mu\text{m}$  breite und  $1\ \text{mm}$  lange Stege aus Kupfer.

Hohlstrukturen mit einer Pumpenstruktur aus Kupfer und einer Pumpenmembran aus Titan lassen sich mit dem Verfahren nach Abb.8 defektfrei herstellen. Abb.13 zeigt eine erfolgreich bearbeitete Pumpenstruktur mit einer Endhöhe von  $55\ \mu\text{m}$ . An den hellen Streifen ist die Fräsrichtung deutlich zu erkennen. Die maximale Rauhtiefe  $R_T$  beträgt  $400\ \text{nm}$  bei einer Messung senkrecht zur Fräsrichtung. Die bei der Bearbeitung erzielte Oberflächenqualität ist sehr gut, so daß eine Abdeckplatte aus Glas auf die Oberfläche geklebt werden kann. In Abb.14 ist ein poliergefrästes Justierkreuz (Detail aus Abb.13) dargestellt. Die sich

kreuzenden Stege von 10  $\mu\text{m}$  Breite zeigen eine saubere Struktur ohne Grat. Ein Grat am Rand der Aktorkammer könnte z.B. zu einer Beschädigung der Pumpenmembran führen. Zur Prozeßkontrolle ist im Design links neben der kleinsten Pumpe (vgl. Abb.9) ein Testfeld angebracht, das unter anderem freistehende, 1mm lange Stege mit Breiten zwischen 10  $\mu\text{m}$  und 50  $\mu\text{m}$  aufweist. Solche Stege sind zum einen parallel, zum anderen senkrecht zur Fräsrichtung angeordnet. Es hat sich gezeigt, daß das komplette Testfeld erhalten bleibt, wenn die Metallstrukturen vor der Oberflächenbearbeitung in PMMA eingegossen werden. In Abb.15 sind die Enden einiger 10  $\mu\text{m}$  breiter Stege dargestellt.

#### 4.2.3.2 Mikrostrukturen aus Gold

Bei der Herstellung von metallischen Hohlstrukturen nach dem Verfahren nach Abb.8 erwies sich die Haftung der mit einem sulfidischen Goldelektrolyten abgeschiedenen Mikrostrukturen auf der oxidierten Titanmembran als Problem. So war nach der Oberflächenbearbeitung von Pumpenstrukturen im Zustand von Schritt (d) in Abb.8 ein Ablösen vom Titan und damit einhergehend ein Hochwölben aufgrund der inneren Spannungen im Gold an den Rändern der Strukturen zu beobachten. Einige Pumpenstrukturen und vor allem die schmalen Teststege gingen beim Entfernen des PMMA verloren.

Um eine bessere Haftung zu erzielen, wurden eine 0,5  $\mu\text{m}$  dünne, aus dem Fluoroboratelektrolyten abgeschiedene Zwischenschicht aus Kupfer und eine 5  $\mu\text{m}$  dünne Zwischenschicht aus Nickel getestet. Von beiden Zwischenschichten ist bekannt, daß sie aufgrund einer höheren Startpunktdichte eine bessere Haftung auf Titanoxid besitzen als Gold. Die Eignung des Fluoroboratelektrolyten wurde bereits im Abschnitt über Mikrostrukturen aus Kupfer nachgewiesen. Bei der Nickelschicht wurde eine Dicke von 5  $\mu\text{m}$  angestrebt, da in [Hars88] gezeigt wurde, daß unter den gewählten Abscheidebedingungen in dieser Dicke hergestellte Schichten spannungsarm sind.

Sowohl mit Zwischenschichten aus Kupfer als auch aus Nickel konnte der Prozeß erfolgreich durchgeführt werden. Da sich Kupfer jedoch auch sehr gut als Opferschichtmaterial für die Ventile der Pumpe eignet (vgl. Kap.5.3.1) und die Mikrostrukturen beim Auflösen der Opferschicht nicht abgelöst werden dürfen, wird im weiteren eine 5  $\mu\text{m}$  Nickel-Zwischenschicht als Haftschicht für die Goldstrukturen verwendet. Die galvanisch über die Höhe des Resists abgeschiedenen Goldstrukturen weisen gegenüber Strukturen aus Kupfer eine deutlich bessere Ebenheit auf. Die maximalen Höhenunterschiede der übergalvanisierten Strukturen betragen über die gesamte Siliziumscheibe hinweg 50  $\mu\text{m}$ , bei einer einzelnen

Pumpe 40  $\mu\text{m}$ . Desweiteren liegt eine sehr glatte Oberflächenstruktur vor. Somit ist die zur Einbettung der Strukturen aufzubringende PMMA-Schicht deutlich dünner als bei Strukturen aus Kupfer. Mit einem speziellen Fräsdiamanten für Gold wurde die Oberflächenbearbeitung von Goldstrukturen erprobt. Eine Bearbeitung nach Abb.8 konnte durch Polierfräsen defektfrei durchgeführt werden. Um dies zu verdeutlichen, sind in Abb.16 120  $\mu\text{m}$  hohe, 10  $\mu\text{m}$  breite und 1 mm lange Teststege zu sehen, welche durch Polierfräsen erfolgreich bearbeitet werden konnten, obwohl sie auf einer über einer Kohlenstoffschicht angebrachten Titanmembran aufgebaut sind und die Bearbeitung quer zum Strukturverlauf erfolgte. Mit einer maximalen Rauhtiefe  $R_T$  von 600 nm konnte eine ähnlich gute Oberflächenqualität wie bei Kupferstrukturen erzielt werden.

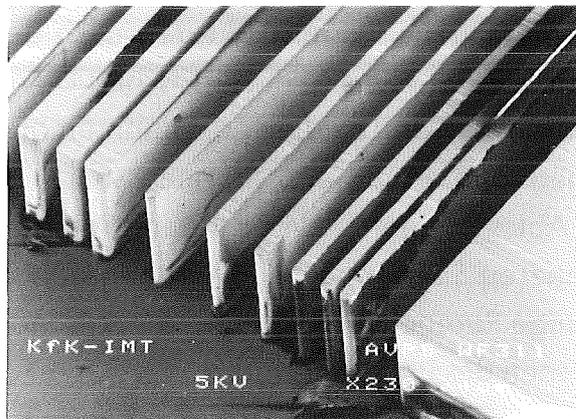


Abb.16: Teststrukturen: 120  $\mu\text{m}$  hohe, 10  $\mu\text{m}$  breite und 1 mm lange Stege aus Gold

### 4.3 Experimentelle Ermittlung der Membraneigenschaften

Das statische und dynamische Verhalten von Membranen kann mit Hilfe von Hohlstrukturen, welche mit einer flexiblen Membran verschlossen sind, untersucht werden. Um Aussagen über den zur Auslenkung der Pumpenmembran aufzubringenden Differenzdruck  $\Delta p_M$  treffen zu können, wird die statische Auslenkung der Membran in Abhängigkeit des Differenzdrucks gemessen. Dabei ist eine möglichst große Membranauslenkung bei geringen Differenzdrücken anzustreben. Da die Auslenkung der Membran abhängig vom verwendeten Membranmaterial ist, werden sowohl Titan- als auch Polyimidmembranen getestet. Durch Anpassen der Meßdaten mit einer Ausgleichskurve nach Gl.2 können der Biaxialmodul  $E/(1-\nu)$  und die innere Spannung  $\sigma_0$  bestimmt werden. Mit diesen Werten kann die Membranauslenkung auch für andere Membranabmessungen

berechnet werden. Das dynamische Verhalten der Pumpenmembran wird unter periodischer Druckbelastung getestet. Sowohl im statischen als auch im dynamischen Fall wird eine Grenze der Belastbarkeit ermittelt.

#### 4.3.1 Meßmethoden

Es werden Methoden für die Messung der statischen Membranauslenkung und für die Durchführung von dynamischen Tests vorgestellt.

##### 4.3.1.1 Statische Messung

Der Biaxialmodul  $E/(1-\nu)$  und die innere Spannung  $\sigma_0$  einer kreisrunden, dünnen Membran können bestimmt werden, indem die Membranauslenkung in Abhängigkeit des über der Membran abfallenden Differenzdrucks  $\Delta p_M$  gemessen und mit Gl.2 verglichen wird [Brom83].

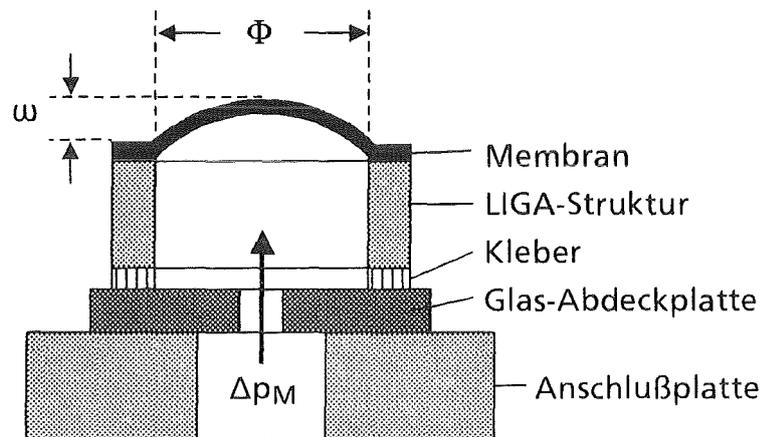


Abb.17: Methode zur Bestimmung der statischen Membranauslenkung unter Druckbelastung.

Die Messung erfolgt nach dem Schema von Abb.17. Eine Mikrostruktur wird nach Abb.8 auf einer Titanmembran aufgebaut und anschließend mit einer aufgeklebten Abdeckplatte verschlossen. Als Abdeckplatte dient ein 1mm starkes Glasplättchen, welches durch Ultraschallbohren mit einer runden Öffnung von 500  $\mu\text{m}$  Durchmesser versehen ist. Zur Verklebung wird ein zweikomponentiger Epoxidharzkleber verwendet, der auf die Mikrostruktur aufgetragen wird [Kell93]. Die derart hergestellte Hohlstruktur wird auf eine, mit einer Bohrung versehene, Anschlußplatte aufgebracht, über die sie mit Gasdruck beaufschlagt werden kann. Unter einem Mikroskop läßt sich bei 500-facher Vergrößerung und Fokussierung auf das Zentrum der Membran die Auslenkung über einen digitalen

Meßtaster (Sony Digital Indicator U30) mit einer Genauigkeit von 1  $\mu\text{m}$  in Abhängigkeit des Differenzdrucks bestimmen.

#### 4.3.1.2 Dynamische Messung

Es soll eine Aussage über die Stabilität der Membran bei periodischer Beaufschlagung mit einer Druckdifferenz  $\Delta p_M$  gewonnen werden. So interessiert bei einer Verwendung als Pumpenmembran vor allem, wie viele Lastwechsel mit der Membran durchgeführt werden können. Zur Klärung dieser Frage kann derselbe Aufbau wie bei der statischen Messung verwendet werden, wobei lediglich die konstante Druckdifferenz durch eine periodisch anliegende Druckdifferenz ersetzt werden muß. Hierzu wird in der Gaszuleitung ein 3/2-Wege-Magnetventil (MNH-3-M5, Fa. FESTO) mit einer Schaltzeit von 10 ms zwischengeschaltet, welches durch einen Frequenzgenerator angesteuert wird. Sowohl der Druck  $\Delta p_M$  als auch die Frequenz  $f$  sind vorgebar.

### 4.3.2 Messungen an Membranen

Es werden sowohl Messungen an Titan- als auch an Polyimidmembranen durchgeführt.

#### 4.3.2.1 Messungen an Titanmembranen

Es wurde sowohl die Membranauslenkung unter statischer Druckbelastung als auch die Grenze der Belastbarkeit bestimmt. Desweiteren wurde untersucht, wieviele Lastspielwechsel der Membran unter periodischer Druckbeanspruchung ohne das Auftreten von Defekten möglich sind.

#### Statische Membranauslenkung

Die 2,7  $\mu\text{m}$  dünnen Pumpenmembranen aus Titan wurden nach Abb.17 getestet. Die Membrandurchmesser betragen 2-5 mm mit einer Abstufung von 1 mm. Als Material für die LIGA-Strukturen wurde sowohl Kupfer als auch Gold verwendet. Die jeweils statisch durchgeführten Messungen sind in Abb.18a für Kupfer bzw. in Abb.18b für Gold dargestellt. Die Symbole stellen Meßpunkte dar. Die aus Gl.2 nach der Methode der kleinsten Fehlerquadrate gewonnene Ausgleichskurve durch die Meßpunkte [Stob89] ist als durchgezogene Linie dargestellt. Es ist zu erkennen, daß bei Verwendung von Goldstrukturen (Abb.18b) nur in etwa ein

Drittel der Differenzdrücke zur Membranauslenkung im Vergleich zu Kupferstrukturen (Abb.18a) notwendig sind.

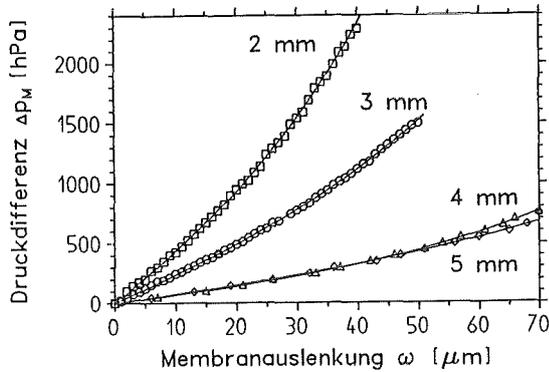


Abb.18a

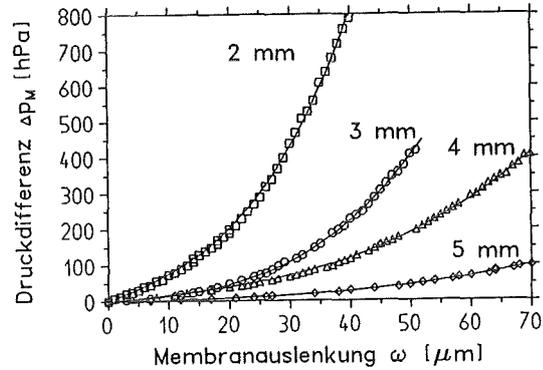


Abb.18b

Statische Messung der Druckdifferenz  $\Delta p_M$ , die zur Auslenkung  $\omega$  einer 2,7  $\mu\text{m}$  dünnen Titanmembran benötigt wird. Diese befindet sich auf einer Struktur aus Kupfer (Abb.18a) bzw. aus Gold (Abb.18b). Die Durchmesser der Membranen sind angegeben.

Die aus der Ausgleichskurve gewonnenen Werte für den Biaxialmodul  $E/(1-\nu)$  und die innere Spannung  $\sigma_0$  sind in Tab.3 enthalten.

Membran- durchmesser [mm]	Kupferstrukturen		Goldstrukturen	
	$\sigma_0$ [MPa]	$E/(1-\nu)$ [GPa]	$\sigma_0$ [MPa]	$E/(1-\nu)$ [GPa]
2	397	134	63	116
3	492	191	25	193
4	253	181	61	192
5	435	233	18	123
<b>Mittelwert</b>	<b><math>394 \pm 102</math></b>	<b><math>185 \pm 40</math></b>	<b><math>42 \pm 24</math></b>	<b><math>156 \pm 42</math></b>

Tab.3: Innere Spannung  $\sigma_0$  und Biaxialmodul  $E/(1-\nu)$  von Titanmembranen, die über Mikrostrukturen aus Kupfer bzw. Gold aufgespannt sind. Die Werte wurden aus den Meßkurven von Abb.18a und Abb.18b ermittelt.

Eine Übereinstimmung der aus den Messungen erhaltenen Mittelwerte für den Biaxialmodul  $E/(1-\nu)$  mit Literaturwerten (157 GPa für reines Titan [LaBö65], 188 GPa [Good90] ) und auch mit früheren Messungen an Titanmembranen, auf welche ein Rahmen aus Invar geklebt wurde (180 GPa [Stob89] ), ist sowohl für

die an den Kupfer- als auch an den Goldstrukturen durchgeführten Messungen innerhalb der Standardabweichung gegeben. Die Werte für die innere Spannung  $\sigma_0$  der Titanmembranen weichen sowohl bei den Messungen mit Goldstrukturen als auch bei denen mit Kupferstrukturen deutlich von den 200 MPa (vgl. Tab.1) für eine Titanmembran ab, welche über einer Kohlenstoffschicht auf einer Siliziumscheibe aufgebracht ist. Dieser Wert wurde aus der Durchbiegung der Siliziumscheibe vor und nach dem Aufbringen der Titanmembran ermittelt [Scho91].

Die Abweichung der Spannung  $\sigma_0$  zu hohen Werten ist bei Kupferstrukturen durch den Effekt zu erklären, daß der verwendete Klebstoff (LOCTITE 307) durch Spincoating auf die Abdeckplatte aus Pyrex-Glas aufgetragen wurde und es sich nicht vermeiden ließ, daß der Kleber an den Strukturwänden bis zur Membran hochlief und diese am Außenrand auf einer mittleren Breite von 150  $\mu\text{m}$  benetzte. Sowohl durch den Schwund beim Aushärten des Klebers bei 120 °C als auch durch den Effekt, daß sich der Klebstoff beim anschließenden Abkühlen auf Raumtemperatur aufgrund seines um etwa einen Faktor 40 größeren Wärmeausdehnungskoeffizienten stärker zusammenzog als die Titanmembran, wurde die Zugspannung in der Titanmembran erhöht.

Für die Verklebung der Goldstrukturen wurde ein besonders für dieses Material geeigneter Epoxidharzkleber verwendet. Dieser wurde derart auf die Oberfläche der Mikrostrukturen aufgetragen, daß ein Benetzen der Strukturwände ausgeschlossen werden konnte. Somit wurde die Spannung in der Titanmembran nicht aufgrund von Klebstoff auf der Membran erhöht. Bei der Verwendung von Strukturen aus Gold muß hingegen bedacht werden, daß sie nicht wie Kupfer bei Raumtemperatur, sondern bei 55 °C galvanisch abgeschieden werden. Aufgrund der unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten zwischen Gold und Titan vermindert sich nach Gl.15 die Zugspannung in der Titanmembran um ca. 40 MPa, wobei  $\Delta\alpha$  die Differenz der thermischen Ausdehnungskoeffizienten und  $\Delta T$  die Temperaturänderung angibt.

$$\Delta\sigma_{Ti} = \Delta\alpha \cdot \Delta T \cdot \frac{E_{Ti}}{(1-\nu_{Ti})} \quad (15)$$

Desweiteren kommt beim Abkühlen nach dem Verkleben der Unterschied im Ausdehnungskoeffizienten zwischen Silizium und Glas zum tragen. Mit dem verwendeten Kalknatronglas beträgt der Unterschied  $6,3 \cdot 10^{-6}/\text{K}$ , wodurch die Membranspannung um weitere 90 MPa reduziert wird.

Trotz der geringen Spannung  $\sigma_0$  bei der Verwendung von Goldstrukturen ist die Trennung von der Siliziumscheibe (Schritt e in Abb.8) ohne Beschädigung der Membran möglich, was bei großen Membranflächen, wie sie in der Maskentechnik benötigt werden, nicht gelingt [Stob89]. Somit ist prinzipiell gezeigt, daß der Übertragungsprozeß bei den gegebenen Abmessungen auch bei Membranen mit deutlich geringeren Zugspannungen als 200 MPa möglich ist und daß die Spannung  $\sigma_0$  der Titanmembran sowohl durch einen Temperschnitt nach deren Herstellung als auch durch die Prozeßführung beim Aufbau der Hohlstruktur beeinflußt werden kann.

#### Grenze der Belastbarkeit

Um die Grenze der Belastbarkeit der Titanmembranen unter statischer Druckbeaufschlagung zu ermitteln, wurde eine Titanmembran von 5 mm Durchmesser (Goldstruktur) bis zum Versagensfall mit Druck beaufschlagt. Bei einem Differenzdruck  $\Delta p_M$  von 1000 hPa löste sich die Membran komplett von der Mikrostruktur, wobei die Trennung innerhalb der Titanschicht auftrat. Derselbe Effekt wurde ebenfalls an einer Kupferstruktur bei 3 mm Membrandurchmesser beobachtet. Auch dort löste sich die Titanmembran auf dieselbe Weise bei einer Druckdifferenz von 2300 hPa und einer Membranauslenkung von 100  $\mu\text{m}$ .

Da die Titanmembran nach Abb.2, bei einer Verwendung als Pumpenmembran, jedoch von beiden Seiten von Strukturen gehalten wird, und um die Belastbarkeit der Membran selbst zu testen, wurde auf eine Titanmembran nach Abb.17 eine Platte aus Aluminium mit einer Öffnung von 5 mm derart aufgeklebt, daß die Öffnung exakt über dem Hohlraum zu liegen kam. In diesem Fall konnte die Druckdifferenz  $\Delta p_M$  bis auf 6000 hPa gesteigert werden, ohne daß eine Schädigung zu erkennen war. Die hierbei erzielte Membranauslenkung  $w$  betrug 300  $\mu\text{m}$ . Auf eine weitere Steigerung des Drucks wurde verzichtet, da der Zuleitungsschlauch zur Anschlußplatte für maximal 7000 hPa ausgelegt war und die erzielten Werte bereits weit den Bereich der Anwendung in einer Mikropumpe übertreffen. Somit konnte gezeigt werden, daß bei einer beidseitig eingespannten Pumpenmembran aus Titan ein Bersten der Membran bei den gewählten Dimensionen weitgehend ausgeschlossen werden kann.

#### Verhalten unter periodischer Druckbelastung

Um das Verhalten der Titanmembranen unter periodischer Druckbelastung zu testen, wurde eine Goldstruktur mit einem Kammerdurchmesser von 5 mm analog zu Abb.17 auf eine Anschlußplatte montiert und die Titanmembran mit einem periodischen Druck  $\Delta p_M$  von 500 hPa und einer Frequenz  $f$  von 5 Hz

beaufschlagt. Die maximale Auslenkung der Membran wurde durch eine Anschlagplatte auf 100 µm beschränkt. Innerhalb einer Meßdauer von 56 Stunden konnten 10<sup>6</sup> Lastspiele vollzogen werden, ohne daß ein Leck der Membran bzw. eine optisch sichtbare Schädigung zu registrieren war. Somit sollte Titan als Pumpenmembranmaterial gut geeignet sein.

#### 4.3.2.2 Messungen an Polyimidmembranen

Nach Abb.10 können Hohlstrukturen, welche einseitig durch eine flexible Polyimidmembran verschlossen sind, hergestellt und anschließend analog zu den Titanmembranen nach der Methode aus Abb.17 getestet werden.

Zu beachten ist jedoch, daß der Bereich der flexiblen Membran in sich nicht homogen aufgebaut ist. Die Polyimidmembran wird am Außenrand durch eine 2,7 µm dünne Titanmembran gehalten und auf der Polyimidmembran befindet sich zusätzlich eine ca. 50 nm dünne Schicht aus Gold (Trennschicht). Die Trennschicht aus Kohlenstoff auf der Titanmembran (vgl. Abb.10) wurde in einem Sauerstoffplasma entfernt. Hieraus ergibt sich der in Abb.19 dargestellte Aufbau der Membran. Ihre Abmessungen sind in Tab.4 enthalten.

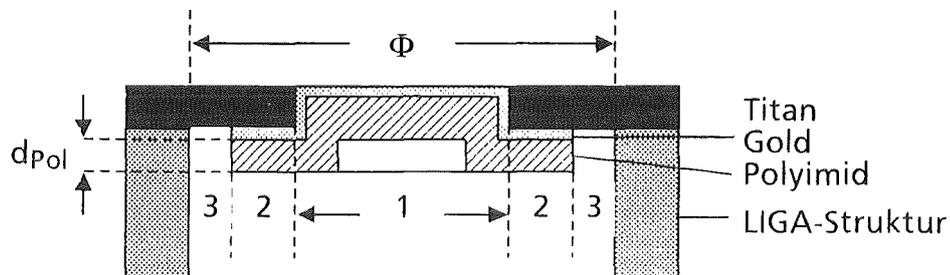


Abb.19: Aufbau und Nomenklatur bei einem Membranaufbau mit einer Polyimidmembran der Dicke  $d_{Pol}$ . In ihrem Aufbau sind die Bereiche 1, 2 und 3 zu unterscheiden, wobei Bereich 1 und Bereich 2 flächenmäßig gleich groß gewählt sind.

$\Phi$ [mm]	Bereich 1 [mm]	Bereich 2 [mm]	Bereich 3 [mm]
2	1,36	0,27	0,05
3	2,06	0,42	0,05

Tab.4: Abmessungen des Membranaufbaus aus Abb.19

An dem Membranaufbau aus Abb.19 wurde die statische Membranauslenkung  $w$  unter einer Druckdifferenz  $\Delta p_M$  nach der in Abb.17 gezeigten Methode ermit-

telt. Das Ergebnis der Messungen ist in Abb.20 dargestellt, wobei zum Vergleich einige Messungen an Titanmembranen aus Abb.18b als gepunktete Linien mit eingezeichnet sind.

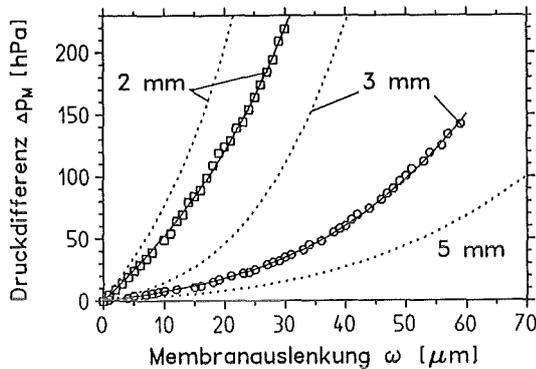


Abb.20: Statische Auslenkung einer 1,5 µm dünnen Polyimidmembran im Vergleich zu den Messungen an einer Titanmembran aus Abb.18b (gepunktete Linie).

