



Forschungszentrum Karlsruhe  
in der Helmholtz-Gemeinschaft

# NACHRICHTEN



Jahrgang 34 • 2-3/2002

Mikrotechnik

**Im Inhaltsverzeichnis verwendete  
Abkürzungen:**

MIKRO	Programm Mikrosystemtechnik
IFIA	Institut für Instrumentelle Analytik
IPE	Institut für Prozessdaten- verarbeitung und Elektronik
IMVT	Institut für Mikroverfahrenstechnik
IRS	Institut für Reaktorsicherheit
IKET	Institut für Kern- und Energietechnik
IMT	Institut für Mikrostrukturtechnik
IMB	Institut für Medizintechnik und Biophysik
IAI	Institut für Angewandte Informatik

**Herausgeber:**

Forschungszentrum Karlsruhe GmbH  
Postfach 3640 · D-76021 Karlsruhe  
Telefon-Nr. (07247) 82-0

**Redaktion:**

Dr. Klaus Körting

**Redaktionsbeirat:**

Prof. Dr. Johannes Blümer  
Dr. Wolfgang Breitung  
Prof. Dr. Eckhard Dinjus  
Dr. Jürgen Gspann  
Dr. Joachim Hoffmann  
Dr. Heiko Kleykamp  
Dr. Rolf Krieg  
Prof. Dr. Ulrich Schurath (Vorsitzender)  
Dr. Karl-Friedrich Weibezahn

**Grafik und Satz:**

Stolz Grafisches Atelier · Karlsruhe

**Layout:**

Tassilo Schnitzer

**Druck:**

Wilhelm Stober GmbH · Eggenstein

Nachdruck mit Genehmigung des  
Forschungszentrums Karlsruhe GmbH  
unter Nennung der Gesellschaft und  
des Autors gestattet. Beleg erbeten.

Die NACHRICHTEN  
können kostenlos über die  
Hauptabteilung Bibliothek und Medien  
des Forschungszentrums bezogen  
werden.

Printed in the Federal Republic of  
Germany

Gedruckt auf chlorfrei gebleichtem  
Papier



Das Bild der „Ameise mit Zahnrad“  
wurde erstmals 1990 veröffentlicht. Es  
ging um die Welt und ist heute ein Mar-  
kenzeichen für die mikrotechnische  
Forschung und Entwicklung im For-  
schungszentrum Karlsruhe.

---

# Inhalt / Contents

## ■ Status und Perspektiven des Programms Mikrosystemtechnik (MIKRO) 93

### Status and Perspectives of the Microsystem Technologies Program

P. Bley, MIKRO

Twelve Institutes have joined forces in a Microsystem Technologies Program. The program, with about 230 staff members, concentrates on the development of selected strategic areas: electronic noses, micro process engineering, micro-optics, micro fluidics, and components for life sciences. To accelerate the transfer into practical results, we established an industrial forum for microfabrication technologies (FIF) and a center for materials for microtechnology (ZWM). This contribution gives an overview of the Program's status and its perspectives. In addition the Program's structure as well as the interaction between the individual technologies and applications are described.

## ■ Ortung und Erkennung von Gasquellen mit elektronischer Nase 103

### Localization and Recognition of Gas Sources with an Electronic Nose

W. Andlauer, M. Harms, R. Körber, J. Goschnick, IFIA

The Karlsruhe Micronose KAMINA has shown its efficiency as an instrument meant for localization of gas sources in several forms of application. Gas sources the size of 1 cm only could be easily detected using a capillary probe. With the aid of an insertion probe, the depth resolved spread of volatile soil contaminants could be rapidly localized. For investigating larger areas a so-called 'mapping' of the gas emissions is under development, with the KAMINA mounted on a zeppelin. LENA the radio-controlled airship with the electronic nose KAMINA on board, is further equipped with a GPS system for positioning and a video camera for identifying objects. Localization and gas analytical differentiation between different passive gas sources could be realized during tests in a hall with the zeppelin flying 30 cm above the ground and at a resolution of approx. 1 m. An active source with a methane emission of 8 l/min could still be localized at a zeppelin speed of some km/h, which means that raster flights over larger areas are not expected to be too time consuming.

## ■ Elektronische Nasen für industrielle Hochleistungsanwendungen 112

### Electronic Noses for Industrial High Performance Applications

M. Rapp, A. Voigt, IFIA; V. Hartmann, IPE

Electronic noses are able to contribute for several automatic controlling and monitoring tasks for industrial production. Preconditions are a high reliability, robustness, sensitivity and selectivity of the related instruments. These demands can be fulfilled by chemical micro sensors, based on polymer coated surface acoustic wave (SAW) devices. At the IFIA such instruments have been developed using an array of eight SAW micro sensors with different polymer coatings, respectively. At the IPE a software for data analysis have been developed using methods of signal pattern recognition. In this report the system itself, recent applications and the actual state of development is described.

---

---

■ **Metallische Mikrostrukturapparate – neue Wege in der Verfahrenstechnik**  
**Metal Microstructured Devices – New Ways in Process Engineering**

119

K. Schubert, IMVT

Metal microstructured devices have been developed for use in chemical and thermal process engineering which are characterized by technically relevant flow rates and heat transfer rates exceeding those of conventional devices by orders of magnitude. The high development potential was illustrated by examples. Manufacturing was further improved for future transfer to industry. Wide areas of use are covered by standard designs. Computer programs are applied to simulate thermal processes. Regarding heterogeneously catalyzed gas-phase reactions, new methods have been developed for subsequent coating of microchannels with surface-increasing, catalytically active layers. A kit of standard designs has been composed. Its modules may be combined flexibly to meet industrial requirements.

■ **Experimentelle und numerische Untersuchungen von Strömungsvorgängen und Wärmetransport in Mikrowärmetauschern**  
**Experimental and Numeric Investigations on Flow Regimes and Heat Transfer in Micro Heat Exchangers**

129

V. Heinzl, U. Imke, H. Sauter, IRS

Micro structured devices for Process Intensification are being introduced in a rapidly spreading number of applications, so that components as heat exchangers for example need continuously to be upgraded. Therefore, a deep understanding of the flow characteristics inside the device becomes unavoidable. In this contribution, an experimental as well as a numeric approach to characterize and possibly quantify the fluidic parameters is presented.

■ **Strömungs- und Transportprozesse in Mikrokanälen**  
**Flow and Transport Phenomena in Micro Channels**

137

P. Ehrhard, I. Meisel, IKET

We discuss the theoretical treatment of flow and transport in micro channels, based on continuum theory. Criteria for the validity of the continuum assumption are summarised, both for gas flow and for liquid flow. Based on a dimensional analysis, we outline the relative importance of various effects in micro channels in comparison with macro channels. As an example for the modelling of liquid micro flows, the application of electrical forces within an electrically-excited micro mixer is engaged.

---

---

■ **Keramische Reaktoren für den Einsatz in der Mikroreaktionstechnik**

143

**Ceramic Reactors for Use in Microreaction Engineering**

R. Knitter, D. Göhring, P. Risthaus, IMF

Ceramic microreactors can be used for applications that cannot be covered by metallic or polymer systems, because of their special material properties like their high thermal and chemical resistance. However, the application of ceramic microcomponents often fails due to the time-consuming and costly manufacturing of components with patterning details in the submillimeter range. Modular ceramic microreactors, developed and fabricated by a rapid prototyping process chain, were by now used to investigate two heterogeneously catalyzed gas-phase reactions.

■ **Mikro-Optik: Querschnitts-Technologie für die Telekommunikation und Sensorik**

153

**Micro-Optics: Enabling Technology for Telecommunication and Sensors**

U. Wallrabe, H. Dittrich, U. Hollenbach, P. Krippner, A. Last, J. Mohr, A. Ruzzu, IMT;  
W. Zißler, Spinner GmbH; T. Oka, Mitsubishi Electric Co.

As optical telecommunication and micro optical sensors enter the consumer market a cost effective fabrication becomes more and more important. With on-going miniaturization and higher integration the field of micro optics provides an enabling technology for both. In order to achieve a significant cost reduction a modular fabrication concept for micro optical systems is presented. The two basic modules are: A micro optical base plate with an optical bench and an electro optical base plate with diodes and lasers. Four examples from telecommunication and sensor technology fabricated by this modular concept are discussed.

■ **Mikroabformung in Kunststoff – von der Machbarkeitsstudie zur Vorserienfertigung**

160

**Micromolding in Plastics – from Feasibility Studies to the Manufacture of Preliminary Series**

V. Piotter, T. Hanemann, K. Müller, R. Ruprecht, IMF; H. Dittrich, M. Heckeke, M. Worgull, IMT

Three different kinds of micromolding technologies well suitable for the manufacturing of micro parts made of polymeric materials, i.e. UV-reaction molding, hot embossing, and micro injection molding, are explained. The technical description does not reveal the differences so much as the similarities. The latter ones lead to the opportunity of applying the three processes in a row from the development of prototypes over medium scale to large scale series production.

---

---

■ **Preisgünstige Mikrofluidik aus Plastik**

169

**Low-Cost Micro Fluidics from Polymers**

W.K. Schomburg, IMT

Micro fluidic components such as pumps, valves, sensors for pressure and flow, and capillary systems for chemical, biological, and medical analysis open up new opportunities both in engineering and medicine. Besides reliability and performance, low-cost production of micro fluidic components is a crucial issue. This can be achieved by micro molding of thermoplastic polymers if certain key technologies including bonding of microcomponents from polymers and mounting of thin-film wires and electrical contacts are available. The report describes some of these technologies and some applications.

■ **Wie sich Proteine selbst verraten: Neue Konzepte zum Proteinnachweis**

175

**How Proteins Betray Themselves: New Concepts in Protein Detection**

M. Kautt, MIKRO; J. Reichert, W. Hoffmann, M. Strasser, M. Rapp, A. Voigt, K. Länge, IFIA; K.-F. Weibezahn, E. Gottwald, IMB

The entirely sequenced human genome promises faster diagnostics, more effective pharmaceutical substances and better therapeutics. To reach these goals it will be an even longer way than sequencing the human genome was. A key position is held by new analytical methods for the detection of proteins. One of the main issues is that these techniques will work without any modification of the proteins themselves and will be able to use intrinsic properties for detection. In the present paper we present new ways of detecting proteins directly in aqueous solution. Furthermore we describe a powerful tool for on line and real time interaction analysis.

■ **Die Vision des schrumpfenden Labors:  
Mikrofluidische Lösungen für analytische Anwendungen in den Life Sciences**

183

**Vision of the Shrinking Laboratory:  
Microfluidic Solutions for Analytical Appliances in Life Sciences**

M. Kautt, MIKRO; S. Halstenberg, IAI; D. Moss, FGS; A. Guber, D. Herrmann, A. Muslija, IMT

The miniaturization of analytical systems leads to analytical performance due to the shrinking of typical geometric dimensions. Benefits are for example low dead volumes, less consumption of reagents and even a better separation due to a higher number of theoretical plates. Especially microfluidic structures and devices allow to build up new bench top analytical systems and diagnostic tools. But enhancing analytical power often comes together with higher complexity which means that there is also a growing need for prediction and simulation of fluidic behaviour. Examples are discussed for efficient modelling tools and new microfluidic systems, preferably made out of polymers.

---

■ **Lithographische Verfahren zur Mustererzeugung in der Mikrosystemtechnik** 190  
**Lithographic Techniques for Pattern Definition in MEMS**

J. Schulz, D. Maas, J. Mohr, IMT

FZK's Institute for Microstructure Technology makes use of various lithographic techniques to perform research and development for applicable microsystems. The article focuses on lithography in general and on UV-, E-Beam- and x-Ray-Lithography as IMT's competence.

■ **Herstellung metallischer Mikrobauteile unter Einsatz verlorener Kunststoffformen** 198  
**Manufacturing of Metal Microparts Using Lost Plastic Molds**

G. Baumeister, N. Holstein, V. Piotter, R. Ruprecht, G. Schanz, IMF; M. Guttman, F. Winkler, IMT;  
A. Häfele, Freiburger Materialforschungszentrum

Three-dimensional microparts of metals are manufactured by different Microfabrication Technologies. Their success in microsystem technologies will be determined by the realization of process technologies compatible for economic middle and large scale series production for metal microparts. Besides others micro electroforming and micro investment casting are under development for this aim. Both processes use a microstructured lost plastic mold, manufactured usually by established micro injection molding. The process sequences, some advantages of both processes and achieved properties of microparts from metals or alloys are presented in this article.

■ **Mikromaterialbearbeitung durch spanabhebende und lasergestützte Verfahren** 210  
**Micromachining of Materials via Microcutting and Laser-Assisted Techniques**

W. Pflöging, IMF; Th. Schaller, IMVT

This contribution gives an actual scientific and technological overview on micro-patterning techniques such as microcutting (milling, turning, slotting, drilling) and laser-assisted technologies (drilling, cutting, welding, ablation). New applications of microsystem technologies will be presented including the important combination of manufacturing technologies. Typical products are made for microreaction technologies, biotechnology or life sciences: Micro heat-exchanger for thermal and chemical operations in process engineering, capillary-electrophoresis chips for bio-analytic and bio-reactors for three-dimensional cell cultures. Actual trends and new process technologies will be presented as well as new technical approaches.

---

---

■ **Keramische Mikrostrukturen – vom Material zum Mikroteil**

221

**Ceramic Microstructuring – from Material to Microparts**

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

One of the main disadvantages, especially in microtechnology is the inevitable shrinkage of ceramic components of about 15% to 20% linear shrinkage during sintering. By use of a reaction-bonded, ZrSiO<sub>4</sub>-based oxide ceramic it is possible to produce net-shape ceramic components with high accuracy. As these materials can be mechanically shaped in the green state as well as formed by micro-injection moulding they offer an interesting spectrum of applications.

■ **Pulverspritzgießen keramischer Mikroteile – Entwicklung von Prototypen- und Massenfertigungsverfahren**

229

**Powder Injection Molding of Ceramic Microparts – Development of Manufacturing Processes for Prototypes and Mass Products**

W. Bauer, R. Knitter, V. Piotter, R. Ruprecht, IMF

The essential requirement for an industrial acceptance of Microsystems is not only the technical feasibility of systems made of suitable materials but above all the possibility of an economic manufacturing of microparts. At the Institute for Materials Research III the potential of powder injection molding has been investigated with the purpose to extend this technique down to the micron range. Two variants of powder injection molding, the high-pressure and the low-pressure ceramic injection molding, are available that cover the whole range of lot sizes from prototypes to series production of ceramic micro parts.

■ **Materialforschung für die Mikrosystemtechnik**

236

**Materials Research in Microsystems Technology**

K.-H. Zum Gahr, IMF

Materials contribute crucially to the performance and service life of microcomponents and hence to the success of microsystems. Extreme miniaturization and the resulting high ratio of surface to volume are the cause that conventional values of properties of materials are no longer valid in micro- or submicrometer dimensions. The structure of materials and hence the properties of components depend strongly on process technology. Examples are given of materials research in the fields of materials development and processing, microstructuring and -modification as well as micro-testing and simulation.



---

---

■ **Von der Aufbau- und Verbindungstechnik zum Mikrosystem**  
**From Packaging to Microsystems**

247

T. Blank, H. Gemmeke, IPE

Microsystems usually comprise of micro-mechanical, optical or chemical components as well as intelligent control electronics. The electronics together with the micro component are often part of a bigger system and are therefore called “Embedded System”. Typical for embedded systems are programmable electronic components such as FPGAs (field programmable gate arrays) or micro-controllers. The article describes two examples on how sensor packages can take over system functionality and the way they are integrated in embedded systems. One example is a micro mechanical vibration sensor, another is a micro-chemical gas sensor.

■ **Simulation, Wissensmanagement, Digitale Bildverarbeitung und Montagetechnologien – wichtige Werkzeuge für die flexible Produktion von Mikrosystemen**

253

**Simulation, Knowledge Management, Digital Image Processing Techniques and Assembly Techniques – Important Tools for the Flexible Production of Microsystems**

M. Dickerhof, U. Gengenbach, B. Köhler, I. Sieber, IAI

The quick and economical realization of Microsystems requires – especially for small and medium series production – flexible tools at each phase of the development and production process. Computer aided simulation tools can be used very efficiently already during the design phase of a product. Flexible gripping and feeding systems as well as suitable image processing techniques are important components for automated micro assembly. Knowledge Management Systems can be used to collect and to provide interdisciplinary knowledge at each step of the development and the production process.

# Status und Perspektiven des Programms Mikrosystemtechnik (MIKRO)

P. Bley, MIKRO

## Einleitung

Im Jahre 1992 wurden alle im Forschungszentrum laufenden Aktivitäten zur Mikrosystemtechnik in einem Projekt bzw. Programm Mikrosystemtechnik zusammengefasst. Über den Stand der Arbeiten wurde in regelmäßig stattfindenden Statuskolloquien berichtet [1-4]. In diesem Heft der Nachrichten sind neueste Ergebnisse der Forschungs- und Entwicklungsarbeiten aus dem Bereich der Technologien und deren Anwendungen zusammengestellt. Der erste Beitrag dieses Heftes zeigt den Status des Programms und seine mittel- und langfristigen Perspektiven auf. Dazu wird die Struktur des Programms sowie die Einordnung und vielfältige Verknüpfung der unterschiedlichen Arbeiten beschrieben.

## Zielsetzung des Programms Mikrosystemtechnik

Ein wesentliches Ziel des Programms Mikrosystemtechnik ist es, die Durchgängigkeit der Arbeiten von einer längerfristig angelegten Vorlaufforschung über die angewandte Forschung bis zur industriellen Anwendung sicherzustellen. Dabei orientieren sich auch längerfristige Forschungsarbeiten an Themen mit hohem industriellen Bedarf, in denen die Kernkompetenzen des Programms bei der Entwicklung mikrotechnischer Komponenten aus Kunststoffen, Metallen und Keramiken voll zum Tragen kommen. Das Programm Mikrosystemtechnik hat aber auch das Ziel, einen wesentlichen Beitrag

zur möglichst schnellen und weitreichenden Verbreitung der Mikrosystemtechnik zu leisten.

In diesem Programm sind daher Arbeiten mit unterschiedlichen Zeithorizonten enthalten: Einerseits längerfristige Entwicklungsarbeiten im Rahmen einer wissenschaftlich anspruchsvollen und interdisziplinären Grundlagen- und Vorlaufforschung, andererseits Kooperationen mit der Industrie zur kurzfristigen Umsetzung der bisher erreichten Ergebnisse in marktfähige Produkte.

## Struktur des FuE-Programms

Um seine Strategie klarer zu verdeutlichen und noch zielorientierter durchführen zu können, hat

das Programm Mikrosystemtechnik sein FuE-Programm 2002 neu strukturiert. Die Basis der Mikrosystemtechnik im Forschungszentrum bildet dabei der Bereich „Fertigungstechnologien und Materialien“. Dabei hat sich das Forschungszentrum auf Mikrosysteme konzentriert, deren funktions tragende Strukturen aus Kunststoffen, Metallen oder Keramiken bestehen. Die in diesem „Technologiebereich“ erarbeiteten Kenntnisse werden im Bereich „Anwendungen und Visionen“ umgesetzt. Die beiden Bereiche gliedern sich jeweils in vier FuE-Arbeits-themen.

Abb. 1 stellt für das Programm Mikrosystemtechnik die Verknüpfung der beiden Bereiche sowie der acht Arbeitsthemen und ihrer Ausrichtung dar.

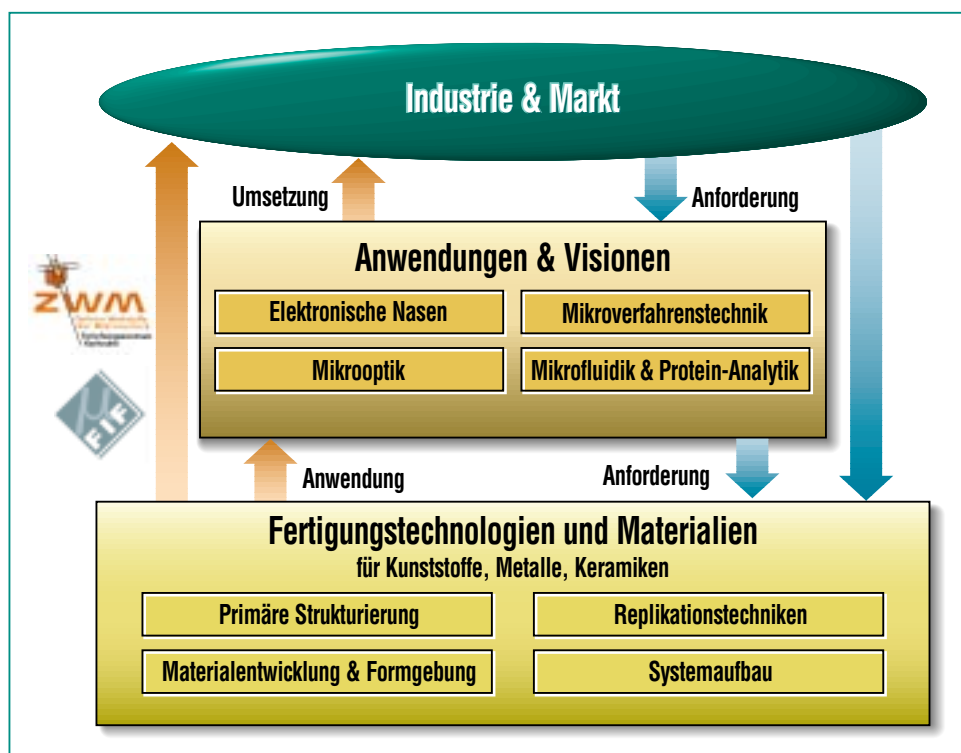


Abb. 1: Arbeitsthemen des Programms Mikrosystemtechnik mit ihrer Verknüpfung und Ausrichtung.

Der Bereich „Fertigungstechnologien und Materialien“ ist in die Arbeitsthemen „Primäre Strukturierung“, „Replikationstechniken“, „Materialentwicklung und Formgebung“ sowie „Systemtechniken“ gegliedert. Diese Arbeitsthemen stellen die Basistechnologien des Programms Mikrosystemtechnik dar. Der Bereich „Anwendungen und Visionen“ umfasst „Elektronische Nasen“, „Mikroverfahrenstechnik“, „Mikrooptik“ sowie „Proteinanalytik und Mikrofluidik“.

Die Verknüpfung der beiden Bereiche ist sehr eng: Die Fertigungstechnologien und Materialien dienen einerseits als Technologiebasis für die Anwendungen und Visionen. Andererseits orientieren sich die Entwicklungsarbeiten für diese Fertigungstechnologien und für die Materialentwicklung vornehmlich am anwendungsbezogenen Bedarf. So kann etwa die Hälfte der technologieorientierten Arbeiten direkt als „Zuarbeit“ zu den verschiedenen Anwendungsfeldern angesehen werden, während sich die andere Hälfte der Weiterentwicklung der Technologien und der direkten Zusammenarbeit mit Partnern aus der Industrie widmet.