Der Vergleich zeigt, daß sich die Membranen aus Polyimid wesentlich leichter auslenken lassen als diejenigen aus Titan. Durch eine Vergrößerung des Anteils von Bereich 1 der Polyimidmembran (vgl. Abb.19) und durch Entfernen der Goldschicht auf der Membran mittels eines Argon-Plasmas sind noch geringere Druckdifferenzen für die Membranauslenkung zu erwarten. Da die Membran heterogen aufgebaut ist, erscheint es nicht als sinnvoll, eine Spannung  $\sigma_0$  und einen Biaxialmodul  $E/(1-\nu)$  anzugeben.

Die Grenze der Belastbarkeit der nach Abb.7 gefertigten Polyimidmembranen wurde an der Membran mit 3 mm Durchmesser durch kontinuierliche Drucksteigerung ermittelt. Bei einem Differenzdruck von 141 hPa und einer Membranauslenkung von 60 µm ging die Polyimidmembran durch eine Ablösung vom Titan verloren, so daß eine runde Öffnung im Titan verblieb. Deshalb wurde bei der Titanmembran mit 2 mm Durchmesser der Druck nicht über 250 hPa erhöht.

#### 4.3.2.3 Vergleich der Membranmaterialien

Nach Abb.20 sind für die Auslenkung von Polyimidmembranen geringere Druckdifferenzen nötig als für Titanmembranen. Deshalb werden für Mikropumpen mit Polyimidmembranen geringere Aktordrücke benötigt und es läßt sich ein höherer Wirkungsgrad gegenüber Pumpen mit Titanmembranen erzielen.

Andererseits zeigten die Versuche, daß sich beim bisherigen Entwicklungsstand die Polyimidmembranen bei größeren Membranauslenkungen vom Titan ablösen. Da zudem die Fertigung von Polyimidmembranen zusätzliche Prozeßschritte

verlangt, wurden für die ersten Muster einer Mikropumpe Membranen aus Titan vorgesehen.

Desweiteren hat sich gezeigt, daß die Prozeßführung zur Herstellung von Hohlstrukturen mit Pumpenkörpern aus Gold derjenigen zur Herstellung von solchen aus Kupfer vorzuziehen ist, da die innere Spannung der Pumpenmembran ungefähr einen Faktor 10 geringer ausfällt und deshalb geringere Aktordrücke für eine Betrieb der Pumpe ausreichen.

## 5 Ventile

Am Ein- bzw. Auslaß der Pumpe sind nach Abb.2 passive Ventile angebracht, welche aufgrund eines über dem Ventil abfallenden Differenzdrucks geöffnet bzw. geschlossen werden. Aus der Literatur sind vier verschiedene Typen von passiven Ventilen bekannt, von denen drei in Silizium gefertigt und für eine Anwendung in Mikropumpen bestimmt sind. Diese [VDP89, Shoj89, Zeng92] unterscheiden sich zwar in ihrer Konstruktion, ihre Funktion beruht jedoch in jedem Fall auf der Biegung eines dünnen Steges, Ringes oder einer Zunge aus Silizium aufgrund eines Differenzdrucks, was zu einer Änderung der Durchlaßöffnung führt. Die Abmessungen der Ventile reichen von 1-8 mm. Die erzielbaren Flüsse bei Verwendung von Wasser liegen zwischen 100-18000  $\mu\text{l}/\text{min}$  bei maximal aufgebrauchten Differenzdrücken von 27-170 hPa. Das Verhältnis von Durchlaß- zu Sperrstrom ist größer als 150. Nachteilig auf die Funktion der Ventile wirkt sich in [VDP89] das Vorhandensein von Staubpartikeln und Gasblasen aus, bei [Zeng92] müssen die Adhäsionskräfte des Siliziums überwunden werden.

Ein neuer Ventiltyp, der noch in keiner Pumpe angewandt ist, wird in [Shoj92] beschrieben. Ein konischer Silikonstopfen, der an seiner größeren Stirnfläche durch mehrere Arme aus Kunststoff aufgehängt ist, befindet sich, wie ein Stöpsel in der Badewanne, in einer ebenfalls konischen Öffnung im Substrat, welches aus Silizium besteht. Im Schließzustand wird der Silikonstopfen in die Öffnung im Silizium gedrückt und dichtet dabei ab. Im Öffnungszustand wird er aufgrund eines Differenzdrucks aus der Öffnung herausgedrückt, wobei die elastischen Arme aus Kunststoff gedehnt werden und eine Rückstellkraft bewirken. Es kann ein Fluß von ca. 5000  $\mu\text{l}/\text{min}$  bei einem Differenzdruck von 100 hPa erzielt werden. Das Verhältnis der Flüsse von Durchlaß- zu Sperrichtung ist mit einem Wert von 20000 sehr gut. Nachteilig für eine Anwendung in LIGA-Technik wirkt sich die Höhe des Stopfens von 380  $\mu\text{m}$  aus, welche jedoch eine große Dichtfläche und damit eine gute Dichtigkeit des Ventils bewirkt. Die laterale Abmessung des Ventils beträgt 800  $\mu\text{m}$ .

Für die Mikropumpe in LIGA-Technik sind Mikroventile mit einem Durchmesser von ca. 1mm bei einer maximalen Höhe von 50  $\mu\text{m}$  gefordert. Es sollte, bei möglichst geringen Differenzdrücken, ein um mindestens einen Faktor 2 größerer Fluß gegenüber dem Förderstrom durch die Pumpe erzielt werden können. Die Dichtigkeit der Ventile sollte gut sein und ihre Herstellung mit den Methoden des LIGA-Verfahrens kombiniert werden können.

## 5.1 Grundprinzip der Ventile

Die Funktion der Ventile beruht auf einem stark unterschiedlichen Dehnverhalten zweier Membranen unter Druckbeaufschlagung. In Abb.21a ist der Aufbau eines solchen Ventils im Querschnitt und in Abb.21b eine Aufsicht auf Membran 2 aus Abb.21a gezeigt (Prinzipdarstellungen).

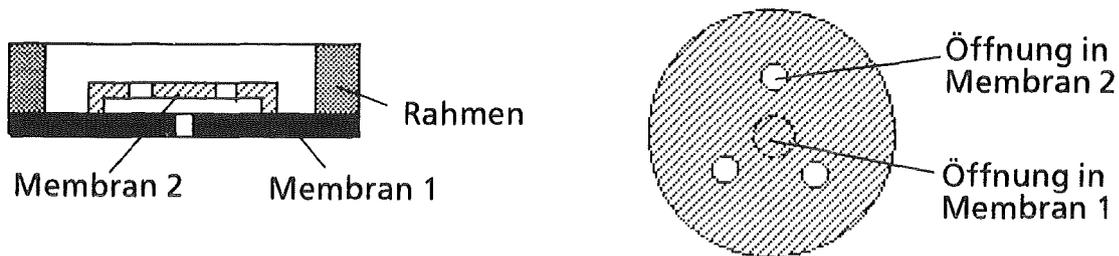


Abb.21a: Seitenansicht eines Ventils, bestehend aus zwei Membranen, von denen Membran 1 über einen Rahmen gespannt ist.

Abb.21b: Aufsicht auf Membran 2 aus Abb.21a.

Eine strukturierte Membran 1 ist über einen Rahmen gespannt. Der Rahmen kann sowohl eine Mikrostruktur als auch ein feinwerktechnisch hergestellter Ring sein. Die ebenfalls strukturierte Membran 2 ist nur an ihrem Rand mit Membran 1 fest verbunden und weist gegenüber Membran 1 versetzte Öffnungen auf.

In Abb.22 ist der Öffnungs- bzw. Schließzustand eines Ventils dargestellt, bei welchem Membran 2 dehnbarer als Membran 1 ist. Im Öffnungszustand wird aufgrund des am Ventil anliegenden Differenzdrucks  $\Delta p$  die Membran 2 stärker gedehnt als Membran 1, so daß sich der Spalt zwischen den Membranen vergrößert und somit ein Medium über die Membranöffnungen durch das Ventil strömen kann. Liegt der Differenzdruck hingegen nach Abb.22b von der anderen Ventilseite an, so wird Membran 2 wiederum stärker gedehnt und damit gegen Membran 1 gepreßt. Dadurch werden die Membranöffnungen gegenseitig verschlossen und das Ventil ist geschlossen.

Durch geeignete Materialwahl kann Membran 2 auch weniger dehnbar als Membran 1 sein. Damit wird die Öffnungs- und Schließrichtung der Ventile gegenüber Abb.22 vertauscht.

Da die Dichtfläche der Ventile relativ groß ist, sollten die Ventile eine gute Dichtigkeit in Sperrichtung aufweisen.

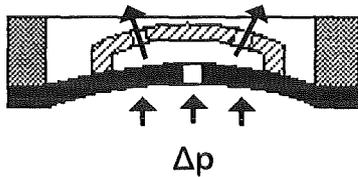


Abb.22a: Geöffnetes Mikroventil.

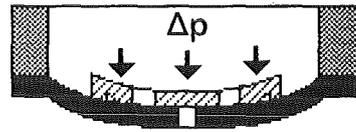


Abb.22b: Geschlossenes Mikroventil.

## 5.2 Herstellungsverfahren

Als Membran 1 bietet sich für die Ventile eine 2,7  $\mu\text{m}$  dünne Titanmembran an, wie sie in Abb.8 zur Herstellung von Hohlstrukturen verwendet wurde. Soll Membran 2 dehnbarer als Membran 1 sein, so wird eine wenige Mikrometer dünne Membran aus Polyimid verwendet. Diese besitzt nach Abb.5 eine deutlich bessere Dehnbarkeit als Titan. Die Herstellung eines solchen Ventils erfolgt in Dünnschichttechnik.

Um eine gegenüber der Titanmembran steifere Membran 2 zu erhalten, muß eine metallische Membran größerer Dicke verwendet werden. Eine solche kann durch galvanische Abscheidung hergestellt werden.

### 5.2.1 Ventile in Dünnschichttechnik

Das Herstellungsprinzip von Ventilen in Dünnschichttechnik, unter Verwendung einer Titan- und Polyimidmembran, ist in Abb.23 dargestellt.

Auf eine Siliziumscheibe werden eine Trennschicht aus Kohlenstoff und eine Titanmembran durch Magnetronspütern aufgebracht. Analog zu Abb.7 wird in Schritt (a) auf die oxidierte Titanmembran ein 3,2  $\mu\text{m}$  dünner Fotolack (AZ4210, Fa. Kalle Infotec) aufgeschleudert, über eine Chrommaske 1 mit UV-Strahlung belichtet und der belichtete Bereich mit KOH herausentwickelt. Der auf diese Weise freigelegte Titanbereich wird in Schritt (b) mit 5%-iger Flußsäure geätzt und anschließend der Fotolack mit Azeton entfernt, wobei auch die restliche Kohlenstoffschicht in der freigelegten Öffnung entfernt wird. Auf die derart strukturierte Titanmembran wird dann eine 1  $\mu\text{m}$  dünne Opferschicht aus Kupfer oder Aluminium durch Magnetronspütern aufgebracht. Im Anschluß daran erfolgt in Schritt (c) analog zu Schritt (a) eine Beschichtung mit Fotolack und eine justierte Belichtung mit UV-Strahlung. Die Entwicklung des Fotolacks sowie die Ätzung der freigelegten Opferschicht erfolgt in Schritt (d). Nach Entfernen des

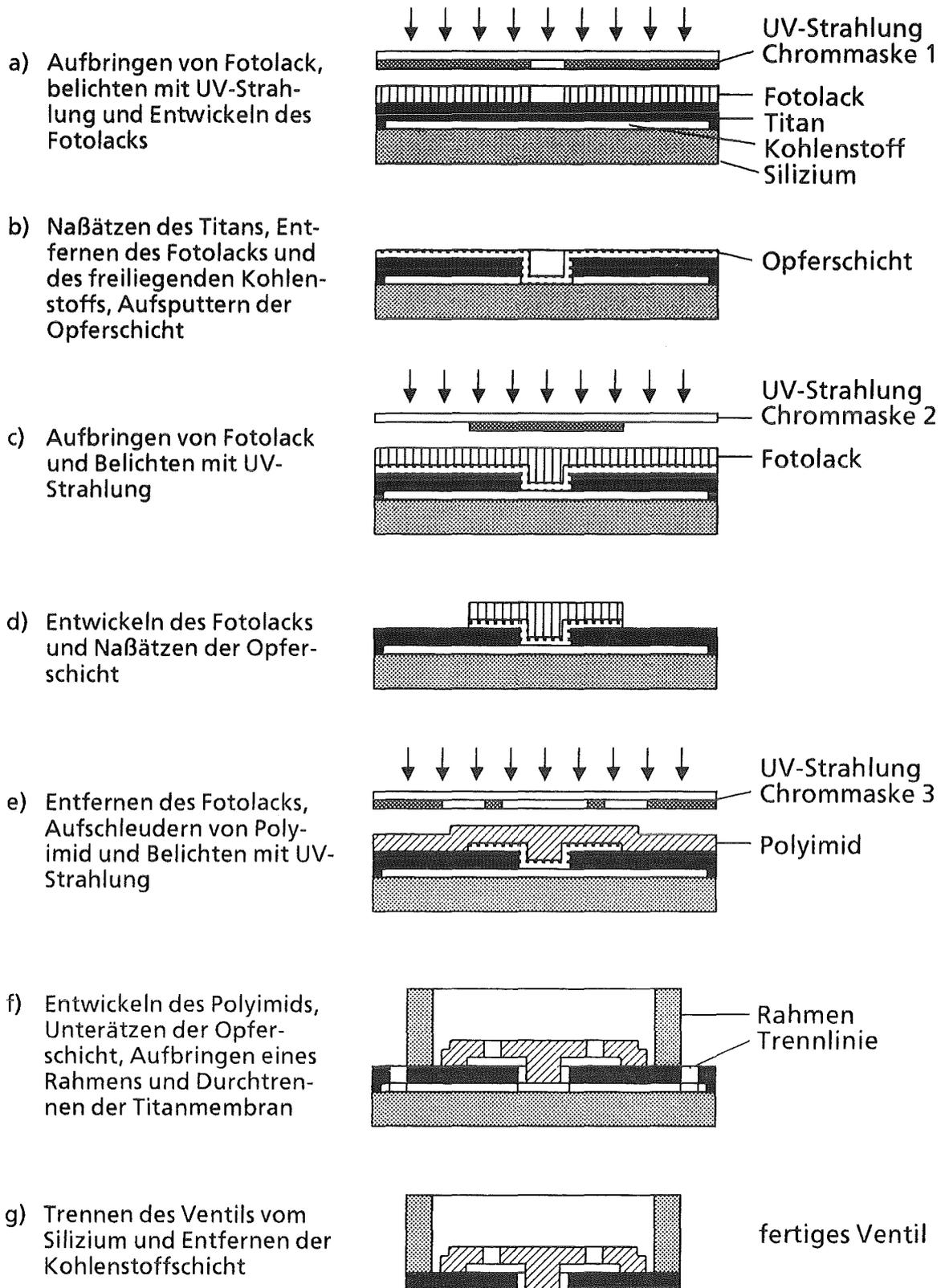


Abb.23: Herstellungsprozeß eines Ventils in Dünnschichttechnik nach Abb.21a, bestehend aus einer über einen Rahmen gespannten Titanmembran und einer darauf befindlichen Polyimidmembran.

Fotolacks in Schritt (e) wird auf die derart vorstrukturierte Probe ein fotosensitives Polyimid (Probimide 408, Fa. Ciba-Geigy) aufgeschleudert. Bei fester Schleuderdauer kann durch Vorgabe der Drehzahl die Dicke des Polyimids in einem Bereich von 0,5-2,2  $\mu\text{m}$  eingestellt werden. Vor der justierten Belichtung der Polyimidschicht relativ zur Titanmembran über eine dritte Chrommaske 3 muß das Polyimid in einem Prebake-Schritt gebacken werden. Da das verwendete Polyimid ein Negativresist ist, vernetzen bei der Bestrahlung die belichteten Bereiche. Die unbelichteten Bereiche hingegen können anschließend in Schritt (f) durch Aufpipettieren eines Entwicklers (QZ3301) entfernt werden. Nach der Belichtung muß zur Erhöhung sowohl der mechanischen als auch der chemischen Beständigkeit des Polyimids ein Hardbake durchgeführt werden.

Nun kann die Opferschicht herausgelöst werden. Hierbei kann der Ätzverlauf sehr schön am Mikroskop kontrolliert werden, da Polyimid bei der verwendeten Dicke transparent ist. Nach der Strukturierung wird um das Ventil herum ein Rahmen auf der Titanmembran aufgebracht. Dies kann sowohl dadurch geschehen, daß ein makroskopischer Rahmen aufgeklebt wird, als auch durch den Aufbau von Mikrostrukturen. Nach Durchtrennung der Titanmembran am Außenrand des Rahmens kann das Ventil in Schritt (g) von der Siliziumscheibe getrennt werden, wobei die Kohlenstoffschicht als Trennschicht dient. Diese kann abschließend, falls erwünscht, in einem Sauerstoffplasma entfernt werden, so daß ein Mikroventil, bestehend aus einer über einen Rahmen gespannten, strukturierten Titanmembran und einer mit der Titanmembran verbundenen und ebenfalls strukturierten Polyimidmembran verbleibt.

### 5.2.2 Galvanisierte Ventile

Um Ventile zu erhalten, bei welchen die Titanmembran die leichter dehnbare Membran ist, wird im Vergleich zu den Ventilen in Dünnschichttechnik die Polyimidmembran durch eine dicke, galvanisierte Schicht ersetzt. Als Galvanikmaterial wird Nickel verwendet, da dieses eine gute Haftung auf  $\text{TiO}_2$  und mit 200 GPa [Good90] von den verfügbaren Galvanikmaterialien mit Abstand den größten Elastizitätsmodul besitzt. Gold besitzt eine weniger gute Haftung auf  $\text{TiO}_2$  (vgl. Kap.4.2.3.2) und Kupfer wird bereits als Opferschichtmaterial verwendet.

Gegenüber Titan besitzt Nickel, aufgrund eines 1,5 - fach größeren Biaxialmoduls  $E/(1-\nu)$ , eine größere Biegesteifigkeit. Wählt man zudem für Nickel eine deutlich größere Dicke als die 2,7  $\mu\text{m}$  des Titans, so wird bei Anliegen eines Differenzdrucks die Titanmembran stärker gedehnt als die Nickelschicht.

In Abb.24 ist der Herstellungsprozeß eines galvanisierten Ventils beschrieben.

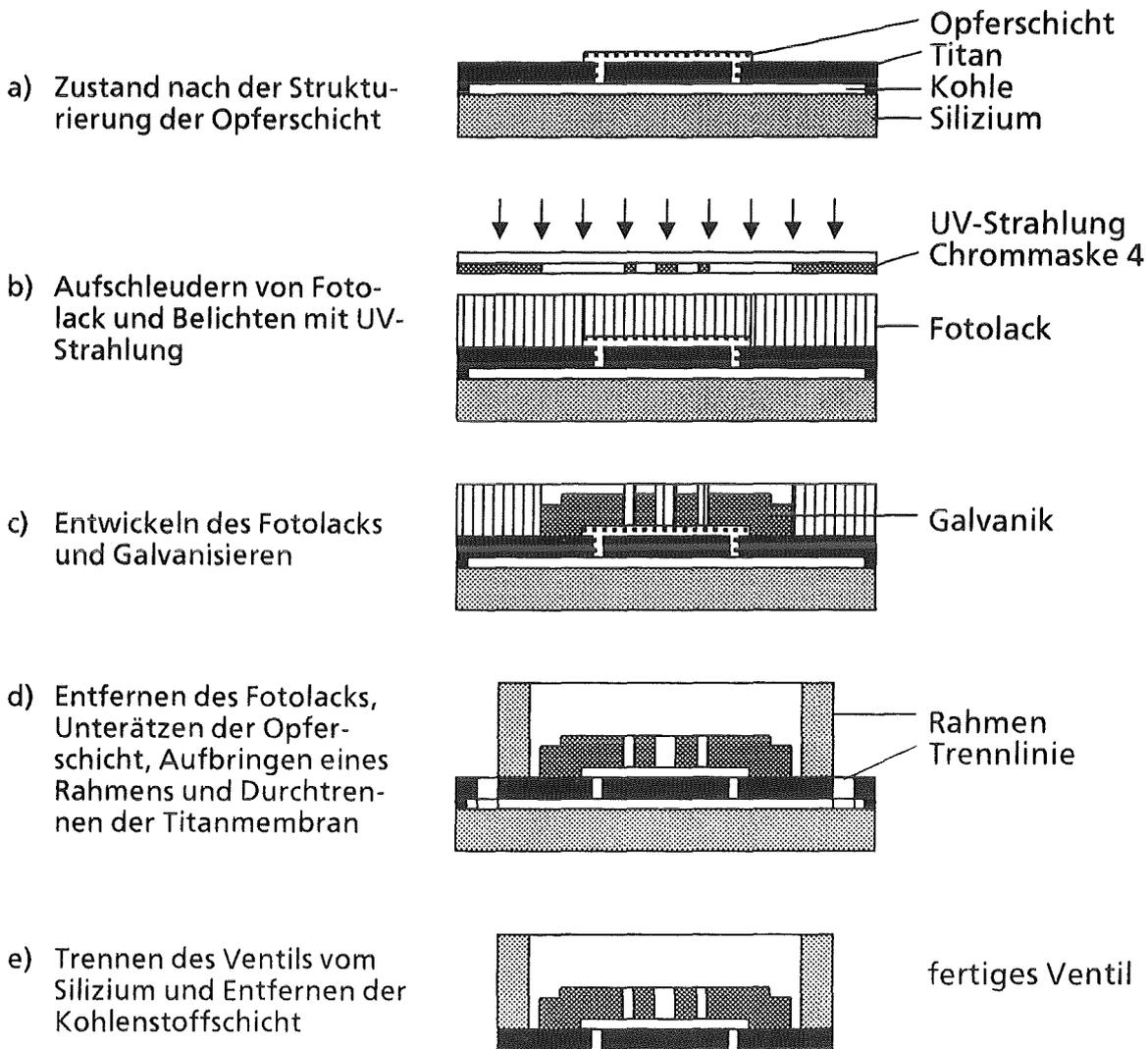


Abb.24: Herstellungsprozeß eines galvanisierten Ventils, bestehend aus einer über einen Rahmen gespannten Titanmembran und einer strukturierten Galvanikschicht.

Analog zum Herstellungsprozeß für Ventile in Dünnschichttechnik wird auf eine strukturierte Titanmembran eine Opferschicht aufgebracht und ebenfalls strukturiert. Damit erhält man den in Schritt (a) dargestellten Zustand. Anschließend werden in Schritt (b) in 2 Arbeitsgängen jeweils  $16 \mu\text{m}$  Fotolack (AZ4562, Fa. Hoechst) aufgeschleudert und über eine Chrommaske mit einer Dosis von  $200 \text{ mJ}/\text{cm}^2$  lichtoptisch strukturiert [Schn92]. In Schritt (c) erfolgt, unter Verwendung von KOH, die Entwicklung des Fotolacks im Maschinenentwickler. Danach wird der strukturierte Fotolack galvanisch aufgefüllt. Anschließend kann in Schritt (d) der Fotolack mit Azeton entfernt und die Opferschicht herausgelöst

werden. Analog dem Herstellungsprozeß von Ventilen in Dünnschichttechnik wird ein Rahmen aufgebracht, um ihn herum die Titanmembran durchtrennt und in Schritt (e) das Ventil vom Siliziumsubstrat gelöst. Abschließend kann noch die Kohlenstoffschicht in einem Sauerstoffplasma entfernt werden.

### 5.3 Opferschichtmaterialien

In [Sche91] werden verschiedene Opferschichtmaterialien diskutiert und Versuche mit Opferschichten aus Aluminium, Kupfer und Wolfram beschrieben, wobei sich jedoch keine Kohlenstoffschicht zwischen der Siliziumscheibe und der Titanmembran befindet. Eine Opferschicht aus Kupfer liefert die besten Ergebnisse. Sie kann mit 30 %-iger  $\text{HNO}_3$  sowohl geätzt als auch später herausgelöst werden. Für Aluminium als Opferschicht ist keine spezielle Ätzlösung notwendig, da Aluminium direkt im Anschluß an die Entwicklung des Fotolacks mit derselben  $\text{KOH}$ -Lösung strukturiert werden kann. Beim Herauslösen der Opferschicht mit 5 %-iger  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ist die Ätzdauer mit 15 Stunden sehr hoch. Wolfram kann mit 30 %-igem  $\text{H}_2\text{O}_2$  strukturiert werden. Die Ätzrate ist beim Herauslösen der Opferschicht mit  $8 \mu\text{m/h}$  sehr gering und es zeigen sich Quelleffekte im Polyimid. Deshalb wird Wolfram als Opferschicht nicht weiter untersucht.

#### 5.3.1 Opferschicht aus Kupfer

Für die Strukturierung der Opferschicht ist eine möglichst geringe Unterätzung unter die Fotolackstrukturen wünschenswert. Die Dauer der Ätzung sollte einerseits nicht zu lang sein, andererseits aber auch nicht so kurz, daß sich die Ätzdauer nur noch schwer kontrollieren läßt. Deshalb wurden an  $1 \mu\text{m}$  dünnen Kupferschichten Ätzversuche durchgeführt. Mit einer  $\text{HNO}_3$ -Lösung ergibt sich sowohl für eine Konzentration von 20 % als auch 30 % bei Ätzdauern von ca. 20 s eine mit  $20 \mu\text{m}$  zu große Unterätzung. Mit  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$  (Ammoniumperoxodisulphat) läßt sich bei einer Konzentration von 10 % eine mittlere Unterätzung von  $8,0 \pm 1,9 \mu\text{m}$  erzielen. Die Ätzdauer beträgt 130 s.