Die industrielle Umsetzung der wissenschaftlichen Ergebnisse erfolgt aus dem Bereich Anwendungen und Visionen meist durch Bearbeitung von Forschungsaufträgen zur Entwicklung von Prototypen. Ein direkter Know-how-Transfer erfolgt aber auch aus dem Bereich Fertigungstechnologien und Materialien, oft im Rahmen der Durchführung von Entwicklungsaufträgen oder Dienstleistungen. Um den Transfer insbesondere aus den Basistechno-

logien zu intensivieren, wurde 1999 das Forschungszentrum Karlsruhe IndustrieForum Mikrofertigungstechnik (FIF) gegründet. Im Jahre 2000 wurde mit dem Zentrum Werkstoffe der Mikrotechnik (ZWM) eine weitere Einrichtung etabliert, die den Wissenstransfer, diesmal im Bereich der Materialentwicklung, beschleunigen und Ausgründungen vorbereiten soll.

Hinsichtlich seiner langfristigen Ziele wird das Programm Mikrosystemtechnik seit seiner Gründung durch einen externen, industriegeführten Beirat beraten. Für die Bereiche Mikrooptik und Protein-Analytik wurden je ein spezieller Beraterkreis etabliert.

### Interdisziplinäre Zusammenarbeit

Die Mikrosystemtechnik ist eine interdisziplinäre Technologie. Zur Entwicklung von Mikrosystemen werden Kenntnisse aus sehr unterschiedlichen Bereichen benötigt: Entwurfsmethoden (CAD, Simulationsprogramme), Mikrofertigungstechniken, Materialwissenschaften, Informationsverarbeitung, Mikroelektronik, Aufbau- und Verbindungstechnik, Mikromontage und Testeinrichtungen. Zusätzlich ist es notwendig, vertiefte Kenntnisse auf den Gebieten zu besitzen, in denen die Mikrosysteme eingesetzt werden. Dieses Wissen wird auch in vielfältigen Kooperationen mit Partnern aus der Industrie und anderen Forschungseinrichtungen oder Universitäten erschlossen. Nur wenn die geforderten Leistungsdaten hinreichend genau bekannt sind, können anwen-

dungsorientierte Mikrosysteme entwickelt werden. Das Forschungszentrum Karlsruhe ist als Mitglied der Hermann-von-Helmholtz-Gemeinschaft Deutscher Forschungszentren für solche interdisziplinären Forschungsarbeiten besonders geeignet.

### Am Programm Mikrosystemtechnik beteiligte Institute

Zur Entwicklung komplexer Mikrosysteme arbeiten im Programm Mikrosystemtechnik insgesamt zwölf Institute mit unterschiedlichen Fachkompetenzen interdisziplinär zusammen (siehe Tab. 1). Dabei erstrecken sich die Spezialkenntnisse der Institute insbesondere auf die Herstellung der Mikrosysteme (Strukturierung, Materialentwicklung, Test, Systemintegration usw.) aber auch auf deren Anwendungen (z. B. Optik, Verfahrenstechnik, Lebenswissenschaften, Analytik). Insgesamt arbeiten im Programm Mikrosystemtechnik 226 Personen. Der jährliche Gesamtaufwand des Programms beläuft sich auf ca. 30 Mio. €.

In Tab. 2 ist in Form einer Matrix dargestellt, in welchen Arbeitsthemen des Programms Mikrosystemtechnik die einzelnen Institute mitarbeiten. Es wird deutlich, dass zur Bearbeitung aller Arbeitsthemen das Fachwissen aus verschiedenen Forschungsbereichen erforderlich ist.

Die Interdisziplinarität der Arbeiten zur Entwicklung von Mikrosystemen wird auch durch die Beteiligung von meist mehreren Instituten an den einzelnen Beiträgen dieser „Nachrichten“ ersichtlich.

OE	Organisationseinheiten	Personen
IMT	Institut für Mikrostrukturtechnik	77
IFIA	Institut für Instrumentelle Analytik	33
IMF III	Institut für Materialforschung III	24
IPE	Institut für Prozessdatenverarbeitung und Elektronik	20
IMF I	Institut für Materialforschung I	17
IMVT	Institut für Mikroverfahrenstechnik	16
IAI	Institut für Angewandte Informatik	15
IKET	Institut für Kern- & Energietechnik	6
IRS	Institut für Reaktorsicherheit	6
ITG	Institut für Toxikologie und Genetik	2
IMF II	Institut für Materialforschung II	1
IMB	Institut für Medizintechnik & Biophysik	1
PL	Programmleitung	8
$\Sigma$	<b>Summe</b>	<b>226</b>

Tab. 1: Am Programm Mikrosystemtechnik im Jahre 2002 beteiligte Organisationseinheiten und Personen.

Arbeitsthema	Institut	IAI	IFIA	IKET	IMB	IMF I	IMF II	IMF III	IMT	IMVT	IPE	IRS	ITG
Primäre Strukturierung						•			•	•			
Replikationstechniken								•	•				
Materialentwicklung und Formgebung						•	•	•					
Systemtechniken		•					•				•		
Elektronische Nasen		•	•						•		•		
Mikroverfahrenstechnik						•		•		•	•	•	
Mikrooptik		•				•		•	•		•		
Proteinanalytik und Mikrofluidik		•	•	•	•	•		•	•		•		•
FIF (FZK-Industrieforum Mikrofertigungstechnik)		•				•	•	•	•	•	•		
ZWM (Zentrum Werkstoffe der Mikrotechnik)			•			•	•	•	•				

Tab. 2: Beteiligung der Institute an den Arbeitsthemen.

## Infrastruktur

Neben einem interdisziplinären Entwicklungsteam ist es in der Mikrosystemtechnik auch erforderlich, Zugriff auf die notwendigen Anlagen für Entwicklung, Fertigung und Testbetrieb zu besitzen. Das Forschungszentrum Karlsruhe verfügt über diese erforderliche Infrastruktur, deren Aufbau, Betrieb und Unterhalt oft mit erheblichen Aufwendungen verbunden sind. Es ist dabei selbstverständlich, dass diese Infrastruktur stets an neue Technologien und Aufgaben angepasst werden muss.

Die wichtigsten Anlagen zur Herstellung von Mikrosystemen sind hier kurz aufgelistet, einige von ihnen werden in den nachfolgenden Artikeln ausführlicher dargestellt:

- Elektronenstrahlschreiber
- Reinraum-Maskenlabor mit dem erforderlichen Equipment
- Bestrahlungsstationen an ANKA (Angströmquelle, Karlsruhe, Synchrotronstrahlenquelle)
- Galvanikanlagen
- Abformanlagen für Prägen
- Spritzgießmaschinen

Die o.g. Anlagen stellen eine komplette Fertigungslinie für das LIGA-Verfahren dar.

Das Forschungszentrum verfügt jedoch neben dem LIGA-Verfahren auch über weitere Technologien und die hierfür erforderlichen Anlagen:

- Laseranlagen mit verschiedenen Wellenlängen zur Struktu-

rierung unterschiedlicher Materialien

- Präzisions-Bearbeitungsmaschinen für die spanabhebende Bearbeitung
- Beschichtungsanlagen für Funktions- und Schutzschichten
- Anlagen zur Erzeugung von Pulvern für die Pulvermetallurgie
- Umfangreiche Prüfeinrichtungen (Zug-, Druckprüfmaschinen, Nanoindenter, AFM, usw.)
- Analytikeinrichtungen, insbes. Mikrobereichs- und Elementaranalytik (Auger-Spektroskopie, Röntgenmikroanalyse, Atomabsorptionsspektroskopie, usw.)
- Geräte für die rechnergestützte Mikromontage
- Mikroelektronik-Labors
- Geräte für die Aufbau- und Verbindungstechnik
- Umfangreiche Softwaretools (Werkzeuge) für den Entwurf und Test

Zum Nachweis der Funktionstüchtigkeit der anwendungsorientierten Mikrosysteme sind im Forschungszentrum Karlsruhe hochspezialisierte Anlagen und Testeinrichtungen vorhanden, z. B.:

- Anlagen zur Erzeugung und Verteilung von Testgasgemischen (Konzentrationen bis in den sub-ppm-Bereich)
- Optiklabors (z. B. Reflektometer, Monochromatoren, Laser-

quellen, optische Diagnose-Systeme)

- Fluid-Labors (Messung von Strömungsgeschwindigkeiten, Durchsätzen usw.)
- Versuchstände für die chemische und thermische Verfahrenstechnik

## Fertigungstechnologien und Materialentwicklung als Technologie-Basis

Das Forschungszentrum Karlsruhe hat sich frühzeitig darauf konzentriert, Mikrosysteme zu entwickeln, deren funktionstragende Strukturen aus Kunststoffen, Metallen oder Keramiken hergestellt sind. Mit der Ausrichtung auf den Aufbau von Mikrosystemen aus diesen Materialklassen traf das Programm Mikrosystemtechnik eine wegweisende Entscheidung zugunsten von Systemen und Komponenten, die Eigenschaften erschließen, wie sie Silizium-basierten Mikrosystemen bislang verschlossen waren. Entsprechend besitzt das Programm Mikrosystemtechnik auf diesen Arbeitsgebieten Alleinstellungsmerkmale.

### Primäre Strukturierung

Die Herstellung von Mikrosystemen beginnt – nach Entwurf und Simulation – mit der erstmaligen Herstellung einer „materiellen“, dreidimensionalen Mikrostruktur. Hierzu stehen dem Forschungszentrum mehrere Technologien zur Verfügung.

Mit Hilfe der Röntgen- und UV-Lithographie werden dreidimensionale Mikrostrukturen aus strahlungsempfindlichen Kunststoffen

(sogenannten Resists) hergestellt [5]. Diese Technologien werden i. a. gewählt, wenn an die Mikrostrukturen besonders hohe Anforderungen bezüglich der minimalen Abmessung, der Qualität der Seitenwände oder des Aspektverhältnisses (Verhältnis von Höhe zur minimalen lateralen Abmessung) gestellt werden. Die Strukturhöhen können mehrere Millimeter betragen, die minimalen Abmessungen liegen im Sub-Mikrometerbereich. So hohe Anforderungen an die Mikrostrukturen werden z. B. in der Mikrooptik gestellt. Für die Röntgentiefenlithographie steht dem Forschungszentrum dabei seit Mitte 2000 die eigene Synchrotronstrahlungsquelle ANKA zur Verfügung. Die Lithographie, insbesondere die Röntgentiefenlithographie, ist der erste Prozessschritt des im Forschungszentrum entwickelten LIGA-Verfahrens, dessen weitere Prozessschritte die Galvanik und die Abformtechnik sind.

Wenn auch die Lithographie als „die“ Strukturierungstechnologie der Mikrosystemtechnik bezeichnet werden kann, so werden in zunehmendem Maße auch material-abtragende Verfahren eingesetzt. Diese erreichen zwar nicht die hohe Genauigkeit der Lithographie, sind in vielen Fällen jedoch völlig ausreichend und teilweise erheblich einfacher und daher billiger [6]. Mit diesem Verfahren ist es auch möglich, Mikrostrukturen herzustellen, die in allen drei Dimensionen eine nahezu beliebige Geometrie aufweisen.

Die sog. Mechanische Mikrofertigung, d. h. die Herstellung von

Mikrostrukturen durch spanabtragende Techniken (Fräsen, Bohren, Drehen, etc.) hat in den letzten Jahren beträchtliche Fortschritte erzielt. Die Bearbeitungsgenauigkeit, die natürlich material- und strukturabhängig ist, ist heute generell besser als 5 µm, in Einzelfällen können sogar noch deutlich genauere Strukturen hergestellt werden. Ein großer Vorteil ist, dass mit den spanabhebenden Verfahren sehr viele unterschiedliche Werkstoffe bearbeitet werden können, weiterhin hat sich diese Technik als relativ kostengünstig erwiesen. Einen großen Anwendungsbereich findet die Mechanische Mikrofertigung in der Mikrofluidik. Dabei werden meist Werkzeuge für die Abformtechnik hergestellt. Aber auch in Kombination mit anderen Strukturierungstechnologien (Lithographie und Galvanik) werden hochpräzise Abformwerkzeuge hergestellt.

Ein weiteres Material-abtragendes Verfahren der Mikrotechnik ist die dreidimensionale Laserbearbeitung. Mit Excimer-Lasern und Neodym-YAG-Lasern steht ein breiter Wellenlängenbereich für die Materialbearbeitung zur Verfügung, mit dem Metalle und Polymere, in Einzelfällen aber auch Keramiken, bearbeitet werden können. Die erreichbaren Genauigkeiten liegen im Bereich der Werte der mechanischen Mikrofertigung. Im Programm Mikrosystemtechnik wird die Laserbearbeitung eingesetzt zur Herstellung von Prototypen (meist Kunststoffstrukturen) und metallischen Abformwerkzeugen für die Mikrofluidik.

### *Replikationstechniken*

Zu den Replikationstechniken gehört die Mikrogalvanik, mit welcher lithographisch (oder auch abformtechnisch) erzeugte Kunststoffstrukturen in metallische Strukturen umkopiert werden [7]. Es können sowohl metallische Endprodukte als auch Abformwerkzeuge (meist aus Nickel oder Nickel-Legierungen) gefertigt werden.

Die metallischen Abformwerkzeuge, gefertigt über Galvanik, Mechanischer Mikrotechnik oder Laserbearbeitung, werden eingesetzt, um kostengünstig und in hohen Stückzahlen Mikrostrukturen aus Kunststoffen herzustellen. Dabei stehen dem Forschungszentrum zwei sich ergänzende Techniken zur Verfügung, die auch hier entwickelt worden sind: das Mikrospritzgießen und das Heißprägen [8].

### *Materialentwicklung und Formgebung*

Für die Erschließung des Anwendungspotentials der Mikrosystemtechnik muss eine breite Palette spezifischer Werkstoffe zur Verfügung stehen, und diese Werkstoffe müssen optimal sowohl an die Strukturierungstechniken als auch an die Anforderungen angepasst werden [9]. Zur Erweiterung der heute verfügbaren Materialpalette wird die Pulvertechnologie für Keramiken und Metalle ertüchtigt [10] [11]. In Anlehnung an die Abformtechniken zur Herstellung von Kunststoffstrukturen werden Pulverspritzgießprozesse entwickelt und eingesetzt: CIM (Ceramic Injection Molding) für keramische

und MIM (Metal Injection Molding) für metallische Mikrostrukturen. Dabei kommt der Entwicklung der zu verarbeitenden Materialien (Feedstocks als Gemisch aus Binder und Pulver), der Formgebung und der Prozesstechnologie eine besondere Bedeutung zu.

Dünnschichten werden mit Hilfe von Physical Vapor Deposition (PVD)-Verfahren als Funktions-, Hilfs- und Schutzschichten aufgebracht und in komplexer Form kombiniert. Hochfrequenztaugliche weichmagnetische Materialien werden in Dünnschichttechnik für Kernkomponenten der Mikroelektronik entwickelt [9]. Da der Materialprüfung und der Zuverlässigkeit von Mikrosystemen eine wesentliche Bedeutung zukommt, ist es erforderlich, auf Materialien und Dimensionen zugeschnittene Prüftechniken und geeignete Simulationstools zur Verfügung zu stellen.

### Systemaufbau

Um aus einzelnen Mikrokomponenten komplexe und intelligente Gesamtsysteme aufbauen zu können, werden im Arbeitsthema „Systemaufbau“ Arbeiten zur Aufbau- und Verbindungstechnik, Mikroelektronik sowie zur rechnergestützten Mikromontage durchgeführt [12] [13]. Ohne diese Systemintegration könnten für die Anwendungsorientierten Arbeiten keine funktionstüchtigen Systeme gefertigt werden. Hierzu gehören neben der Bereitstellung industrieller Fertigungstechniken wie Drahtbonden und Aufbau hybrider elektronischer Schaltungen auch deren Weiterentwicklung. Bei der Mikromontage wer-

den modulare Fertigungsstrukturen eingesetzt, um auch bei kleinen und mittleren Stückzahlen eine wirtschaftliche Umsetzung der mikrosystemtechnischen Entwicklungen zu erreichen.

### Mittel- und langfristige Arbeiten zu „Anwendungen & Visionen“

Für Mikrosysteme aus „Nicht-Silizium-Materialien“ gibt es heute schon eine sehr große Zahl unterschiedlicher Anwendungsfelder. Da nicht alle diese Felder im Rahmen des Programms Mikrosystemtechnik bearbeitet werden können, hat sich das Forschungszentrum entschlossen, seine Arbeiten zunächst auf vier anwendungsorientierte Themenfelder zu konzentrieren. Die wichtigsten Kriterien für die Auswahl der Themen im Bereich „Anwendung und Visionen“ waren Anwendungsrelevanz, Fachkompetenz, Erreichen einer führenden Position, Innovationshöhe und Interdisziplinarität. Wichtig bei der Auswahl war somit einerseits, dass auf diesen Gebieten eine rasche industrielle Umsetzung erzielt werden kann, andererseits dass diese Gebiete auch neue visionäre Felder der Mikrosystemtechnik eröffnen.

### Elektronische Nasen

Motivation für unsere Arbeiten auf diesem Gebiet ist, dass heute noch kein „Chemometer“ kostengünstig verfügbar ist, das die Bestimmung der chemischen Zusammensetzung der Umgebung ermöglicht. Im Programm Mikrosystemtechnik wurden in der Ver-

gangenheit zwei unterschiedliche Konzepte entwickelt, die sich gegenseitig ergänzen: Ein Sensorarray auf der Basis von Surface Acoustic-Wave-(SAW) Sensoren [14] für den Einsatz in Produktionsanlagen und ein Sensor-Array mit Metalloxid-(MOX)-Sensoren [15] für den Massenmarkt. In Kombination mit modernsten Auswertungen wurde in Kooperation mit Partnern aus der Industrie der Nachweis erbracht, dass beide Systeme vielfältig für die Gasanalytik eingesetzt werden können. Im Rahmen eines HGF-Strategiefonds-Projekts werden die Leistungsdaten beider Systeme (z. B. hohe Empfindlichkeiten für unterschiedliche Gasklassen) weiter verbessert und die Systeme zu einer noch leistungsfähigeren Kombination integriert. Diese Arbeiten sind mittelfristig angelegt, mit dem Ziel, die Elektronischen Nasen innerhalb von ca. 5 Jahren vollständig in die Industrie zu überführen. Eine erste Ausgründungen in diesem Bereich ist – auch im Rahmen des ZWM – in Vorbereitung. Anwendungsgebiete für die Elektronischen Nasen sind beispielsweise: Einsatz in Massenprodukten (Kochtöpfe, Zahnbürsten, Autos ...), Umweltüberwachung, Gebäudetechnik, Produktionsanlagen, Medizintechnik.

### Mikroverfahrenstechnik

Stoff- und Wärmetransporte laufen aufgrund der geringen geometrischen Abmessungen und des großen Verhältnisses von Oberfläche zu Volumen in Mikrostrukturapparaten etwa 100 mal effizienter ab als in konventionellen Anlagen. Die FuE-Arbeiten

widmen sich insbesondere den Auslegungsgrundlagen und dem Verständnis der in mikrostrukturierten Apparaten ablaufenden Vorgängen [16] sowie der Fertigung und Anwendung von Mikrostrukturapparaten aus Metallen und Keramiken [17]. Im Forschungszentrum wurden weltweit die ersten mikrostrukturierten Kreuzstrom-Mikrowärmeübertrager aus verschiedenen Metallen hergestellt [18]. Sie werden laufend an den Bedarf der Industrie angepasst und wenn benötigt (z. B. sehr hohe Temperaturen, aggressive Medien) auch in Keramik gefertigt. Sie werden weiterentwickelt, um chemische Prozesse effizienter, sicherer, wirtschaftlicher sowie umwelt- und ressourcenschonender durchzuführen. Die speziellen Anwendungsgebiete sind: chemische und pharmazeutische Industrie, Lebensmitteltechnik, Umweltverfahrenstechnik, Energie (Brennstoffzellentechnik), Mischer, Kälte- und Heizungstechnik, Raumfahrt, usw. Als Fernziel soll der Einsatz hochleistungsfähiger Mikrostrukturapparate Prozessführungen ermöglichen, die es gestatten, neuartige Umsetzungen durchzuführen, welche dann letztlich auch zu neuartigen Materialien und Produkten führen können.

### *Mikrooptik*

Die „optischen Technologien“ werden allgemein als besonders wichtig hinsichtlich der Sicherung des Industrie- und Innovationsstandorts Deutschland angesehen. Dies ist z. B. in der „Deutschen Agenda Optik im 21. Jahr-

hundert“ ausführlich dokumentiert. Die Anwendungen der Mikrooptik sind vielfältig, ein besonders hohes Marktpotential wird in der optischen Informationstechnik (Telekommunikation, Datenübertragung und Datenspeicherung) gesehen, aber auch in der optischen Sensorik und Messtechnik. Im Programm Mikrosystemtechnik werden mikrooptische Komponenten höchster Güte (d. h. mit Strukturen im Sub-Mikrometer-Bereich und Strukturhöhen über 100 µm) mit dem LIGA-Verfahren hergestellt [19]. Viele funktionstüchtige Labormuster sind erprobt, verschiedene Produkte (Mikrospektrometer für den sichtbaren und für den IR-Bereich) wurden von unseren Industriepartnern auf den Markt gebracht, bei anderen zeichnet sich ein wirtschaftlicher Erfolg ab.

### *Proteinanalytik und Mikrofluidik*

Nach der weitgehenden Entzifferung des menschlichen Genoms im Jahr 2000 müssen nun die noch wesentlich komplexeren und umfangreicheren funktionalen Zusammenhänge zwischen der Erbinformation und dem Auftreten bestimmter Proteine sowie bei der Wechselwirkung verschiedener Biomoleküle (i. A. Proteine) aufgeklärt werden. Eine zentrale Rolle spielen hierbei neuartige Analyse-Instrumente. Im Rahmen der FuE-Arbeiten werden fluidische Systeme (Mikropumpen, Mikroventile, Mikromischer, Kanalsysteme, Mikromischer usw.) [20] [21] auf Anwendungen in der wissenschaftlich und wirtschaftlich als sehr attrak-

tiv geltenden Bioanalytik und hier insbesondere auf die Proteinanalytik übertragen: Im Programm Mikrosystemtechnik wurden bisher miniaturisierte Komponenten der Fluidik und Biosensorik, (FTIR-Spektroskopie, SAW-Sensoren, Elektrochemische Arrays) entwickelt. Diese werden zusammen mit Komponenten der Mikroelektronik zu hochintegrierten, leistungsfähigen Gesamtsystemen zusammengefügt [22], [23]. Die Anwendungsgebiete dieser Analyse-Instrumente sind u. a.: die schnelle Entwicklung neuer, effektiver Wirkstoffe, die medizinische Diagnostik, die Gesundheitsvorsorge und Therapie sowie die Funktionsanalyse von Bio-Reaktoren oder künstlichen Organen.