Zum Herauslösen der Opferschicht kann bei den in Dünnschichttechnik hergestellten Ventilen 30 %-ige  $\text{HNO}_3$  verwendet werden. Die Opferschicht muß hierbei selektiv gegen Silizium, Kohlenstoff, Titan und Polyimid geätzt werden. Die Ätzung ist bei der verwendeten Ventilstruktur in weniger als 20 min abgeschlossen.

Bei den galvanisierten Ventilen liegt anstatt der Polyimidschicht eine Nickelschicht vor. Deshalb kann weder  $\text{HNO}_3$  noch  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$  verwendet werden, da beide keine ausreichend selektive Ätzung gegenüber Nickel erlauben und somit bei langen Ätzzeiten zu einer Ablösung der Nickelschicht führen. Deshalb wird eine Mischung aus 2 Anteilen 30 %-iger  $\text{H}_2\text{O}_2$  und einem Anteil 10 %-iger  $\text{H}_2\text{SO}_4$  verwendet [Star92], mit welcher die Ätzung in einer Zeit von ca. 60 min abgeschlossen werden kann.

### 5.3.2 Opferschicht aus Aluminium

Falls Kupfer als Rahmenmaterial um die Ventile verwendet wird und der Rahmen vor dem Herauslösen der Opferschicht aufgebracht werden muß, kann Kupfer nicht als Opferschichtmaterial verwendet werden. Deshalb soll die Eignung von Aluminium untersucht werden.

Bei einer Opferschicht aus Aluminium wird durch Fortführung des Entwicklungsprozesses über weitere 10 min mit  $\text{KOH}$  geätzt. Der verbliebene Fotolack muß mit Azeton entfernt werden, da beim Strippen des Lackes durch Flutbelichtung und Entwicklung mit  $\text{KOH}$  auch die strukturierte und dann ungeschützte Aluminiumschicht angegriffen und geschädigt würde.

Beim Strukturieren des Aluminiums tritt eine lokal unterschiedliche Ätzgeschwindigkeit über die gesamte Fläche der Siliziumscheibe auf, wobei die Ätzung zuerst am Rand der Strukturen beginnt. Bei einer Ätzdauer von 7 min ergibt sich eine Unterätzung von mindestens  $5 \mu\text{m}$ . Desweiteren treten bei Verwendung oxidierter Titanmembranen Ätzlöcher (vgl. Abb.25a) in der Aluminiumschicht auf, deren Größe und Anzahl mit steigender Ätzdauer stark anwächst. Die Ursache dieses Effekts sind ca.  $1 \mu\text{m}$  große Löcher in der Titanmembran, welche nach der Oxidation des Titans festzustellen sind.

Da sich, wie in Abb.25a zu sehen ist, die Aluminiumschicht um das Loch herum hochwölbt, wird sie beidseitig geätzt, wodurch sich eine hohe Ätzgeschwindigkeit im Bereich der Löcher ergibt. Außerdem bekommt das Ätzmedium über die Löcher im Titan Zugang zur Kohlenstoff-Trennschicht und führt somit zur Ablösung der Titanmembran vom Silizium. Dadurch entstehen, wie in Abb.25b zu sehen ist, Blasen. In der Mitte der Blase ist ein Loch (vgl. Abb.25a) zu erkennen.

Zum Herauslösen der Opferschicht durch Unterätzung dürfen bei den in Dünnschichttechnik hergestellten Ventilen keine basischen Ätzmittel verwendet werden, da diese zu einer Quellung des Polyimids führen. Durch Ätzen mit 5 %-iger  $\text{H}_2\text{SO}_4$  wird das Aluminium innerhalb von 17 Stunden vollständig geätzt (vgl. [Sche91]).

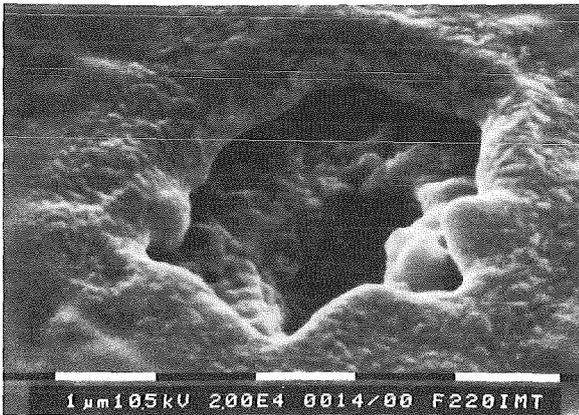


Abb.25a: Geätzte Öffnung in der Aluminiumschicht mit darunter befindlichem Loch von ca. 1 µm Durchmesser in der Titanmembran.



Abb.25b: Aluminiumschicht auf einer Titanmembran. Im Zentrum einer Blase befindet sich die geätzte Öffnung nach Abb.25a.

Aufgrund der hohen Ätzdauer erhält jedoch die Ätzlösung über die Öffnungen in der Titanmembran Zugang zur Trennschicht aus Kohlenstoff, was zu einer Ablösung des Titans vom Silizium führt. Dadurch können beispielsweise in weiteren Prozessschritten keine Mikrostrukturen um die Ventile aufgebaut werden. Auch mit höheren Konzentrationen konnte die Ätzzeit nicht ausreichend reduziert werden. Mit anderen Ätzmedien wie  $\text{HNO}_3$  oder  $\text{HCl}$  konnte ebenfalls kein zufriedenstellendes Ergebnis erzielt werden. Damit ist für diesen Anwendungsfall Aluminium als Opferschichtmaterial nicht geeignet, besonders wenn um die Ventile herum Mikrostrukturen aufgebaut werden sollen.

## 5.4 Ventiltypen

Für die in Dünnschichttechnik hergestellten Ventile werden zwei unterschiedliche Designs (Typ A und Typ B) verwendet. Die galvanisierten Ventile (Typ C) besitzen ein gegenüber Typ B leicht modifiziertes Design.

Beim Ventiltyp A (kurz mit VA bezeichnet) handelt es sich um ein Design, dessen Funktionsfähigkeit bereits in [Sche91] nachgewiesen werden konnte. Um Ventile dieser Art in einer Mikropumpe einsetzen zu können, werden die Abmessungen der Ventile bis zu einem Gesamtdurchmesser von 0,5 mm herabgesetzt. Ein Ventil vom Typ A ist in Abb.26 in einer Aufsicht und im Querschnitt dargestellt.

Eine zentral angeordnete Öffnung in der Titanmembran des Ventils ist umgeben von drei seitlich versetzten Öffnungen in der darüberliegenden Polyimidmembran, wobei die Fläche der Öffnungen bei beiden Membranen gleich groß ge-

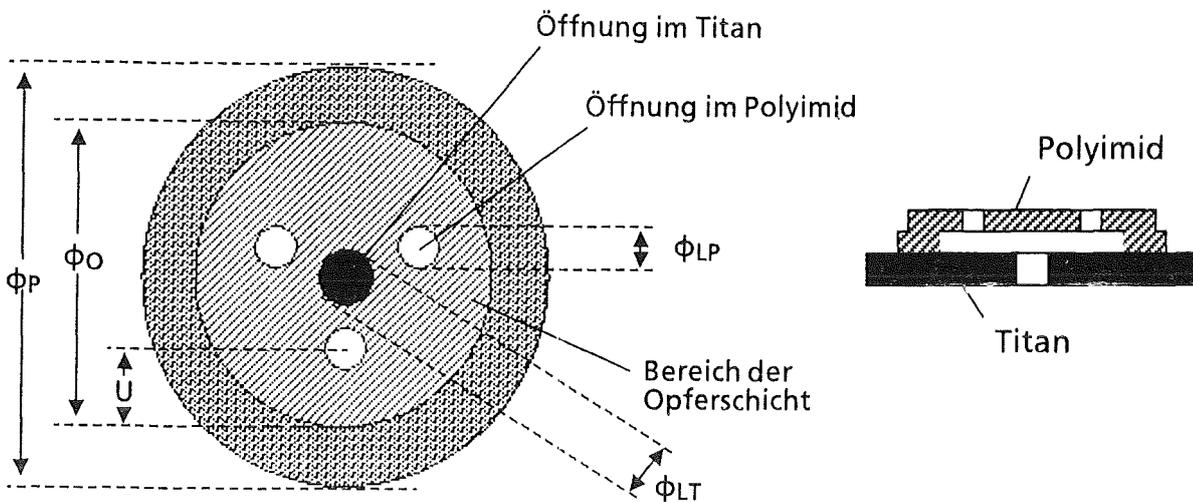


Abb.26: Aufsicht und Seitenansicht eines Mikroventils vom Typ A: drei Öffnungen in der Polyimidmembran sind um die Öffnung in der darunterliegenden Titanmembran angeordnet.

wählt ist. Die Funktionsweise des Ventils ist Abb.22 zu entnehmen. Die beim Designentwurf verwendeten Abmessungen sind in Tab.5 enthalten.

Bezeichnung	$\Phi_P$ [ $\mu\text{m}$ ]	$\Phi_O$ [ $\mu\text{m}$ ]	U [ $\mu\text{m}$ ]	$\Phi_{LT}$ [ $\mu\text{m}$ ]	$\Phi_{LP}$ [ $\mu\text{m}$ ]
VA1	1400	1000	200	180	100
VA2	940	666	133	140	80
VA3	460	332	66	60	34

Tab. 5: Abmessungen des CAD-Designs für Ventile vom Typ A.

Ventiltyp B unterscheidet sich im wesentlichen durch eine andere Formgebung der Opferschicht und durch die Verwendung langgezogener Spalte in der Titanmembran, welche sich am Rand der Opferschicht befinden. Das Funktionsprinzip entspricht demjenigen der Ventile vom Typ A. Abb.27 zeigt analog zu Abb.26 eine Aufsicht und einen Querschnitt des Ventils. Die Designdaten sind in Tab.6 enthalten.

Zu beachten ist, daß die im Design mit 3  $\mu\text{m}$  Breite dimensionierten Spalte im Titan aufgrund der Unterätzung beim naßchemischen Strukturieren auf ca. 12  $\mu\text{m}$  anwachsen. Dieser Tatsache muß insbesondere bei der Dimensionierung der Opferschicht Rechnung getragen werden. Desweiteren ergeben sich, wie bei

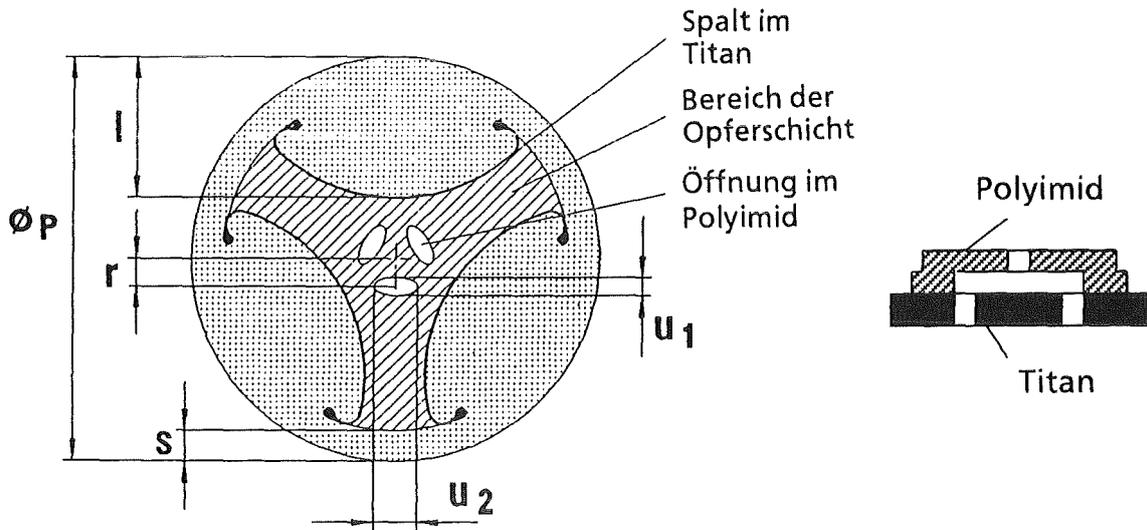


Abb.27: Aufsicht und Seitenansicht eines Mikroventils vom Typ B: 3  $\mu\text{m}$  schmale Spalte in der Titanmembran sind am Rand der Opferschicht angeordnet.

Bezeichnung	$\Phi_P$ [ $\mu\text{m}$ ]	$l$ [ $\mu\text{m}$ ]	$r$ [ $\mu\text{m}$ ]	$s$ [ $\mu\text{m}$ ]	$u_1$ [ $\mu\text{m}$ ]	$u_2$ [ $\mu\text{m}$ ]
VB1	1400	490	101	155	68	162
VB2	940	320	72	120	56	126
VB3	460	155	36	73	22	55

Tab. 6: Abmessungen des CAD-Designs für Ventile vom Typ B.

Typ A, gleich große Flächen der Öffnungen in der Titan- und der Polyimidmembran.

Beim Ventiltyp C handelt es sich um galvanisierte Ventile. Deren Aufbau ist nach Abb.28a ähnlich demjenigen der Ventile vom Typ B (vgl. Abb.27), wobei die Polyimidschicht durch eine dicke Schicht aus Nickel ersetzt ist. Dadurch ist die Öffnungs- bzw. Schließrichtung des Ventils gegenüber den Ventilen vom Typ B vertauscht. Im Unterschied zu den Ventilen vom Typ B sind die elliptischen Öffnungen um 35 % größer gewählt und es sind zusätzlich drei runde Öffnungen in den "Armen" der Ventile angebracht, welche mehrere Funktionen besitzen. Zum einen sollen sie die Kraft auf die Titanmembran beim Öffnen der Ventile vergrößern und zu einer gleichmäßigeren Kraftverteilung bei diesem Vorgang führen. Andererseits sollte der Fluß durch das Ventil vergrößert werden, da der Abstand zwischen den Öffnungen im Nickel und denjenigen in der Titanmem-

bran abnimmt. Letztlich werden die Ätzzeiten zum Herauslösen der Opferschicht deutlich reduziert, wobei die Öffnungen eine zusätzliche Kontrolle des Ätzvorgangs ermöglichen.

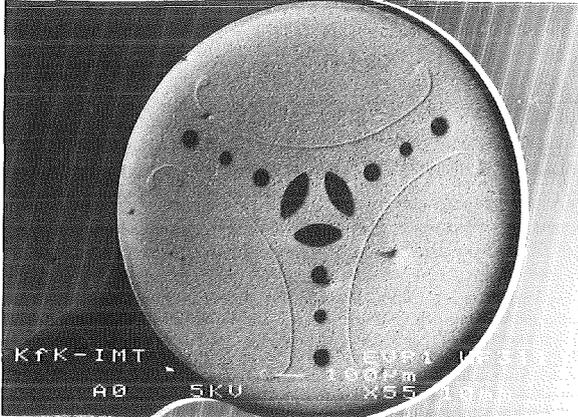


Abb.28a: Aufsicht auf die Schicht aus Nickel eines galvanisierten Ventils VC2 (vgl. Tab.7).

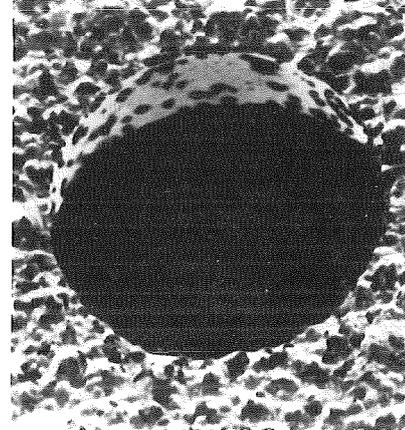


Abb.28b: Detail aus Abb.28a: runde Öffnung von 40 µm Durchmesser in der 18 µm dicken Nickelschicht.

Ein Ventil vom Typ C ist in Abb.28a in einer Aufsicht auf die 18 µm dicke Nickelschicht dargestellt. Sehr schön zu erkennen sind die Öffnungen in der Nickelschicht sowie die durch eine Vertiefung in der Nickelschicht erkennbaren Schlitz in der darunterliegenden Titanmembran. Als Rahmen um das Ventil ist die 100 µm hohe Ventilkammer einer Pumpe aus Gold zu erkennen. In der linken, unteren Ecke ist der Verbindungskanal zur Pumpenkammer zu sehen. Abb.28b zeigt eine der runden Öffnungen in der Nickelschicht.

Bezeichnung	r [µm]	u <sub>1</sub> [µm]	u <sub>2</sub> [µm]	Φ <sub>1</sub> =Φ <sub>3</sub> [µm]	Φ <sub>2</sub> [µm]	d <sub>1</sub> [µm]	d <sub>2</sub> [µm]	d <sub>3</sub> [µm]
VC1	93	83	179	64	50	232	378	523
VC2	67	65	136	40	36	250	340	67
VC3	33	28	61	20	18	116	157	33

Tab.7: Abmessungen der galvanisierten Ventile vom Typ C. Die Nomenklatur von r und u ist analog zu Abb.27 gewählt. Die Durchmesser der runden Öffnungen sind mit Φ, die jeweiligen Abstände vom Zentrum der Ventile mit d bezeichnet.

In Tab.7 sind die Designdaten enthalten, wobei die Nomenklatur von Abb.27 übernommen wurde. Zusätzlich sind die Durchmesser Φ der runden Öffnungen sowie deren Abstände d vom Zentrum des Ventils angegeben. Dem Durchmesser

der Opferschicht entspricht der Wert  $\Phi_0$  aus Tab.5, dem Durchmesser der Nickelschicht entspricht  $\Phi_p$  derselben Tabelle.

## 5.5 Messungen mit Gas (Argon)

Es wird ein Meßverfahren zur Bestimmung des Gasflusses  $\Phi$  durch ein Mikroventil in Abhängigkeit des am Ventil abfallenden Differenzdrucks  $\Delta p$  beschrieben. Aus der Messung des Flusses sowohl in Durchlaß- als auch in Sperrichtung läßt sich ein Verhältnis dieser Größen angeben. Dieses Verhältnis ist wichtig für den Einsatz der Ventile in einer Pumpe und ist mitbestimmend für die mit der Pumpe erzielbaren Arbeitsdrücke  $\Delta p_D$ .

### 5.5.1 Meßverfahren

Für die Messungen werden nach dem Herstellungsprozeß von Abb.23 bzw. Abb.24 mehrere Ventile auf einer Siliziumscheibe gefertigt. Um die Ventile später einzeln testen zu können, werden Aluminiumringe (sie dienen als Rahmen) mit einem Innendurchmesser von 2 mm und einem Außendurchmesser von 6 mm mit Hilfe einer Lochblende relativ zu den Ventilen positioniert und anschließend um die Ventile herum auf die Titanmembran geklebt. Hierzu ist ein kalthärtender Kleber notwendig, da sich ansonsten aufgrund der unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten von Silizium und Aluminium die Spannung in der Titanmembran ändert und damit auch die Ventilfunktion beeinflusst wird. Deshalb wird ein zweikomponentiger Epoxidharzkleber (UHU plus endfest 300) verwendet, der bei Raumtemperatur über einen Zeitraum von 12 Stunden ausgehärtet wird.

Das über den Aluminiumring gespannte Ventil kann nun, wie in Abb.29 gezeigt, in eine Testapparatur eingesetzt werden. Ein Dichtring sorgt dafür, daß das Gas nur über das Ventil entströmen kann. Über einen, an der Gasdruckflasche angeschlossenen, Druckminderer und ein Absperrventil kann ein bestimmter Differenzdruck über dem Ventil eingestellt werden. Der Druck vor dem Ventil wird mit einem im Bereich 0 - 2000 hPa arbeitenden Druckaufnehmer (CEC Instrumentation LTD) registriert und mit einem Rechner (HP 9835A) ausgelesen.

Vor Beginn der Messung wird die Dichtigkeit der Gesamtapparatur überprüft, indem anstatt eines Aluminiumrings samt Ventil eine Blindronde (Scheibe mit identischem Außendurchmesser) in die Testapparatur eingesetzt wird. Um das Verhalten der Ventile in Durchlaßrichtung ermitteln zu können, werden diese,

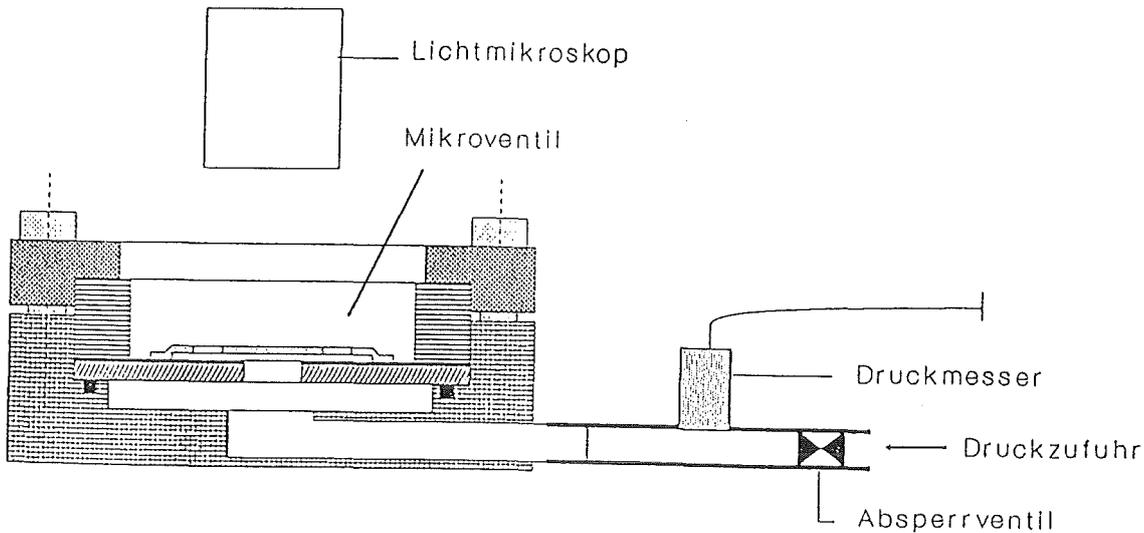


Abb.29: Apparat zum Test von Mikroventilen unter Druckbeaufschlagung.

wie in Abb.29 gezeigt, in die Testapparatur eingebaut und der Gasfluß durch das Ventil ermittelt. Um die Dichtigkeit des Ventils bei Anliegen eines Differenzdrucks in Sperrichtung zu bestimmen, wird dieses in umgekehrter Richtung in die Testapparatur eingesetzt und wiederum der Gasfluß durch das Ventil bestimmt. Damit läßt sich das Verhältnis von Durchlaß- zu Sperrstrom bei Anliegen eines Differenzdrucks  $\Delta p$  angeben.

Der sich, bei Anliegen eines Differenzdrucks  $\Delta p$ , einstellende Gasfluß  $\Phi$  durch das Ventil kann über die Druckabfallmethode bestimmt werden. Hierzu wird das Absperrventil bei Anliegen eines bestimmten Differenzdrucks über dem Ventil geschlossen. Aufgrund der Gasströmung durch das Ventil nimmt die Druckdifferenz über dem Ventil ab. Dieser Druckabfall wird in Abhängigkeit der Zeit ermittelt. Eine typische Meßkurve ist in Abb.30a dargestellt.

Der Gasfluß  $\Phi$  durch das Ventil läßt sich aus dem Druckabfall berechnen:

$$\Phi \equiv \frac{dV}{dt} = \frac{\partial V}{\partial p} \cdot \frac{dp}{dt} = - \frac{V}{p} \cdot \frac{dp}{dt} \quad (16)$$

Hierin ist V das Volumen zwischen dem Mikroventil und dem Absperrventil. Bei der verwendeten Anordnung beträgt es 130 ml. Die partielle Ableitung des Volumens nach dem Druck ergibt sich aus der Zustandsgleichung für ideale Gase.

Der, aus der Messung von Abb.30a, mit Gl.16 berechnete Zusammenhang zwischen dem Fluß  $\Phi$  und dem Differenzdruck  $\Delta p$  ist in Abb.30b dargestellt.

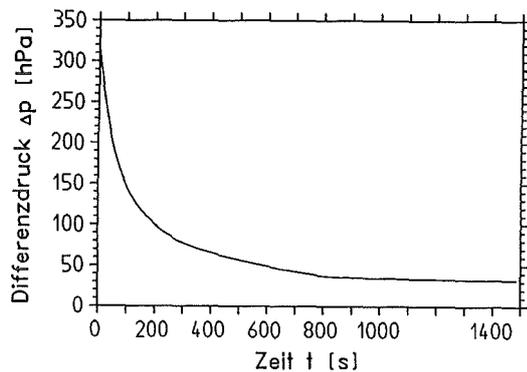


Abb.30a: Typische Meßkurve nach der Druckabfallmethode.

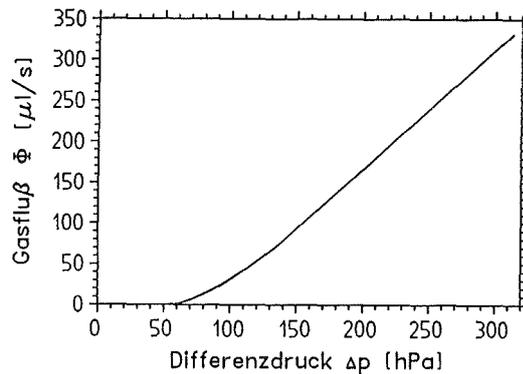


Abb.30b: Fluß  $\Phi$  durch das Ventil in Abhängigkeit des Differenzdrucks  $\Delta p$ .

### 5.5.2 Meßergebnisse

Mit der Druckabfallmethode wurden Messungen an Ventilen vom Typ A, Typ B und Typ C durchgeführt, um den Gasfluß durch die Ventile sowohl in Durchlaß- als auch in Sperrichtung zu ermitteln. Vor diesen Messungen wurde die Dichtigkeit der Meßanordnung überprüft, indem eine Blindröhre in die Testapparatur eingesetzt wurde. Bei einem angelegten Differenzdruck von 320 hPa ergab sich ein Druckabfall von 0,67 hPa/min, was nach Gl.16 einem Leckstrom von 4,5  $\mu\text{l/s}$  entspricht.