### **Verwertungsstrategie**

Um die erzielten Ergebnisse rasch in industrielle Produkte umzusetzen, arbeitet das Programm Mikrosystemtechnik in vielfältiger Form mit der Industrie zusammen: Bearbeitung von Industrieaufträgen, Durchführung bilateraler Projekte mit Industriepartnern und Beteiligung an Verbundprojekten. Weiterhin vergibt das Forschungszentrum Lizenzen an Industriefirmen und unterstützt Ausgründungen. Als wichtige Elemente der Verwertungsstrategie hat das Programm Mikrosystemtechnik das „Forschungszentrum Karlsruhe IndustrieForum Mikrofertigungstechnik“ (FIF) und das „Zentrum Werkstoffe der Mikrotechnik“ (ZWM) etabliert.



**FIF (Forschungszentrum Karlsruhe IndustrieForum Mikrofertigungstechnik)**

Das Forschungszentrum Karlsruhe Industrie-Forum Mikrofertigungstechnik – kurz FIF – ist eine Initiative zur Verbesserung des Wissens- und Technologietransfers im Bereich Mikrosystemtechnik. FIF ist eine Kommunikationsplattform (bildlich gesprochen eine Drehscheibe) für den unmittelbaren Austausch zwischen den Industrieunternehmen, die Mitglied werden, und der Forschung. Basierend auf dem gesammelten Wissen der über 200 Experten des Programms Mikrosystemtechnik am Forschungszentrum

Karlsruhe wird den Mitgliedsunternehmen für einen Jahresbeitrag von 10.000 € ein besonderes Leistungsangebot (Information & Networking, Beratung & Analyse, Technischer Service & Training) zugänglich gemacht. Aufgrund der Einbindung in ein Netzwerk aus Anwendern und Wissenschaftlern schafft FIF den gemeinsamen Rahmen für eine langfristige und vertrauensvolle Zusammenarbeit zwischen Industrie und Forschung. Neben der Übernahme neuer Technologien wird den Mitgliedsunternehmen ermöglicht, im Dialog mit den Mitarbeitern des Programms Themen zu identifizieren, die bei der Planung zukünftiger Forschungs-

arbeiten Berücksichtigung finden sollen.

Nach vielfältigen Gesprächen mit der Industrie wurde deren Bedarf erkundet, das Angebot von FIF darauf abgestimmt und FIF Anfang des Jahres 1999 gegründet. Das FIF-Team innerhalb des Programms Mikrosystemtechnik besteht z. Z. aus zwei hauptamtlichen Mitarbeitern und ca. 14 Mitarbeitern der am Programm beteiligten Institute, die einen Teil ihrer Arbeit FIF widmen. Seit Gründung von FIF stieg die Mitgliederzahl kontinuierlich an und hat heute einen Stand von 23 erreicht (Abb. 2).

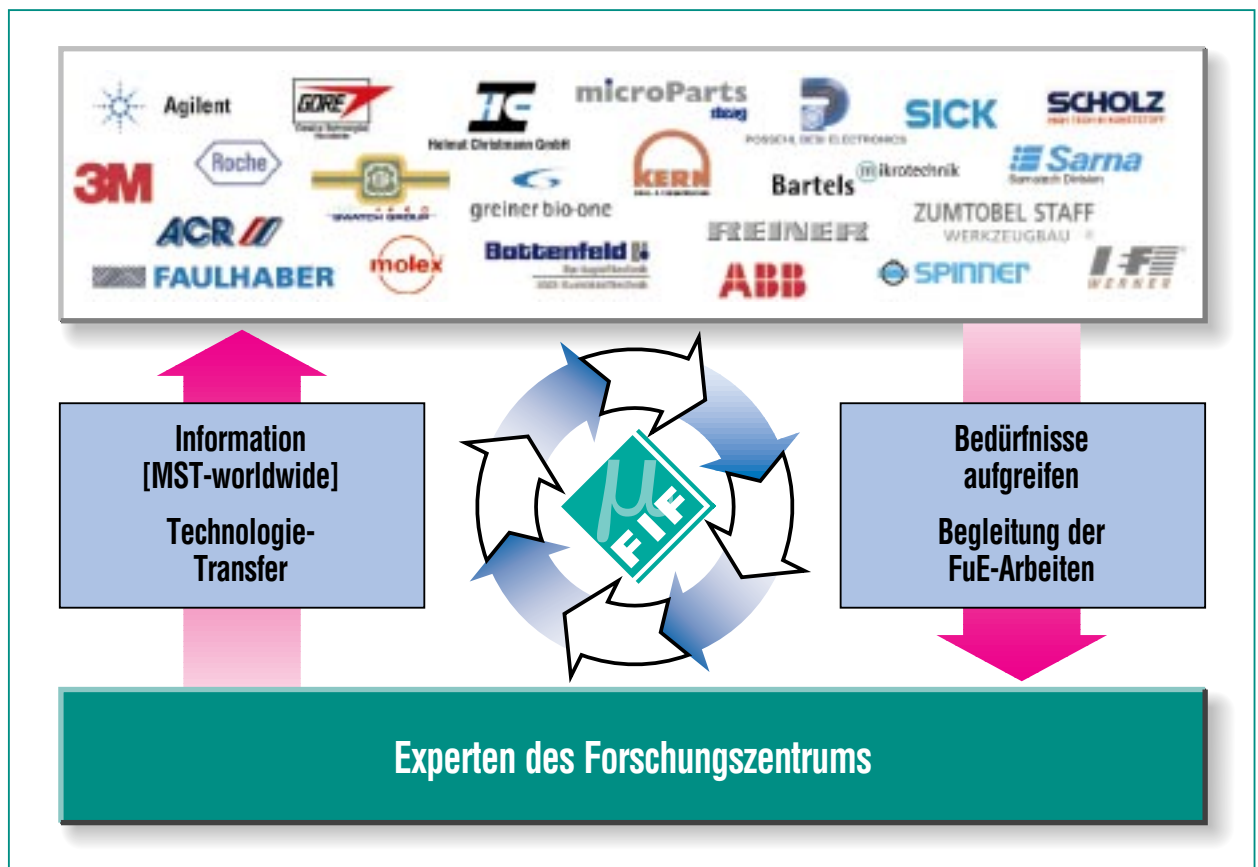


Abb. 2: Zielsetzung und Firmenlogos der 23 Mitgliedsfirmen von FIF (Forschungszentrum Karlsruhe IndustrieForum Mikrofertigungstechnik).

## ZWM (Zentrum Werkstoffe der Mikrotechnik)

Das Zentrum Werkstoffe der Mikrotechnik (ZWM) ist darauf angelegt, in Kooperation mit Partnern aus der Industrie, Universitäten und einer Existenzgründungsinitiative (KEIM, Karlsruher Existenzgründungs-Impuls) dem Potential der Werkstoffe der Mikrotechnik für innovative und zugleich wirtschaftlich attraktive Problemlösungen zu einer beschleunigten praktischen Umsetzung zu verhelfen.

Das ZWM wird vom BMBF und dem Land Baden-Württemberg gefördert. Das Forschungszentrum war dabei mit zwei anderen Zentren (in Berlin und Ulm) Gewinner einer 1999 durchgeführten Ausschreibung. Das geförderte Projekt, das einen integralen Bestandteil des Programms Mikrosystemtechnik darstellt, ist auf 4 1/2 Jahre angelegt. Die Förderquote beträgt am Beginn etwa 80% und reduziert sich zum Ende auf ca. 20%. Der restliche Aufwand für ZWM wird über steigende Drittmittelwerbungen aus der Industrie gedeckt. Die zentrale wirtschaftliche Zielsetzung des ZWM ist die schrittweise Überführung in eine sich finanziell selbst tragende Einheit. Weiterhin soll ZWM die Möglichkeiten zur Ausgründung junger innovativer Unternehmen bieten.

Das ZWM, das eine Personalstärke von 10 Personen aufweist, konzentriert sich auf zwei Schwerpunkte:

- Werkstoffe & Dünnschichtverfahren für mikrotechnische Anwendungen und

- Werkstoffe, Verfahren & Werkzeuge zur Herstellung polymerer und keramischer Mikroteile.

### Ausblick

Am Beginn des Einsatzes/Siegeszuges der Mikrosystemtechnik wurde fast ausschließlich Silizium als Material eingesetzt, da hier auf Strukturierungsprozesse, die im Rahmen der elektronischen Halbleiter-Fertigung entwickelt wurden, zurückgegriffen werden konnte. Die ersten (dreidimensionalen) Mikrostrukturen aus anderen Materialien (Polymere, Metalle, Keramiken) wurden schließlich im Forschungszentrum Karlsruhe entwickelt. Heute haben Mikrosysteme, deren funktionstragende Elemente aus Kunststoffen bestehen, weltweit ihre Verbreitung in industriellen Anwendungen gefunden. Bei Mikrostrukturen aus Metallen ist eine deutliche Steigerung der Nachfrage festzustellen (Formeinsätze für Replikationstechniken, Komponenten in der Telekommunikation wie Spulen oder Induktoren usw.). Keramische Mikrostrukturen werden dort zum Einsatz kommen, wo sie aufgrund ihrer besonderen Materialeigenschaften (Beständigkeit bei hohen Temperaturen und gegenüber aggressiven Medien, Abriebsbeständigkeit) den bisher meist eingesetzten Materialien (Silizium, Polymere, Metalle) überlegen sind.

Das Programm Mikrosystemtechnik des Forschungszentrums Karlsruhe wird weiterhin einen wesentlichen Beitrag zum wirtschaftlichen Durchbruch und zum

Eingang der Mikrosystemtechnik in neue Anwendungsgebiete leisten. Der Durchbruch zu breiter wirtschaftlicher Anwendung wird zukunftssichere Arbeitsplätze in einem Hochtechnologiebereich schaffen, wie sie der Wirtschaftsstandort Deutschland braucht.

Für potenzielle Interessenten aus der Industrie und der Forschung bietet das Programm Mikrosystemtechnik ein in sich geschlossenes und attraktives Angebot. Dieses reicht von der Entwicklung neuer Funktionsmaterialien über die Bereitstellung neuer Fertigungsverfahren und die Herstellung von Demonstratoren, Testmustern und Kleinserien bis hin zu anwendungsspezifischen Gesamtlösungen. Besondere Synergien erschließen sich so durch die Bereitstellung umfassender mikrotechnischer Kompetenz aus einer Hand.

Das Programm Mikrosystemtechnik folgt dabei einer bewusst selektiven Strategie. Bei den Fertigungstechnologien und Materialien hat sich die frühe Ausklammerung von Silizium als Strukturmaterial strategisch bewährt, so dass das Forschungszentrum Karlsruhe heute anerkannte Alleinstellungsmerkmale besitzt.

Bei den Anwendungen wurden wirtschaftlich attraktive und nachgefragte Bereiche ausgewählt, bei denen diese Alleinstellungsmerkmale zum Tragen kommen. Jenseits der bis 2010 detailliert geplanten Anwendungsentwicklungen bekennt sich die Strategie zu Visionen, die erst langfristig realisiert werden können, jedoch im Trend der immer besser beherrschbaren Miniaturisierung

von Strukturen und Verfahren sowie der immer gezielter entwickelbaren Materialien und Funktionsschichten liegen.

### Zusammenfassung

Im Forschungszentrum Karlsruhe arbeiten im Programm Mikrosystemtechnik ca. 230 Personen in zwölf Instituten mit unterschiedlicher fachlicher Ausrichtung interdisziplinär an der Entwicklung der Mikrosystemtechnik. Die Basis der Arbeiten bilden die Fertigungstechniken und Materialien für Mikrosysteme. Dabei werden

insbesondere Mikrosysteme entwickelt, deren funktionstragende Strukturen aus Kunststoffen, Metallen oder Keramiken bestehen. Bei den Anwendungen hat sich das Forschungszentrum Karlsruhe zunächst auf Elektronische Nasen, die Mikroverfahrenstechnik, die Mikrooptik sowie auf die Mikrofluidik und Proteinanalytik konzentriert. Ein Teil des Programms beinhaltet längerfristige Entwicklungsarbeiten im Rahmen einer wissenschaftlich anspruchsvollen und interdisziplinären Grundlagen- und Vorlauforschung. Im andern Teil werden

in Kooperationen mit der Industrie die erreichten Ergebnisse in marktfähige Produkte überführt. Um hier einen möglichst raschen Technologietransfer zu erreichen, wurden ein spezielles Industrieforum (FIF, FZK-Industrieforum Mikrofertigungstechnik) und ein Zentrum Werkstoffe der Mikro-technik (ZWM) etabliert.

### Literatur

- [1] 1. Statuskolloquium Projekt Mikrosystemtechnik, KfK-Bericht Nr. 5238, 9/1993
- [2] 2. Statuskolloquium Projekt Mikrosystemtechnik FZKA-Bericht Nr. 5670, 11/1995
- [3] 3. Statuskolloquium Projekt Mikrosystemtechnik FZKA-Bericht Nr. 6080, 6/1998
- [4] 4. Statuskolloquium Programm Mikrosystemtechnik FZKA-Bericht Nr. 6423, 3/2000
- Beiträge in dieser Ausgabe der Nachrichten:
- [5] J. Schulz, J. Mohr
- [6] W. Pfleging, T. Schaller
- [7] G. Baumeister, N. Holstein, V. Piotter, R. Ruprecht, G. Schanz, M. Guttmann, F. Winkler, A. Häfele
- [8] V. Piotter, T. Hanemann, K. Müller, R. Ruprecht, G. Dittrich, M. Hecke, M. Worgull
- [9] K.-H. Zum Gahr
- [10] H.-J. Ritzhaupt-Kleissl, J.R. Binder, E. Klose, J. Haußelt
- [11] W. Bauer, R. Knitter, V. Piotter, R. Ruprecht
- [12] T. Blank, H. Gemmeke
- [13] M. Dickerhof, U. Gengenbach, B. Köhler, I. Sieber
- [14] M. Rapp, A. Voigt, V. Hartmann
- [15] W. Andlauer, M. Harms, R. Körber, J. Goschnick
- [16] V. Heinzl, U. Imke, H. Sauter
- [17] R. Knitter, D. Göhring, P. Risthaus
- [18] K. Schubert
- [19] U. Wallrabe, H. Dittrich, U. Hollenbach, P. Krippner, A. Last, J. Mohr, A. Ruzzu, W. Zißler
- [20] W.K. Schomburg
- [21] P. Ehrhard, G. Jannsens-Maenhout, I. Meisel, T. Schulenberg
- [22] M. Kautt, J. Reichert, W. Hoffmann, M. Strasser, M. Rapp, A. Voigt, K. Länge, K.-F. Weibezahn, E. Gottwald
- [23] M. Kautt, S. Halstenberg, D. Moss, A. Guber, D. Herrmann, A. Muslija

# Ortung und Erkennung von Gasquellen mit elektronischer Nase

W. Andlauer, M. Harms, R. Körber, J. Goschnick, IFIA

## Einführung

Jeder kennt die Situation: Man kommt nach Hause und stellt einen unbekanntem Geruch in der Wohnung fest, aber es ist nichts zu sehen. Also benutzt man bewusst die Nase, verfolgt entlang der Geruchsfahne den Weg zur Geruchsquelle zurück, um gegebenenfalls eine Gefahrenquelle zu beseitigen oder zumindest einen Geruchsherd zu entfernen. Obwohl der Geruch in der Regel aus einem Ensemble vieler gasförmiger Komponenten besteht, nehmen wir den Geruch summarisch wahr und nutzen den Geruchseindruck zur Erkennung eines Objekts und seines Zustands. So stellen wir die sauer gewordene Milch fest oder bemerken ein schmorendes Elektrokabel. Die Nase ist für uns eine Art chemischer Fernmelder, der es erlaubt kontaktlos Objekte zu erkennen, ihren Ort festzustellen und ihren Zustand in Erfahrung zu bringen.

Es liegt nahe, eine elektronische Nase (EN) in ähnlicher Weise einzusetzen, um Objekte zu orten oder chemische Zustände in ihrer Ausdehnung zu erfassen. So kann mit einem mobilen Instrument eine kontinuierliche lokale Gasuntersuchung durchgeführt werden, um entlang wachsender Signale eine Gas- oder Geruchsquelle zu finden. Mehr Informationen lassen sich jedoch mit einer Art Landkarte der Gas- oder Geruchsemissionen eines Areals erhalten, die durch kontinuierliche Aufzeichnung der Signale einer entlang eines Rasters über die Fläche bewegten EN erhalten wird. Eine solche Kartierung der Gasemission ermöglicht mm-große Flecken flüchtiger Che-

mikalien auf Textilien in Art, Ort und Ausdehnung zu erfassen wie auch Gaslecks in Industrieanlagen aufzuspüren und zu charakterisieren, Geruchsherde auf Deponien zu orten oder die Verteilung von Schadstoffen in Böden zu bestimmen.

Ein leichtes mobiles Instrument mit schneller kontinuierlicher Messfähigkeit, wie die am IFIA entwickelte Karlsruher Mikronase KAMINA, ist dafür von Vorteil. Die KAMINA kann, um einige m<sup>2</sup> zu untersuchen, zügig von Hand über das Untersuchungsgebiet geführt werden. Fußballfeldgroße Gebiete, insbesondere mit unzugänglicher Topographie, sind allerdings besser abzusuchen, wenn die

KAMINA mit einem lenkbaren Träger bewegt wird. Für diesen Zweck ist im letzten Jahr das Luftschiff mit elektronischer Nase LENA aufgebaut worden, das die KAMINA funkferngesteuert über das Untersuchungsgebiet fährt (s. Abb. 1). Die derzeitigen Arbeiten des IFIA zielen darauf, Verfahrensweise, Betriebsbedingungen und Datenverarbeitung für Messungen im fahrenden Betrieb auszuarbeiten, wie sie für den Einsatz der KAMINA als Ortungsinstrument gebraucht werden. Der Bericht stellt erste grundlegende Ergebnisse zur Ortung flüchtiger Stoffe vor, wie sie mit der KAMINA in handgeführter Messung und von bewegter Plattform aus erhalten wurden.



**Abb. 1. Das funkferngesteuerte Luftschiff mit elektronischer Nase LENA mit Videokamera und Ansaugrohr zur bodennahen Probenahme.**

## Prinzip und Technik der KAMINA

Eine EN kann als gasanalytisches Instrument vielfältige Dienste leisten, sei es bei der Überwachung industrieller Prozesse, in der Umweltanalytik oder medizinischen Diagnostik (z. B. Krankheitserkennung durch Atemanalyse). Die Entwicklung der KAMINA zielt vornehmlich auf die Ausrüstung von Massenprodukten mit kontinuierlicher Gasanalytik, um aus diesen intelligente Systeme zu machen, die überwachen und warnen oder sogar autonom reaktionsfähig sind [1]. Backofenregelung, Luftqualitätsüberwachung mit Brandmeldung oder die Kontrolle von Heizsystemen sind Anwendungsbeispiele aus der Haushaltstechnik. Dabei gilt es grundsätzlich einen chemischen Zustandsmelder zu entwickeln, der hohe gasanalytische Leistung mit besonders kostengünstiger Herstellung, geringstem Platzanspruch und niedrigem Betriebsaufwand kombinieren muss, um in Masseprodukte integrierbar zu sein.

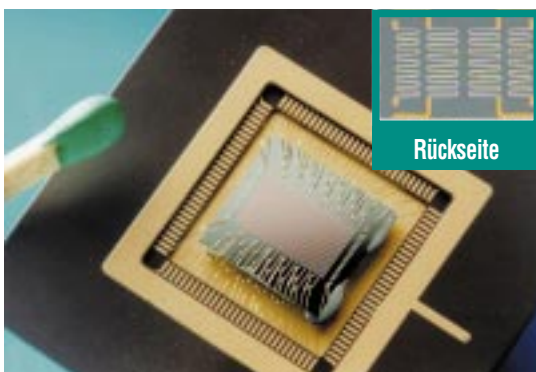


Abb. 2: Im Gehäuse montierter Gassensorchip mit Gradienten-Mikroarray. Die Chiprückseite (oben rechts) trägt vier Heizmäander.

Dieser Zielstellung trägt die besondere Mikrokonstruktion des KAMINA-Chips Rechnung (s. Abb. 2), die auf Unterteilung eines einzigen Metalloxidfilms mit parallelen Elektroden in viele Sensorsegmente beruht. Die elektrische Leitfähigkeit der beheizten Metalloxidsegmente (aus  $\text{SnO}_2$  oder  $\text{WO}_3$ ) reagiert sehr empfindlich auf die Zusammensetzung der Gasphase, weil Gasmoleküle durch Adsorption und katalytische

Reaktion den Elektronenhaushalt der Metalloxidoberfläche stark beeinflussen. Bei oxidierbaren Gasen tritt eine Erniedrigung des elektrischen Widerstands auf (s. Abb. 3). Bei anderen Gasen wie  $\text{NO}_2$  steigt der Widerstand. Nur chemisch passive Gase, wie Edelgase oder Stickstoff, sind nicht detektierbar. Wegen der Reversibilität des seit langem bekannten Effekts [2] kann damit eine kontinuierliche Gassensorik

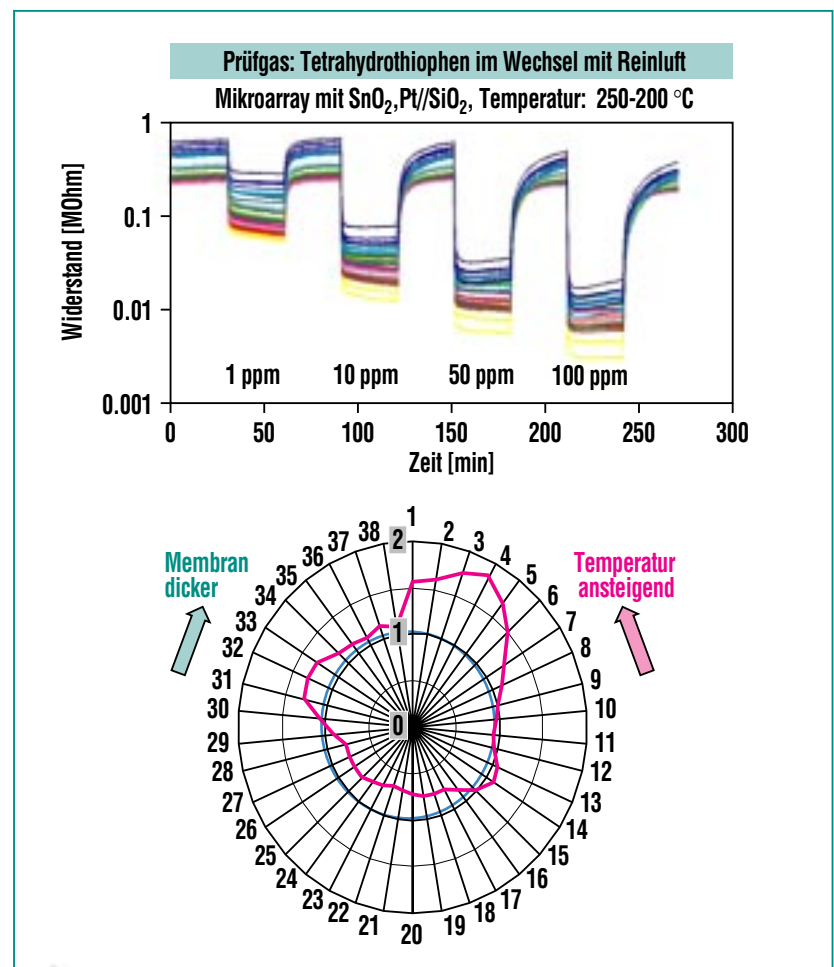


Abb. 3: Widerstandsverläufe der 38 Sensorsegmente eines platin-dotierten  $\text{SnO}_2$ -Mikroarrays mit  $\text{SiO}_2$ -Gradientenmembran bei Expositionen mit Tetrahydrothiophen in Luft im Wechsel mit Reinfluft (oben). Darunter das Polardiagramm des auf Reinfluft bezogenen mediannormierten Leitfähigkeitsmusters. Der Innenkreis (blau) repräsentiert die Referenz Reinfluft.

realisiert werden [3]. So erlaubt das KAMINA-Mikrosystem bei üblicher Ausrüstung mit gesputterten Metalloxidfilmen nahezu alle Gase, sei es  $H_2$ ,  $CO$ ,  $NO_2$ ,  $NH_3$ ,  $H_2S$  oder organische Gasbestandteile, meist noch bei Konzentrationen  $\leq 1$ ppm nachzuweisen. Erste Prototypen mit nanogranularen  $SnO_2$ -Schichten zeigen sogar noch erheblich höhere Empfindlichkeit, die Nachweisgrenzen im ppt-Bereich als machbar erscheinen lassen.

Der KAMINA-Chip zeichnet sich dadurch aus, dass die Funktionalität einer EN durch ein Array (Reihe) von unterschiedlich selektiven Gassensoren erreicht wird, die in hochintegrierter Bauweise, aber auf dennoch einfache Art mit der Segmentierung des Metalloxidfilms entstehen und durch Gradiententechnik differenziert werden. Einerseits wird mit den vier Heizelementen des Chips (s. Abb. 2) ein Temperaturunterschied von etwa  $50^\circ C$  über dem Mikroarray aufrechterhalten und andererseits ist der Metalloxidfilm mit einer gaspermeablen Membran aus  $SiO_2$  oder  $Al_2O_3$  beschichtet, deren Dicke über dem Mikroarray variiert. So befindet sich jedes Sensorsegment auf einer etwas anderen Temperatur und weist eine graduell andere Membrandicke als die Nachbarsegmente auf. Obwohl alle Segmente auf nahezu alle Gase ansprechen, tun sie das mit graduell unterschiedlichem Empfindlichkeitsspektrum. Infolgedessen ergeben sich an den Segmenten des Arrays charakteristische Leitfähigkeitsmuster (s. Abb. 3), die ein hohes Gasunterscheidungsvermögen ermögli-

chen und so über Art und Menge der Gase in der Umgebung des Mikroarrays Auskunft geben.

Die patentierte Mikrokonstruktion ermöglicht niedrigste Herstellungskosten, spart Platz, hält den Heizleistungsverbrauch klein und hat auch gasanalytische Vorteile. So ist die übliche Verwendung separater, chemisch differenzierter Gassensoren, etwa der Einsatz unterschiedlicher Metalloxide nicht nur erheblich teurer, sondern führt auch zu individueller Alterung und somit zu langfristig instabilen Gaserkennungseigenschaften. Darüberhinaus ergibt die Gradientendifferenzierung der Segmenteigenschaften eine entsprechend quasikontinuierliche Variation der Segmentensignale, die eine Erkennung fehlerhafter Signale einzelner Segmente und eine Rauschreduktion ohne Erniedrigung der Messgeschwindigkeit erlaubt. Der Aufbau der Multischicht-Mikrosysteme mit Schichtdicken zwischen 2 und 2000 nm erfolgt durch Hochfrequenz-Sputterverfahren und ionenstrahlgestützte Gasphasenabscheidung auf 3" bzw. 6"-Siliziumscheiben, auf denen 26 bzw. 122 Standardchips (38 Sensorsegmente auf  $8 \times 9 \text{ mm}^2$ ) gleichzeitig gefertigt werden ([4], [5]).

Das derzeit eingesetzte KAMINA-Betriebsgerät in der Größenordnung eines Mobiltelefons, enthält den Mikroarray-Chip, eine Mikropumpe zur Probenahme und die komplette mikroprozessorgesteuerte Betriebselektronik. Abb. 4 zeigt die Version der KAMINA, wie sie für die Untersuchung kleinster Geruchsflecken eingesetzt wurde. Mit einem Messkontakt von 1 Sekunde werden alle



**Abb. 4: KAMINA-Betriebsgerät mit Ansaugkanüle und Mikropumpe (im Gehäuse).**

Widerstände des Mikroarrays abgefragt und in Echtzeit an einen Steuercomputer zur Online-Auswertung übertragen. Ohne vorheriges Training können mit den originären Signalmustern des KAMINA-Chips unmittelbar Unterschiede der Gaszusammensetzung sichtbar gemacht werden. Nach einer Kalibrierung des Systems mit Zielgasen oder -gerüchen können diese erkannt und als Hauptkomponente des beprobten Gasensembles auch quantifiziert werden.

### Ortung kleinster Flecken

Um die Lokalisation kleinster gasemittierender Objekte oder Quellgebiete zu erproben, wurde auf handelsüblichem Millimeterpapier  $1 \mu\text{l}$  des farblosen, mittelflüchtigen Lösemittels Phenylacetone aufgebracht. Es ergab sich ein wenige  $\text{mm}^2$  großer Fleck, der nach einer Wartezeit

## Ortung flüchtiger Bodenschadstoffe

Eine weitere wesentliche Anwendung einer EN ist die schnelle Prüfung eines Bodenareals im Hinblick auf leicht- oder mittelflüchtige Schadstoffe, sei es eine Altlastensondierung oder die Bestimmung der Kontaminationszone bei einem Verkehrsunfall eines Chemikalienverkehrs. Zur Simulation dieses Falls wurde eine Schadstoffverteilung in einem mit Sand gefüllten Bodencontainer modelliert, indem ein 7 cm breites und 15 cm tiefes Rundloch mit toluolkontaminiertem Sand (0.5 ml/kg) gefüllt wurde. Um nachfolgend eine gerichtete Ausbreitung des Toluols zu erreichen, wurde in den Boden eine Polyethylen-Folie als Transportbarriere senkrecht eingebracht, die etwa rechtwinklig das mit kontaminiertem Sand gefüllte Loch einschloss. Nach Einbringung des kontaminierten Sandes wurde dem Toluol eine Stunde Zeit gegeben, sich in Richtung des geöffneten Folienwinkels in den nicht kontaminierten Sand auszubreiten. Anschliessend wurde mit der KAMINA an einem Raster von 41 Messpositionen (im Abstand von 5 cm) die Luft im Sand aus 10 cm Tiefe analysiert. Dazu wurde die Sandluft mit 0.4 l/min über ein Ansaugrohr aus Edelstahl dem KAMINA-Chip zugeführt, der wegen der höheren Empfindlichkeit für Toluol in diesem Fall mit einer Temperaturvariation von 250-300 °C über dem Mikroarray betrieben wurde.

In Abb. 6 sind die durch das Toluol verursachten mittleren Widerstandsabnahmen gegenüber rei-

von 30 min optisch nicht mehr erkennbar war. Anschließend wurde ein Raster von 5 x 5 Messpunkten in jeweils einem Abstand von 1 cm mit einer KAMINA untersucht, die mit 2 mm weiter und 10 cm langer Kanüle für lokale Gasansaugung ausgestattet war (s. Abb. 4). Der Phenylacetone-Fleck befand sich in der Mitte des untersuchten Gebiets. Es wurde ein mit platindotiertem SnO<sub>2</sub> ausgerüsteter Mikroarraychip mit 38 Segmenten eingesetzt, die durch eine SiO<sub>2</sub>-Gradientenmembran und einen Temperaturunterschied von 300-350 °C über dem Mikroarray sensorisch differenziert wurden. Die Gasförderleistung der Mikropumpe wurde auf 0.4 l/min eingestellt. Die Haltezeit in den Messpositionen war jeweils eine knappe Minute.

Das in Abb. 5 dargestellte Ergebnis lässt klar erkennen, dass sich das stärkste Signal an der zentralen Position ergab, wo das Phenylacetone deponiert worden war. Insofern war der Ort der Quelle klar auszumachen. Verständlicherweise hat sich der Dampf des Phenylacetons ausgebreitet und ist in geringerem Maß auch an anderer Stelle nachweisbar, da das Phenylacetone mit der Zeit sowohl durch das Papier als auch über die Gasphase vom Depositionsort abtransportiert wird. Die tendenziell höheren Konzentrationen im Bereich rechts unten sind ebenfalls leicht verständlich, weil – auch im geschlossenen Raum – Luftbewegungen durch Klimatechnik und Konvektion hervorgerufen werden, die einen Abfluss der Gasemission in eine Vorzugsrichtung hervorrufen.

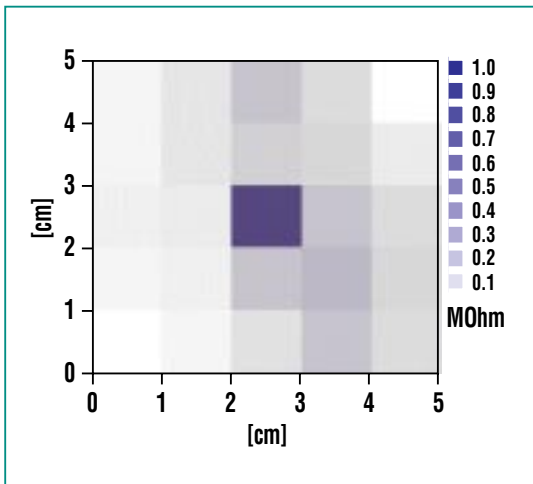


Abb. 5: Untersuchung eines 5 x 5 cm<sup>2</sup> großen Papierbereichs, auf den in der Mitte 1 µl flüssiges Phenylacetone aufgetropft worden war. Die Farbintensität gibt die mittlere Widerstandserniedrigung der Sensorsegmente ( $R_0 - R$ ) im Vergleich zu unkontaminiertem Papier wieder.

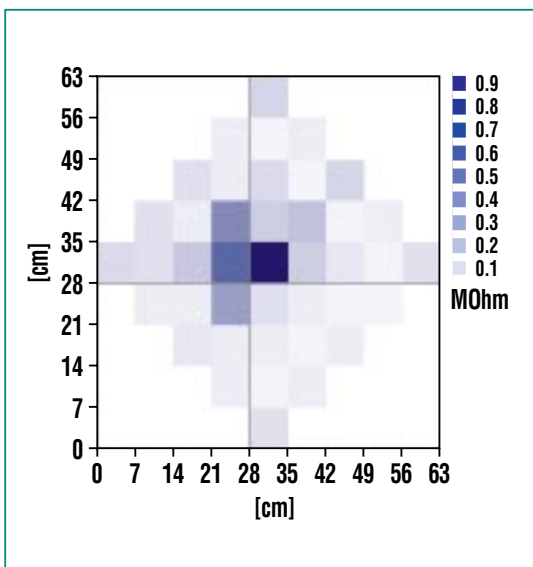


Abb. 6: Untersuchung von 40 x 40 cm<sup>2</sup> einer Sandoberfläche, in die mittig toluolkontaminiertem Sand appliziert war. Im Abstand von ca. 7 cm wurden 41 Positionen mit der KAMINA 1 h nach Deposition des kontaminierten Sandes geprüft. Die Farbintensität gibt die mittlere Widerstandserniedrigung der Sensorsegmente ( $R_0 - R$ ) im Vergleich zu Reinluft wieder.

ner Bodenluft am Raster der Messpositionen wiedergegeben. Klar erkennbar ist die stärkste Widerstandssenkung im mittleren Quadranten, an der der kontaminierte Sand platziert wurde. Fast gleich niedrig sind die Segmentwiderstände in den drei angrenzenden Quadranten zur Linken. In diese Richtung war die Folienbarriere (s. oben) offen, d.h. Diffusionstransport einfacher möglich als in die entgegengesetzte Richtung. Die erzwungene Asymmetrie des Konzentrationsprofils wird demnach richtig abgebildet. In weiterer Entfernung von diesem Bereich klingt die Konzentration in alle Richtungen deutlich ab. Es wird aber nie Reinluftverhalten erreicht. Entweder das Toluol hat sich sehr schnell weitläufig verbreitet und/oder die angesaugte Luft, die teilweise von oberhalb der Sandoberfläche kommt, bringt bereits einen gewissen Grundpegel von Toluol mit, da oberhalb des Sandes eine laterale Durchmischung stattgefunden hat. Dennoch wird die Position der Toluolquelle richtig geortet und das Konzentrationsprofil erscheint in seinen abfallenden Flanken rings um den Quellort plausibel.

## Großflächige Untersuchungen mit LENA

### Ein Luftschiff als Trägerfahrzeug

Für die Erkundung größerer Areale, insbesondere wenn sie nicht begreifbar sind, ist statt manueller

Führung der Transport des Instruments auf einer kontrolliert bewegbaren Plattform sinnvoll. Hierfür einen funkferngesteuerten Mini-Zeppelin<sup>\*)</sup> mit Elektromotorantrieb einzusetzen, hat verschiedene Vorteile. Er kann in alle Raumrichtungen frei bewegt werden, sodass Gas- oder Geruchsverteilungen dreidimensional ausgemessen werden können oder die Höhe der Messebene über einem untersuchten Areal frei wählbar ist. Wegen fehlender Abgase wird dabei das Umgebungsgas durch eigene Emissionen nicht verfälscht. Da die Geschwindigkeit bis auf Stillstand reduziert werden kann, ist gegebenenfalls an einer Position auch eine genauere Messung längerer Dauer möglich. Im Gegensatz zum Hubschrauber ist ein wesentlich niedrigeres Vibrationsniveau möglich und eine deutlich geringere Vermischung des Umgebungsgases durch die Rotoren. Schließlich ist ein Zeppelin wesentlich einfacher zu navigieren als ein Hubschrauber und nicht zuletzt ist der vergleichsweise niedrige Preis für eine auf diese Weise flugfähig gemachte EN ein ebenso wesentlicher Aspekt für die Anwendung eines solchen Systems.

Das mit einer KAMINA ausgerüstete Luftschiff mit elektronischer Nase (LENA) hat im prallen Zustand eine Länge von 9 Metern und an der breitesten Stelle einen Querschnitt von 2.6 Meter (s. Abb. 1). Die Heliumfüllung von 27 m<sup>3</sup> erlaubt über das Gewicht der Motoren, der Mechanik und

insbesondere der Akkus hinaus noch eine Nutzladekapazität von etwa 4 kg. Davon beansprucht die KAMINA im Leichtbaugehäuse nur 270 g. Die weitere Instrumentierung schöpft jedoch die Nutzladekapazität voll aus: So ist eine zweiachsig schwenkbare Videokamera (auch funkferngesteuert) an Bord, ein GPS-System zur Bestimmung der momentanen Position und ein Bordrechner mit Funktransmitter, der die Messdaten zwischenspeichert und sie gleichzeitig kontinuierlich zur Bodenstation funkt, wo Videobild, Zeppelinposition und KAMINA-Daten in Echtzeit verfügbar sind.

Das Hauptziel besteht darin, mit LENA Gasemissionen eines Geländes kartografieren zu können, um damit die Position und Ausdehnung von Gas- und Geruchsquellen am Boden nachzuweisen. Die orts aufgelöst gemessenen Signalmuster des KAMINA-Mikroarrays ermöglichen entweder die Erkennung typischer Muster, die vorher durch Training an Quellen bestimmter Art „erlernt“ wurden oder den Nachweis der Ortsverteilung von zunächst unbekanntem Mustern, die erst im Nachhinein einem bestimmten Ursprung zugeordnet werden, z.B. der Abgasfahne eines Schornsteins oder der Geruchsemission eines Klärwerks. Auf diese Weise können Gaslecks einer industriellen Anlage, Geruchsherde auf einer Deponie, ölkontaminierte Bodenflächen, Unterschiede in der Vegetation oder andere gasaktive Objekte geortet werden.

<sup>\*)</sup> Der Begriff Zeppelin ist zwar für Luftschiffe in Zigarrenform allgemein gebräuchlich, doch genau genommen ist LENA ein Blimp, womit Luftschiffe bezeichnet werden, die wie ein Luftballon ihre Form lediglich von der aufgeblasenen Hülle bekommen. Ein Zeppelin ist technisch korrekt ein Luftschiff mit starrer formgebender Tragkonstruktion. Dennoch soll der Begriff Zeppelin der Einfachheit halber in diesem Artikel für LENA weiterhin benutzt werden.





großes Feld in meterbreite Quadrate unterteilt, über deren Grenzlinien die KAMINA in einem Mäanderkurs geführt wurde. Auf dem Feld waren zwei Gasquellen aufgestellt: Zwei Schalen mit Sand, der in einem Fall mit Ethanol ( $C_2H_5OH$ , EtOH) und im anderen Fall mit Ethylacetat ( $C_2H_5OOCCH_3$ , EtOAc) getränkt war. Die Entfernung der Schalen voneinander betrug etwa 3 m. Ihre Positionen wie auch der Weg der KAMINA über das Feld sind in Abb. 7 markiert. Der Mäanderkurs wurde links unten nach rechts laufend begonnen. Nach Abschluss des ersten Mäanders mit waagerechten Strecken wurde das Feld ein zweites Mal in einem Mäander mit senkrechten Strecken durchlaufen.

Mit beiden Probenahmearrangements konnten die von den Quellen emittierten Gase klar detektiert werden. Doch zeigte sich, dass beim Einsatz des langen Verbindungsrohres zwischen KAMINA-Kopf und Trichter eine gasartabhängige Verschleppung (verzögertes Signalmaximum nach Quellenüberfahrt) die Ortung der Gasquellen beeinträchtigt. Offenbar bewirkt die Wechselwirkung mit der Rohrwand (durch Adsorption) eine gasartabhängige Transportverzögerung des Zielgases gegenüber dem Trägergas Luft. Wurde ohne Verbindungsrohr gearbeitet, so konnten die Zielgase aus beiden Quellen jedoch nahezu momentan nach Passieren der Quelle detektiert werden. Bei beiden Probenahmevarianten wurde zusätzlich eine leichte Drift beider Quellgase in die gleiche Richtung detektiert, was auf die Luftströ-

mung in der Versuchshalle zurückgeführt wurde.

Die Auswertung der Leitfähigkeitsmuster, wie sie mit den beiden Probenahmevarianten erhalten wurden, sind in Abb. 7 farbkodiert wiedergegeben. Die Daten des ersten Mäanderdurchlaufs sind blau, die des zweiten sind rot dargestellt. Dadurch ergibt sich an Kreuzungspunkten der Messstrecken teilweise eine violette Tönung durch Überlagerung. Die Auswertung erfolgte mit einer zweidimensionalen Hauptkomponentenanalyse (Principal Component Analysis, PCA [6], [7]), die die Ähnlichkeit multivariater Daten – wie die Leitfähigkeitsmuster der KAMINA – zu quantifizieren vermag. Es zeigten sich zwei deutlich von Reingluft verschiedene Typen von Leitfähigkeitsmustern, die eindeutig dem Beitrag der beiden Quellen zur Luftzusammensetzung im Untersuchungsfeld zuzuordnen waren. In Folge der unterschiedlichen Konzentration des jeweiligen Beitrags (abhängig von der Nähe der Quelle und den Gegebenheiten der Probenahme) war die Ausprägung des Leitfähigkeitsmusters unterschiedlich stark. Die Farbintensität in Abb. 7 gibt die Stärke der Musterausprägung des jeweils festgestellten Quellgases wieder. Die Musterauswertung zeigt klar, dass sich im Umkreis der jeweiligen Quelle auch nur das zugehörige Signalmuster findet, das insofern die Quelle markiert. Wenn also bei einer realen Rastersuche ohne vorheriges Training die detektierten Signalmuster unbekannt wären, würde so auf das Vorhandensein und die Position von zwei unter-

schiedlichen Gasquellen geschlossen werden können.

Die Probenahme, bei der die KAMINA unmittelbar am Sammeltrichter sitzt, erscheint aus gasanalytischer Sicht wegen der Vermeidung von gasartabhängigen Laufzeiteffekten als die besser geeignete Methode zur Kartierung der Gasemission mit dem Zeppelin. Damit ist das Herablassen des KAMINA-Betriebsgerätes vom Zeppelin auf Bodennähe unumgänglich.

### *Geschwindigkeit der Ortung einer Gasquelle*

Für die Strategie zur Raster-Gaserkundung eines Geländes ist neben der Probenahmeanordnung die Abhängigkeit der gassensorischen Signale von der Flugge-



**Abb. 8: Aufbau zur Bestimmung der Signalabhängigkeit von der Zeppelin-Fahrtgeschwindigkeit. Unten ist der Auslass für das Testgas Methan zu sehen. Darüber die am Zeppelin montierte KAMINA mit direkt angeschlossenem Probenahmetrichter.**

schwindigkeit des Zeppelins (unter Einbeziehung der Rotorverwirbelung) und von der Entfernung zur Gasquelle wichtig. Um hierzu erste Erfahrungen zu sammeln, wurde das Luftschiff mit einer unter dem Zeppelin hängenden KAMINA samt direkt aufgesetztem Probenahmetrichter ausgerüstet (s. Abb. 8) und über eine Strecke von 3 m in lateraler Richtung direkt über eine Rohröffnung gesteuert, aus der Methan mit etwa 8 l/min ausströmte. Die Rotoren wurden unter einem Achsenwinkel von 45° zur Horizontalen betrieben. Mit Hilfe einer Leitschnur wurde ein exakt linearer Kurs und eine über die gesamte Strecke gleichbleibende Entfernung des Luftschiffes zum Boden sichergestellt, so dass der Probenahmetrichter beständig 30 cm über den Boden bewegt wurde. Die KAMINA war über eine Konstruktion aus Karbonröhren im Abstand von 1.2 m zu den Rotoren an der Unterseite des Zeppelins befestigt (s. Abb. 8).

Zur Untersuchung des Zusammenhangs von Fahrgeschwindigkeit und Signalhöhe wurde die Geschwindigkeit des Luftschiffes durch Erhöhung der Rotorleistung von 0 km/h bis 3.6 km/h variiert, wobei sich für  $v = 0$  km/h das Luftschiff mit horizontal gestellten, laufenden Rotoren direkt über der Methanquelle befand. In Abb. 9 ist beispielhaft der Verlauf des mittleren Widerstands der Sensorsegmente dargestellt, wie er bei einer Geschwindigkeit von  $v = 1.5$  km/h gemessen wurde. Das Gassensor-Mikroarray zeigt einen schnellen Abfall der Sensorwiderstände innerhalb weniger Sekunden bei Überflug der Methanquelle. Dementsprechend ändert sich auch das Signalmuster von dem für Reinluft zu Methan. Die vergleichsweise lange Erholzeit der Segmentwiderstände bis auf Reinluftwerte ist noch Gegenstand von Untersuchungen, steht aber einer wesentlich kürzeren Wiederholbarkeit ( $< 100$  sec) der Detektion einer

Gasquelle, wie der modellierten Methanquelle, nicht entgegen.