#### Messungen an Ventilen vom Typ A

Die in Abb.26 dargestellten Ventile wurden mit einer Polyimiddicke von 2,2  $\mu\text{m}$  hergestellt und getestet. Hierbei zeigte sich, daß zum erstmaligen Öffnen der Ventile relativ große Drücke notwendig sind. Dies liegt daran, daß die Adhäsion der Ventilmembranen, welche aufgrund des Herstellungsprozesses besteht, überwunden werden muß. Beispielsweise wurde in [Sche91] bei der Untersuchung von Ventilen mit Abmessungen ähnlich denen der Bezeichnung VA2 (vgl. Tab.5) ein Druck von 200 hPa benötigt, um das Ventil zum ersten Mal zu öffnen. Bei manchen Ventilen dieser Größe und vor allem bei den Ventilen VA3 reicht jedoch mitunter ein Differenzdruck von 500 hPa zum erstmaligen Öffnen des Ventils nicht aus. Auf eine weitere Drucksteigerung wurde bewußt verzichtet, da ansonsten die Belastung der Polyimidmembran beim Öffnen des Ventils zu einer Schädigung führen könnte. In einem solchen Fall läßt sich das Ventil durch Auftragen von Flüssigkeiten mit geringer Oberflächenspannung, wie z.B. Ethanol,

Diethyläther oder einer Mischung aus  $H_2O_2$  und  $H_2SO_4$ , mit welcher auch die Opferschicht herausgelöst wird, öffnen. Hierbei kriecht die Flüssigkeit zwischen die Membranen und das Öffnen des Ventils kann am Mikroskop beobachtet werden. Während der allmählichen Trennung von Polyimid- und Titanmembran bewegen sich Interferenzringe vom Zentrum des Ventils bis zu den Öffnungen im Polyimid. Ab diesem Zeitpunkt ist das Ventil geöffnet. Anschließend laufen die Interferenzringe noch weiter bis zum Außenrand der Opferschicht.

Je nach Vorbehandlung der Ventile zeigt sich bei Anwendung der Druckabfallmethode ein anderer Kurvenverlauf. In Abb.31 ist je eine Messung an einem Ventil VA2 dargestellt, wobei für Messung 1 das Ventil nach dem Öffnen im Vakuum getrocknet wurde, bei Messung 2 zum Öffnen Diethyläther verwendet wurde und Messung 3 in unverändertem Zustand nach dem Herauslösen der Opferschicht mit  $H_2O_2/H_2SO_4$  stattfand.

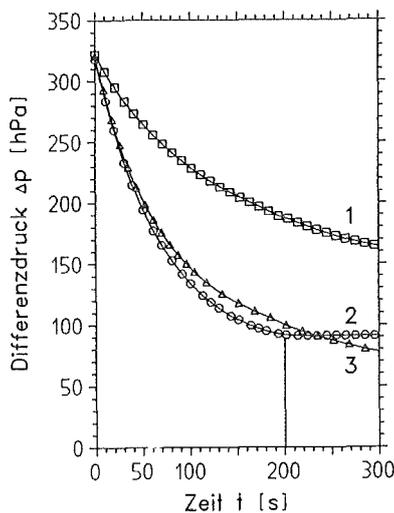


Abb.31: Messung nach der Druckabfallmethode an einem Ventil VA2 nach unterschiedlicher Vorbehandlung:

- 1: Vakuum
- 2: Diethyläther
- 3: unbehandelt

Bei den im Vakuum getrockneten Ventilen von Messung 1 kann kein eindeutiges Öffnen der Ventile anhand von Interferenzringen im Polyimid oder dem Abheben der Polyimidmembran beobachtet werden. Desweiteren gibt es keinen eindeutigen Schließdruck wie bei Messung 2 und der Differenzdruck läuft stetig gegen Null. Die Reproduzierbarkeit der Messung liegt bei 4%. Auch durch Aufpipettieren einer Seifenlösung läßt sich Messung 1 nicht verändern, woraus geschlossen werden kann, daß die Oberflächenspannung der Seifenlösung zu groß ist, um zwischen die Membranen eindringen zu können. Durch eine Behandlung mit Diethyläther (Messung 2) kann der Druckabfall deutlich gesteigert werden. Nach einer Zeit von 200 s zeigt sich ein deutlicher Schließeffekt, woraus auf ein Wirksamwerden der Adhäsionskräfte zu diesem Zeitpunkt geschlossen werden kann. Messung 3 wurde an Ventilen durchgeführt, welche nicht speziell behandelt wurden, sondern direkt nach der Ätzung der Opferschicht mit  $H_2O_2 /$

H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> untersucht wurden. Der Druckabfall verläuft ähnlich zu Messung 2, was darauf zurückgeführt werden kann, daß sich nach Abtrocknen des Ventils noch Ätzlösung zwischen den Membranen befindet. Im Gegensatz zu Messung 2 tritt kein Schließeffekt auf. Der durch eine Vorbehandlung der Ventile bewirkte Einfluß auf die Meßkurven zeigt sich in ähnlicher Weise bei den anderen Ventiltypen. Zum Vergleich derselben ist also jeweils eine identische Vorbehandlung notwendig.

In Abb.32a sind die Meßkurven der Ventile vom Typ A bzw. in Abb.32b die entsprechenden Gasflüsse  $\Phi$  miteinander verglichen. Die Messungen wurden direkt im Anschluß an die Ätzung der Opferschicht (vgl. Messung 3) durchgeführt.

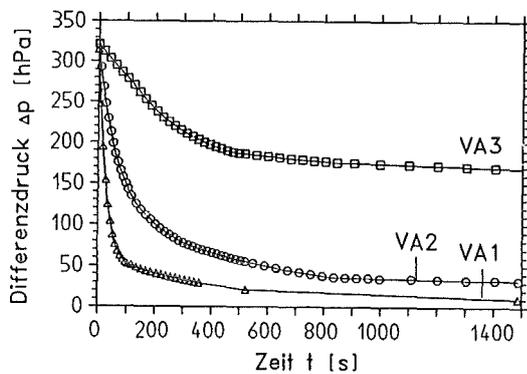


Abb.32a: Druckabfall an Ventilen verschiedener Größe des Ventiltyps A.

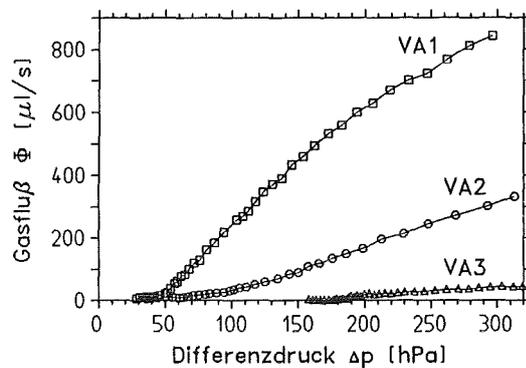


Abb.32b: Fluß  $\Phi$  durch Ventile verschiedener Größe des Ventiltyps A.

In Abb.32b besteht eine lineare Abhängigkeit des Gasflusses  $\Phi$  vom Differenzdruck  $\Delta p$ , wobei die Flüsse und die Steigungen der Flußkurven umso geringer sind, je kleiner das Ventil ist. Mit sinkender Ventilgröße steigt auch die Druckdifferenz, unterhalb derer die Flüsse  $\Phi$  nur noch in etwa dem Leckstrom von 4,5  $\mu\text{l/s}$  entsprechen. Diese, als Schließdruck bezeichnete Druckdifferenz, beträgt für Ventil VA2 32 hPa, für Ventil VA3 hingegen 175 hPa. In Tab.8 ist der Schließdruck der Ventile beim Druckabfall, der Fluß in Durchlaß- und in Sperrichtung bei jeweils 320 hPa und das Verhältnis von Durchlaß- zu Sperrstrom enthalten. Letzteres sinkt mit fallender Ventilgröße.

Bezeichnung	VA1	VA2	VA3
Durchmesser [mm]	1,5	1,0	0,5
Schließdruck [hPa]	0	32	175
$\Phi_{\text{Durch}}$ [ $\mu\text{l/s}$ ]	850	315	45
$\Phi_{\text{Sperr}}$ [ $\mu\text{l/s}$ ]	2	1,2	1,2
Durchlaß-/Sperrstrom	425	260	39

Tab.8: Kennwerte der Ventile vom Typ A bei einer Messung mit Argon-Gas. Die Flüsse beziehen sich jeweils auf einen Differenzdruck von 320 Pa.

### Messungen an Ventilen vom Typ B

Die in Abb.27 dargestellten Ventile vom Typ B besitzen, wie die Ventile vom Typ A, eine Dicke des Polyimids von 2,2  $\mu\text{m}$ . Im Gegensatz zu diesen lassen sich jedoch selbst die kleinsten Ventile mit Differenzdrücken von weniger als 400 hPa öffnen, so daß in der Regel keine spezielle Vorbehandlung mit Flüssigkeiten notwendig ist. Ohne Anlegen eines Differenzdrucks zeigen sich in der Polyimidmembran Interferenzstreifen, welche sich mit wachsendem Druck verändern und bei 20 hPa verschwinden. Damit ist das Öffnen der Ventile sehr schön zu erkennen. In geöffnetem Zustand sind alle Interferenzstreifen verschwunden.

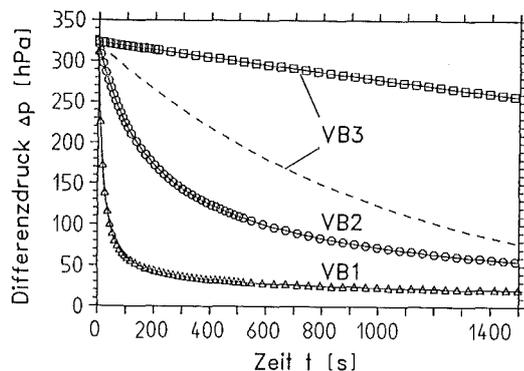


Abb.33a: Druckabfall an Ventilen vom Typ B. Die gestrichelte Linie ist eine Meßkurve nach Behandlung des Ventils mit Azeton.

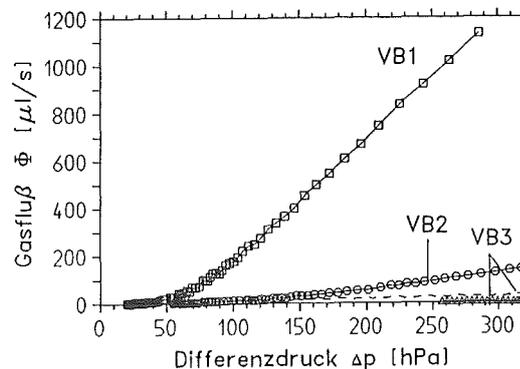


Abb.33b: Fluß  $\Phi$  durch Ventile vom Typ B.

In Abb.33a sind die mit der Druckabfallmethode durchgeführten Messungen an Ventilen vom Typ B dargestellt und in Abb.33b die nach Gl.16 berechneten zugehörigen Flüsse  $\Phi$ . Die Reproduzierbarkeit der Messungen ist mit weniger als 3 % Abweichung zwischen mehreren Messungen sehr gut, bei den Ventilen VB2 sind es sogar nur 0,5 %. Obwohl der Druckabfall bei VB3 recht gering ausfällt, ist dieses Ventil eindeutig geöffnet und es handelt sich nicht um eine Leckmessung. Durch eine Behandlung mit Azeton konnte der Druckabfall bzw. der Fluß jedoch deutlich gesteigert werden, wie an den gestrichelten Kurven von Abb.33 zu erkennen ist. Offensichtlich werden durch das Azeton entweder die Eigenschaften der Polyimidmembran oder die Adhäsionseigenschaften am Titan beeinflusst. Wie bei den Ventilen vom Typ A zeigt sich eine lineare Abhängigkeit des Flusses  $\Phi$  vom anliegenden Differenzdruck und auch die erzielten Durchflüsse liegen in derselben Größenordnung. Im Gegensatz zu den Ventilen vom Typ A ist bei den Ventilen VB2 und VB3 innerhalb des Meßzeitraums von 1500 s kein eindeutiges Schließen zu erkennen. Der jeweilige Schließdruck, Durchlaß- und Sperrstrom und deren Verhältnis sind für Ventile vom Typ B in Tab.9 enthalten.

Bezeichnung	VB1	VB2	VB3
Durchmesser [mm]	1,5	1,0	0,5
Schließdruck [hPa]	21	< 50	< 250
$\Phi_{\text{Durch}}$ [ $\mu\text{l}/\text{sec}$ ]	1300	160	22
$\Phi_{\text{Sperr}}$ [ $\mu\text{l}/\text{sec}$ ]	1,5	1,1	0,8
Durchlaß-/Sperrstrom	865	150	16

Tab.9: Kennwerte der Ventile vom Typ B bei einer Messung mit Argon-Gas. Die Flüsse beziehen sich jeweils auf einen Differenzdruck von 320 Pa.

Die in Tab.9 enthaltenen Werte sind vergleichbar mit denen aus Tab.8 für Ventile vom Typ A. Wiederum sinkt das Verhältnis von Durchlaß- zu Sperrstrom mit fallender Ventilgröße.

### Messungen am Ventiltyp C

In Abb.34a ist die mit der Druckabfallmethode durchgeführte Messung an einem Ventil VC1 dargestellt und in Abb.34b der hieraus mit Gl.16 berechnete Fluß durch das Ventil.

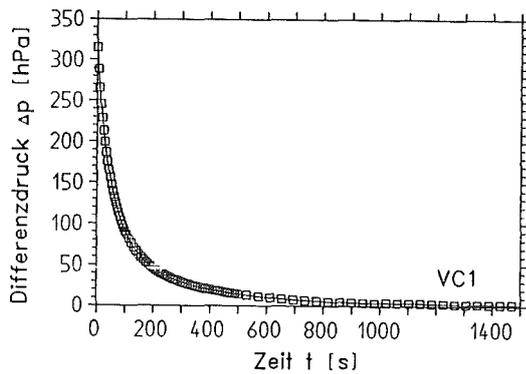


Abb.34a: Druckabfall an einem galvanisierten Ventil VC1.

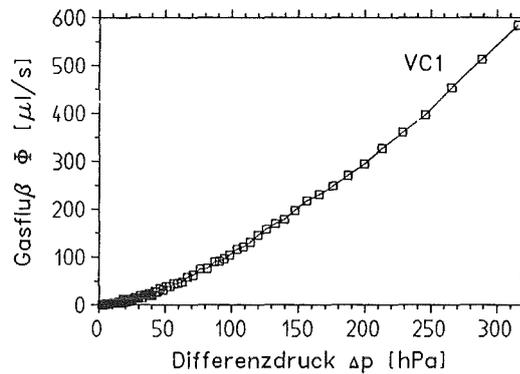


Abb.34b: Fluß  $\Phi$  durch ein Ventil VC1.

Die in Abb.34a gezeigte Messung wurde mehrmals wiederholt, wobei die Abweichung der Messungen untereinander lediglich 1% betrug. Die für das Ventil VC1 ermittelten Kennwerte sind in Tab.10 enthalten.

Bezeichnung	Durchmesser [mm]	Schließdruck [hPa]	$\Phi_{\text{Durch}}$ [ $\mu\text{l/s}$ ]	$\Phi_{\text{Sperr}}$ [ $\mu\text{l/s}$ ]	Durchlaß-/Sperrfluß
VC1	1,5	< 18	600	20	30

Tab.10: Kennwerte eines Ventils VC1 bei einer Messung mit Argon. Die Flüsse beziehen sich jeweils auf einen Differenzdruck von 320 hPa.

Wie aus Tab.10 zu entnehmen ist, stellt sich kein meßbarer Schließdruck ein. Dies deckt sich mit dem hohen Leckstrom in Sperrichtung von 20  $\mu\text{l/s}$ . Dieser hat mehrere Ursachen. Zum einen vergrößern zwar die Öffnungen in den Armen des Ventils den Fluß, andererseits erhöht sich dadurch auch die Gefahr einer Undichtigkeit. Desweiteren wird eine geringere Dichtigkeit im Vergleich zu den Ventilen in Dünnschichttechnik erzielt. Letztlich wird beim Herauslösen der Opferschicht auch die Nickelschicht etwas angegriffen, so daß zwar der Fluß durch die Ventile mit wachsender Ätzdauer zunimmt, die Dichtigkeit jedoch sinkt. Das Verhältnis von Durchlaß- zu Sperrstrom ist im Vergleich zu den in Dünnschichttechnik gefertigten Ventilen zwar deutlich geringer, sollte aber für eine Anwendung in der Pumpe immer noch ausreichend groß sein.

## 5.6 Messungen mit Flüssigkeit (Wasser)

Möchte man mit einer Pumpe Flüssigkeiten wie beispielsweise Wasser fördern, so muß ein ausreichender Flüssigkeitsstrom durch die passiven Membranventile gewährleistet sein. Dieser sollte mindestens doppelt so groß wie die Förderrate der Pumpe sein, welche bei einem Durchmesser der Pumpenkammer von 5 mm, einer Membranauslenkung von 50  $\mu\text{m}$  und bei 1 Hz Pumpfrequenz 30  $\mu\text{l}/\text{min}$  beträgt. Hieraus ergibt sich, bei einer Pumpfrequenz von 1 Hz, ein geforderter Mindestfluß durch das Ventil von 1  $\mu\text{l}/\text{s}$ .

### 5.6.1 Meßverfahren

Der verwendete Versuchsaufbau ist in Abb.35 schematisch dargestellt.

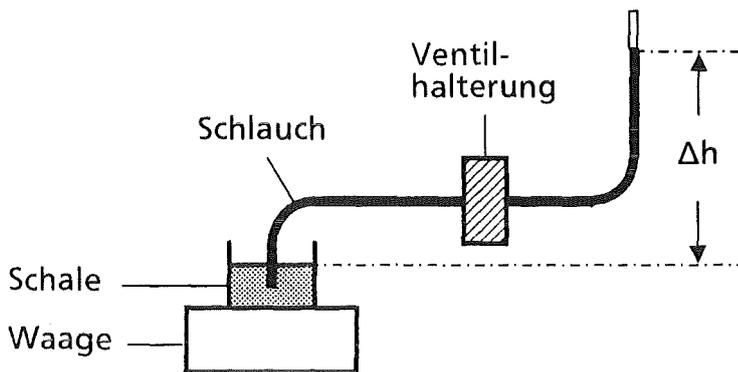


Abb.35:

Meßanordnung zur Bestimmung des Flusses  $\Phi$  durch ein Ventil bei Verwendung von Flüssigkeiten (Wasser).

Das zu untersuchende Ventil wird dichtend in eine Ventilhalterung eingebaut, welche beidseitig mit einem Schlauch von 1,4 mm Durchmesser verbunden ist. Auf einer Seite der Ventilhalterung wird der Schlauch in eine teilweise gefüllte Petrischale eingetaucht, so daß ein kontinuierlicher Ausfluß ohne Tropfenbildung am Schlauchende gegeben ist. Der am Ventil abfallende Differenzdruck  $\Delta p$  kann über die Steighöhe  $\Delta h$  der Flüssigkeitssäule berechnet werden. Der Fluß  $\Phi$  durch das Ventil läßt sich über die, mit einer Waage bestimmte, Gewichtszunahme der sich in der Petrischale befindenden Flüssigkeit bestimmen.

### 5.6.2 Meßergebnisse

Im Rahmen der Studienarbeit von M.Quickert [Quic92] wurden am IMT Messungen mit Wasser durchgeführt, wobei die Dicke der Polyimidmembran variiert

wurde. Das Meßergebnis für ein Ventil VA2 mit einer Polyimiddicke von 0,8  $\mu\text{m}$  bzw. 2,2  $\mu\text{m}$  ist in Abb.36 dargestellt.

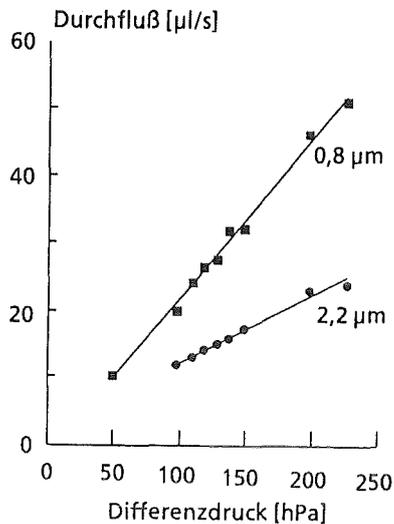


Abb.36:

Durchfluß von deionisiertem Wasser durch Mikroventile VA2 in Abhängigkeit des abfallenden Differenzdrucks und der Dicke des Polyimids.

Analog zu den Messungen mit Argon (vgl. Abb.32) zeigt sich eine lineare Abhängigkeit des Flusses  $\Phi$  vom anliegenden Differenzdruck  $\Delta p$ . Wie bereits in [Sche91] bei Messungen mit Helium beobachtet wurde, nimmt der Fluß durch das Ventil und die Steigung der Kennlinie mit abnehmender Polyimiddicke zu.

Aus den Messungen mit Wasser ergeben sich Durchflüsse, die ungefähr einen Faktor 10 geringer als bei den mit Gasen durchgeführten Messungen sind. Um einen Durchfluß von 1  $\mu\text{l/s}$  zu erzielen, sind nach Abb.36 minimale Druckdifferenzen notwendig. Durch Aufbringen eines Differenzdrucks von 50 hPa kann, bei einer Polyimiddicke von 2,2  $\mu\text{m}$ , bereits ein Fluß von 7  $\mu\text{l/s}$  erzeugt werden, womit bei den angenommenen Abmessungen ein Betrieb der Pumpe mit Frequenzen bis zu 7 Hz möglich sein sollte. Bei Anliegen eines Differenzdrucks in Sperrichtung ergibt sich bei 230 hPa ein Fluß von 0,4  $\mu\text{l/s}$ . Hieraus folgt für das Verhältnis von Durchlaß- zu Sperrstrom ein Wert von 60.

Bezeichnung	Durchmesser [mm]	$\Phi_{\text{Durch}}$ [ $\mu\text{l/s}$ ]	$\Phi_{\text{Sperr}}$ [ $\mu\text{l/s}$ ]	Durchlaß-/ Sperrfluß
VA2	1,0	24	0,4	60

Tab.11: Kennwerte eines Ventils VA2 mit einer Polyimiddicke von 2,2  $\mu\text{m}$  bei einer Messung mit Wasser. Die Flüsse beziehen sich jeweils auf einen Differenzdruck von 230 hPa.

In Tab.11 sind die Kennwerte eines Ventils VA2 mit 2,2  $\mu\text{m}$  Polyimiddicke bei einem Differenzdruck von 230 hPa zusammengestellt.

## 5.7 Vergleich der Ventile

In Abb.37 werden die Gasflüsse durch die Ventile VA1, VB1 und VC1 miteinander verglichen. Alle drei Ventile besitzen einen Durchmesser von 1,5 mm.

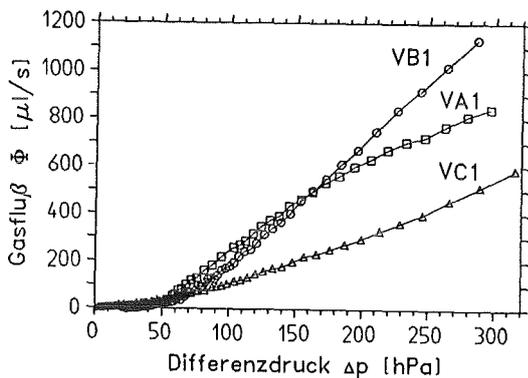


Abb.37a: Vergleich der Gasflüsse von Argon bei Ventilen von 1,5 mm Durchmesser.

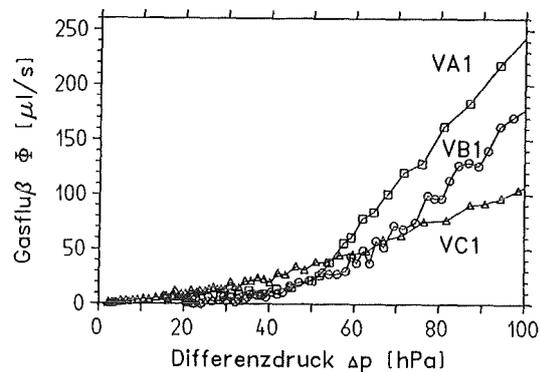


Abb.37b: Vergleich der Gasflüsse bei niederen Druckdifferenzen (Detail aus Abb.37a).

In Abb.37a ist zu erkennen, daß der Kennlinienverlauf bei VB1 und VC1 linear ist. VA1 hingegen weicht leicht von einem linearen Verlauf ab, was daran liegen kann, daß sich bei der Messung noch etwas Ätzflüssigkeit zwischen den Membranen befand. Daß auch der Ventiltyp A eine lineare Ventilcharakteristik besitzt, beweist der Verlauf von VA2 in Abb.32b. Die Flüsse der in Dünnschichttechnik hergestellten Ventile sind trotz eines sehr unterschiedlichen Designs in etwa gleich groß, das galvanisierte Ventil besitzt im Bereich bis 300 hPa nur einen halb so großen Fluß, welcher jedoch bei kleinen Differenzdrücken (vgl. Abb.37b) größer als derjenige der Ventile in Dünnschichttechnik ist. Dies liegt sicherlich auch mit an den bereits beschriebenen Effekten beim Herauslösen der Opferschicht, welche die Dichtigkeit des Ventils vom Typ C vermindern. Bei einem Differenzdruck von 50 hPa besitzen alle Ventiltypen einen Gasfluß von mindestens 20  $\mu\text{l/s}$ . Damit sollte bei einer Pumpe von 5 mm Kammerdurchmesser und einem Membranhub von 50  $\mu\text{m}$  eine Frequenz von bis zu 20 Hz möglich sein. Die Reproduzierbarkeit mehrerer Messungen an demselben Ventil ist bei allen Ventiltypen mit Abweichungen mehrerer Messungen untereinander von maximal 3 % sehr

gut. Bei Verwendung von Wasser sind die Flüsse ungefähr um einen Faktor 10 geringer.

Beim Herstellungsprozeß der Ventile ist zu beachten, daß im Gegensatz zur Polyimidschicht der in Dünnschichttechnik hergestellten Ventile die galvanisierte Schicht der Ventile vom Typ C nicht transparent ist, so daß eine Kontrolle der Ätzung nur über die Öffnungen in der Galvanikschicht erfolgen kann und somit auch der Endpunkt der Ätzung nur schwer festzustellen ist. Desweiteren ist die Selektivität gegenüber Nickel bei der Ätzung der aus Kupfer bestehenden Opferschicht begrenzt.

Möchte man sowohl das Ein- als auch das Auslaßventil der Pumpe nach Abb.3 durch Integration in die Titanmembran herstellen, so muß für das Einlaßventil ein Ventil in Dünnschichttechnik, für das Auslaßventil jedoch ein galvanisiertes Ventil verwendet werden. Es gibt jedoch auch Möglichkeiten, ein Ventil in Dünnschichttechnik als Auslaßventil zu verwenden. Zum einen dadurch, daß der Gasfluß am Pumpenauslaß von der Ventilkammer in Ebene A in einen darüberliegenden Kanal in Ebene B geleitet wird und von dort aus wieder über ein in Dünnschichttechnik integriert hergestelltes Ventil in Ebene A zurückgeführt wird. Dieser Weg ist etwas umständlich und bewirkt auch eine Zunahme des Totvolumens der Pumpe. Es kann aber auch ein Ventil in Dünnschichttechnik auf einem separaten Substrat gefertigt werden, um dann, wie in Abb.40 gezeigt, mit der Polyimidmembran nach oben auf die Ventilkammer am Auslaß der Pumpe montiert zu werden. Umgekehrt kann natürlich auch ein galvanisiertes Ventil separat gefertigt und mit der galvanisierten Schicht nach oben am Einlaß der Pumpe montiert werden.

## 6 Pumpe

Erste Labormuster der Pumpe werden, wie in Abb.40 gezeigt, mit einem integriert gefertigten Einlaßventil VB2 sowie einem am Pumpenauslaß montierten Ventil VA1 aufgebaut. Der Durchmesser der Pumpenmembran beträgt 5 mm. Als Antrieb für die Pumpenmembran dient ein pneumatisches System, mit welchem die Membran periodisch mit Druck beaufschlagt werden kann. An der Pumpe werden Messungen mit Luft als Fördermedium durchgeführt und aus diesen die Leistungsdaten der Pumpe ermittelt.

### 6.1 Herstellung und Montage

Zur Herstellung eines ersten Labormusters wurde, wie in Abb.3 dargestellt, auf einer strukturierten Titanmembran zuerst ein Ventil in Dünnschichttechnik und anschließend die Mikrostruktur mittels des LIGA-Verfahrens aufgebaut. Eine Pumpenmembran aus Polyimid bzw. ein galvanisiertes Ventil am Pumpenauslaß waren beim ersten Labormuster der Pumpe noch nicht enthalten. Statt dessen wurde eine Pumpenmembran aus Titan sowie ein am Pumpenauslaß montiertes Ventil verwendet. Hierzu wurde die Titanmembran am Rand der Ventilkammer durchtrennt und in diesem Bereich entfernt. Anschließend wurde ein weiteres in Dünnschichttechnik gefertigtes Ventil am Pumpenauslaß montiert.

Die Opferschicht der Ventile kann entweder vor dem Aufbau der LIGA-Strukturen in Schritt (b) von Abb.3 oder nach Entfernen des PMMA in Schritt (d) herausgelöst werden. Erstere Möglichkeit bietet den Vorteil, daß die Opferschicht nicht selektiv gegen die galvanisch abgeschiedenen Strukturen geätzt werden muß und somit Kupfer sowohl als Opferschicht- als auch Strukturmaterial verwendet werden kann. Dieser Vorteil steht jedoch zwei Nachteilen gegenüber. Einerseits kann beim Herauslösen der Opferschicht das Ätzmedium unter die Kohlenstoffschicht kriechen und damit eine lokale Ablösung der Titanmembran vom Siliziumsubstrat verursachen. Dadurch wird eine saubere Oberflächenbearbeitung der übergalvanisierten Mikrostrukturen erschwert. Andererseits kann das PMMA beim Aufpressen zwischen die Membranen des Ventils gelangen oder das zum Herauslösen des PMMA verwendete Ethylacetat über die Öffnungen des Ventils unter die Kohlenstoffschicht laufen und so zu einer Ablösung führen. Um diese Defektursachen auszuschließen, verblieb die Opferschicht bis nach dem Entfernen des PMMA im Ventil und wurde erst dann herausgelöst. Hierzu mußte jedoch selektiv gegen die Metallstrukturen geätzt werden. Wie in Kap.5.3 beschrieben, läßt sich eine Opferschicht aus Kupfer besser ätzen als eine solche aus Aluminium.

Deshalb wurden Ventile mit Opferschichten aus Kupfer für die Pumpe vorgesehen. Zudem wurden, wie in Kap.4.2.3.2 beschrieben, Pumpenstrukturen aus Gold verwendet. Damit beim Herauslösen des Kupfers die Haftschrift aus Nickel unter den Goldstrukturen nicht angegriffen wird, wurde eine Mischung aus zwei Anteilen 30 %-iger  $H_2SO_4$  und einem Anteil 10 %-igem  $H_2O_2$  verwendet, womit die Opferschichten aller Ventile innerhalb von 1,5 Stunden herausgelöst werden konnten. Auf diese Weise hergestellte Ventile VA3 bzw. VB2 sind in Abb.38a bzw. Abb.38b dargestellt.

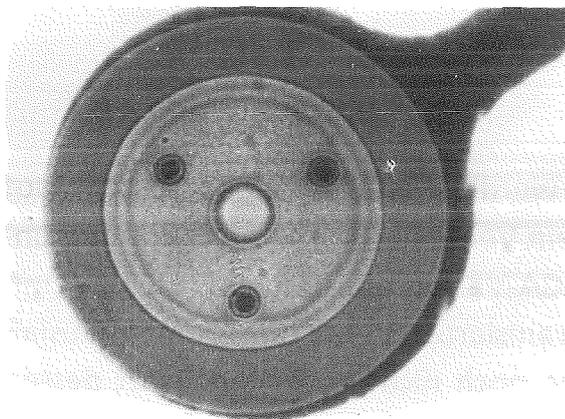


Abb.38a: Ventil VA3 nach dem Herauslösen der Opferschicht. Das Ventil befindet sich in einer Ventilkammer von 0,5 mm Durchmesser.

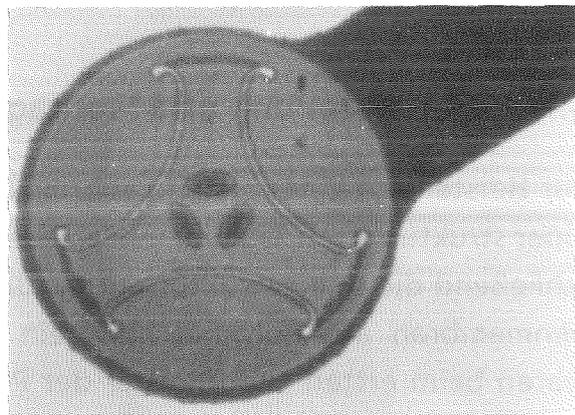
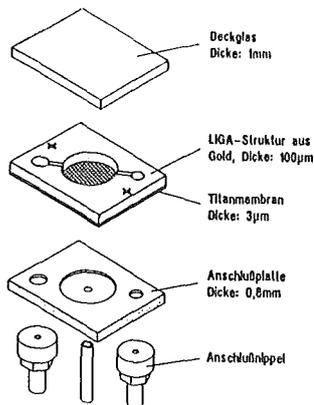


Abb.38b: Ventil VB2 nach dem Herauslösen der Opferschicht. Das Ventil befindet sich in einer Ventilkammer von 1 mm Durchmesser.

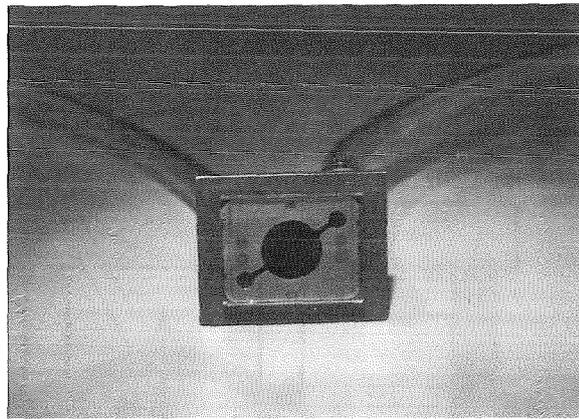
Der Montageprozeß ist in Abb.39a dargestellt. Dieser wird in [Kell93] näher beschrieben. Alle Teile werden mit einem 2-komponentigen Epoxidharzkleber miteinander verbunden. Vor dem Trennungsprozeß von der Siliziumscheibe wird ein Deckglas von 1mm Stärke auf die Mikrostruktur aus Gold geklebt. Von der anderen Seite wird nach der Übertragung eine 0,8 mm dicke Anschlußplatte aus Edelstahl justiert auf die Titanmembran geklebt. Auf die Anschlußplatte werden zwei Anschlußnippel für den Ein- bzw. Auslaß der Pumpe sowie ein Röhrchen für den Anschluß des pneumatischen Antriebs im Zentrum der Platte montiert. Sowohl auf die Anschlußnippel als auch auf das Röhrchen werden Mikroschläuche mit einem Durchmesser von 1,86 mm aufgesteckt. Eine fertig montierte Pumpe ist in Abb.39b zu sehen.

## 6.2 Versuchsaufbau

Um erste Tests an der Pumpe durchführen zu können, wurde ein Ventil in Dünnschichttechnik auf einer separaten Siliziumscheibe gefertigt. Als Rahmen wurde um



**Abb.39a: Montageprozeß einer in LIGA-Technik hergestellten Mikropumpe.**



**Abb.39b: Fertig montierte Pumpe.**

dieses Ventil ein Aluminiumring geklebt, mit dessen Hilfe eine Trennung vom Silizium erfolgen konnte (vgl. Abb.23). Das Ventil wurde nun, wie in Abb.29 gezeigt, getestet und anschließend auf die Anschlußplatte der Pumpe montiert. Diese Vorgehensweise hat u.a. den Vorteil, daß die Funktion dieses Ventils in der Pumpe bereits gesichert ist.

Um den Pumpprozeß auch mit Gasen als Fördermedium quantitativ beschreiben zu können, wurde der Aufbau nach Abb.40 gewählt:

Über eine Anschlußplatte, welche auf die Titanmembran der Pumpe geklebt ist [Kell93], wurde die Pumpe mit Hilfe von Schläuchen mit der restlichen Meßanordnung verbunden. Als Zuleitungsschlauch zum Einlaßventil wurde ein transparenter PVC-Mikropumpenschlauch (Fa. Thoma Fluid) mit einem Innendurchmesser von 1,86 mm und einer Länge von 1,245 m gewählt. Die Pumpenmembran wurde über ein makroskopisches, pneumatisches System periodisch mit Druckluft beaufschlagt. Dieses pneumatische System bestand aus einer Stickstoff-Gasflasche zur Druckluftversorgung und einem 3/2-Wege-Magnetventil (Fa. FESTO), welches über einen Frequenzgenerator angesteuert wurde. Da die Schaltzeiten für das Magnetventil mit je 10 ms angegeben sind, sollten Schalt- und damit auch Pumpfrequenzen bis 50 Hz realisierbar sein. Durch die Bewegung der Pumpenmembran entstand im Zuleitungsschlauch ein Unterdruck, wodurch aus dem Vorratsgefäß Flüssigkeit hochgesaugt wurde. Die Steighöhe wurde mit einem Metermaß in Abhängigkeit der Zeit gemessen. Zur besseren Beobachtung des Flüssigkeitsstandes im Schlauch wurde das als Flüssigkeit verwendete deionisierte Wasser mit Methylenblau eingefärbt. Als zusätzlicher Nachweis der Pumpfunk-

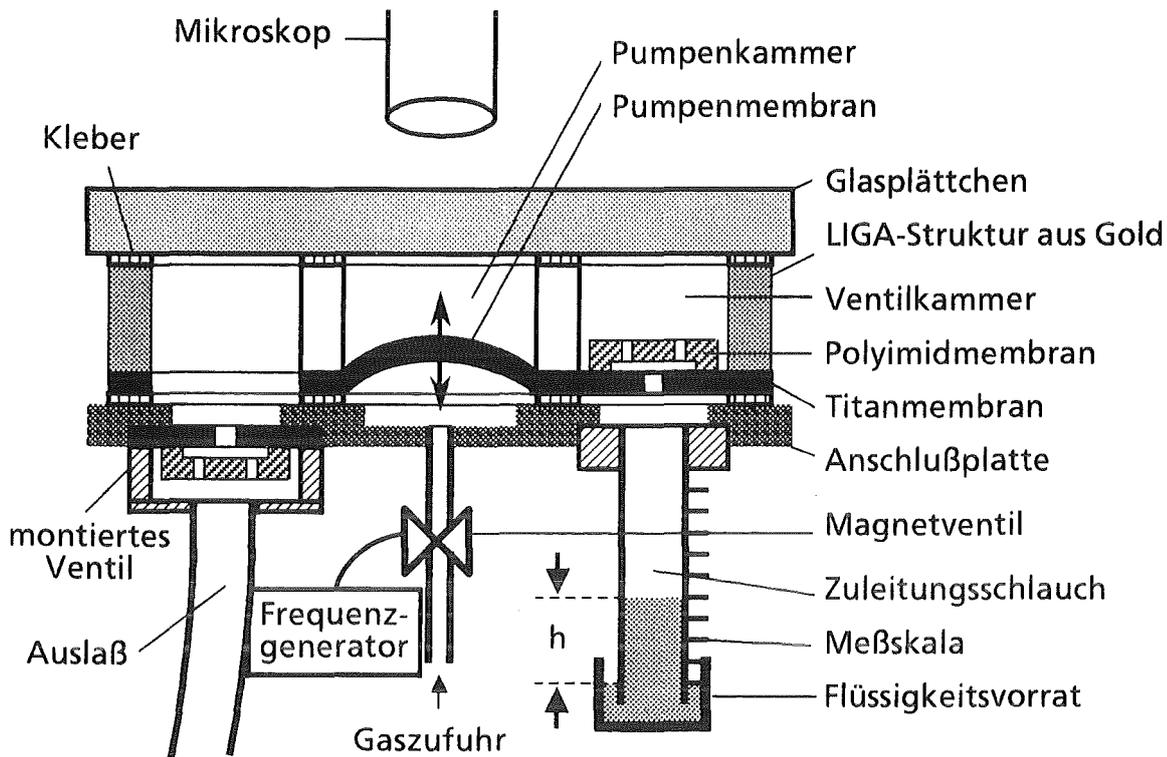


Abb.40: Versuchsaufbau zur Bestimmung des Gasflusses durch die Pumpe

tion kann der Schlauch am Pumpenauslaß in ein weiteres Vorratsgefäß eingehängt werden. Das gepumpte Gas ist dann in Form von aufsteigenden Gasblasen zu beobachten. Sowohl die Funktion der Pumpenmembran als auch diejenige der Ventilmembranen ließ sich durch das Glasplättchen am Mikroskop kontrollieren.

### 6.3 Bestimmung des Normalgasflusses

Zur Bestimmung des Gasflusses  $\Phi$  durch die Pumpe wird im Zuleitungsschlauch Flüssigkeit angesaugt und nach Abb.41 das Zeitintervall  $\Delta t$  zur Änderung der Steighöhe um  $\Delta h$  ermittelt. Mit  $A$  ist die Querschnittsfläche des Zuleitungsschlauches bezeichnet,  $p_L$  ist der mit einem Druckaufnehmer gemessene aktuelle Luftdruck,  $\rho_W$  die Dichte von Wasser und  $g$  die Erdbeschleunigung.

Aus der Messung der Steighöhe  $h$  in Abhängigkeit der Zeit läßt sich der Fluß  $\Phi_{FL}$  der angesaugten Flüssigkeit berechnen:

$$\Phi_{FL} = \frac{\Delta V}{\Delta t} = \frac{V - V'}{\Delta t} \quad (17)$$

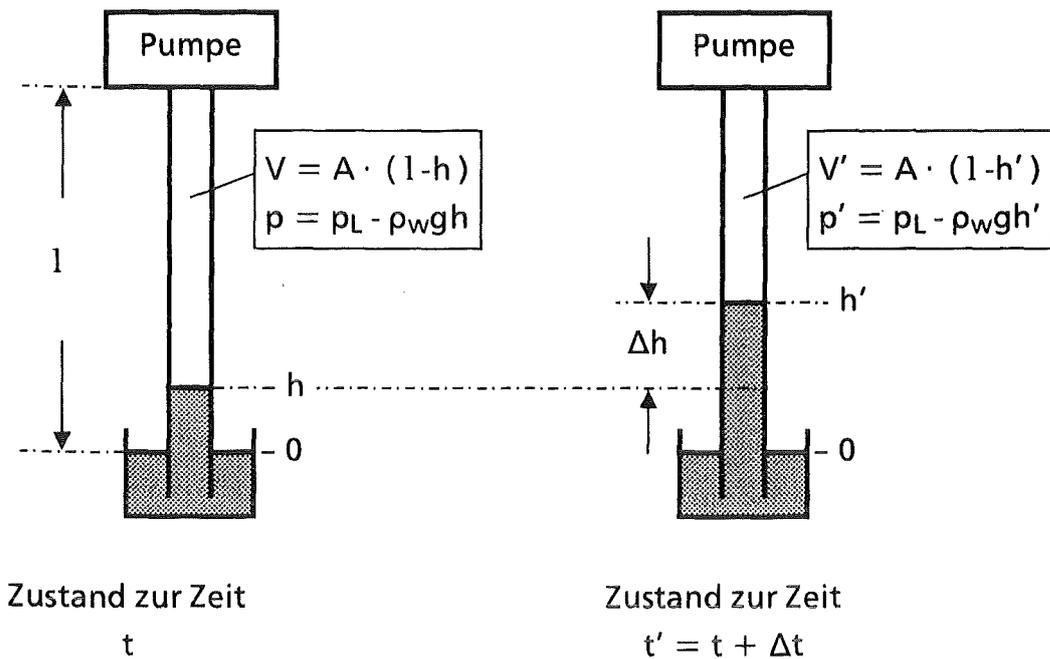


Abb.41: Zustände beim Ansaugen einer Flüssigkeit innerhalb eines Zeitintervalls  $\Delta t$ .

Um jedoch den Gasfluß durch die Pumpe zu bestimmen, muß berücksichtigt werden, daß sich beim Pumpvorgang sowohl das Volumen als auch der Druck des Gases ändern.

Für die Herleitung des Gasflusses werden nach Abb.41 der Anfangs- und Endzustand eines Zeitintervalls  $\Delta t$  betrachtet. Als Ausgangspunkt dient die allgemeine Gasgleichung:

$$p \cdot V = n \cdot R \cdot T \quad \text{mit} \quad R = 8,314 \frac{\text{J}}{\text{mol} \cdot \text{K}} \quad (18)$$

Hierbei bezeichnet  $n$  die Anzahl der Mole im Volumen  $V$ ,  $R$  die universelle Gaskonstante und  $T$  die absolute Temperatur in K, welche während des Versuchs als konstant angenommen wird. Aus der allgemeinen Gasgleichung läßt sich nach Gl.19 die Änderung der Molzahl  $\Delta n$  innerhalb des Zeitintervalls  $\Delta t$  bestimmen:

$$\Delta n = n - n' = \frac{1}{RT} \cdot (p V - p' V') \quad (19)$$

Durch Einsetzen von  $p$ ,  $V$  bzw.  $p'$ ,  $V'$  in Gl.19 folgt:

$$\Delta n = \frac{1}{RT} \cdot \Delta V \cdot \chi(l, h) \quad \text{mit} \quad \chi(l, h) = p_L + \rho_w \cdot g \cdot (l - 2h - \Delta h) \quad (20)$$

Da jedes Gas im Normzustand ( $p_0 = 1013,25 \text{ hPa}$ ,  $T_0 = 273,15 \text{ K}$ ) das molare Normvolumen  $V_{\text{mol}} = 22,41 \text{ l/mol}$  besitzt [Kuch84], läßt sich ein Normfluß (Fluß unter Normbedingungen) für das Gas  $\Phi_{\text{norm}}$  berechnen zu:

$$\Phi_{\text{norm}} = \frac{\Delta n}{\Delta t} \cdot V_{\text{mol}} \quad (21)$$

Durch Einsetzen von Gl.20 in Gl.21 erhält man:

$$\Phi_{\text{norm}} = \Phi_{\text{Fl}} \cdot \frac{V_{\text{mol}}}{RT} \cdot \chi(l, h) \quad (22)$$

Nach Gl.22 hängt der Unterschied zwischen dem Fluß  $\Phi_{\text{Fl}}$  der angesaugten Flüssigkeit und dem Normgasfluß  $\Phi_{\text{norm}}$  lediglich von der gewählten Schlauchlänge  $l$  und der Steighöhe  $h$  der Flüssigkeit ab und wächst mit zunehmender Steighöhe an. Bei der maximal erreichten Steighöhe von 45 cm beträgt der Unterschied 10 %.

## 6.4 Messungen

Für die Messungen wird die Pumpenmembran mittels eines makroskopischen Antriebs periodisch mit Druck beaufschlagt. Hierdurch kann das Verhalten der Pumpe in einem weiten Parameterbereich von Aktordruck und Pumpfrequenz studiert und mit dem gewonnenen Wissen die Auslegung des mikroskopischen Antriebs optimiert werden.

### 6.4.1 Gas als Fördermedium

Bei der Untersuchung von Mikropumpen wird als Fördermedium fast immer eine Flüssigkeit, v.a. Wasser, verwendet. Lediglich in [Bene89] wird eine "Mikropumpe zur Förderung kleinster Gasmengen" vorgestellt, welche die Wärmeausdehnung des Gases direkt als Antriebsprinzip verwendet, und auch bei [Judy91] ist an die Förderung von Gasen gedacht. Aus beiden Quellen sind jedoch keinerlei Meßkurven bekannt. Als Anwendungsgebiete sind die Medizintechnik und die Analytik denkbar. In der Medizintechnik könnte die Pumpe zur Förderung von Narkosegasen verwendet werden, in der Analytik ist beispielsweise ein Einsatz in der Gaschromatographie oder zur Kontrolle von Luftverschmutzungen möglich.

Im folgenden wird die Abhängigkeit des Gasflusses  $\Phi_{\text{norm}}$  durch die Pumpe vom Arbeitsdruck  $\Delta p_D$ , dem Aktordruck  $\Delta p_A$  und der Pumpfrequenz  $f$  untersucht. Als

Arbeitsdruck wird der durch den Pumpvorgang am Pumpeneinlaß erzeugte Unterdruck bezeichnet. Dem Aktordruck entspricht der maximale Druck bei der periodischen Belastung der Membran durch den pneumatischen Antrieb. Es wird Luft gepumpt und zur Bestimmung des Gasflusses wird nach Abb.40 Wasser im Zuleitungsschlauch angesaugt.

#### 6.4.1.1 Einfluß des Arbeitsdrucks

Beim Ansaugen von Flüssigkeit entspricht der am Einlaß der Pumpe erzeugbare Unterdruck (Arbeitsdruck  $\Delta p_D$ ) dem hydrostatischen Druck der angesaugten Flüssigkeit. In Abb.42a ist die Steighöhe  $h$  der angesaugten Flüssigkeit als Funktion der Zeit bei einem Aktordruck  $\Delta p_A$  von 500 hPa und einer Pumpfrequenz  $f$  von 5 Hz aufgetragen. Die Zeit  $t$  wird im Abstand von je einem Zentimeter angesaugter Flüssigkeit bestimmt.

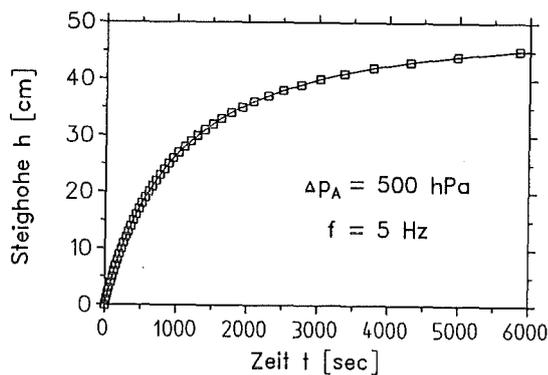


Abb.42a: Steighöhe  $h$  der angesaugten Flüssigkeit als Funktion der Zeit  $t$  bei einem Aktordruck  $\Delta p_A$  von 500 hPa und einer Pumpfrequenz  $f$  von 5 Hz.

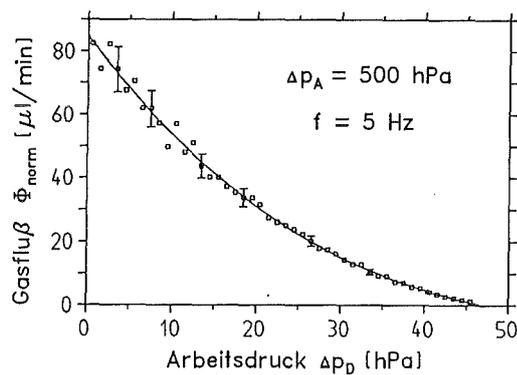


Abb.42b: Normgasfluß  $\Phi_{\text{norm}}$  als Funktion des Arbeitsdrucks  $\Delta p_D$  bei einem Aktordruck  $\Delta p_A$  von 500 hPa und einer Pumpfrequenz  $f$  von 5 Hz.