Mit zunehmender Fluggeschwindigkeit wird der Widerstandsabfall kontinuierlich geringer und somit die mögliche Erkennung einer Gasquelle schlechter, da die Gasaufnahme von der Verweildauer der KAMINA in der Gaswolke über der Quelle abhängig ist. Zudem trägt die Verwirbelung durch die von der Geschwindigkeit abhängige Rotorbewegung dazu bei, weil dadurch die Konzentration des Quellgases im Einzugsbereich der Probenahme herabgesetzt wird. Werden die Sensorsignale gegen die Fluggeschwindigkeit aufgetragen, ergibt die Extrapolation der resultierenden Gerade, dass ab einer Geschwindigkeit von ca. 5 km/h das Signal kleiner als die Rauschamplitude der Sensorwiderstände wird. Zur Exploration eines unbekanntes Geländes erscheint demnach eine Geschwindigkeit von immerhin etwa 3 km/h realistisch.

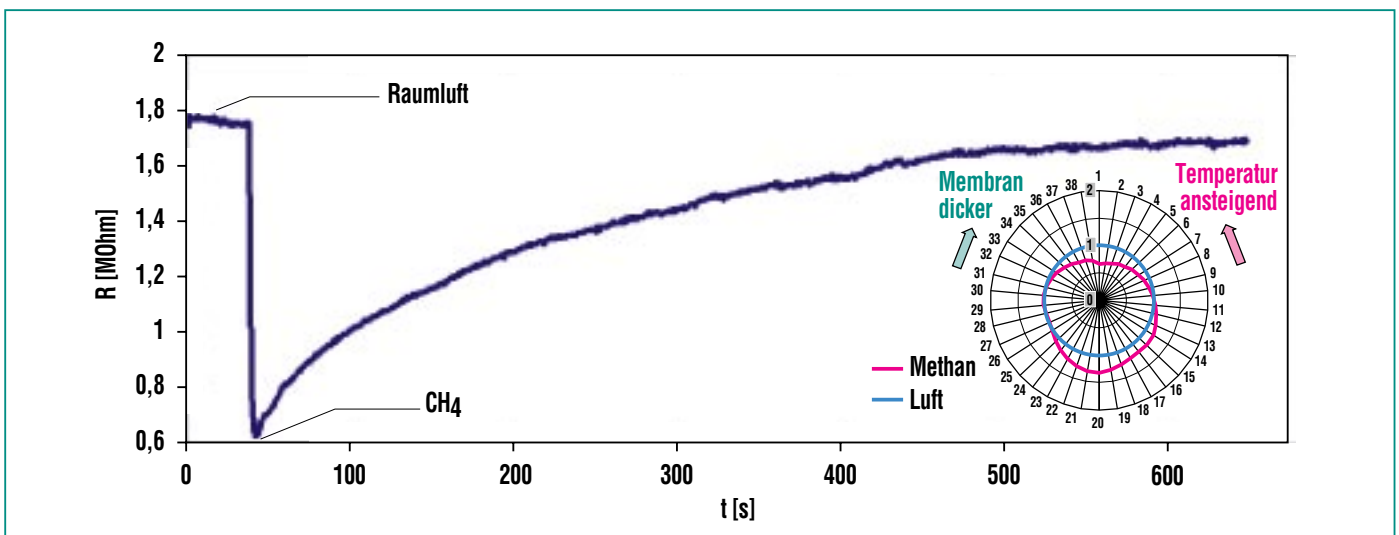


Abb. 9: Verlauf des mittleren Widerstands der Sensorsegmente bei einem direktem Überflug einer Methanquelle in 30 cm Höhe. Das Polardiagramm zeigt rot das für Methan gemessene normierte Signalmuster, wie es im Bereich des Minimums der Widerstandskurve auftritt gegenüber Reinluft (blau).

Um die Ortsauflösung abzuschätzen wurde der Lateralabstand zwischen Luftschiff und Gasquelle variiert. Bei einem Lateralabstand von 25 cm von der Quelle mit einer Fluggeschwindigkeit von 1.3 km/h und gleichbleibender Höhe von 30 cm wurde die Signalhöhe für das Methan bereits auf ca. 4 % der Signalhöhe bei direktem Überflug erniedrigt. Bei doppelter Entfernung wird kein Quellgas mehr wahrgenommen. Diese hohe Ortsauflösung ermöglicht eine präzise Lokalisierung gasemittierender Objekte. Um allerdings eine solche kleinformatige Quelle in einem weitläufigen Gelände zeitsparend zu finden, wird man zweckmäßigerweise zunächst ein „Screening“ des Geländes mit niedrigerer Ortsauflösung vornehmen, indem ein großformatiges Raster in größerer Höhe abgeflogen wird, in der sich die zu detektierenden Gase weiträumiger verteilt haben und sich die Quelle leichter finden lässt.

## Zusammenfassung

Wie die ersten Untersuchungen zeigen, kann die am IFIA entwickelte elektronische Nase KAMINA als mobiles Ortungsinstrument eingesetzt werden. Ge-

genüber der biogenen Nase ist die größere Bandbreite nachweisbarer Gase der mit gasempfindlichen Metalloxiden arbeitenden KAMINA, die stabile Empfindlichkeit und der gefahrlose Einsatz in gesundheitsschädlichem Ambiente vorteilhaft. Zudem ist ihre Ortsauflösung anwendungsgerecht anpassbar. Die Ortung von Gasquellen mit nur einem Zentimeter Ausdehnung hat sich als problemlos machbar erwiesen, so dass auch noch kleinere Objekte lokalisierbar erscheinen. Die Erfassung von Konzentrationsverteilungen in Dimensionen von einigen 10 cm bis zu einigen Metern, wie z.B. in der Bodensondierung nach leicht- und mittelflüchtigen organischen Schadstoffen, kann durch manuelles Abrastern eines Geländes mit einer Einstechsonde bei Messzeiten von etwa einer Minute pro Rasterposition zügig erledigt werden.

Zur Erkundung noch größerer Flächen wird an Technik und Verfahren der Kartierung von Gas- oder Geruchsemissionen mit einer zeppelingestützten elektronischen Nase gearbeitet. LENA, das Luftschiff mit elektronischer Nase, ist ein funkferngesteuerter Zeppelin, der neben einer KAMINA auch ein GPS-System zur Positionsbestim-

mung und eine Videokamera zur Identifizierung von gasemittierenden Objekten an Bord hat. Erste Untersuchungen zeigen, dass eine Probenahme mit möglichst kurzem Gasweg zum KAMINA-Sensorchip notwendig ist, um Chromatographieeffekte in der Gasleitung zu unterbinden. Eine Ortung von Passivquellen mit einer Auflösung unter einem Meter in Kombination mit einer Gasquellenenerkennung konnte in der Halle bei einer Probenahme von 30 cm über dem Boden realisiert werden. Für eine aktive Modellquelle mit 8 l/min Methanemission war die Erkennung der Quelle auch noch bei einigen Stundenkilometern Fahrgeschwindigkeit des Zeppelins möglich, so dass ein Abrastern von großen Geländeflächen in erträglichen Zeiten möglich erscheint. Es bleibt abzuwarten, wie sich diese vielversprechenden Ergebnisse auf Außenluftbedingungen übertragen lassen.

## Danksagung

Herrn Markus Kochbeck sei ausführlich gedankt, der mit großem Engagement die Experimente am Boden und als Pilot die Untersuchungen mit fliegender LENA durchgeführt hat.

## Literatur

- [1] J. Goschnick, *Proceedings of the 10th International Conference SENSOR 2001, Nürnberg, Vol. 1, 123*
- [2] T. Seiyama, A. Kato, K. Fukiishi, M. Nagatini, *Anal. Chem. 34 (1962), 1502*
- [3] W. Göpel, K.-D. Schierbaum in „Sensors“; Vol. 2 „Chemical and Biochemical Sensors“: W. Göpel, T.A. Jones, M. Kleitz, J. Lundsrom, T. Seiyama (Hrsg.), Verlag VCH (1991) 429
- [4] J. Goschnick, M. Frietsch, T. Schneider, *J. Surface and Coatings Technology, 108-109 (1998) 292*
- [5] J. Goschnick, *Microelectronic Engineering, 57-58 (2001) 693-704*
- [6] A. Hierlemann, M. Schweizer-Berbasch, V. Weimar, G. Kraus, A. Pfau, W. Göpel, „Pattern Recognition and Multicomponent Analysis“, in: H. Baltes, W. Göpel, J. Hesse (Ed.), *Sensors Update Vol. 2, 119-180, VCH, 1996*
- [7] M. Rapp, *dieser Band*

# Elektronische Nasen für industrielle Hochleistungsanwendungen

M. Rapp, A. Voigt, IFIA; V. Hartmann, IPE

## Einleitung

Drei der fünf menschlichen Sinneswahrnehmungen können längst durch künstliche Produkte nachgeahmt und teilweise sogar weit übertroffen werden. Anders beim Geschmacks- und Geruchssinn, bei dem es bislang an technisch ausgereiften Geräten mit vergleichbarer Leistungsfähigkeit fehlt. Speziell im Falle der Analyse komplexer organischer Gasgemische wurde, in Analogie zur Geruchswahrnehmung des Menschen, bereits in den 80er Jahren der Begriff „elektronische Nase“ geprägt [1].

Für „elektronische Nasen“ gibt es ein riesiges Einsatzpotenzial, das von der Gasanalyse in chemischen Anlagen über eine Überwachung des Frischegrades von Lebensmitteln bis hin zur Erkennung von Duftstoffen reicht. Insbesondere interessant ist die Analyse gasförmiger organischer Stoff-

gemische, die z.B. aus der flüssigen Phase in Produktionsprozessen verdampfen. Die meisten der bislang entwickelten „elektronischen Nasen“ messen die Änderung der Leitfähigkeit eines sensitiven Materials bei der Sorption eines Analyten. Das sensitive Material besteht entweder aus dotierten Metalloxiden, meist Zinndioxid [2, 3], oder aus leitfähigen Polymeren [4]. Diese Sensortypen haben jedoch nicht-lineare Kennlinien, so dass quantitative Aussagen über Einzelstoffe in Gemischen selbst mit modernen Auswertemethoden problematisch werden. Ein vielversprechender Sensortyp, der direkt Masseänderungen durch Sorption detektiert, beruht auf Messung der Schallgeschwindigkeitsänderung akustischer Oberflächenwellen („surface acoustic waves“ = SAW). Darauf basierend ist im Forschungszentrum Karlsruhe das System „SAGAS“ (= SAW Aroma und Gas Analyse System) entwickelt wor-

den. Es kann die verschiedensten organischen Gase sekunden-schnell unterscheiden und Konzentrationen der Einzelkomponenten direkt bestimmen. Für prozessanalytische Anwendung wird das System unter dem Namen „GASYS“ von der Firma Bürkert GmbH & Co KG als Lizenzpartner des Forschungszentrums vermarktet.

## Sensoren und Messprinzip

Ausgangsbasis dieser Sensortechnik sind sogenannte SAW-Bauelemente, die in großen Stückzahlen kostengünstig produziert werden. Durch Beschichtung mit sensitiven Gas absorbierenden Materialien lassen sich daraus SAW-Chemosensoren herstellen. Aufgrund der großen Zahl möglicher Beschichtungen gestatten diese Sensoren prinzipiell die Detektion einer entsprechend großen Anzahl verschiedener Gase. In der Praxis bewährt hat sich jedoch eine Beschränkung auf organische Gase, die mit Hilfe von sensitiven Polymerfilmen detektiert werden. Die Beschichtung erfolgt meist mit einer Lösung des Polymers in einem organischen Lösemittel durch Spincoating- oder Spraying-Verfahren. Alternativ kann das Polymer auch direkt mit Hilfe verschiedener Vakuum-Abscheidungsverfahren deponiert werden. Die Qualitätssicherung erfolgt einfach durch Selektion der beschichteten Sensoren.

Das Messprinzip (Abb. 1) beruht auf der Änderung der Resonanzfrequenzen von SAW-Bauelementen bei der Sorption des Analyten [5]. Ein mit einem Polymer

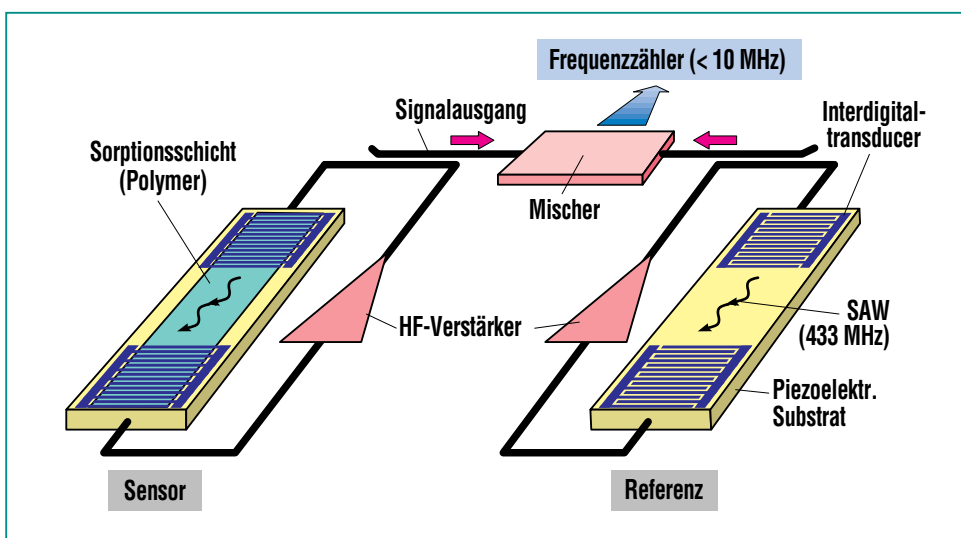


Abb. 1: Messprinzip: Ein mit einer selektiven Sorptionsschicht versehener SAW-Sensor und ein unbeschichteter Referenzsensor bestimmen jeweils die Frequenz einer Oszillatorschaltung. Die erzeugte Differenzfrequenz ist das eigentliche Sensorsignal.

beschichteter Sensor und ein unbeschichtetes Referenzelement dienen jeweils als frequenzbestimmende Komponente einer Oszillatorschaltung. Die Mischung der beiden Resonanzfrequenzen erzeugt eine Differenzfrequenz, das eigentliche Sensorsignal. Das hat den Vorteil, dass trotz der Nutzung von Hochfrequenzen in den Oszillatoren (433 MHz) eine vergleichsweise niedrige Differenzfrequenz (< 10 MHz) erzeugt wird, welche sich durch eine einfache Digitalelektronik erfassen lässt. Die Änderung der Differenzfrequenz steht in erster Näherung im linearen Zusammenhang mit dem Partialdruck des sorbierten Gases.

### Sensorarrays und Signalmuster

Da Polymere nicht hinreichend selektiv auf bestimmte Analyten ansprechen, fasst man mehrere Sensoren zu einem „Sensorarray“ zusammen. Das Array liefert ein Signalmuster, das sich aus den Signalen der Einzelsensoren zusammensetzt. Diese können dann mit chemometrischen Verfahren ausgewertet werden, z.B. mit einer Hauptkomponentenanalyse oder mit künstlichen neuronalen Netzen [6]. Mit diesen Methoden und unterschiedlich beschichteten, „semi-selektiven“ SAW-Sensoren können Gasgemische sowohl qualitativ als auch quantitativ analysiert werden [7, 8]. Durch die gezielte Kombination geeigneter Beschichtungen lässt sich das SAW-Sensorarray an bestimmte Messaufgaben adaptieren. Sollen z.B. möglichst viele verschiedene Gase detektiert werden,

müssen Polymerschichten mit möglichst unterschiedlichen Sorptionseigenschaften kombiniert werden, um Signalmuster mit hoher Aussagekraft zu erhalten. Diese Forderung ist im Fall von massesensitiven Sensoren dann besonders einfach zu erfüllen. Zudem stellen massesensitive Sensoren außer der Sorptionsfähigkeit für Gase nur wenige Ansprüche an die verwendeten Beschichtungsmaterialien. Dementsprechend groß ist die Palette einsatzfähiger Materialien. Wegen ihrer besonderen Eigenschaften wie Sorptionsfähigkeit, chemische Stabilität und Nichtflüchtigkeit werden Polymere bevorzugt, die als stationäre Phasen in der Gaschromatographie Verwendung finden.

### Das Sensorsystem SAGAS

Kernstück von SAGAS ist ein im IFIA entwickeltes SAW-Sensorarray aus 8 SAW-Sensoren mit einem gemeinsamen Referenzsensor (Abb. 2). Zusammen mit Gaszuführung, Messzelle und Frequenzmisch-Elektronik bildet es den Sensorkopf, der durch ein hochfrequenzdichtes Gehäuse mit den Abmessungen 60 x 46 x 17 mm abgeschirmt ist. Die neue SAGAS-Generation nutzt zur Erfassung der Differenzfrequenzen ein patentiertes Multiplexverfahren [9], das zum Auslesen des kompletten Arrays nur eine Sekunde benötigt. Dadurch entfällt die Notwendigkeit der elektromagnetischen Trennung der



**Abb. 2: SAW-Sensorarray im Demonstrationsgehäuse aus Plexiglas. Der Sensorkopf mit den Abmessungen 60×46×17 mm<sup>3</sup> enthält 8 einzeln auswechselbare SAW-Sensoren.**

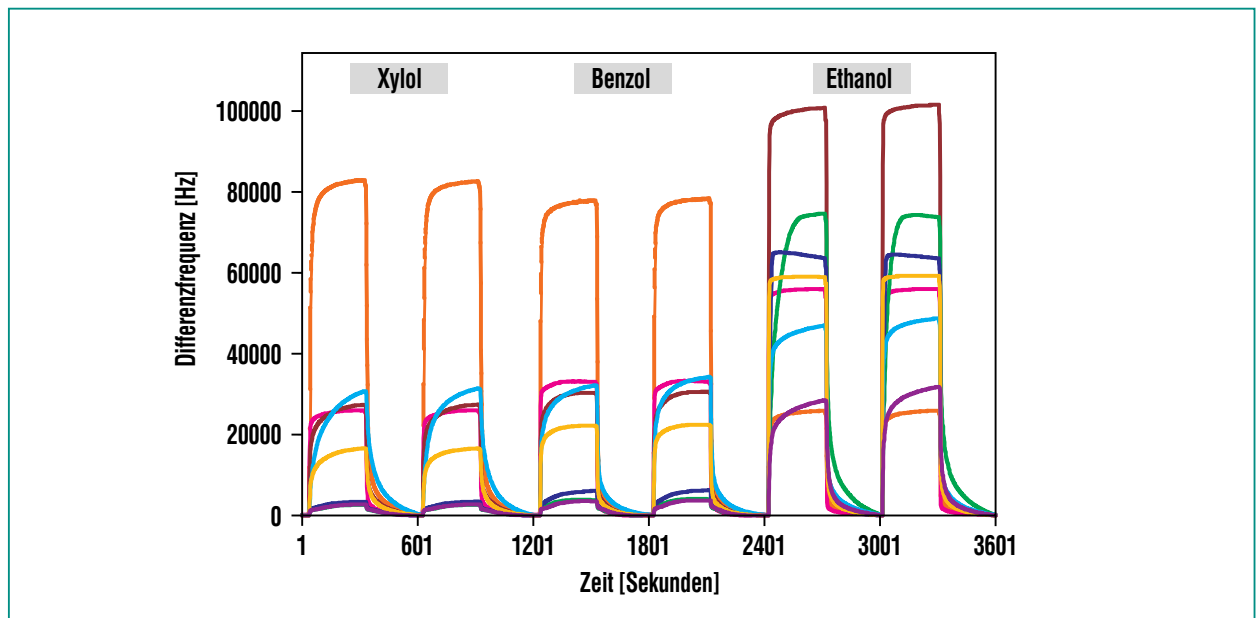


Abb. 3: Typische Sensorsignale durch dynamische Beprobung. Man erkennt die gute Reproduktion der Einzelmessungen und, je nach Analyt, die signifikanten Unterschiede in den einzelnen Sensorsignalen. Die angelegten Konzentrationen lagen hier zwischen 100 ppm – 400 ppm.

Oszillatoren, wodurch sich der Sensorkopf kompakter und kostengünstiger aufbauen lässt als bei einem früheren Ansatz [10]. Im

Sensorsystem erfolgt die Probenahme standardmäßig mit einer Membranpumpe, die abwechselnd Probe- bzw. Nullgas über den Sensorkopf pumpt. Die Abb. 3 zeigt daraus resultierende Messkurven. Man erkennt die schnelle Ansprechzeit, die gute Reproduzierbarkeit und die signifikanten Unterschiede in den einzelnen Sensorsignalen, die nach einer automatischen Mustererkennung zur selektiven Gaserkennung führen.

Die Ansteuerung des Sensorkopfes sowie die Daten-Akquisition und Verarbeitung übernimmt eine Digitalelektronik, die zusammen mit IPE entwickelt wurde. Abb. 4 zeigt das SAGAS-Sensormodul, das die Signalmuster mittels neuronaler Netze vollautomatisch auswertet. Die ermittelten Konzentrationen einzelner Komponenten in Gasmischungen wer-

den direkt auf dem Display angezeigt oder zur weiteren Datenverarbeitung und Visualisierung auf einen PC übertragen. Hierfür wurde bei IPE das Softwarepaket „KANGAROO“ (= Karlsruhe Neuronal Network Gas Analyzing Robust Operating Observer) entwickelt, in dem mehrere Mustererkennungsverfahren modular implementiert sind. Die Module lassen sich in Datenakquisition, Datenvorverarbeitung, Datenanalyse (Klassifikation oder Regression) und in das Erstellen der Klassifikatoren oder Regressoren einteilen. Durch die Modularisierung lassen sich neben SAGAS auch gleichzeitig weitere Sensorsysteme anschließen und diese dann in Kombination auswerten. Um eine Validierung und Überwachung der Sensorsysteme zu gewährleisten, können die Daten nach jedem Verarbeitungsschritt visualisiert werden.



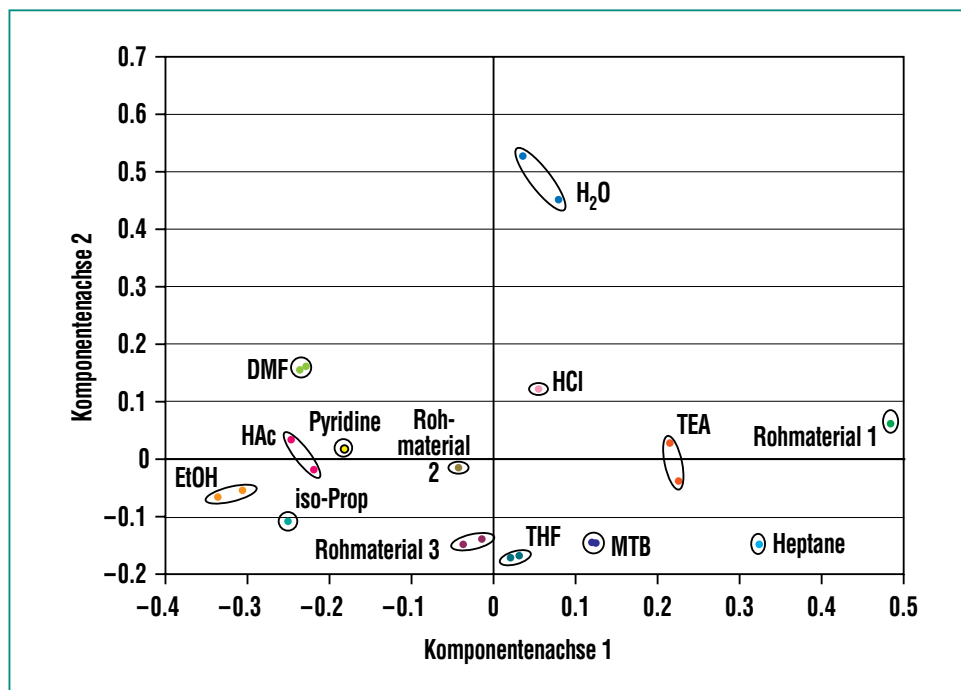
Abb. 4: Das komplette SAW-Sensorsystem, das vom PC oder mit Hilfe eines Mikroprozessors gesteuert werden kann. Die Musteranalyse kann auch im Gerät selbst vorgenommen und das Ergebnis über ein Display zur Anzeige gebracht werden.

## Qualitative Analyse

Hier geht es um die selektive Erkennung einzelner Stoffe oder unterschiedlicher Gasgemische. Im Rahmen eines Industrieprojektes mit der Schering AG wurde die Eignung von SAGAS für die Identifikation von flüssigen oder gasförmigen Rohstoffen für die organische Synthese getestet [11]. Die Abb. 5 zeigt den PCA-Plot von 14 verschiedenen Komponenten, die bei Schering für die Synthese eines Wirkstoff-Zwischenproduktes verwendet werden: Alle Substanzen sind gut voneinander zu unterscheiden. Insbesondere konnte Wasser durch eine geschickte Auswahl von sensitiven Substanzen für das Sensorarray zuverlässig von den anderen Stoffen diskriminiert werden, was am relativ großen Abstand des Clusters für Wasser von den Clustern der anderen Stoffe zu erkennen ist.

## Quantitative Analyse

Bei einer quantitativen Analyse werden die Konzentrationen einzelner Komponenten in einem Stoffgemisch direkt bestimmt. Sie stellt somit eine Steigerung der qualitativen Analyse dar und ist mit SAGAS ebenfalls durchführbar! Industriell erfolgreich erprobt wurde dies bereits bei verschiedenen binären und ternären Mischungen organischer Lösungsmittel [12, 13]. Als Beispiel sei hier die schnelle Prozesskontrolle einer präparativen HPLC-Anlage im Rahmen des oben genannten Industrieprojektes genannt. Dabei war eine On-Line-Überwachung verschiedener binärer Lösemittelgemische erforderlich, um Betriebsstörungen schnell erkennen



**Abb. 5: Hauptkomponentenanalyse (PCA) von 14 verschiedenen Lösemitteln, wie sie für eine einer pharmazeutische Synthese verwendet werden. Ziel war die Identitätskontrolle von organischen Stoffen im Dampfraum von Rohstoffbehältern. Alle Stoffe konnten gut voneinander und insbesondere gegen Wasserdampf diskriminiert werden.**

zu können. Die Messung mit dem Sensorsystem erfolgte quasi kontinuierlich, indem ein Teil des Lösemittelflusses abgezweigt und mittels Permeationszelle in der Gasphase mit dem Sensorsystem analysiert wurde. Analysen von Methanol-Wasser-Mischungen werden hier beispielhaft vorgestellt. In einer Kalibrationsphase mit voreingestellten Konzentrationsverhältnissen wurden zunächst Datensätze für das Training der Mustererkennungs-Software von SAGAS generiert. Die Ergebnisse der nachfolgenden Gemisch-Analysen sind in Abb. 6 dargestellt. Aus dem Diagramm geht hervor, dass über den ganzen Konzentrationsbereich der mittlere Analysefehler bei Hexan-Ethylacetat-Mischungen un-

ter 1% liegt! Bei einem anderen Gemisch aus Methanol und Wasser lag der Analysefehler zwar „nur“ bei 1,25 %, da Methanol und Wasser sehr ähnliche physikalische Eigenschaften aufweisen. Die erreichte Genauigkeit speziell für diese Stoffkombinationen über den weiten Konzentrationsbereich stellt jedoch ein hervorragendes und bislang unerreichtes Ergebnis dar.

Die an diesem Beispiel demonstrierte Genauigkeit gilt allerdings nur für Mischungen einer zuvor eintrainierten Stoffkombination, wie sie bei vielen Messaufgaben in der Prozessanalytik vorliegen. Bei anderen Anwendungen, z.B. in der Umweltanalytik, ist dagegen mit Störungen durch nicht eintrain-



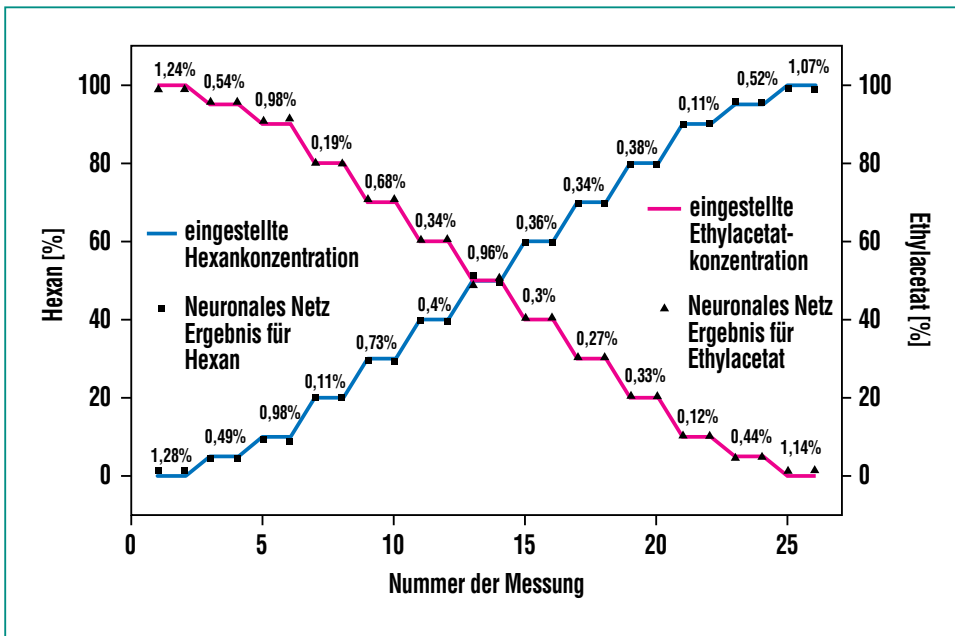


Abb. 6: Quantitative Analyse eines binären Gasmischungs aus Hexan und Ethylacetat mittels neuronaler Netze. Die durchgezogenen Linien stellen die vorgegebenen Konzentrationen und die Symbole jeweils die vom neuronalen Netz erkannten Konzentrationen dar. Die mittlere Abweichung war besser als 1%!

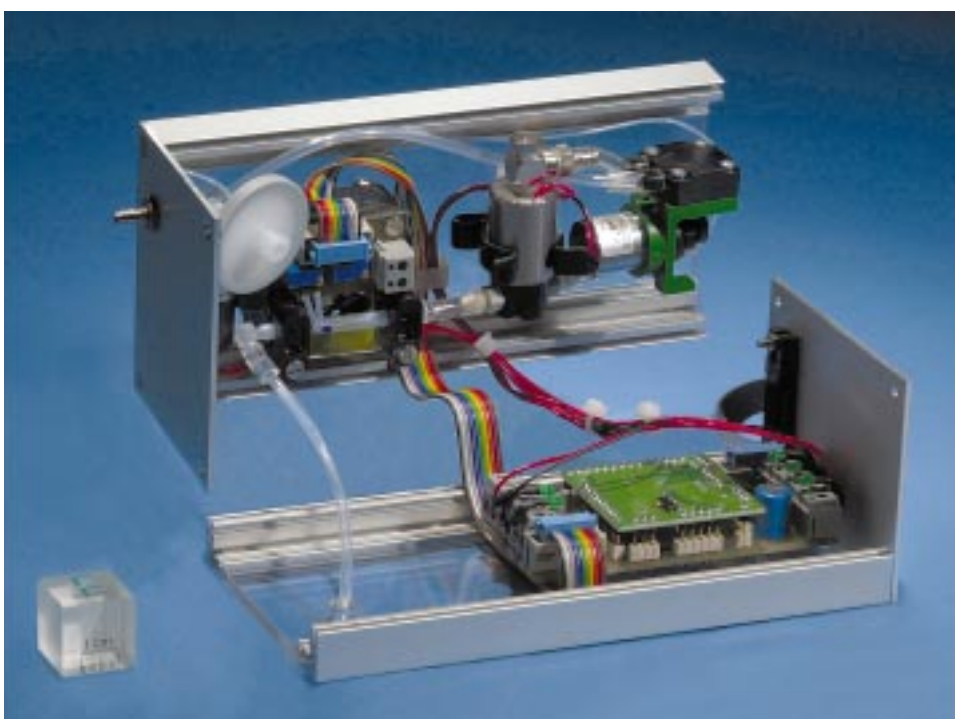


Abb. 7: Foto des geöffneten Trap-Gesamtmoduls mit Ansturelektronik. Es kann optional mit allen SAGAS-Geräten verwendet werden.

nierte Fremdkomponenten zu rechnen. Um Fehlinterpretationen durch die Auswerte-Software zu vermeiden, ist eine vorgeschaltete „Bekannt/Unbekannt“-Erkennung der Sensor-Signalmuster erforderlich. Mittlerweile wurde dies mit den SAGAS-Geräten und den in der Software verwendeten neuronalen Netzen ebenfalls erfolgreich erprobt. Ein anderer Weg, Störkomponenten durch eine spezielle Probenahme auszuschalten, wird im Folgenden erläutert.

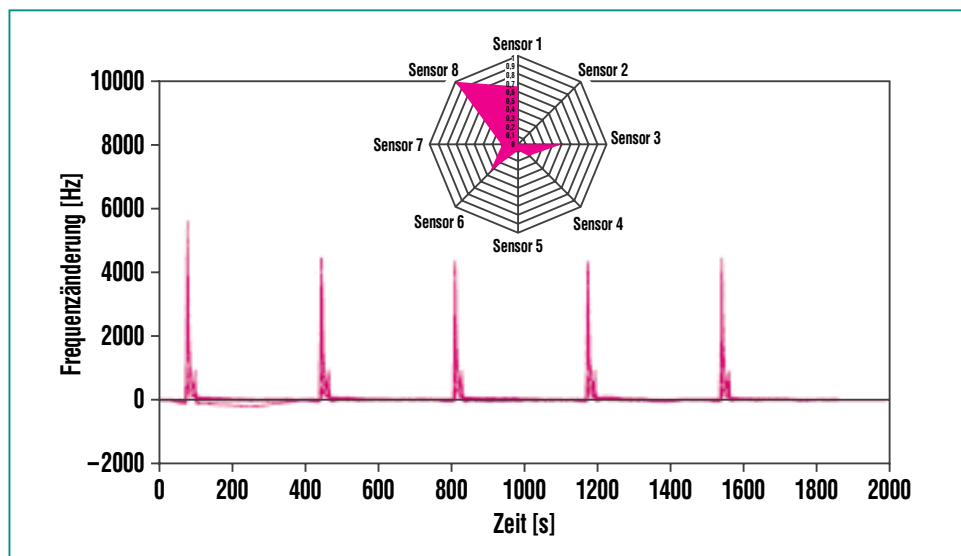
### Neue Entwicklungen / Aktueller Stand

Aktuelle Entwicklungen in der SAW-Sensortechnik zielen auf einen noch kostengünstigeren Aufbau ab, um wirklich „massenmarkttaugliche“ elektronische Nasen für Anwendungen des täglichen Bedarfs zu schaffen. Die Arbeiten sind Teil des HGF-Strategiefonds-Projektes „ELMINA“, welches auch die Kombination eines Metalloxid-Sensorarrays (KAMINA) mit dem SAW-Sensorarray (SAGAS) vorsieht. SAW-seitig ist hierfür die vollständige Integration der Probenahme und Sensortechnik in den elektronischen Aufbau geplant. Das daraus entstehende SAW-Mikroarray existiert bereits in Form eines Adapters, der ein Probevolumen von nur 80µl aufweist. Daraus resultieren extrem geringe Ansprechzeiten: Eine qualitative Analyse benötigt nur noch 2 Sekunden! Eine weitere Neuerung betrifft die Probenahmetechnik: Hierzu wurde im IFIA speziell für SAGAS eine Einheit zur schnellen Anreicherung der Analyten entwickelt (Abb. 7). Diese Technik wird als Trap-Verfahren bezeichnet und beispielsweise

se in der Gaschromatographie eingesetzt. Ihre Miniaturisierung in Kombination mit SAGAS verbessert nun dessen Leistungsfähigkeit in mehrfacher Hinsicht:

- Für die meisten organischen Gase können in Abhängigkeit von Beprobungsdauer und Leistungsfähigkeit des Trap-Materials die Nachweisgrenzen erheblich verbessert werden.
- Durch selektive Anreicherung von spezifischen Stoffgruppen wird die Unterdrückung störender Majorkomponenten, wie z.B. Wasserdampf, möglich.
- Da nur zwei Systemzustände gemessen und miteinander verglichen werden (nicht angereichert – angereichert), kann auf ein Referenzgas verzichtet werden, was eine unabdingbare Voraussetzung für Handgeräte oder kostengünstige Sensornetze zur MAK- oder Unfallüberwachung in Industriebetrieben darstellt.
- Durch den Einsatz der Trap wird der Einfluss langsamer Sensordriften erheblich reduziert. Unabhängig von der Probenahmedauer (Bereich 3-60 min) bleibt die eigentliche kurze Messzeit von nur 10 s konstant! Dies ist überall dort vorteilhaft, wo nur langsame Konzentrationsänderungen zu erwarten sind, beispielsweise bei der Raumluftüberwachung.

Die Abb. 8 zeigt eine typische Messung eines SAGAS-Systems mit Trap. Das Absorbiermaterial „Tenax“ reichert selektiv unpolare Kohlenwasserstoffe (KW), Aromaten und chlorierte KWs an. In der Heizphase werden diese Stoffe



**Abb. 8: Typische Messsignale von SAGAS mit dem Trap-Modul, gefüllt mit Tenax als Absorbens und mehrfacher Probenahme von Perchloroethylen als Analyt bei einer Konzentration von nur 1 ppm!**

Analyt	ZZ [s]	NWG[ppb]	MAK [ppb]
n-Decan	240	15	[500.000]
Styrol	240	16,5	20.000
Xylol	240	31	100.000
Ethylbenzol	240	38	100.000
n-Octan	240	46	500.000
Toluol	240	86	50.000
Tetrachlorethen	150	96	50.000
Benzol	600	410	[1.000]
n-Heptan	140	560	500.000
Tetrachlormethan	600	1.200	10.000
n-Hexan	240	2.300	50.000
Aceton	240	6.400	500.000
Dichlormethan	240	9.000	100.000
Ethanol	240	37.00	500.000

**Tab. 1: Aktuelle Nachweisgrenzen von SAGAS mit Trap. Zusätzlich angegeben sind die Zeiten für die Anreicherung in Sekunden und die derzeitigen Werte für die maximale Arbeitsplatzkonzentration (MAK).**

fe desorbiert und über die Sensoren geleitet: Unabhängig von der eigentlichen Absorptionszeit entstehen scharfe Signalspitzen, die einer Mustererkennung zugeführt werden. Das hier für 1 ppm Perchloroethylen (PER) gezeigte Mus-

ter kann, unabhängig von der Luftfeuchte, noch bis zu extrem niedrigen Konzentrationen von 0,01 ppm sicher erkannt werden. Tab. 1 zeigt nun tabellarisch die aktuellen Nachweisgrenzen des Systems mit Tenax-Trap. Für un-

polare Stoffe sind sie durchweg im ppb-Bereich, was natürlich die Absorptionseigenschaft des Absorbermaterials Tenax widerspiegelt. Mit einem polaren Material, beispielsweise „Carbowax“, könnten auch die Alkohole im ppb-Bereich nachgewiesen werden.

### Zusammenfassung

In diesem Bericht wurde an einem konkreten Beispiel, dem im Forschungszentrum entwickelten Sensorsystem „SAGAS“, das Potenzial „elektronischer Nasen“ aufgezeigt. Es ist in seinem derzeitigen Entwicklungsstadium

nicht nur in der Lage, die verschiedensten organischen Gase schnell und zuverlässig voneinander zu unterscheiden, sondern kann Gasgemische auch quantitativ analysieren. Die Ergebnisse im Rahmen einer Anwendungsstudie bei der Schering AG in Berlin zeigen, dass man in der chemischen Analytik mit der SAW-Gassensorik neue Wege gehen kann. Darüber hinaus erlaubt die große Vielfalt chemisch-sensitiver Polymerbeschichtungen eine einfache Optimierung von SAGAS für die verschiedensten Messaufgaben. Die Verwendung neuer Sensor-schichten und der Einsatz appli-

kationsspezifischer Probenahme-Systeme lassen viel Raum für zukünftige Entwicklungen. Insbesondere sind hierbei spezielle Anreicherungs-einheiten zu nennen, die dem Sensorsystem eine ganze Reihe neuer und aufregender Anwendungsfelder bescheren. Dieses Know-How, generiert im Forschungszentrum, wird künftig bei verschiedenen Lizenzpartnern zu neuen Produkten umgesetzt.

### Literatur

- [1] J.W. Gardner, P.N. Bartlett, *Sensors and Actuators B*, 1994, 18-19, 211
- [2] U. Weimar, K. D. Schierbaum, W. Göpel, *Sensors and Actuators B*, 1, 1990, 93-96
- [3] J. Goschnick et al., *FZKA-Nachrichten*, in diesem Band
- [4] <http://cyranosciences.com/>
- [5] H. Wohltjen, *Sens. and Act.* 1984, 5, 305 ff.
- [6] R. Rojas, „*Theorie der neuronalen Netze*“, Springer-Verlag, Berlin 1993
- [7] M. Rapp, J. Reibel, *Nachr. Chem. Tech. Lab.* 44 (1996), S. 1088-1092
- [8] V. Hartmann, T. Wessa, *GIT, Laborzeitschrift*, April 1999, 332 ff.
- [9] M. Rapp, J. Reibel, A. Voigt, M. Balzer, O. Bülow, *Sensors and Actuators*, B65/1-3 (2000), 169-172
- [10] M. Rapp, B. Böß, A. Voigt, H. Gemmeke, H. J. Ache, *Fresenius J. Anal. Chem.* 352 (1995), 699-704
- [11] M. Rapp, J. Reibel, T. Wessa, *Sonderpublikation der Zeitschrift LaborPraxis "Labor 2000"*, Ausgabe 2000 (B19121) November 1999, S. 122-127
- [12] T. Wessa, S. Küppers, G. Mann, M. Rapp, J. Reibel, *Organic Process Research & Development*, Vol. 4 (2000), 102-106
- [13] T. Wessa, S. Küppers, M. Rapp, J. Reibel, *Sensors and Actuators B, special issue of Prof. Göpel in memoriam*, B70 (2000), 203-213

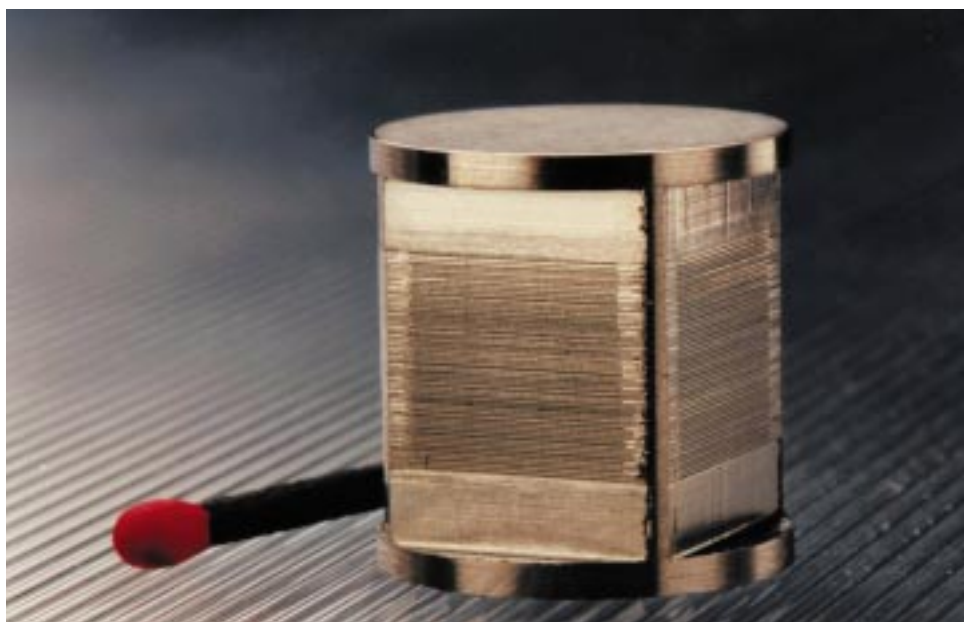
# Metallische Mikrostrukturapparate – neue Wege in der Verfahrenstechnik

K. Schubert, IMVT

## Einleitung

Der metallische Würfel ist gerade mal einen Kubikzentimeter groß und trotz seiner Kleinheit ist er von 8000 sich kreuzenden Mikrokanälen durchzogen, jeder Mikrokanal so fein wie der Durchmesser eines Haares (Abb. 1). Versieht man den Würfel mit Rohranschlüssen, so erhält man einen Mikrostrukturapparat, mit dem sich von einem heißen Flüssigkeitsstrom die Wärmeleistung eines Einfamilienhauses, d. h. ca. 20 Kilowatt, abführen lässt. Mit etwas größeren Würfeln kann dieser Wert problemlos auf das Zehnfache gesteigert werden. Diese riesigen, mit normalen Apparaten bei weitem nicht erreichbaren Wärmeabfuhraten in kleinstem Raum erklären sich dadurch, dass in Mikrokanälen die Wärmeübergänge um Größenordnungen höher sind als in den Strömungskanälen konventioneller verfahrenstechnischer Apparate.