In Abb.42a ist zu erkennen, daß die Zeitintervalle zwischen zwei Meßpunkten mit wachsender Steighöhe  $h$  deutlich zunehmen, was einer Verminderung der Ansauggeschwindigkeit und damit auch der Förderrate des gepumpten Gases entspricht.

Mittels Gl.22 läßt sich aus Abb.42a der Normgasfluß  $\Phi_{\text{norm}}$  des gepumpten Gases als Funktion des Arbeitsdrucks  $\Delta p_D$  berechnen. Dieser Zusammenhang ist in Abb.42b dargestellt. Wie zu erwarten, fällt der Normgasfluß  $\Phi_{\text{norm}}$  mit steigendem Arbeitsdruck ab. Durch Extrapolation der Daten kann der maximale Arbeitsdruck  $\Delta p_{\text{max}}$  (Arbeitsdruck bei  $\Phi = 0$ ) sowie der Nullfluß  $\Phi_0$  (Fluß bei  $\Delta p_D = 0$ )

bestimmt werden. Es ergibt sich ein maximaler Arbeitsdruck von 46 hPa und ein Nullfluß von 86  $\mu\text{l}/\text{min}$ .

In Abb.42b sind zusätzlich für einige Datenpunkte die zugehörigen Fehlerbalken mit eingezeichnet. Der relative Fehler für den Gasfluß beträgt maximal 9,5 % und nimmt mit zunehmendem Arbeitsdruck  $\Delta p_D$  ab. Dies liegt daran, daß die Meßzeiten mit steigendem Arbeitsdruck zunehmen und damit der Fehler in der Zeitbestimmung sinkt. Zusätzlich werden aus der Standardabweichung der Meßpunkte von der Ausgleichskurve die relativen Fehler von  $\Phi_0$  und  $\Delta p_{\text{max}}$  bestimmt. Der relative Fehler von  $\Phi_0$  ergibt sich zu 4 %, derjenige von  $\Delta p_{\text{max}}$  zu 1 %. Für alle folgenden Messungen sind die Meßzeiten größer und damit die Fehler kleiner.

#### 6.4.1.2 Einfluß des Aktordrucks

Um den Einfluß des Aktordrucks  $\Delta p_A$  auf den Gasfluß  $\Phi_{\text{norm}}$  zu bestimmen, wird bei einer Pumpfrequenz von 5 Hz jeweils der Fluß bei einem Aktordruck von 500 hPa, 350 hPa und 200 hPa ermittelt. In Abb.43a ist die Höhe der angesaugten Flüssigkeitssäule über der Zeit  $t$  in Abhängigkeit des Aktordrucks aufgetragen. Je höher der Aktordruck, umso größer ist bei gleicher Zeit  $t$  die Steighöhe  $h$  der angesaugten Flüssigkeit und damit die Ansauggeschwindigkeit. Somit muß auch, wie Abb.43b zeigt, der Normgasfluß bei identischem Arbeitsdruck  $\Delta p_D$  mit steigendem Aktordruck  $\Delta p_A$  zunehmen.

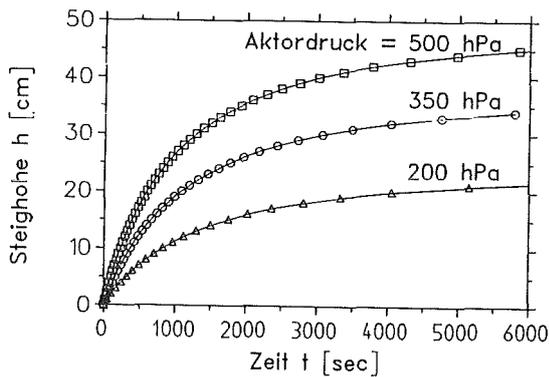


Abb.43a: Ansaugverhalten der Pumpe in Abhängigkeit des Aktordrucks  $\Delta p_A$ . Dargestellt ist jeweils die Steighöhe  $h$  der Flüssigkeit als Funktion der Zeit  $t$  bei einer Pumpfrequenz von 5 Hz.

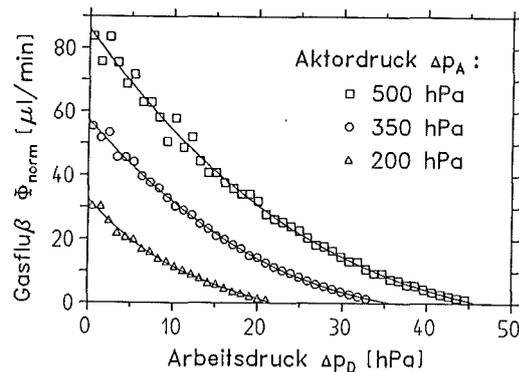


Abb.43b: Abhängigkeit der Förderrate des gepumpten Gases vom Aktordruck  $\Delta p_A$ . Dargestellt ist jeweils der Normgasfluß  $\Phi_{\text{norm}}$  als Funktion des Arbeitsdrucks  $\Delta p_D$  bei einer Pumpfrequenz von 5 Hz.

Desweiteren ist zu erkennen, daß sowohl der Nullfluß  $\Phi_0$  als auch der maximale Arbeitsdruck  $\Delta p_{\text{max}}$  im untersuchten Meßbereich in etwa proportional dem

Aktordruck sind. Um den Zusammenhang zu verdeutlichen, ist in Abb.44a der Nullfluß  $\Phi_0$  und in Abb.44b der maximale Arbeitsdruck  $\Delta p_{\max}$  in Abhängigkeit des Aktordrucks  $\Delta p_A$  aufgetragen. Die entsprechenden Daten sind in Tab.12 enthalten.

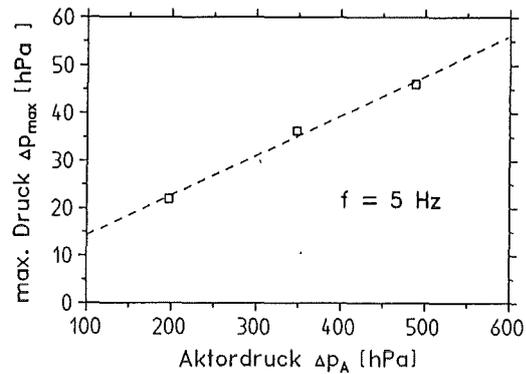
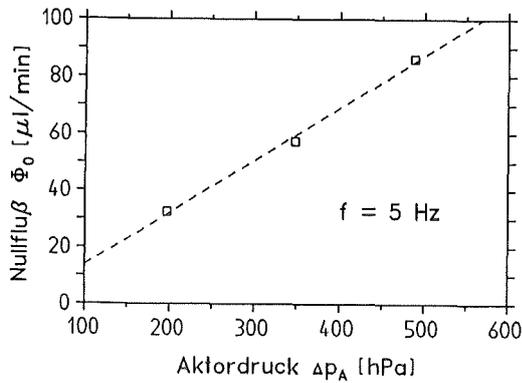


Abb.44a: Abhängigkeit des Nullflusses  $\Phi_0$  ( $\Delta p_D=0$ ) vom Aktordruck  $\Delta p_A$  bei einer Pumpfrequenz von 5 Hz. Die gestrichelte Linie zeigt die Regressionsgerade durch die Meßpunkte.

Abb.44b: Abhängigkeit des maximalen Arbeitsdrucks  $\Delta p_{\max}$  ( $\Phi_{\text{norm}}=0$ ) vom Aktordruck  $\Delta p_A$  bei einer Pumpfrequenz von 5 Hz.

$\Delta p_A$ [hPa]	f [Hz]	$\Phi_0$ [µl/min]	$\Delta p_{\max}$ [hPa]
500	5	86,2	46,1
350	5	57,4	36,2
200	5	32,5	21,9

Tab.12: Abhängigkeit des Nullflusses  $\Phi_0$  und des maximalen Arbeitsdrucks  $\Delta p_{\max}$  vom Aktordruck  $\Delta p_A$  bei einer Pumpfrequenz von 5 Hz.

#### 6.4.1.3 Einfluß der Pumpfrequenz

Zur Untersuchung des Einflusses der Pumpfrequenz  $f$  auf die Förderrate  $\Phi_{\text{norm}}$  der Pumpe wird bei einem Aktordruck  $\Delta p_A$  von 500 hPa der Gasfluß  $\Phi_{\text{norm}}$  für Pumpfrequenzen von 1 Hz, 2,5 Hz und 5 Hz ermittelt.

Abb.45a zeigt die Steighöhe  $h$  der angesaugten Flüssigkeit bei einem Aktordruck von 500 hPa als Funktion der Zeit bei Variation der Pumpfrequenz  $f$ . Wie zu erwarten, nimmt die Steighöhe  $h$  und die Ansauggeschwindigkeit mit steigender Pumpfrequenz  $f$  zu. Nach Gl.22 wird der Normgasfluß  $\Phi_{\text{norm}}$  bestimmt und über

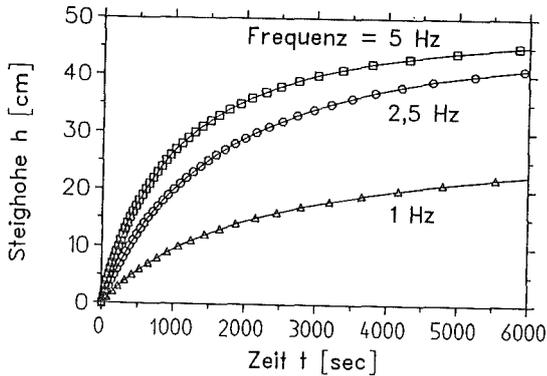


Abb.45a: Ansaugverhalten der Pumpe in Abhängigkeit der Pumpfrequenz  $f$ . Dargestellt ist jeweils die Steighöhe  $h$  der Flüssigkeit als Funktion der Zeit bei einem Aktordruck  $\Delta p_A$  von 500 hPa.

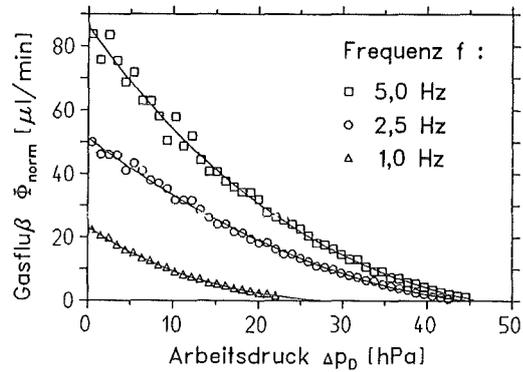


Abb.45b: Abhängigkeit der Förderrate des gepumpten Gases von der Pumpfrequenz  $f$ . Dargestellt ist jeweils der Normgasfluß  $\Phi_{norm}$  als Funktion des Arbeitsdrucks  $\Delta p_D$  bei einem Aktordruck  $\Delta p_A$  von 500 hPa.

dem Arbeitsdruck  $\Delta p_D$  aufgetragen. Aus Abb.45b ist zu erkennen, daß der Normgasfluß  $\Phi_{norm}$  mit steigender Pumpfrequenz zunimmt. Der Nullfluß  $\Phi_0$  ist nach Abb.46a im untersuchten Bereich in etwa proportional der Pumpfrequenz, der max. Arbeitsdruck  $\Delta p_{max}$  ist nach Abb.46b bei den Messungen mit 2,5 Hz und 5 Hz gleich groß und damit unabhängig von der Pumpfrequenz, bei einer Frequenz von 1 Hz jedoch deutlich geringer. Die entsprechenden Daten sind in Tab.13 enthalten.

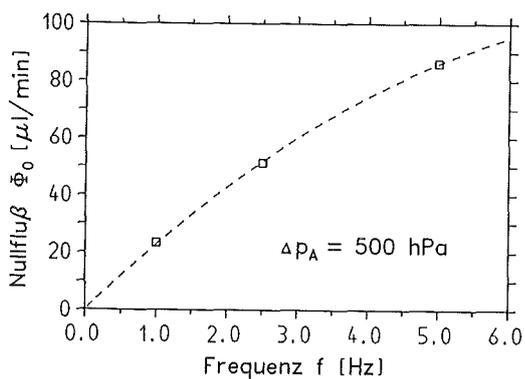


Abb.46a: Abhängigkeit des Nullflusses  $\Phi_0$  ( $\Delta p_D = 0$ ) von der Pumpfrequenz  $f$  bei einem Aktordruck  $\Delta p_A$  von 500 hPa.

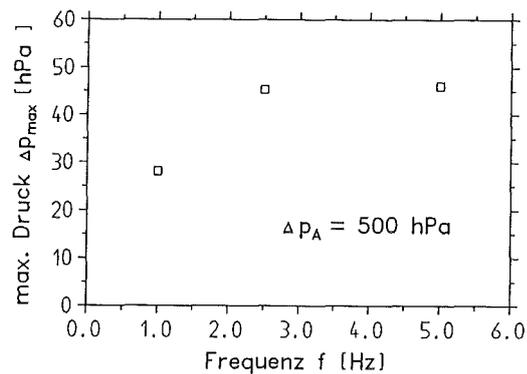


Abb.46b: Abhängigkeit des maximalen Arbeitsdrucks  $\Delta p_{max}$  ( $\Phi_{norm} = 0$ ) von der Pumpfrequenz  $f$ .

$\Delta p_A$ [hPa]	f [Hz]	$\Phi_0$ [μl/min]	$\Delta p_{max}$ [hPa]
500	5	86,2	46,1
500	2,5	51,3	45,3
500	1	23,3	28,1

Tab.13: Abhängigkeit des Nullflusses  $\Phi_0$  und des maximalen Arbeitsdrucks  $\Delta p_{max}$  von der Pumpfrequenz f bei einem Aktordruck  $\Delta p_A$  von 500 Pa.

Alle Messungen wurden an derselben Pumpe ohne irgendeine Änderung des Meßaufbaus vorgenommen. Während der Messungen traten keine Störungen auf, obwohl ungefilterte Luft als Pumpmedium verwendet wurde. Nach einer Betriebszeit von 9 Stunden bzw. nach 140000 Membranauslenkungen konnte kein Defekt an der Pumpe festgestellt werden. Auf Messungen mit höheren Aktordrücken wurde bewußt verzichtet, um die Belastung sowohl der Pumpenmembran als auch der Ventile klein zu halten. Verlässliche Messungen bei höheren Frequenzen waren nicht möglich, da beim verwendeten pneumatischen Antrieb ein Abfallen des Aktordrucks festzustellen war.

#### 6.4.1.4 Leistung und Wirkungsgrad

Die Pumpe verrichtet beim Ansaugen der Flüssigkeit sowohl Arbeit an dem zu fördernden Gas als auch an der angesaugten Flüssigkeit. Da die am Gas verrichtete Arbeit temperaturabhängig ist und die Temperaturmessung mit einem außerordentlich hohen experimentellen Aufwand verbunden wäre, wird als untere Grenze für die Pumpenleistung  $P_P$  die an der Flüssigkeit verrichtete Leistung  $P_{Fl}$  angegeben. Diese ist durch die zeitliche Änderung der potentiellen Energie der Flüssigkeit gegeben.

$$P_P \equiv P_{Fl} \quad \text{mit} \quad P_{Fl} = \rho_w \cdot g \cdot h \cdot \Phi_{Fl} = \Delta p_D \cdot \Phi_{Fl} \quad (23)$$

In Abb.47 ist die nach Gl.23 berechnete Leistung bei einem Aktordruck von 500 hPa und einer Pumpfrequenz von 5 Hz als Funktion des Arbeitsdrucks aufgetragen. Hieraus ergibt sich eine maximale Pumpenleistung von 1,1 μW bei einem Arbeitsdruck von 17,4 hPa.

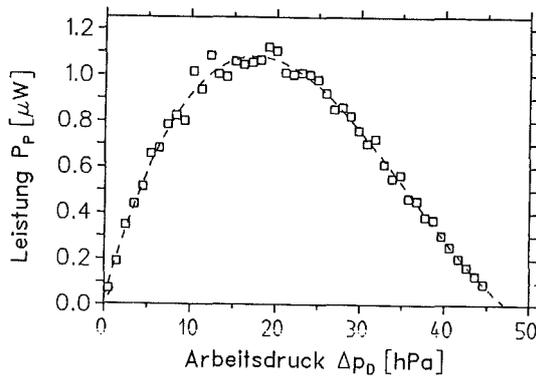


Abb.47: Leistung  $P_P$  der Pumpe als Funktion des Arbeitsdrucks  $\Delta p_D$  bei einem Aktordruck  $\Delta p_A$  von 500 hPa und einer Frequenz  $f$  von 5 Hz.

Der Wirkungsgrad  $\eta$  der Pumpe beschreibt nach Gl.24 das Verhältnis der Pumpenleistung  $P_P$  zur Leistung  $P_A$  des Antriebs:

$$\eta = \frac{P_P}{P_A} \quad (24)$$

Um den Wirkungsgrad  $\eta$  zu ermitteln, muß nach Gl.25 die vom pneumatischen Antrieb an der Pumpe verrichtete Leistung  $P_A$  abgeschätzt werden. Dabei werden schlagartige Druckänderungen des Antriebs angenommen. Da die realen Druckänderungen jedoch kontinuierlich erfolgen, ist die tatsächlich an der Membran verrichtete Arbeit geringer als in dieser Abschätzung. Folglich ergeben die Berechnungen einen unteren Grenzwert für den Wirkungsgrad  $\eta$ . In Gl.25 ist mit  $\Delta V_{Hub}$  das Hubvolumen bei der Membranauslenkung, mit  $a$  der Membranradius und mit  $\omega_{max}$  die maximale Membranauslenkung bezeichnet.

$$P_A = \Delta p_A \cdot \Delta V_{Hub} \cdot f \approx \frac{1}{2} \cdot \Delta p_A \cdot a^2 \pi \cdot \omega_{max} \cdot f \quad (25)$$

Nach Abb.18b beträgt die Auslenkung  $\omega_{max}$  der Pumpenmembran bei einem Aktordruck von 500 hPa mindestens 100  $\mu m$ . Damit ergibt sich bei einem Membranradius  $a$  von 2,5 mm ein Hubvolumen  $\Delta V_{Hub}$  von 1  $\mu l$  und somit bei einer Pumpfrequenz von 5 Hz eine Leistung  $P_A$  des Antriebs von 60  $\mu W$ . Nach Gl.24 folgt hieraus ein Wirkungsgrad  $\eta$  von ca. 1 %.

#### 6.4.2 Flüssigkeit als Fördermedium

Mit Wasser als Fördermedium konnte in Experimenten an einer weiteren Pumpe gezeigt werden, daß auch die Förderung von Flüssigkeiten (Wasser) mit dieser Pumpe prinzipiell möglich ist.

Hierzu wurde, wie in Abb.40 gezeigt, Wasser bei einem Aktordruck  $\Delta p_A$  von 500 hPa und einer Pumpfrequenz  $f$  von 2 Hz ca. 200 mm hoch angesaugt, bis die Flüssigkeitssäule die Pumpe erreicht hatte. Anschließend konnte am Mikroskop beobachtet werden, wie Wasser durch das Einlaßventil in die Pumpe gesaugt wurde und die Kanäle sowie die Pumpenkammer gefüllt wurden. Nach ca. 8 min war die Pumpe befüllt und an der Auslaßöffnung trat Wasser aus. Nachdem die Wassersäule am Auslaß ca. 40 mm hochgedrückt worden war, wurde dieser Test beendet. In der Pumpe befanden sich Gasblasen, welche die Förderrate minderten. Um Gasblasen in der Pumpe zu vermeiden, kann dem Wasser Alkohol zugesetzt werden. Dadurch wird eine bessere Benetzung erzielt.

## 7 Thermopneumatischer Antrieb

Die ersten Labormuster der Pumpe mit einer Pumpenkammer von 5 mm Durchmesser und einer Pumpenmembran aus Titan besitzen einen makroskopischen, pneumatischen Antrieb. Eine solche Pumpe kann, falls ausreichend Platz zur Verfügung steht, als Komponente in einem System (z.B. Analysesystem) eingesetzt werden, denn sie eröffnet bereits die Möglichkeit, sehr kleine Fluidmengen zu handhaben. Längerfristig ist jedoch für andere Anwendungen, wie beispielsweise die Implantation einer Pumpe, ein integrierter Antrieb anzustreben.

Für den in LIGA-Technik zu realisierenden Antrieb wurde ein thermopneumatischer Aktor gewählt, da dieser im Vergleich zu anderen Aktorprinzipien große Kräfte bei geringen Abmessungen aufbringen kann (vgl. [VDP89]). Das Prinzip einer LIGA-Mikropumpe, welche einen in Mikrotechnik gefertigten, thermopneumatischen Antrieb besitzt, ist in Abb.48 dargestellt.

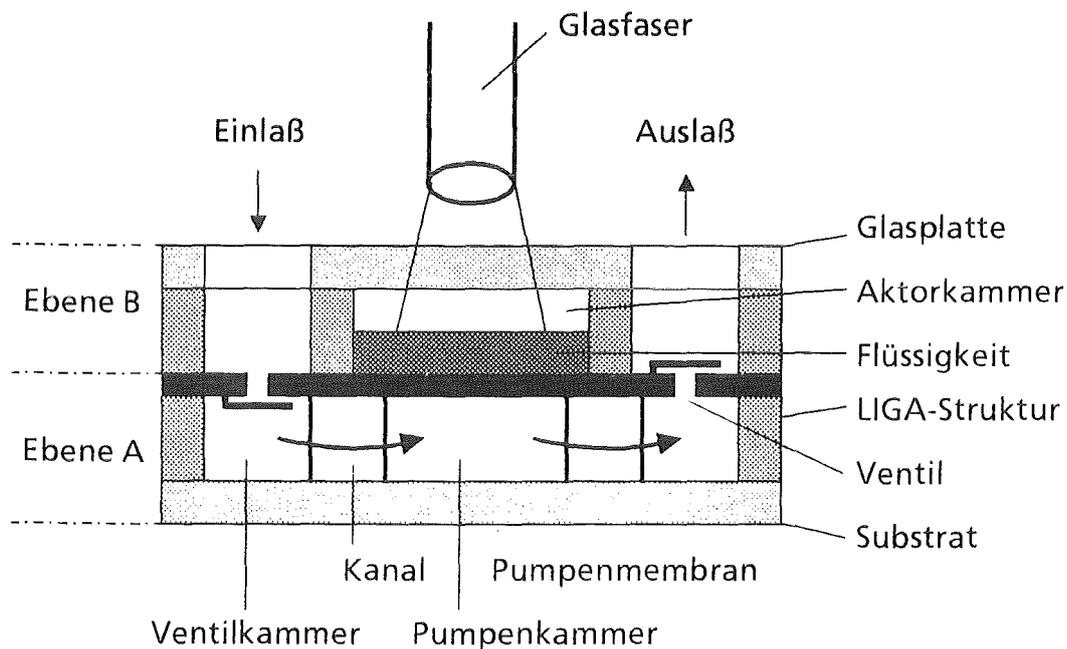


Abb.48: Konzept einer LIGA-Mikropumpe mit thermopneumatischem Antrieb. Die Pumpe setzt sich aus den Ebenen A und B zusammen, wobei Ebene B die Aktorkammer des thermopneumatischen Antriebs enthält. Die Energie eines Lasers wird mittels einer Glasfaser über eine Glasplatte eingekoppelt.

Anstatt der Anschlüsse und des pneumatischen Antriebs aus Abb.2 befindet sich in Ebene B eine weitere Mikrostruktur, welche den thermopneumatischen Antrieb enthält. Diese Mikrostruktur muß justiert auf die Ebene A montiert werden (vgl. Justierkreuze in Abb.4). Der thermopneumatische Antrieb besteht aus einer

Aktorkammer, welche teils mit einer Flüssigkeit befüllt sein kann, sowie einer Möglichkeit der Energieeinkoppelung. Die Energie eines Laser kann über eine Glasfaser [Mizo92] zugeführt werden oder es wird ein Heizmäander [VDP89] verwendet. Durch periodische Zufuhr von Energie und der damit verbundenen Druckänderung in der Aktorkammer wird die Pumpenmembran angetrieben.

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurden Berechnungen und experimentelle Voruntersuchungen durchgeführt, welche die prinzipielle Realisierbarkeit eines mikrotechnisch gefertigten, thermopneumatischen Antriebs belegen.

## 7.1 Anforderungen

Damit ein Pumpvorgang stattfinden kann, muß der Antrieb eine Druckdifferenz  $\Delta p_A$  (Aktordruck) aufbringen können. Diese setzt sich nach Gl.26 aus einem Anteil  $\Delta p_M$  zur Auslenkung der Pumpenmembran, dem Arbeitsdruck  $\Delta p_D$  (Druckunterschied zwischen dem Pumpenein- und -ausgang) sowie einem Verlustterm  $\Delta p_V$  zusammen. Dieser beinhaltet den Schaltdruck  $\Delta p_{Ven}$  zur Betätigung eines Ventils und die Druckdifferenz  $\Delta p_{Fl}$  zur Überwindung des Strömungswiderstandes.

$$\Delta p_A = \Delta p_M + \Delta p_D + \Delta p_V \quad \text{mit} \quad \Delta p_V = \Delta p_{Ven} + \Delta p_{Fl} \quad (26)$$

Der für die LIGA-Mikropumpe vorgesehene Antrieb soll imstande sein, bei maximaler Membranauslenkung um 50  $\mu\text{m}$ , einen Arbeitsdruck  $\Delta p_D$  von mindestens 50 hPa aufzubringen. Unter Annahme einer 2  $\mu\text{m}$  dünnen Pumpenmembran aus Polyimid, welche einen Durchmesser von 2 mm besitzt, ist ein Differenzdruck  $\Delta p_M$  von 230 hPa (vgl. Abb.5) zur vollen Membranauslenkung notwendig. Mit einem vernachlässigbar kleinen Verlustterm  $\Delta p_V$  ergibt sich hieraus folgende Bedingung für den Aktordruck  $\Delta p_A$ :

$$\Delta p_A \geq 280 \text{ hPa} \quad (27)$$

Diese Forderung muß unabhängig vom zu fördernden Medium erfüllt sein.