Das Anwendungspotential für solche Kleinstapparate könnte insbesondere in der chemischen Technik liegen, dort wo die Abfuhr von extrem hohen Wärmeleistungen bei chemischen Reaktionen und deren exakte Temperaturkontrolle oft von entscheidender Bedeutung sind – und zwar sowohl für die Produktqualität als auch für die Betriebssicherheit. In einer zukünftigen chemischen Produktion könnte der Einsatz dieser miniaturisierten Chemieapparate völlig neue Wege in vielen Bereichen eröffnen. Eine der vielleicht nicht mehr allzu fern liegenden Visionen ist es, dass die heutigen, viele Kubikmeter gro-



**Abb. 1: Metallischer Kern eines Mikrostrukturapparats in Würfelform, der von 8 000 sich kreuzenden Mikrokanälen durchzogen ist, jeder Mikrokanal so fein wie ein Haar. Mit Wasser als Medium kann in diesem Würfel von einem Kubikzentimeter eine Wärmeleistung von 20 Kilowatt übertragen werden, was dem Wärmebedarf eines Einfamilienhauses entspricht. Das Anwendungspotential für diese extrem leistungsfähigen Miniaturapparate wird in der chemischen und thermischen Verfahrenstechnik gesehen.**

ßen Rührkessel mit ihren bekanntlich unbefriedigenden Wärmeabfuhereigenschaften durch einige wenige Mikrostrukturapparate ersetzt werden. Dadurch werden die Mengen der miteinander reagierenden, oft giftigen und explosiven Chemikalien drastisch erniedrigt, und entsprechend reduziert sich das Gefahrenpotential. Neben der erhöhten Betriebssicherheit erhofft man sich durch die verbesserte Temperaturkontrolle in Mikroreaktoren eine größere Nutzung der Ausgangsrohstoffe – Ressourcenschonung heißt hier das Stichwort – und letztlich, wie bei jeder industriellen Anwendung, eine bessere Wirtschaftlichkeit des Herstellungsprozesses. Aber auch außerhalb der Chemie lassen die

herausragenden wärmetechnischen Eigenschaften der Mikroapparate eine Vielzahl von Einsatzmöglichkeiten im effizienten Wärmemanagement von industriellen Prozessen erwarten.

Auf der Basis solcher leistungsfähigen Mikrostrukturapparate, wie sie im IMVT entwickelt werden, ist im Forschungszentrum Karlsruhe ein neues Forschungs- und Technologiegebiet entstanden, die Mikroverfahrenstechnik, an der mittlerweile neben dem IMVT fünf weitere Institute des Zentrums beteiligt sind: ITC-CPV, IRS, IPE, IMF I und IMF III. Ein gelungenes Beispiel für die organisationsübergreifende Kompetenznutzung, wie sie nur in einem Großforschungszentrum möglich

ist. Als Ziel der gemeinsamen Arbeiten will man in der Mikroverfahrenstechnik die herausragenden Eigenschaften der Mikrostrukturapparate in vielfältiger Weise zur Verbesserung und Intensivierung von chemischen und thermischen Prozessen nutzen und darüber hinaus in völlig neuartige verfahrenstechnische Bereiche gewinnbringend vordringen, die der klassischen Verfahrenstechnik verschlossen sind.

Auch außerhalb des Forschungszentrums haben die Mikrostrukturapparate und ihre Potentiale für die Verfahrenstechnik in den letzten Jahren ein rasant gestiegenes Interesse in der einschlägigen Fachwelt gefunden [1], [2]. So arbeitet heute weltweit eine ständig wachsende Zahl von Forschergruppen in Wissenschaft und Industrie auf diesem relativ jungen und attraktiven Technologiegebiet, zum Teil auch mit ganz unterschiedlichen Lösungsansätzen und Konzepten [3], aber mit der gleichen Zielrichtung wie hier im Forschungszentrum.

### Technische Durchsätze und vielversprechende Eigenschaften

Die grundlegende Idee, chemische und thermische Prozesse in Mikrokanälen eines Kleinstapparates zu führen, entstand vor wenig mehr als zehn Jahren im Forschungszentrum Karlsruhe. Zu der Zeit hatte man mit ersten Prototypapparaten gerade experimentell demonstriert, dass Wärmeübergänge in Mikrokanälen um bis zum Hundertfachen effektiver sind als in den Strömungs-

kanälen von herkömmlichen Wärmeübertragern [4], [5]. Und diese Vorteile will man für technische Anwendungen nutzen, z. B. für chemische Reaktionen, die bekanntermaßen oft mit heftiger und großer Wärmeproduktion verbunden sind. Auch bei vielen anderen verfahrenstechnischen Vorgängen, wie extrem schnelles Erhitzen oder Abkühlen von Fluiden, Verdampfen, Kondensieren, Mischen, Emulgieren kann eine Prozessführung in Mikrokanälen von Mikrostrukturapparaten zu erheblichen Verbesserungen führen. Das im IMVT verfolgte Konzept sieht vor, Tausende oder gar Zehntausende von Mikrokanälen in einer einzigen Funktionseinheit

zusammenzubündeln. So erhält man hocheffiziente Mikrostrukturapparate wie Mikroreaktoren, Mikrowärmeübertrager und Mikromischer mit den für technische Anwendungen erforderlichen hohen Durchsätzen und vermeidet bzw. minimiert unnötige Parallelschaltungen [6].

Ein solcher Mikrostrukturapparat, der große Stoffdurchsätze erlaubt, ist in Abb. 2 in seiner technischen Ausführung gezeigt. In einem würfelförmigen Mikrostrukturkörper von nur 3 cm Kantenlänge sind hier insgesamt 15 000 Mikrokanäle auf zwei Passagen aufgeteilt im Kreuzstrom untergebracht. In der einen Hälfte der Mikrokanäle läuft z. B. eine chemi-



**Abb. 2: Technische Ausführung eines Mikrostrukturapparates aus Edelstahl für große, industrielle Stoffdurchsätze für verfahrenstechnische Anwendungen. Der innere Kern des Apparates ist ein würfelförmiger Körper mit 3 cm Kantenlänge. Er enthält insgesamt 15 000 Mikrokanäle, die auf zwei Passagen aufgeteilt sind. Mit Wasser als Testmedium können bis 7 000 Liter pro Stunde durch die Mikrokanäle der einen Passage gepumpt werden und dabei bis zu 200 Kilowatt Wärmeleistung auf die Kühlflüssigkeit in der im Kreuzstrom verlaufenden zweiten Passage übertragen werden.**

sche Reaktion ab, die Wärme produziert. In der anderen Hälfte der Kanäle strömt eine Kühlflüssigkeit, welche die entstehende Wärme effektiv und gezielt abführt. Zum Anschluss der Mikrokanäle an die äußere Makrowelt ist der Würfel in ein kreuzförmiges Gehäuse mit normalen Rohranschlüssen eingeschweißt, und zwar vakuumdicht. Diese hohe Dichtigkeit stellt sicher, dass auch nicht die geringsten Spuren der chemischen Reaktionsmedien in die Kühlflüssigkeit oder in die Außenwelt gelangen. Durch diesen Mikrostrukturapparat können 7 000 Liter pro Stunde an wässriger Chemielösung durchgepumpt und eine Wärmeleistung von bis zu 200 Kilowatt auf eine Kühlflüssigkeit übertragen werden. 7 000 Liter pro Stunde, dies entspricht bei Tag- und Nachtbetrieb einem Jahresdurchsatz von etwa 60 000 Tonnen für eine einzige Mikrostruktureinheit, ein Durchsatz, den man durchaus als technisch relevant bezeichnen kann. Und sollte ein noch größerer Durchsatz gefordert sein, so könnte man durch das Parallelschalten von einigen wenigen dieser Mikrostruktureinheiten auch Stoffdurchsätze von mehreren 100 000 Tonnen pro Jahr erreichen bei Wärmeübertragungsleistungen, die dann im Megawatt-Bereich liegen. Fazit ist: Große und technisch relevante Durchsätze dürften für die Mikrostrukturapparate des IMVT kein Problem sein.

Neben der Möglichkeit, große Stoffdurchsätze zu realisieren, besitzen die metallischen Mikrostrukturapparate weitere vielversprechende Eigenschaften: Be-

dingt durch die große Anzahl von Mikrokanälen, die in kleinsten Volumina angeordnet sind, ergeben sich hohe spezifische innere Oberflächen von bis zu 30 000 Quadratmeter pro Kubikmeter, vergleichbar mit der menschlichen Lunge. Mit wässrigen Medien werden daher Aufheiz- bzw. Abkühlzeiten im Bereich von Millisekunden erzielt und spezifische Wärmeübertragungsraten, die um viele Faktoren über denen von konventionellen Apparaten liegen [7]. Aufgrund dieser Eigenschaften ist eine in der konventionellen Technik nicht erreichbare äußerst präzise Temperaturkontrolle von verfahrenstechnischen Prozessen möglich. Chemische Prozesse, die stark exotherm sind und damit eine große Wärmeproduktion haben, können dann isotherm, d. h. mit konstanter, optimaler Betriebstemperatur gefahren werden. Dies steigert die Ausbeute an dem gewünschten chemischen Produkt und damit die Wirtschaftlichkeit. Eine Erhöhung der Produktausbeute bedeutet auch eine Verringerung der eingesetzten Ausgangsmaterialien und der Abfallströme, was letztendlich der Umwelt zugute kommt. Dass erhebliche Ausbeutesteigerungen bei stark exothermen chemischen Prozessen durch den Einsatz von Mikroreaktoren auch realisierbar sind, wurde im Labormaßstab an einem Mikroreaktor des Forschungszentrums am Beispiel einer exothermen Gasphasen-Reaktion bei einem Partner in der chemischen Industrie erfolgreich nachgewiesen [8].

Exotherme chemische Prozesse mit exzessiver Wärmeentwick-

lung werden wegen der nicht sehr effektiven Wärmeabfuhr in konventionellen Chemieapparaten oft mit Verdünnungsmedien in hohem Überschuss gefahren, die anschließend wieder kostenaufwendig abgetrennt werden müssen. Auf Verdünnungsmedien kann bei einem Mikrostrukturreaktor verzichtet werden, und die Reaktion wird trotzdem sicher und kontrolliert geführt. Ein „Durchgehen“ der chemischen Reaktion und eine damit möglicherweise verbundene Freisetzung von Chemikalien wird durch die im Überfluss vorhandene Wärmeabfuhrkapazität des Mikroreaktors wirkungsvoll verhindert. Entsprechende Versuche dazu, d. h. Reaktionen mit „unverdünnten“, stark exotherm miteinander reagierenden flüssigen Medien wurden im Rahmen einer Industriekooperation im IMVT mit speziell entwickelten Mikroreaktoren erfolgreich durchgeführt [9].

Die hohe Druckfestigkeit der Mikrostrukturapparate bis zu mehreren hundert bar Überdruck und die explosionshemmende Wirkung der Mikrokanäle sind von erheblicher Bedeutung für die Betriebssicherheit, insbesondere wenn man mit toxischen oder explosiven Stoffen umgeht.

Die Druckfestigkeit, die durch statische Langzeittests und dynamische Druckbelastungsversuche nachgewiesen wurde [6], ist nicht nur bei Betriebsstörungen sicherheitstechnisch wichtig, sondern auch für chemische Verfahren, wo hohe Betriebsdrücke erforderlich sind. Dies ist z. B. bei chemischen Reaktionen in und mit überkritischen Fluiden der Fall, ein neues und vielverspre-

chendes Anwendungsgebiet für Mikrostrukturreaktoren, welches zusammen mit den Experten des ITC-CPV gestartet wurde.

Aufgrund der ebenfalls experimentell nachgewiesenen explosionshemmenden Wirkung der Mikrokanäle [6] sind Reaktionen mit explosiven Gasgemischen ein besonders attraktives Einsatzgebiet für die Mikrostrukturapparate. Ausführliche Versuche dazu wurden am Beispiel des wohl bekanntesten explosiven Gasgemisches durchgeführt, dem Knallgas, welches aus Wasserstoff und Sauerstoff besteht. Die Experimente bestätigten, dass die äußerst explosiven Knallgasgemische in den Mikrokanälen kontrolliert und sicher zur Reaktion gebracht werden können und dass die entstehende Reaktionswärme über die Mikrokanäle der Kühlpassage nutzbringend aus dem Mikrostrukturreaktor abgeführt werden kann [10], [11]. Diese mehr zur Demonstration des Potentials der Mikrostrukturapparate durchgeführte Untersuchungen sind auch für bestimmte technische Anwendungen interessant, die gemeinsam mit einem Industriepartner untersucht werden, wie z. B. die Wärmeerzeugung in den Wasserstoff-Erzeugungssystemen von zukünftigen Fahrzeugen mit Brennstoffzellenantrieb [12].

### Praxisnahe Fertigung und standardisierte Bauformen

Die metallischen Mikrostrukturapparate für chemische und thermische Prozesse werden im IMVT als Prototypen für spezielle Anwendungen und in standardisier-

ten Bauformen mit einem bewährten, ebenfalls weitgehend standardisierten Herstellungsverfahren gefertigt.

Folgendes Fertigungsprinzip wird angewendet: In die Oberfläche von metallischen Folien werden parallel verlaufende Mikrokanäle eingearbeitet. Dies geschieht hauptsächlich mit Mikroschneidwerkzeugen durch Präzisionsdrehen oder Präzisionsfräsen. Wenn eine kompliziertere Formgebung der Mikrokanäle erforderlich ist, werden auch Mikroätztechniken eingesetzt.

Als Materialien wurden bisher Edelstähle, Aluminiumlegierungen, Kupfer, Silber und Rhodium verwendet. Für chemisch sehr aggressive Medien wurden das korrosionsbeständige Palladium und verschiedene Hastelloy-Sorten, das Wunschmaterial in der chemischen Technik, in den Fertigungsprozess eingeführt. Über keramische Materialien, aus denen im IMF III Kompaktreaktoren für die Mikroverfahrenstechnik gebaut werden, wird im vorliegenden Heft in einem gesonderten Beitrag des IMF III berichtet.

Die mikrostrukturierten Folienplättchen werden anschließend zwischen zwei Deckplatten abwechselnd kreuzweise übereinander gestapelt und in einem Diffusionsschweißofen bei genau definierten Kombinationen von Presskraft und hohen Temperaturen, die bis zu 1100 °C gehen, unlösbar miteinander verbunden. Aus dem Folienstapel ist jetzt ein zusammenhängender Mikrostrukturkörper geworden, der von Tausenden sich kreuzenden Mikrokanälen durchzogen ist. Um

auch nicht diffusionsschweißbare Materialien verwenden zu können, was die Materialpalette beträchtlich erweitern würde, haben die Spezialisten im Nachbarinstitut IMF I vielversprechende Entwicklungen begonnen, auch solche Folien mit Mikro-Laserschweißen zu einem Mikrostrukturkörper zusammenzufügen.

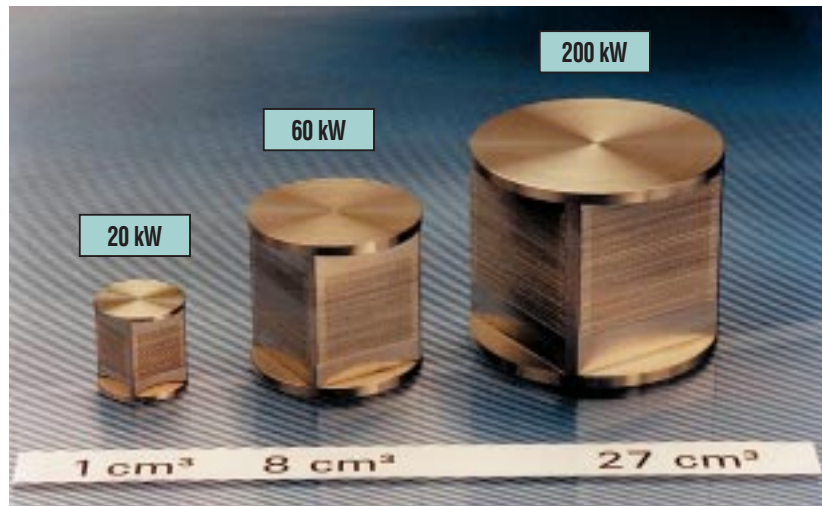
Um nun Flüssigkeiten oder Gase durch die Mikrokanäle leiten zu können, wird der Mikrostrukturkörper meist in einer Elektronenstrahlschweißanlage vakuumdicht und überdruckfest in ein Gehäuse mit Rohranschlüssen (vgl. Abb. 2) eingeschweißt oder mit entsprechenden Adaptern versehen.

Diese Fertigungsmethode für Mikrostrukturapparate wurde in den letzten Jahren durch die Optimierung und Standardisierung der einzelnen Fertigungsschritte fortlaufend verbessert hinsichtlich der Reproduzierbarkeit, der Zuverlässigkeit und der Herstellungskosten der Mikroapparate. Durch die Einführung eines ausführlichen Dokumentations- und Qualitätssicherungssystems wird die Übertragbarkeit der Fertigung auf die Industrie vorbereitet.

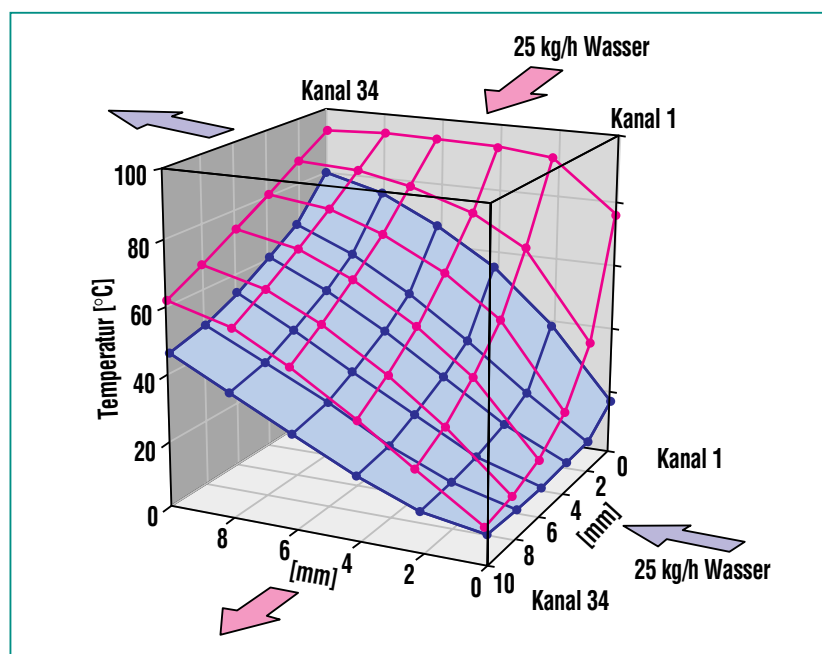
Wesentlich für die Fortschritte war auch die konsequente Ausrichtung des Fertigungsprozesses auf die Herstellung von Mikrostrukturapparaten in standardisierten Bauformen. Als Beispiele sind in Abb. 3 drei standardisierte, unterschiedlich große Bauformen von Mikrostrukturapparaten vor ihrer Adaptierung mit Rohranschlüssen gezeigt. Der kleinste Apparat in Form eines Würfels

mit einem Zentimeter Kantenlänge ist für maximal 700 Liter Wasserdurchsatz pro Stunde und eine übertragbare Wärmeleistung von 20 kW geeignet. Der größte Würfel mit drei Zentimeter Kantenlänge erlaubt Wasserdurchsätze von maximal 7 000 Liter pro Stunde bei 200 kW Wärmeübertragungsleistung. Mit den drei Bauformen lassen sich auch alle Werte zwischen wenigen Litern pro Stunde bis 7 000 Litern pro Stunde und den entsprechenden Wärmeleistungen praktisch stufenlos einstellen. Dazu werden die drei Bauformen, jede für sich, mit unterschiedlich großen, wiederum standardisierten Durchmessern der Mikrokanäle ausgestattet sowie mit einer durch das Fertigungsverfahren frei vorgebaren Anzahl von Mikrokanälen. Durch diese Flexibilität bei den standardisierten Bauformen lässt sich ein weiter Bereich von verfahrenstechnischen Aufgaben, wie sie aus der Industrie angefragt werden, allein schon mit diesen drei Bauformen abdecken.

Bei der Auslegung der Standard-Apparate für die ganz unterschiedlichen verfahrenstechnischen Aufgabenstellungen aus der Industrie hat sich die gemeinsam mit dem IRS entwickelte Computer-Simulation der Wärmeverläufe in einem Mikroapparat als äußerst wertvolles Instrument bewährt. Mit den durch Experimente bestätigten Computerprogrammen kann man heute den Strömungs- und Temperaturverlauf in jedem einzelnen Mikrokanal eines Mikroapparates vorausberechnen, wie dies in Abb. 4 beispielhaft gezeigt ist. [13]. Auf-



**Abb. 3: Standardisierte Mikrostrukturapparate in unterschiedlichen Baugrößen vor dem Einschweißen in ein Gehäuse mit Rohranschlüssen, wie es in Abb. 2 gezeigt ist. Die kleinste Bauform ist, mit Wasser als Testflüssigkeit, bis 700 Liter Durchsatz pro Stunde und bis zu einer übertragbaren Wärmeleistung von 20 Kilowatt geeignet, die größte Bauform bis 7 000 Liter pro Stunde und bis 200 Kilowatt Wärmeleistung. Alle Zwischenwerte lassen sich mit den drei Bauformen realisieren.**



**Abb. 4: Beispiel für die Computersimulation der Temperaturverläufe in den einzelnen Mikrokanälen eines Mikrostrukturwärmeübertragers in Kreuzstrombauweise. Aus solchen Ergebnissen lassen sich wertvolle Rückschlüsse für die Optimierung der Auslegung, der Fertigung und der Betriebsbedingungen der Mikroapparate ziehen.**



grund der Ergebnisse lassen sich dann Rückschlüsse für die Auslegung, die Fertigung und auch für die einzustellenden Betriebsbedingungen der Mikrostrukturapparate für den jeweiligen Anwendungsfall ziehen [14].

Die Standard-Apparate sind auch für chemische Gasphasen-Reaktionen verwendbar, die die Integration eines Katalysators erfordern. Die einfachste Möglichkeit besteht darin, den gesamten Mikrostrukturapparat aus dem katalytisch aktivem Material zu fertigen. Hier wurden schon Mikrostrukturapparate aus Silber und aus Rhodium hergestellt und erfolgreich erprobt [8], [15]. Für Reaktionen, bei denen Katalysatoren aus Vollmaterial nicht ausreichend sind, wurden verschiedene Verfahren entwickelt, um die Mi-

krokanäle der Apparate mit dünnen, porösen und katalytisch aktiven Schichten zu versehen. Solche porösen Schichten vergrößern die an sich schon große innere Oberfläche der Mikrostrukturapparate nochmals um mehrere Größenordnungen. Abb. 5 zeigt einen Querschnitt durch einen Mikrostrukturapparat aus Aluminium. Auf den Wänden der Mikrokanäle wurde mit anodischer Oxidation eine poröse und festhaftende Schicht aus Aluminiumoxid erzeugt, die durch Tränkimprägnierung mit einem Katalysator aus Edelmetall versehen wurde [16]. Mikrostrukturapparate aus Edelstahl wurden mit speziell entwickelten Sol-Gel-Verfahren [17] und durch die Abscheidung von Nanopartikeln [18] mit katalytisch aktiven Schichten ausgestattet und im Rahmen einer Industriekooperation erfolgreich mit Gasphasen-Reaktionen erprobt.