## 7.2 Wirkungsprinzipien

Ein thermopneumatischer Antrieb kann am einfachsten realisiert werden, indem in der Aktorkammer ein Gas (Luft) erwärmt wird. Aufgrund der Volumenausdehnung des Gases wird die Pumpenmembran bewegt und dadurch das zu fördernde Medium in der Pumpenkammer komprimiert (Gas) bzw. verdrängt (Flüssigkeit).

Aber auch durch die Verdampfung einer Flüssigkeit in der Aktorkammer läßt sich ein thermopneumatischer Antrieb, wie in Abb.49 gezeigt, verwirklichen.

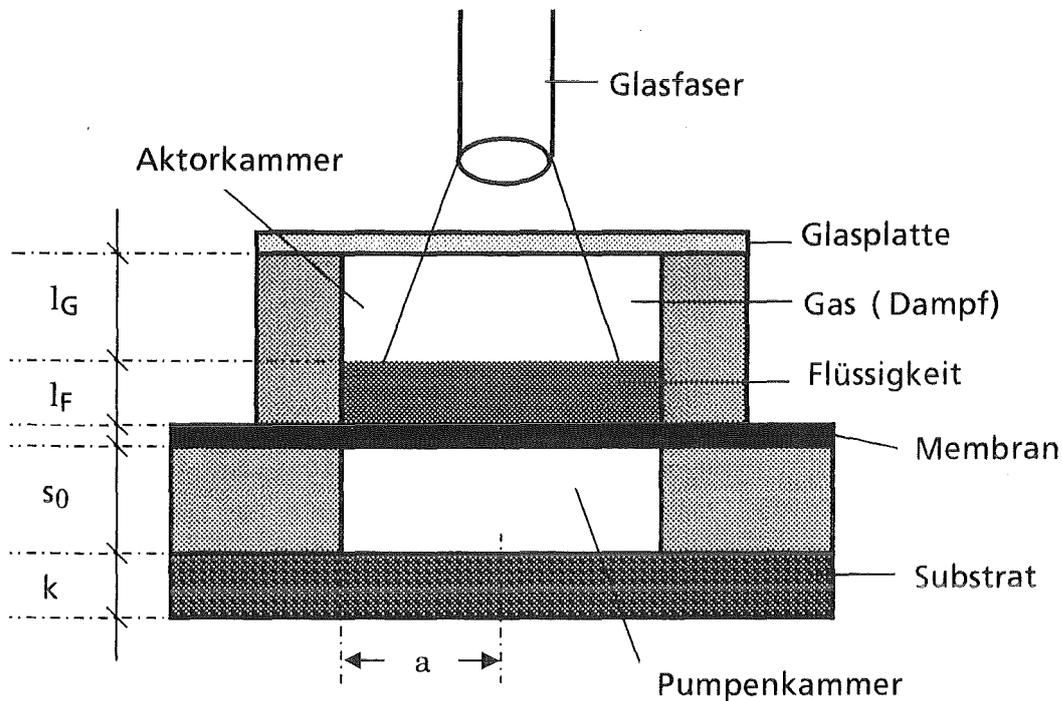


Abb.49: Thermopneumatischer Antrieb durch Verdampfung einer Flüssigkeit in der Aktorkammer. Diese ist teils mit Flüssigkeit, teils mit Gas gefüllt und befindet sich über der Pumpenkammer. Zur Energieeinkoppelung wird eine Glasfaser verwendet.

Sowohl für einen thermopneumatischen Antrieb durch Erwärmung eines Gases als auch für einen Antrieb durch Verdampfung einer Flüssigkeit sollen im folgenden die für eine Membranauslenkung notwendige Temperaturerhöhung  $\Delta T$ , die dazu notwendige Energiezufuhr  $\Delta W$  sowie die Relaxationszeit  $\tau$  beim Abschalten der Heizleistung abgeschätzt werden.

### 7.2.1 Erwärmung eines Gases

Das sich in der Aktorkammer befindliche Gas wird bei Zufuhr von Energie erwärmt und aufgrund der Volumenausdehnung des Gases wird die Pumpenmembran ausgelenkt. Die zur Auslenkung der Pumpenmembran um  $s_0$  notwendige Temperaturerhöhung  $\Delta T$  läßt sich unter der Annahme eines idealen Gases mit einem Ausgangsdruck  $p_0$  und einer Ausgangstemperatur  $T_0$  über die ideale Gasgleichung berechnen:

$$\Delta T = T - T_0 = \left[ \frac{p_A}{p_0} \left( 1 + 0,5 \frac{s_0}{l} \right) - 1 \right] T_0 \quad (28)$$

Mit  $p_A$  ist der Druck in der Aktorkammer nach der Erwärmung des Gases bezeichnet,  $l$  ist die Höhe der Aktorkammer.

Über die molare spezifische Wärme  $C_G$  des Gases und die Molzahl  $n$  läßt sich nach [Kuch84] die zur Erwärmung um  $\Delta T$  notwendige Energiezufuhr  $\Delta W$  berechnen:

$$\Delta W = n C_G \Delta T = \frac{5}{4} \alpha^2 \pi p_A s_0 \left[ 1 + 2 \left( 1 - \frac{p_0}{p_A} \right) \frac{l}{s_0} \right] \quad (29)$$

Der Relaxationsprozeß ist gegeben durch:

$$\Delta T(t) = \Delta T_0 \cdot e^{-\frac{t}{\tau}} \quad \text{mit} \quad \tau = m_G C_G R_W = \frac{\Delta W}{\Delta T} R_W \quad (30)$$

Hierbei ist  $\Delta T_0$  die Temperaturdifferenz beim Abschalten der Energiezufuhr,  $t$  ist die Zeitdauer des Abkühlprozesses und  $\tau$  die Relaxationszeit, welche von der Masse  $m_G$  und der Wärmekapazität  $C_G$  des Gases in der Aktorkammer sowie dem Wärmewiderstand  $R_W$  der Wärmeabfuhr abhängt. Dieser wird hauptsächlich durch den Wärmeübergangswiderstand zur Aktorkammer mit der Oberfläche  $A_K$  und demjenigen von der Oberfläche  $A_S$  der Gesamtanordnung zur Umgebung bestimmt. Somit berechnet sich der Wärmewiderstand  $R_W$  nach Gl.31, worin  $\alpha$  den Wärmeübergangskoeffizienten bezeichnet.

$$R_W = \frac{1}{\alpha \cdot A_K} + \frac{1}{\alpha \cdot A_S} \quad (31)$$

Bei der Wahl der Kammerhöhe  $l$  muß berücksichtigt werden, daß zwar  $\Delta T$  nach Gl.28 mit wachsender Höhe abnimmt, dafür jedoch  $\Delta W$  und  $\tau$  nach Gl.29 bzw. Gl.30 zunehmen. Um Gl.27 zu erfüllen, ist selbst bei einer relativ großen Höhe der Aktorkammer von 500  $\mu\text{m}$  eine Temperaturerhöhung um 97 K erforderlich, welche für viele praktische Anwendungen zu hoch ist. Die hierfür benötigte Energie  $\Delta W$  beträgt 152  $\mu\text{J}$ . Der Wärmewiderstand  $R_W$  und damit auch die Relaxationszeit  $\tau$  sind stark von dem Wärmeübergangskoeffizienten  $\alpha$  und der Oberfläche  $A_S$  abhängig. Unter Annahme von  $\alpha = 5,6 \text{ W/m}^2\text{K}$  (für ruhende Luft entlang einer polierten Oberfläche) [Kuch84] und einer Substratdicke  $k$  von 625  $\mu\text{m}$  ergibt sich bei einer Pumpenoberfläche von 7,5 x 8,5  $\text{mm}^2$  eine Relaxationszeit von 32 ms (32 Hz).

### 7.2.2 Verdampfung einer Flüssigkeit

Bei einem thermopneumatischen Antrieb durch Verdampfung einer Flüssigkeit wird diese in einem abgeschlossenen Volumen durch Energiezufuhr verdampft. Hierbei besteht nach [Hütt89] folgender Zusammenhang zwischen Druck  $p_A$  und Temperatur  $T$ :

$$p_A(T) = p^* e^{-\frac{L_0}{RT}} \quad \text{mit} \quad p^* = p_K \cdot e^{\frac{L_0}{R T_K}} \quad (32)$$

In Gl.32 ist  $p^*$  eine Konstante, die von der latenten Verdampfungswärme  $L_0$  der Flüssigkeit, deren kritischem Druck  $p_K$  und deren kritischer Temperatur  $T_K$  sowie von der Gaskonstante  $R$  abhängt.

Aus Gl.32 läßt sich die nötige Temperaturerhöhung berechnen, um den Druck von  $p_0$  bei der Temperatur  $T_0$  auf den Druck  $p_A$  bei der Temperatur  $T$  zu erhöhen:

$$\Delta T = T - T_0 = \left( \frac{1}{T_0} - \frac{R}{L_0} \ln \frac{p_A}{p_0} \right)^{-1} - T_0 \quad (33)$$

Die bei einer infinitesimalen Temperaturerhöhung  $dT$  zugeführte Wärme  $dW$  setzt sich aus drei Anteilen wie folgt zusammen:

$$dW = dW_F + dW_G + dW_V \quad (34)$$

mit

$$dW_F = C_F [(T_0 + dT) \cdot (n_{F0} - dn_V) - T_0 n_{F0}]$$

$$dW_G = C_G [(T_0 + dT) \cdot (n_{G0} + dn_V) - T_0 n_{G0}]$$

$$dW_V = L_0 dn_V$$

Hierbei ist  $dW_F$  die Energie zur Erwärmung der Flüssigkeit,  $n_{F0}$  die Anzahl an Molen in der Flüssigkeit bei der Temperatur  $T_0$ ,  $C_F$  die spezifische Wärme der Flüssigkeit und  $dn_V$  die Zahl der verdampften Mole an Flüssigkeit. Die Energie zur Erwärmung des Gases ist mit  $dW_G$ , dessen spezifische Wärme mit  $C_G$  und die Zahl der Mole bei der Temperatur  $T_0$  mit  $n_{G0}$  bezeichnet.  $dW_V$  ist die Energie zur Verdampfung der Flüssigkeit,  $L_0$  die Verdampfungswärme.

Die Relaxationszeit  $\tau$  berechnet sich nach Gl.30 mit  $R_W = (\alpha \cdot A_S)^{-1}$  [Kuch84], mit dem Wärmeübergangskoeffizienten  $\alpha$  zur Umgebung und der Gesamtoberfläche

$A_5$  der Pumpe. Die Beiträge der Wärmeleitung und des Wärmeübergangs von der Flüssigkeit zur Aktorkammer können näherungsweise vernachlässigt werden.

Zur Verdampfung eignen sich Flüssigkeiten, deren Siedepunkt nicht weit oberhalb der Raumtemperatur liegt. Desweiteren soll durch eine geringe Temperaturerhöhung eine möglichst große Drucksteigerung erzielt werden können. Zur Berechnung der Druckänderung wird Gl.32 nach der Temperatur abgeleitet:

$$\frac{dp_A}{dT} = \frac{p_K \cdot L_0}{R T^2} \cdot e^{-\frac{L_0}{R} \cdot \left( \frac{1}{T} - \frac{1}{T_K} \right)} \quad (35)$$

Aus Gl.35 ist ersichtlich, daß ein hoher kritischer Druck  $p_K$ , aber vor allem eine niedrige kritische Temperatur  $T_K$  und eine kleine Verdampfungswärme  $L_0$  günstig sind.

Halogenierte Kältemittel wie z.B. Freon zeichnen sich durch eine niedrige Siedetemperatur, günstige chemische Eigenschaften (ungiftig, nicht explosiv, kein Angriff von Buntmetallen wie Kupfer) und durch eine geringe Verdampfungswärme  $L_0$  aus. Da sie jedoch ozonschädigend sind, wurde nach Alternativen gesucht. Einerseits wurde der nicht voll halogenierte Ersatzstoff H-FCKW-123 (Fa. Du Pont) untersucht, andererseits Diethyläther mit einem etwas höheren Siedepunkt. Die Daten beider Stoffe sind in Tab.14 enthalten.

In Abb.50 ist die durch eine Temperaturerhöhung um  $\Delta T = T - T_0$  erzielbare Druck-erhöhung  $\Delta p_A = p(T) - p(T_0)$  mit  $T_0 = 293,14 \text{ K}$  ( $20^\circ\text{C}$ ) für H-FCKW-123 und Diethyläther aufgetragen.

Nach Abb.50 sind mit H-FCKW-123 aufgrund der kleineren kritischen Temperatur  $T_K$  größere Drücke erzielbar. Die Anforderung aus Gl.27 kann für H-FCKW-123 durch eine Temperaturerhöhung um 8,9 K erfüllt werden. Bei Verwendung von Diethyläther ist eine Erhöhung um 10,6 K erforderlich. Nimmt man als Maße  $l_F = 10 \text{ }\mu\text{m}$ ,  $l_G = 90 \text{ }\mu\text{m}$  und  $s_0 = 50 \text{ }\mu\text{m}$  an, so ist nach Gl.34 eine zugeführte Energie von 0,42 mJ im Fall von H-FCKW-123 notwendig. Für die Pumpe mit einer Oberfläche von  $7,5 \times 8,5 \text{ mm}^2$  ergibt sich eine Relaxationszeit von 55 ms (18 Hz). Durch die Wahl eines über die Pumpe hinausreichenden Substrats (Vergrößerung von  $A_5$ ) oder durch eine aktive Kühlung (Peltier-Element) sollten auch höhere Frequenzen realisiert werden können.

Durch die Verdampfung einer Flüssigkeit in einer Aktorkammer läßt sich folglich die Pumpenmembran mit geringeren Temperaturerhöhungen antreiben als

		H-FCKW-123	Diethyläther
Chemische Formel		$\text{CHCl}_2\text{CF}_3$	$\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}$
Molmasse M	[g]	152,9	74,1
Siedetemp. $T_S$	[°C]	27,9	34,5
Dampfdruck $p_0$ (20 °C)	[hPa]	740	586
Verdampfungswärme $L_0$	[KJ/Kg]	174,2	358,9
	[KJ/mol]	26,6	26,6
Spez. Wärme $C_F$ der Flüssigkeit	[J/KgK]	1016,7 *	2307,7
Spez. Wärme $C_G$ des Gases	[J/KgK]	419,6 *	-----
Krit. Temp. $T_K$	[°C]	185,0	194,0
Krit. Druck $p_K$	[10 <sup>5</sup> Pa]	37,9	35,3

Tab.14: Daten für H-FCKW-123 [DuPo91] und Diethyläther [LaBö65]. Die mit \* gekennzeichneten Werte beziehen sich auf 25 °C.

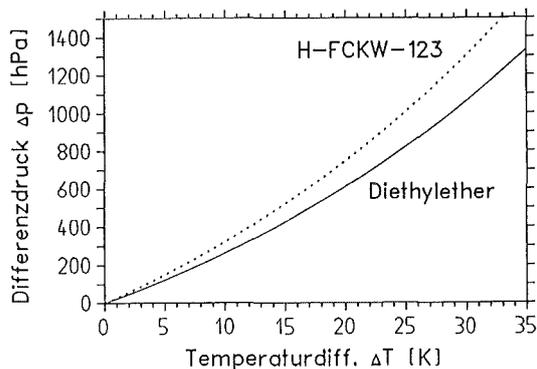


Abb.50:

Druckerhöhung  $\Delta p_A$  als Funktion einer Temperaturerhöhung  $\Delta T$  ab Raumtemperatur.

durch die Erwärmung eines Gases. Andererseits ist aber ein größerer Energieaufwand notwendig und es ergeben sich geringere Pumpfrequenzen.

Anzumerken ist jedoch, daß aufgrund des Dampfdrucks  $p_0 < 1014$  hPa während der Befüllung bei Raumtemperatur immer auch Luft mit eingeschlossen wird. Dadurch ergeben sich bei einer Temperaturerhöhung geringere Drucksteigerungen. Dies läßt sich vermeiden, indem die Kammer bei Raumtemperatur befüllt, jedoch

bei einer über dem Siedepunkt liegenden Temperatur verschlossen wird. Bei der anschließenden Abkühlung auf Raumtemperatur entsteht in der Kammer ein Unterdruck. Dieser bewirkt eine negative Membranauslenkung und ermöglicht damit größere Membranhübe. Desweiteren sind zur Erzielung der geforderten Aktordrücke  $\Delta p_A$  theoretisch, unter der Annahme einer vollständigen Verdampfung der Flüssigkeit, schon  $4 \cdot 10^{-4} \mu\text{l}$  ausreichend, was einer Füllhöhe  $l_F$  von  $0,13 \mu\text{m}$ , einer Energiezufuhr  $dW$  von  $0,11 \text{ mJ}$  und einer Relaxationszeit  $\tau$  von  $0,3 \text{ s}$  ( $3\text{Hz}$ ) entspricht. Es dürfte jedoch experimentell sehr schwierig sein, mit solch kleinen Mengen zu arbeiten.

### 7.3 Experimentelle Voruntersuchungen

Zur Realisierung eines thermopneumatischen Antriebs nach Kap. 7.2.2 ist eine Technik zur Befüllung und anschließenden Abdichtung von Hohlstrukturen unerlässlich. Da die Aktorkammer ähnliche laterale Abmessungen wie die Pumpenkammer aufweist, sollen anhand einer Pumpenstruktur erste Erfahrungen bezüglich der Befüllung von Mikrostrukturen mit Flüssigkeiten gewonnen werden. Desweiteren soll experimentell untersucht werden, ob ausreichend große Membranauslenkungen durch eine Erwärmung der Flüssigkeit erzielt werden können.

#### 7.3.1 Befüllung von Hohlstrukturen

In Abb.51a ist das Befüllungsprinzip schematisch dargestellt.

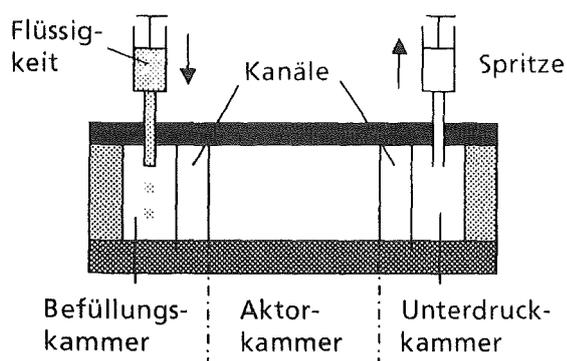


Abb.51a: Prinzip der Befüllung einer Aktorkammer. Mittels einer Spritze wird auf einer Seite der Aktorkammer ein Unterdruck erzeugt, auf der anderen die Flüssigkeit zugeführt.

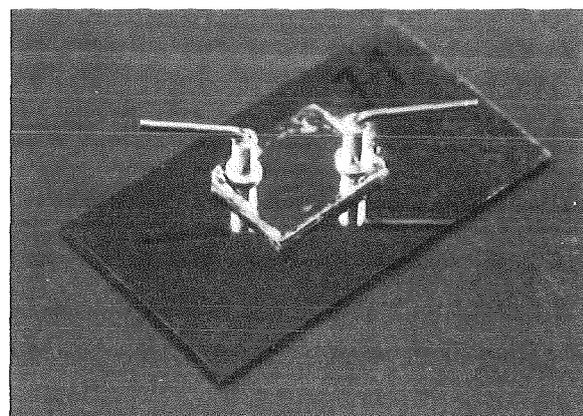


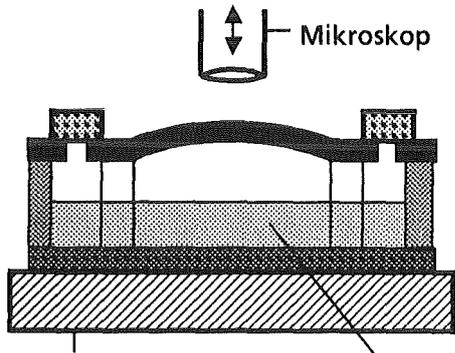
Abb.51b: Verwendung einer Pumpenstruktur als Aktor: Am Ein- und Auslaß der Pumpe sind Anschlüsse zur Befüllung montiert.

Über je einen Kanal steht die Aktorkammer mit der Befüllungs- bzw. Unterdruckkammer in Verbindung. Mittels einer medizinischen Spritze kann seitens der Unterdruckkammer ein Vakuum erzeugt werden und von seiten der Befüllungskammer eine Flüssigkeit zugeführt werden. Somit wird die Befüllung der Aktorkammer mit einer Flüssigkeit durch den erzeugten Unterdruck unterstützt. Nach der Befüllung werden die Zugänge zu den Kanälen abgedichtet.

Für erste Tests wurde nach Abb.51b eine Pumpenstruktur mit einer Titanmembran von 5 mm Durchmesser verwendet. Hierbei dient die Pumpenkammer als Aktorkammer, die Ventilkammern als Unterdruck- bzw. Befüllungskammer. Oberhalb der Ventilkammern wurde die Titanmembran mit Flußsäure weggeätzt und über den Ventilkammern Anschlußröhrchen montiert. Über kurze Schläuche, welche auf die Anschlußröhrchen gesteckt wurden, war eine Verbindung mit den medizinischen Spritzen möglich. Nach dem Prinzip aus Abb.51a gelang es ohne Schwierigkeiten, die Pumpenstruktur mit Wasser, Diethyläther bzw. H-FCKW-123 zu befüllen. Aufgrund der niedrigen Siedetemperatur und geringen Oberflächenspannung von H-FCKW-123 stellte sich jedoch heraus, daß eine Abdichtung im Anschluß an die Befüllung nur schwer möglich ist. Da Diethyläther weniger flüchtig ist als H-FCKW-123, wurde für die folgenden Tests Diethyläther verwendet. Es wurden verschiedene Versuche zur Abdichtung einer mit Diethyläther befüllten Pumpenstruktur durchgeführt. Einerseits wurde versucht, die in Abb.51b gezeigten Anschlußröhrchen zu verschließen, andererseits wurden die zur Befüllung verwendeten Schläuche abgedichtet. Hierzu wurden Techniken wie Kleben, Verschweißen und Klemmen angewandt. Die mit diesen Methoden erreichte Dichtigkeit müßte für einen routinemäßigen Einsatz weiter verbessert werden.

### 7.3.2 Statische Messung der Membranauslenkung

Hierzu wird der Aufbau nach Abb.52a verwendet. Die in Abb.51b gezeigte Pumpenstruktur wurde, nach deren Befüllung, mit Wärmeleitpaste auf eine Kupferplatte montiert, welche von einem kontinuierlichen Flüssigkeitsstrom durchströmt wurde. Über einen geschlossenen Kreislauf wurde die Temperatur der Flüssigkeit mittels eines Thermostaten (Lauda M3, Dr. R. Wobser GmbH) eingestellt. Die sich, durch Verdampfung des Diethyläthers, einstellende Membranauslenkung wurde über die Höhenverstellung bei der Fokussierung auf den höchsten Punkt der Membran mittels eines Mikroskops gemessen. Das Ergebnis für eine Titanmembran von 5 mm Durchmesser ist in Abb.52b, zusammen mit dem theoretischen Kurvenverlauf (durchgezogene Linie), dargestellt. Die Meßkurve läßt sich theoretisch mit einer inneren Spannung  $\sigma_0$  des Titans von 260 MPa



Kupferplatte mit Heizung Diethyläther

Abb.52a: Anordnung zur Messung der Membranauslenkung als Funktion der Temperatur bei Verdampfung von Diethyläther.

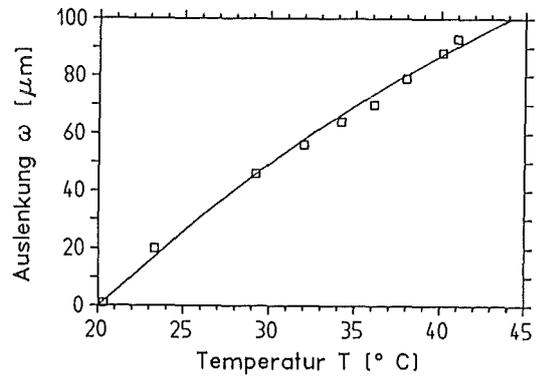


Abb.52b: Messung der temperaturabhängigen Auslenkung einer Titanmembran von 5 mm Durchmesser durch Verdampfung von Diethyläther.

beschreiben. Die Messung ergibt, bei einer Temperaturerhöhung um 24 K, eine Membranauslenkung um 100  $\mu\text{m}$ . Für eine Membranauslenkung um 50  $\mu\text{m}$  ist eine Temperaturerhöhung um 10 K ausreichend.

## **8 Zusammenfassung und Ausblick**

### **8.1 Zusammenfassung**

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde eine Mikromembranpumpe mit passiven Membranventilen entwickelt und mit dem LIGA-Verfahren gefertigt. Die Herstellung der Pumpe erfolgte durch eine Kombination des LIGA-Verfahrens mit Methoden der Dünnschichttechnik sowie mit der Aufbau- und Verbindungstechnik (AVT). Zur Fertigung der Pumpe wurde in Anlehnung an die Maskentechnik der Röntgentiefenlithographie ein Verfahren entwickelt, mit welchem erstmalig Hohlstrukturen, die einseitig durch eine flexible Membran begrenzt sind, in LIGA-Technik hergestellt werden konnten. Desweiteren wurden passive Ventile in Dünnschichttechnik entwickelt, hergestellt und getestet. Die Funktionstüchtigkeit der Pumpe, bestehend aus der Pumpenkammer, der Pumpenmembran und den Ventilen, konnte sowohl bezüglich der Förderung von Gasen als auch von Flüssigkeiten durch Verwendung eines externen, pneumatischen Antriebs nachgewiesen werden. Desweiteren konnte der Volumenfluß beim Pumpen von Luft in Abhängigkeit des von der Pumpe erzeugten Unterdrucks, des Aktordrucks und der Pumpfrequenz experimentell ermittelt werden.

Die Abmessungen der Pumpe werden vor allem durch den Durchmesser der Pumpenkammer, die Länge der Verbindungskanäle zwischen der Pumpenkammer und den Ventilkammern und durch die Größe der Ventile bestimmt. Die Abmessungen der Pumpenkammern wurden mit Durchmessern von 2-5 mm zunächst derart gewählt, daß bei einer Membranauslenkung um 50 µm kein Bersten der Pumpenmembran zu befürchten war. Die praktischen Tests zeigten dann, daß selbst Auslenkungen von 100 µm möglich sind. Hieraus ergibt sich bei 100 µm Strukturhöhe ein Kammervolumen von 0,4 - 2 µl. Mit Kanallängen von bis zu 1,75 mm und Ventildurchmessern von maximal 1,5 mm ergeben sich die Gesamtabmessungen der Pumpen von 7,5 x 8,5 mm<sup>2</sup> bis 11,0 x 8,5 mm<sup>2</sup>.

Zur Herstellung der Pumpenkammer mit Pumpenmembran wurde ein Verfahren zur Erzeugung von Hohlstrukturen entwickelt. Hierbei besteht die Hohlstruktur aus einer in LIGA-Technik gefertigten Mikrostruktur, welche auf einer Seite durch eine Abdeckplatte aus Glas und auf der anderen Seite durch eine flexible Membran aus Titan oder Polyimid begrenzt ist.

Als Substrat für die Fertigung der Hohlstrukturen wurden Siliziumscheiben eingesetzt, über deren Oberfläche eine Titanmembran gespannt war. Zwischen der

Titanmembran und der Siliziumscheibe befand sich eine Trennschicht aus Kohlenstoff. Anschließend wurden durch Röntgentiefenlithographie und Galvanik metallische Mikrostrukturen auf der Titanmembran aufgebaut. Diese bilden die senkrechten Wände der Hohlstrukturen. Als Materialien für die galvanisch abgeschiedenen Mikrostrukturen erwiesen sich Kupfer und Gold als geeignet. Aufgrund der Unebenheit der galvanisierten Metalloberfläche ist vor dem Aufkleben einer Glasplatte eine mechanische Bearbeitung der übergalvanisierten Strukturen durch Polierfräsen notwendig. Hierzu mußten die Mikrostrukturen in eine PMMA-Schicht eingebettet werden, um eine vorzeitige Ablösung der Strukturen bzw. Membran aufgrund der bei der Oberflächenbearbeitung auftretenden Kräfte zu verhindern. Nach der Oberflächenbearbeitung wurden die Mikrostrukturen durch Aufkleben einer Glasplatte verschlossen. Diese Einheit wurde dann, zusammen mit der Titanmembran, über die Trennschicht aus Kohlenstoff vom Substrat löst. Die Trennschicht ermöglicht dabei eine mechanische Ablösung der Titanmembran von der Siliziumscheibe.

Hohlstrukturen mit Polyimidmembranen ließen sich dadurch erzeugen, daß vor dem Aufbau der Mikrostrukturen die Titanmembran an den gewünschten Stellen entfernt und durch eine lokale Membran aus Polyimid ersetzt wurde. Es zeigte sich, daß die Trennschicht aus Kohlenstoff lokal durch eine 50 nm dünne Goldschicht mit geringerer Haftung zur Siliziumscheibe ersetzt werden muß, um eine defektfreie Trennung der Polyimidmembran von der Siliziumscheibe zu ermöglichen.

Bei Verwendung einer Membran als Pumpenmembran sollte diese einerseits mit geringen Kräften ausgelenkt werden können und andererseits ist eine ausreichende Belastungsfähigkeit der Membran erforderlich. Um die, zur Auslenkung der Pumpenmembran, notwendigen Differenzdrücke zu ermitteln, wurden Hohlstrukturen, sowohl mit Membranen aus Titan als auch aus Polyimid, hergestellt und die Membranauslenkung bei statischer Druckbeaufschlagung bestimmt. Hierbei zeigte sich, daß bei einem Membrandurchmesser von 3 mm eine Polyimidmembran gegenüber einer Titanmembran mit einem Viertel des Differenzdrucks ausgelenkt werden kann. Die lokale Polyimidmembran löste sich jedoch bei einem Differenzdruck von 150 hPa vom umgebenden Titan ab. Um die Belastungsfähigkeit der Titanmembranen zu ermitteln, wurde die Belastbarkeit unter statischem Druck und das Verhalten bei periodischer Druckbeaufschlagung ermittelt. Eine Titanmembran konnte mit einem Differenzdruck von 6 bar belastet werden, ohne daß es zum Bersten der Membran kam. Desweiteren konnten während der periodischen Druckbeanspruchung einer Titanmembran

innerhalb von 56 Stunden  $10^6$  Lastspielwechsel ohne einen Defekt vollzogen werden.

In der LIGA-Mikropumpe sind passive Membranventile vorgesehen, deren Funktion auf der unterschiedlichen Dehnbarkeit zweier übereinander liegender Membranen unter Druckbeaufschlagung beruht. Die Membranen sind im Zentralbereich der Ventile voneinander getrennt, im Außenbereich haften sie aufeinander. Beide Membranen besitzen im Zentralbereich Öffnungen, die seitlich gegeneinander versetzt sind. Beim Öffnen des Ventils vergrößert sich aufgrund der unterschiedlichen Dehnbarkeit das Volumen zwischen den Membranen. Über die Membranöffnungen ist ein Fluß durch das Ventil möglich. Im Schließzustand werden die Membranen gegeneinander gedrückt und somit die Öffnungen wechselseitig verschlossen. Eine der Ventilmembranen wird durch die Titanmembran gebildet, auf welcher auch die Mikrostrukturen aufgebaut werden. Da sowohl das Ein- als auch das Auslaßventil auf der strukturierten Titanmembran aufgebaut wird, muß für das Einlaßventil eine gegenüber Titan dehnbarere und für das Auslaßventil eine weniger dehnbare zweite Membran verwendet werden. Das Einlaßventil wurde deshalb in Dünnschichttechnik mit einer Polyimidmembran gebildet, das Auslaßventil hingegen mit einer 18 µm dicken, galvanisierten Nickelschicht. Die Trennung der Membranen im Zentralbereich des Ventils wird mittels einer Opferschicht aus Kupfer erzielt.

Es wurde sowohl der Gas- als auch der Flüssigkeitsfluß durch die Ventile bestimmt. Bei Verwendung von Argon als Testgas ergab sich bei einem Differenzdruck von 300 hPa sowohl für die in Dünnschichttechnik hergestellten als auch für die galvanisierten Ventile ein Fluß in der Größenordnung von 500 µl/s. Da beide Ventilarten, bei einem Differenzdruck von 100 hPa, einen mindestens 200-fachen Fluß gegenüber der Förderrate der Pumpe bei einer Pumpfrequenz von 1 Hz besitzen, sind sie, auch bei höheren Pumpfrequenzen, für einen Einsatz in der Mikropumpe geeignet. Dies auch aufgrund eines Verhältnisses von Durchlaß- zu Sperrstrom von bis zu 865, woraus eine gute relative Dichtigkeit folgt. Diese Dichtigkeit ist bei galvanisierten Ventilen geringer als bei Ventilen in Dünnschichttechnik identischer Größe. Ventile in Dünnschichttechnik wurden auch mit Wasser getestet. Zwar sind die erzielbaren Flüsse, im Vergleich zu Gasen, um einen Faktor 10 kleiner. Dennoch sind sie ausreichend für einen Einsatz in der Mikropumpe.

Erste Mikropumpen wurden hergestellt und bezüglich der Förderung von Flüssigkeiten und Gasen getestet. Die Pumpenmembran aus Titan wurde mit einer

externen Pneumatik angetrieben, wobei Drücke bis zu 500 hPa und Frequenzen von maximal 5 Hz gewählt wurden.

Mit der LIGA-Mikropumpe konnte ungefilterte Raumluft, ohne Beeinträchtigung der Ventilfunktion, gepumpt werden. Um hierbei den erzielten Gasfluß ermitteln zu können, wurde im Zuleitungsschlauch der Pumpe Wasser angesaugt und dabei die Steiggeschwindigkeit der Wassersäule ermittelt. Bei einem Aktordruck von 500 hPa und einer Pumpfrequenz von 5 Hz konnte ein maximaler Gasfluß von 86  $\mu\text{l}/\text{min}$  und ein maximaler Unterdruck von 46 hPa erzielt werden. Hieraus ließ sich eine maximale Pumpenleistung von 1,1  $\mu\text{W}$  und ein Wirkungsgrad von 1% berechnen. Desweiteren wurden der Aktordruck und die Pumpfrequenz variiert. Hierbei zeigte sich, daß der Gasfluß im untersuchten Meßbereich in etwa linear mit dem Aktordruck und der Pumpfrequenz ansteigt und somit auf einfache Weise geregelt werden kann. Der im Zuleitungsschlauch maximal erzielbare Unterdruck steigt mit dem Aktordruck an, ist jedoch weitgehend unabhängig von der Pumpfrequenz. Dadurch können die erzielbaren Unterdrücke über den Aktordruck vorgegeben werden.

Neben Luft war es mit der LIGA-Mikropumpe auch möglich, Wasser zu fördern. Hierbei zeigte sich, daß die Pumpe selbstansaugend ist. Zum Nachweis wurde, wie bei den Gasmessungen, im Zuleitungsschlauch ungefiltertes, deionisiertes Wasser angesaugt. Nach Erzeugung einer Wassersäule von 20 cm Höhe konnte beobachtet werden, wie die Flüssigkeit über das Einlaßventil in die Pumpe floß, diese teilweise ausfüllte und über das Auslaßventil entströmte. Am Auslaß der Pumpe wurde eine 4 cm hohe Wassersäule erzeugt. Damit wurde gezeigt, daß die vorgestellte LIGA-Mikropumpe sowohl zur Förderung von Gasen als auch von Flüssigkeiten eingesetzt werden kann und daß die Pumpfunktion durch vereinzelte Schmutzpartikel nicht beeinträchtigt wird.

Für den künftigen Einsatz der Mikropumpe in Mikrosystemen ist ein ebenfalls in Mikrotechnik gefertigter Antrieb wünschenswert. Berechnungen zeigten, daß dieser Antrieb in der Lage sein muß, mindestens eine Druckdifferenz von 280 hPa zu erzeugen, um für die Mikropumpe geeignet zu sein. Ein thermopneumatischer Antrieb durch periodische Verdampfung und Kondensation einer Flüssigkeit bei periodischer Zufuhr von Energie erfüllt diese Forderung. Für Diethyläther als Flüssigkeit ergaben Berechnungen einen Druckanstieg von 600 hPa bei einer Temperaturerhöhung von 20 °C auf 40 °C, wodurch ein Arbeitsdruck von 320 hPa erzielt werden kann. Die hierbei zugeführte Energie beträgt ca. 1 mJ und die minimale Relaxationszeit 55 ms, woraus sich eine maximale Pumpfrequenz von 18 Hz ergibt. In Voruntersuchungen zur experimentellen Verwirklichung eines

thermopneumatischen Antriebs wurde eine Hohlstruktur mit Diethyläther befüllt und die sich bei Energiezufuhr einstellende Membranauslenkung gemessen. Durch eine Temperaturerhöhung um 20 K (ab Raumtemperatur) konnte eine Titanmembran von 5 mm Durchmesser um 87  $\mu\text{m}$  ausgelenkt werden. Dieses Ergebnis stimmt mit der Theorie überein und unterstreicht die Leistungsfähigkeit des thermopneumatischen Antriebs.

## 8.2 Ausblick

Neben den getesteten Mikropumpen mit Membrandurchmessern von 5 mm wurden auch Pumpen mit kleineren Kammerdurchmessern bis herab zu 2 mm hergestellt. Da durch die Optimierung der Anschlußtechnik eine deutliche Verkürzung der Verbindungskanäle zwischen den Ventilkammern und der Pumpenkammer möglich ist, sollten Gesamtabmessungen der Pumpen von ca. 4 x 4 mm<sup>2</sup> erzielt werden können.

Mit dehnbareren Pumpenmembranen als den verwendeten Titanmembranen lassen sich höhere Leistungsdaten der Mikropumpen erreichen. So ergibt sich ein höherer Wirkungsgrad der Pumpe, da geringere Differenzdrücke zur Membranauslenkung notwendig sind. Es können aber auch größere Membranauslenkungen erreicht werden, wodurch das Kompressionsverhältnis bei der Förderung von Gasen zunimmt und damit auch die erzeugbaren Arbeitsdrücke. Letztlich sind mit besser dehnbaren Membranen geringere Membrandurchmesser realisierbar.

Um solche Membranen zu erzeugen, kann versucht werden, die Spannung in der Titanmembran während des Herstellungsprozesses der Pumpe zu reduzieren. Desweiteren lassen sich, wie bereits erwähnt wurde, Polyimidmembranen bei geringen Druckdifferenzen auslenken. Ein routinemäßiger Einsatz dieser Membranen in der Pumpe sollte sich durch eine Weiterentwicklung des Herstellungsverfahrens erreichen lassen. Letztlich können mit "gefalteten" Membranen große Auslenkungen erzielt werden. Solche Membranen können z.B. hergestellt werden, indem die Pumpenmembran über einer in konzentrischen Ringen angeordneten Opferschicht aufgebracht wird, welche anschließend entfernt wird.

Schon beim Betrieb der Pumpe mit einem makroskopischen Antrieb können die vorteilhaften Eigenschaften einer Mikropumpe, wie z.B. Dosiergenauigkeit, genutzt werden. Dabei liegen geringere Einschränkungen bezüglich hoher Schaltfrequenzen und Aktordrücken vor als bei Verwendung eines in Mikrotechnik gefertigten Aktors. Lediglich vom Platzbedarf her ist ein makroskopischer Antrieb

für einige Anwendungen, wie z.B. bei einer Implantation in der Medizintechnik von Nachteil. Für einen in LIGA-Technik gefertigten Antrieb wird ein thermopneumatischer Aktor durch Verdampfung einer Flüssigkeit vorgeschlagen. Ein größerer Volumenhub und damit ein höheres Kompressionsverhältnis lassen sich dadurch erzeugen, daß in der Aktorkammer bei Raumtemperatur ein Unterdruck besteht und somit die Pumpenmembran in die Aktorkammer hinein gewölbt ist. Dieser Unterdruck kann beispielsweise dadurch hervorgerufen werden, daß die Kammer bei erhöhter Temperatur befüllt und abgedichtet wird, so daß bei der anschließenden Abkühlung auf Raumtemperatur ein Unterdruck entsteht.

Die Leistungsfähigkeit der Pumpe kann auch durch eine gezielte Weiterentwicklung und Optimierung der Ventile gesteigert werden. Dies gilt vor allem für die integriert gefertigten Auslaßventile. Mit einem optimierten Design und dem Ersetzen der Nickelschicht durch Gold sollte ein größeres Verhältnis von Durchlaß- zu Sperrstrom erzielt werden können.

Für künftige Anwendungen ist unter anderem eine Integration der Pumpe in Mikrosysteme notwendig. So können beispielsweise durch Kombination mit aktiven Ventilen und verschiedenen Sensoren fluidische Systeme realisiert werden. Diese Systeme könnten zum Beispiel in der Analytik kleiner Materialmengen eingesetzt werden. So könnte eine schnelle Blutanalyse am Krankenbett zu schnellen und kostensparenden Diagnosen beitragen. In der Umwelttechnik könnte beispielsweise eine Analyse der Luftzusammensetzung und eine Kontrolle des Grundwassers durch den Einsatz von fluidischen Mikrosystemen erfolgen.

## Literaturverzeichnis

- [Bach92] W.Bacher, R.Ruprecht, A.Michaelis, J.W.Schultze, A.Thies, "Metallabscheidung auf Ti-Substraten für die Mikrogalvanik", Dechema-Monographien Band 125-VCH Verlagsgesellschaft (1992), S. 459 - 471
- [BDW92] "Feinmechanik für Liliput", Bild der Wissenschaft, 1 (1992), S.92-95
- [Beam59] J.W.Beams, "Structure and Properties of thin films", edited by C.A.Neugebauer, J.B.Newkirk, D.A.Vermilyea, Wiley and Sons, New York, (1959), pp. 183 - 192.
- [Beck86] E.W.Becker, W.Ehrfeld, P.Hagmann, A.Maner, D.Münchmeyer, "Fabrication of microstructures with high aspect ratios and great structural heights by synchrotron radiation lithography, galvanofforming and plastic moulding (LIGA process), Microelectronic Engineering, (1986), pp. 35 - 56
- [Bene88] W.Benecke, A.Heuberger, "Mikrostrukturierung/Mikromechanik für die Sensorik", aus "Technologietrends in der Sensorik", VDI/VDE-Technologiezentrum Informationstechnik GmbH, Berlin, (1988) S. 109 - 166
- [Bene89] W.Benecke, Deutsches Patent, DE 38 02 545 A1, "Mikropumpe zur Förderung kleinster Gasmengen", (1989)
- [Bley91] P.Bley et. al., "The LIGA-process for the fabrication of micro-mechanical and microoptical components", Micro System Technologies, ICC Berlin, (1991), pp. 302 - 313
- [Bohl81] W. Bohl et. al., "Pumpen und Pumpenanlagen", Kontakt & Studium, Band 27, 2. Auflage, Expert-Verlag, W-7031 Grafenau, (1981)
- [Boro88] Material-Information Pyrex-Borosilikatglas, Paul F.Schröder & Co., Technische Glaswaren GmbH & Co, D-2086 Ellerau, Buchenweg 20, Feb. (1988)
- [Brom83] E.I.Bromley, J.N.Randall, D.C.Flanders, R.W.Mountain, "A technique for determination of stress in thin films", J.Vacuum Sci. Techn. B1(4), (1983), pp. 1364 - 1366
- [Burb91] C.Burbaum, J.Mohr, "Herstellung von mikromechanischen Beschleunigungssensoren in LIGA-Technik", KfK-Bericht Nr. 4859, (1991)

- [DuPo91] "Eigenschaften der SUVA - Kältemittel von Du Pont", Firmenschrift 10 (1991)
- [Erha79] G.Erhard, "Berechnung von Bauteilen aus thermoplastischen Polymerwerkstoffen", VDI - Z 121 Nr.19, (1979), S.179 - 190
- [Frit92] R.Fritz, "Optimierung des spanenden Bearbeitungsverfahrens für Mikrostrukturen aus Nickel", Diplomarbeit, FH Reutlingen, (1992)
- [Fuhr92] G.Fuhr et. al., "Pumping of water solutions in microfabricated electrohydrodynamic systems", Proc. IEEE Micro Electro Mechanical Systems, Travemünde (Germany), IEEE Catalog Number 92CH3093-2, (1992), pp. 25 - 30
- [Good90] Goodfellow-Katalog (1990), "Metalle und Materialien aus Forschung und Industrie"
- [Hars88] S.Harsch, "Untersuchungen zur Herstellung von Mikrostrukturen großer Strukturhöhe durch Galvanoformung in Nickelsulfatelektrolyten", KfK-Bericht Nr. 4455, (1988)
- [Hatt92] S.Hattori et. al., "Structure and mechanism of two types of micro-pump using polymer gel", Proc. IEEE Micro Electro Mechanical Systems, Travemünde (Germany), IEEE Catalog Number 92CH3093-2, (1992), pp. 110 - 115
- [Heub89] A.Heuberger, "Mikromechanik, Mikrofertigung mit Methoden der Halbleitertechnologie", Springer-Verlag Berlin, (1989)
- [Hita] Datenblatt PIQ, Fa. Hitachi
- [Hütt89] H.Czichos, "HÜTTE, Die Grundlagen der Ingenieurwissenschaften", 29. Auflage, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, (1989)
- [Judy91] J.W.Judy, T.Tamagawa, D.L.Polta, "Surface-machined micro-mechanical membrane pump", Proc. IEEE Micro Electro Mechanical Systems, Nara Japan, IEEE Catalog Number 91CH2957-9, (1991), pp. 182 - 186
- [Kade92] K.Kadel, Fa. micro parts, private Mitteilungen
- [Kell93] W.Keller, D.Maas, D.Seidel, "Positioniertes Verkleben von LIGA-Mikrostrukturen am Beispiel einer Mikropumpe", 3. Symposium Mikrosystemtechnik, FH Regensburg, (1993), S. 327 - 330
- [Kuch84] H.Kuchling, "Taschenbuch der Physik", Verlag Harri Deutsch, Frankfurt/Main, (1984)

- [LaBö65] Landolt - Börnstein, "Zahlenwerte und Funktionen aus Physik, Chemie, Astronomie, Geophysik, Technik", Band IV/2c, 6. Auflage (1965), S. 1 - 6
- [Lint88] H.T.G.van Lintel, F.C.M.van de Pol, S.Bouwstra, "A piezoelectric micropump based in micromachining of silicon", Sensors and Actuators 15, (1988), pp. 153 - 167
- [Mehr90] M.Mehregany, P.Nagarkar, S.D.Senturia, J.H.Lang, "Operation of microfabricated harmonic and ordinary side-drive motors", Proc. IEEE Micro Electro Mechanical Systems, Nape Valley (California), IEEE Catalog Number 90CH2832-4, (1990), pp. 1 - 8
- [Menz93] W.Menz, P.Bley, "Mikrosystemtechnik für Ingenieure", VCH-Verlagsgesellschaft mbH, W-6940 Weinheim, (1993)
- [Mizo92] H.Mizoguchi et. al., "Design and fabrication of light driven micropump", Proc. IEEE Micro Electro Mechanical Systems, Travemünde (Germany), IEEE Catalog Number 92CH3093-2, (1992), pp. 186 - 189
- [Mohr88] J.Mohr, W.Ehrfeld, D.Münchmeyer, "Analyse der Defektursachen und der Genauigkeit der Strukturübertragung bei der Röntgentiefenlithographie mit Synchrotronstrahlung", KfK-Bericht Nr.4414, (1988)
- [Quic92] M.Quickert, "Herstellung und Test von Mikroventilen in Dünnschichttechnik", Großer Beleg, Fakultät Elektrotechnik TU Dresden und Kernforschungszentrum Karlsruhe, (1992)
- [Rich91] A.Richter et. al., "Electrohydrodynamic pumping and flow measurement", Proc. IEEE Micro Electro Mechanical Systems, Nara Japan, IEEE Catalog Number 91CH2957-9, (1991), pp. 271 - 276
- [Rich92] A. Richter, "Mikrofluidik - kleinste Pumpen und Ventile aus Silizium", Vortrag auf Hannover Messe, (1992)
- [Rupr91] R.Ruprecht, "Untersuchungen an mikrostrukturierten Bandpaßfiltern für das Fern Infrarot und ihre Herstellung durch Röntgentiefenlithographie und Mikrogalvanoförmung", KfK - Bericht Nr. 4825, (1991)
- [Sche91] B.Scherrer, "Herstellung von Mikroventilen durch selektives Ätzen dünner Membranen", Studienarbeit, Fakultät Maschinenbau, TU Karlsruhe, (1991)

- [Schn92] J.Schneider, "Prozeß zur lichtoptischen Herstellung von Mikrostrukturen in positivem Photolack AZ4562", Diplomarbeit, Fakultät Maschinenbau, TU Karlsruhe, (1992)
- [Scho90] W.K.Schomburg, W.Schelb, G.Stern, Deutsches Patent, DE 39 20 788 C1, "Verfahren zur Herstellung dünner Folien", (1990)
- [Scho91] W.K.Schomburg, H.J.Baving, P.Bley, "Ti- and Be- x-ray masks with alignment windows for the LIGA Process", Microcircuit Engineering 13, (1991), pp. 323 - 326
- [Shoj89] S.Shoji, M.Esashi, "Fabrication of a micropump for integrated chemical analyzing systems", Electronics and Communication in Japan, Teil2, vol.72, Nr 10, (1989), pp. 52 - 59
- [Shoj92] S.Shoji, M.Esashi, B.van der Schoot, N.de Rooij, "A Study of a high-pressure micropump for integrated chemical analysing systems", Sensors and Actuators A, 32, (1992), pp. 335 - 339
- [Smit90] J.G.Smits, "Piezoelectric micropump with three valves working peristaltically", Sensors and Actuators, vol. A 21 - 23, (1990), pp. 203 - 206
- [Star92] W.Stark, private Mitteilungen
- [Stob89] J.Stober, "Entwicklung eines Übertragungsverfahrens für die Herstellung dünner Röntgenmaskenträgerfolien geringer Defektdichte", Diplomarbeit, Fakultät Maschinenbau, TU Karlsruhe, (1989)
- [Thom75] L.J.Thomas, S.P.Bessman, "Prototype of an implantable micropump powered by piezoelectric disk benders", vol. XXI Trans. Amer. Soc. Artif. Int. Organs, (1975), pp. 516 - 520
- [Uhle91] J.Uhlemann, T.Wetzig, W.Rotsch, "Montagetechnologie strukturierter Flächenelemente am Beispiel einer Mikropumpe", 1.Symposium Mikrosystemtechnik, FH Regensburg, (1991)
- [VDP89] F.C.M. van de Pol, "A pump based on micro engineering techniques", University of Twente, (1989)
- [Wall92] U.Wallrabe, P.Bley, J.Mohr, "Entwicklung und Test von elektrostatischen Mikromotoren nach dem LIGA-Verfahren", KfK-Bericht Nr. 5088, (1992)
- [Zdeb89] M.Zdeblick, "Integrated, microminiature electric to fluidic valve", US-Patent 4824073, (1989)

- [Zeng92] R.Zengerle, A.Richter, H.Sandmaier, "A micro membrane pump with electrostatic actuation", Proc. IEEE Micro Electro Mechanical Systems, Travemünde (Germany), IEEE Catalog Number 92CH3093 - 2, (1992), pp. 19 - 24
- [Zier82] J.Zierrep, "Grundzüge der Strömungslehre", 2.Auflage, G.Braun-Verlag Karlsruhe, (Taschenbuchausgabe: Wissenschaft + Technik), (1982)