### Modularer Baukasten für die Mikroverfahrenstechnik

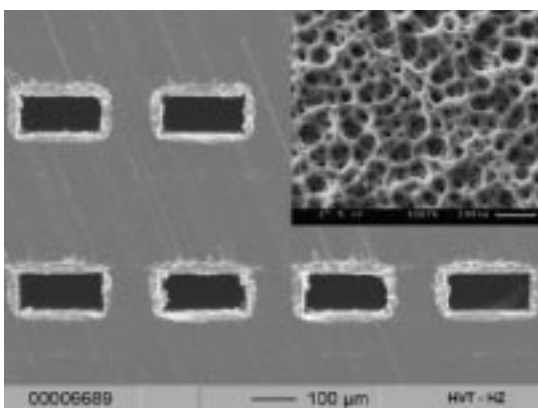
Aus den bisher entwickelten, standardisierten Mikrostrukturapparaten des IMVT lässt sich nun ein regelrechter „Baukasten“ zusammenstellen, in dem möglichst viele modulartige Bauformen für verfahrenstechnische Grundoperationen angeboten werden. Ein solcher Baukasten für die Mikroverfahrenstechnik wird die Chancen für den zukünftigen technischen Einsatz der Mikrostrukturapparate und vor allem auch die Akzeptanz der Mikroverfahrenstechnik bei der Industrie erhöhen.

Die längerfristige Vorstellung dabei ist, dass man je nach Anforderung

aus der verfahrenstechnischen Industrie in den Baukasten „hineingreift“, sich die passenden Bausteine bzw. Module herausholt und über standardisierte Schnittstellen flexibel miteinander kombiniert, um die gestellte verfahrenstechnische Aufgabe zu erfüllen.

Eine exemplarische Auswahl von vorhandenen, standardisierten Mikrostrukturapparaten des Baukastens ist in Abb. 6 gezeigt: Mikrostrukturwärmetauscher in verschiedenen Größen als Kreuz- und als Gegenströmer. Mikrostrukturreaktoren für chemische Reaktionen mit flüssigen und gasförmigen Medien sowie statische Mikromischer in unterschiedlichem Design, deren herausragenden Vermischungseigenschaften von externen Partnern bereits demonstriert wurden [19], [20].

Ein Beispiel für eine bereits erfolgte Anwendung dieses Baukastens auf eine konkrete verfahrenstechnische Aufgabenstellung aus der Industrie wird im folgenden beschrieben. Für zukünftige Anwendungen in einer Weltraumstation sollen explosive Gasgemischungen aus Wasserstoff und Sauerstoff bei stark schwankenden Gasdurchflüssen vollständig und vor allem sicher in Wasser umgewandelt werden. Zur Lösung dieser Aufgabe wurden drei Standard-Bauteile aus dem in Abb. 6 gezeigten Baukasten modulartig über standardisierte Schnittstellen bzw. Rohranschlüsse zu einem mikroverfahrenstechnischen System verbunden: Ein Mikromischer zur Vermischung der beiden Gasströme, ein Mikroreaktor, um das explosi-



**Abb. 5: Querschnitt durch einen Mikrostrukturapparat aus Aluminium für chemische Gasphasen-Reaktionen. Auf den Wänden der rechteckigen Mikrokanäle erkennt man eine dünne helle Schicht, die aus Aluminiumoxid besteht und durch anodische Oxidation erzeugt wurde. In der rechten oberen Bildhälfte ist eine Ausschnittsvergrößerung dieser äußerst porösen Schicht gezeigt, die durch Tränkimprägnierung mit einem für die chemische Reaktion geeigneten Katalysator versehen wird.**

ve Gasgemisch in den mit Katalysator beschichteten Mikrokanälen gefahrlos zur Reaktion zu bringen und ein Mikrowärmetauscher, der das entstandene Reaktionsprodukt Wasserdampf abkühlt und zu flüssigem Wasser kondensiert. Dieser in Abb. 7 gezeigte modulartige Aufbau wurde gemeinsam mit Industriepartner erfolgreich getestet [21].

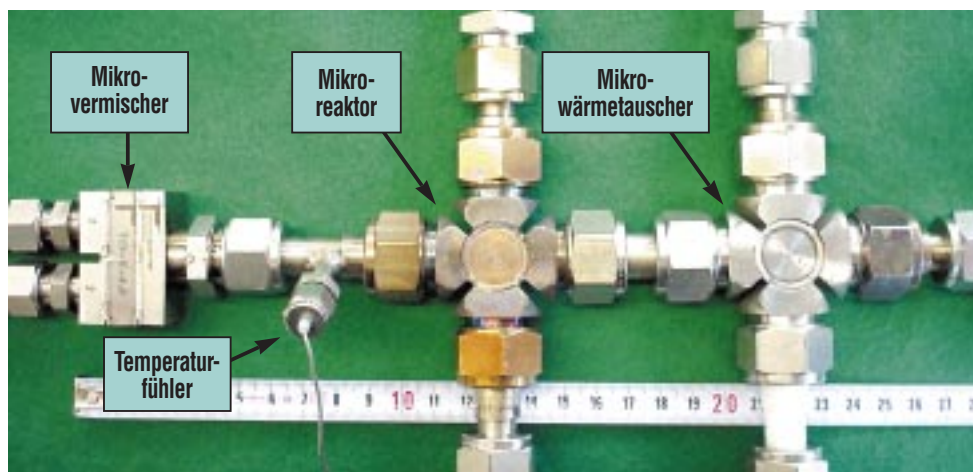
In Ergänzung zu den in Abb. 6 gezeigten Bauformen wurden weitere neuere Bauformen von Mikrostrukturapparaten für den Baukasten entwickelt, die im folgenden kurz vorgestellt werden (Abb. 8).

Für stark exotherme chemische Prozesse mit flüssigen Medien steht eine neuartige Modulreihe von Mikroreaktoren und Mikromischern zur Verfügung, die im Rahmen einer Industriekooperation erfolgreich im Technikum des IMVT getestet wurde [9]. Das Besondere dieser Baureihe ist, dass beim Zusammenflanschen der Reaktormodule der „Totraum“, d. h. der nicht temperaturkontrollierte Raum zwischen den Modulen, vernachlässigbar klein ist.

In dem neu entwickelten, sogenannten Katalytbrenner mit drei Fluidpassagen und sechs Rohranschlüssen wird die Reaktionswärme einer chemischen Gasphasenreaktion genutzt, um Flüssigkeiten zu erhitzen und falls erforderlich zu verdampfen. Die Reaktion wird dabei im Inneren des Mikroapparates durch spezielle Einbauten so gesteuert, dass die Reaktionswärme gleichmäßig in Längsrichtung des Apparates entsteht, so dass keine unzulässigen hot-spots entstehen können. Solche Katalytbrenner wur-



**Abb. 6: Modularer Baukasten für die Mikroverfahrenstechnik: Standardisierte Mikrostrukturapparate, wie Mikroreaktoren, Mikrowärmeübertrager und Mikromischer, die über ebenfalls standardisierte Schnittstellen flexibel miteinander kombiniert werden können, um die gestellten verfahrenstechnischen Aufgaben zu lösen.**



**Abb. 7: Beispiel für den Einsatz des in Abb. 6 gezeigten Baukastens bei der katalytischen Umwandlung von explosiven Gasgemischen aus Wasserstoff und Sauerstoff in Wasser für eine zukünftige Anwendung in einer Weltraumstation. Drei Standard-Bauteile aus dem Baukasten wurden dazu modulartig zu einem mikroverfahrenstechnischen System miteinander verbunden. Ein Mikromischer zur Vermischung der beiden Gasströme, ein Mikroreaktor, um das explosive Gasgemisch in den mit Katalysator beschichteten Mikrokanälen gefahrlos zur Reaktion zu bringen und ein Mikrowärmetauscher, der das Reaktionsprodukt Wasserdampf abkühlt und zu flüssigem Wasser kondensiert. Der Aufbau wurde gemeinsam mit einem Industriepartner erfolgreich erprobt.**



**Abb. 8: Weitere neue Bauformen von Mikrostrukturapparaten für den Ausbau des mikroverfahrenstechnischen Baukastens für chemische und thermische Prozesse aus der industriellen Verfahrenstechnik.**

den im IMVT und bei einem Industriepartner zur Verdampfung von Wasser bzw. von Wasser/Methanol-Gemischen mit Erfolg getestet [12].

Mit elektrisch beheizten Mikrostrukturapparaten können Prozessströme einfach, präzise und schnell auf wesentlich höhere Temperaturen erhitzt werden, als dies mit Thermoöl betriebenen Mikrowärmeübertragern erreichbar ist [22]. Diese elektrisch betriebenen Apparate, deren Regelung gemeinsam mit dem IPE entwickelt wird, sind auch für endotherme, d. h. wärmeverbrauchende chemische Prozesse einsetzbar, wie dies bei der Erzeugung von Wasserstoff aus einem Methanol/Wasser-Ge-

misch im IMVT mit Erfolg gezeigt wurde [23].

Eine weitere Bauform, die die Vorteile der Mikrostrukturtechnik besonders eindrucksvoll demonstriert, ist ein „thermisch taktbarer“ Mikrostrukturreaktor mit integriertem Katalysator, dessen Temperatur im Sekundenbereich gezielt um 100 Kelvin erhöht bzw. erniedrigt werden kann [24]. Durch dieses schnelle thermische Takten des Katalysators, welches nur mit Mikrostrukturen realisierbar ist, wird eine Effizienzsteigerung bei chemischen Gasphasenreaktionen erwartet.

Neben diesen metallischen Mikrostrukturapparaten enthält der Baukasten bereits einen ersten Apparat aus Kunststoff, wie er mit

Laser-Stereolithografie, dem sogenannten Rapid-Prototyping-Verfahren, schnell und mit leicht zu variierenden Designs hergestellt wird.

Und last but not least wird der Baukasten durch einen Kompaktreaktor aus Keramik abgerundet, der vom IMF III entwickelt wurde (vgl. gesonderten Beitrag des IMF III). Keramik als Werkstoff erweitert das Anwendungspotential der Mikrostrukturapparate in Richtung Korrosionsbeständigkeit und Hochtemperaturanwendungen natürlich ganz erheblich.

Diese bereits heute schon große Vielfalt von Bauformen des Baukastens Mikroverfahrenstechnik wird fortlaufend durch neue Bausteine zu erweitern sein, um auf möglichst viele Anforderungsfälle der Industrie schnell und flexibel reagieren zu können.

Der Gedanke eines modularen Baukastens wird inzwischen auch durch das BMBF in einem strategischen Forschungsprojekt gefördert, in dem das IMVT eng mit anderen Projektpartnern zusammenarbeitet. In diesem Projekt will man einen allgemeinen Baukasten mit in ganz Deutschland gültigen Schnittstellen erarbeiten, um auch die unterschiedlichsten Mikrostrukturapparate von verschiedenen Herstellern flexibel untereinander verbinden zu können. Die Einbindung von zahlreichen Industriefirmen als potentielle Anwender in das Projekt trägt sicherlich wesentlich zu einer zukünftigen Implementierung der Mikroverfahrenstechnik in der Industrie bei.

## Zusammenfassung und Ausblick

Für industrielle Anwendungen in der chemischen und thermischen Verfahrenstechnik werden metallische Mikrostrukturapparate entwickelt, die sich durch technisch relevante Durchsätze auszeichnen sowie durch extrem hohe spezifische Wärmeübertragungsraten, die um viele Faktoren über denen von konventionellen Apparaten liegen. Das hohe Entwicklungspotential der Mikrostrukturapparate wurde durch Beispielprozesse experimentell demonstriert. Die Fertigungsmethode, mit der die Mikroapparate hergestellt werden, wurde weiter verbessert, und die zukünftige Übertragbarkeit auf die Industrie wird durch geeignete Maßnahmen vorbereitet. Mit standardisierten Bauformen der Mikroapparate lassen sich weite Anwendungsbereiche abdecken. Computersimulationen der Wärmevorgänge in den Mikroapparaten sind wertvolle Instrumente für die Auslegung und die Fertigung der Apparate für die unterschiedlichsten Anwendungsfälle geworden. Für die Verwendbarkeit der Standardap-

parate für heterog katalysierte Gasphasenreaktionen wurden neue Verfahren entwickelt, um die Mikrokanäle der Apparate nachträglich mit oberflächenvergrößernden, katalytisch aktiven Schichten zu versehen. Aus den standardisierten Bauformen ist ein Baukasten für die Mikroverfahrenstechnik zusammengestellt worden, dessen Bausteine sich untereinander flexibel miteinander kombinieren lassen, um verfahrenstechnische Aufgabenstellungen aus der Industrie zu erfüllen.

Auf der Basis der Mikrostrukturapparate ist im Forschungszentrum ein neues, zukunftsträchtiges Forschungs- und Technologiegebiet entstanden, die Mikroverfahrenstechnik, an der mittlerweile neben dem IMVT noch fünf weitere Institute beteiligt sind. Diese organisationsübergreifende Kompetenznutzung erhöht die Chancen für eine zukünftige industrielle Anwendung der Mikroverfahrenstechnik ganz entscheidend. Die Herausforderung für die nächsten Jahre liegt jetzt darin, durch erfindungsreichen Einsatz der Mikrostrukturapparate

eine Vielzahl von chemischen und thermischen Prozessen zu verbessern und darüber hinaus gewinnbringend neuartige Verfahrensführungen zu entwickeln und zu implementieren, die mit bisherigen Techniken einfach nicht vorstellbar sind.

## Danksagung

Herzlichen Dank an alle Mitarbeiterinnen und Mitarbeiter des IMVT für ihr Engagement und für die hervorragenden Entwicklungsarbeiten und Ergebnisse, die ich hier nur stellvertretend für Sie zusammengestellt habe.

Dank auch an die an der Mikroverfahrenstechnik beteiligten Institute, ITC-CPV, IRS, IPE, IMF I, IMF III, für die gemeinsamen Anstrengungen, die Mikroverfahrenstechnik zum Erfolg zu führen.

## Literatur

- [1] W. Ehrfeld, V. Hessel, H. Löwe, *Microreactors*, Wiley-VCH Verlag, Weinheim 2000
- [2] K. F. Jensen, *Chem. Eng. Sci.* 56 (2001) S. 293/303
- [3] V. Hessel, H. Löwe, *Chemie Ingenieur Technik*, 74 (1-2), S. 17-30, (2002)
- [4] W. Bier, W. Keller, G. Linder, D. Seidel, K. Schubert *Symposium Volume, DSC-Vol. 19*, ASME, p. 189-197 (1990)
- [5] W. Bier, G. Linder, K. Schubert *KfK-Nachrichten Vol. 23*, 2-3, p. 165-173 (1991)
- [6] K. Schubert, 3. Statuskolloquium des Projektes *Mikrosystemtechnik*, Karlsruhe, 2.-3. April 1998 *Wissenschaftliche Berichte*, FZKA-6080 (März 98) S. 53-60
- [7] K. Schubert, J. Brandner, M. Fichtner, G. Linder, U. Schygulla, A. Wenka, *Microscale Thermophysical Engineering*, 5 (2001) S.17-39
- [8] O. Wörz, K. P. Jäckel, Th. Richter, A. Wolf, *Proc. 2nd Int. Conf. on Microreaction Technology*, 183-185, 1998
- [9] M. Kraut, A. Nagel, K. Schubert, *Proceedings of the 6th Internat. Conf. on Microreaction Technology*, *AICHE Spring Nat. Meeting*, New Orleans, March 10-14, 2002

- [10] R. Wunsch, M. Fichtner, K. Schubert, *In Microreaction Technology, R. Irven, [Hrsg.], 4th Internat. Conf.; IMRET 4; AIChE Spring Nat. Meeting, Atlanta, Ga., Topical Conf. Proc. S. 481-487, 2000*
- [11] M. Janicke, H. Kestenbaum, U. Hagendorf, F. Schueth, M. Fichtner, K. Schubert *Journal of Catalysis 191, S. 282-293, 2000*
- [12] *Ergebnisbericht über Forschung und Entwicklung 2000, Forschungszentrum Karlsruhe, S. 37 (2000)*
- [13] A. Wenka, M. Fichtner, K. Schubert, *In Microreaction Technology, R. Irven, [Hrsg.], 4th Internat. Conf.; IMRET 4; AIChE Spring Nat. Meeting, Atlanta, Ga., Topical Conf. Proc. S. 256-263, 2000*
- [14] *Ergebnisbericht über Forschung und Entwicklung 2001, Forschungszentrum Karlsruhe, S. 274 (2001)*
- [15] M. Fichtner, J. Mayer, D. Wolf, K. Schubert, *Industrial and Engineering Chemistry Research, 40 (2001) S. 3475-3483*
- [16] R. Wunsch, M. Fichtner, O. Görke, K. Haas-Santo, K. Schubert, *Chemie Ingenieur Technik, 73 (2001) S.1168-1172*
- [17] K. Haas-Santo, M. Fichtner, K. Schubert, *Applied Catalysis A, 220 (2001) S.79-92*
- [18] P. Pfeifer, O. Görke, K. Schubert, *Proceedings of the 6th Internat. Conf. on Microreaction Technology, AIChE Spring Nat. Meeting, New Orleans, March 10-14, 2002*
- [19] T. Zech, D. Hönicke, M. Fichtner, K. Schubert, *In Microreaction Technology, R. Irven, [Hrsg.], 4th Internat. Conf.; IMRET 4; AIChE Spring Nat. Meeting, Atlanta, Ga., Topical Conf. Proc. S. 390-399, 2000*
- [20] S. Ehlers, K. Elgeti, T. Menzel, G. Wießmeier *Chem. Eng. Proc. 39, S. 291-298, 2000*
- [21] O. Görke, K. Haas-Santo, K. Schubert, J. Fiedler, H. Funke, *In Microreaction Technology, M. Matlosz, W. Ehrfeld, J. P. Baselt (Eds.), Proceedings of the 5th Internat. Conf. on Microreaction Technology, S. 313-321, 2001*
- [22] J. Brandner, M. Fichtner, K. Schubert, *Proceedings of the 3rd Internat. Conf. on Microreaction Technology, S. 213-223, 1999*
- [23] P. Pfeifer, K. Schubert, M. Fichtner, M. A. Liauw, G. Emig, *Proceedings of the 6th Internat. Conf. on Microreaction Technology, AIChE Spring Nat. Meeting, New Orleans, March 10-14, 2002*
- [24] J. Brandner, M. Fichtner, K. Schubert, M. Liauw, G. Emig, *In Microreaction Technology, M. Matlosz, W. Ehrfeld, J. P. Baselt (Eds.), Proceedings of the 5th Internat. Conf. on Microreaction Technology, S. 164-174, 2001*

# Experimentelle und numerische Untersuchungen von Strömungsvorgängen und Wärmetransport in Mikrowärmetauschern

V. Heinzel, U. Imke, H. Sauter, IRS

## Einleitung

Die Mikroverfahrenstechnik durchläuft z. Z. eine Phase der Entwicklung, die sich in vielen Anwendungen vom Stande bloßer Exploration bereits weitentwickelt und zum kommerziellen Einsatz geführt hat. Hierbei ist eine On-line-Messtechnik und -Analytik im althergebrachten Maßstab nicht mehr möglich. Thermo- und fluiddynamische Parameter sind jedoch von großem Interesse, besonders bei Anwesenheit von Partikeln, da hier das Fouling<sup>1)</sup> eine begrenzende Rolle spielt. Dieses ist seinerseits von lokalen Strömungsparametern, aber auch von Oberflächeneigenschaften abhängig. Notwendige Untersuchungen hierzu legen eine Kombination von numerischer Strömungssimulation und experimenteller Darstellung nahe. Die hier vorgestellten Rechnungen basieren auf vereinfachenden Modellannahmen, um möglichst effizient umfangreiche Parameterstudien durchzuführen. Spezieller Anwendungsbereich dieser Untersuchungen sind die Strömungsverhältnisse in den Miniatur-Hochleistungswärmetauschern, die im IMVT erfolgreich produziert [1] und vermarktet werden. Trotz der sehr guten, integral gemessenen Daten wird ein weiteres Verbesserungspotential vermutet, wenn z. B. die Übergänge laminar-turbulent im Inneren der Kanäle erfasst werden könnten. Auch die Vorgänge an Ein- und Auslauf (Strömungsverteilung) können nur an einem visuell offenen Modell beobachtet und/oder durch numerische Modellierung zugänglich ge-

macht werden. Durch Bündelung von Produktion, Experiment und Simulation wird ein Synergieeffekt zur breiteren Einführung von Mikrokomponenten in die Verfahrenstechnik angestrebt. Im folgenden werden zuerst die experimentellen Arbeiten vorgestellt. Eine Darstellung der numerischen Simulationen schließt sich an.

## Experimenteller Ansatz

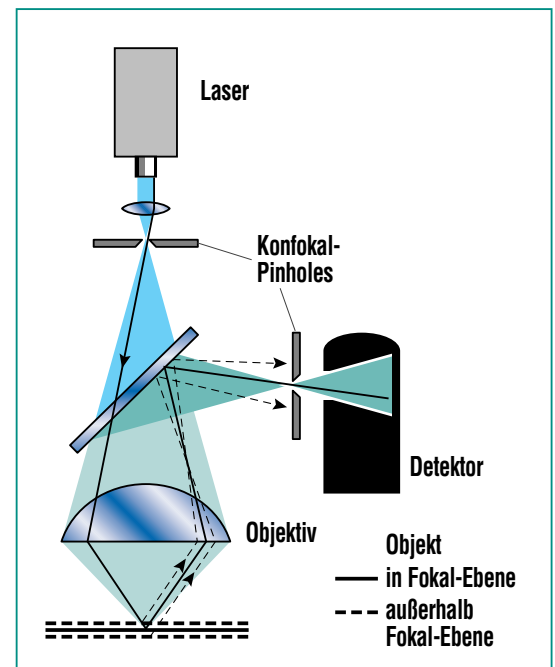
Klassische, auf den Mikromaßstab übertragbare Methoden der Strömungserfassung sind die optischen, wie etwa Laser Doppler Anemometrie (LDA), Particle Image Velocimetry (PIV) oder Tracking. LDA wird aber bei zu kleinen Dimensionen keine Ortsauflösung mehr leisten können, da in zu kleinen Volumina zu wenig Interferenzstreifen vorliegen, um zu einem hinreichenden Signal-Rauschverhältnis zu kommen.

PIV und Tracking verwenden die Bilder von Tracerpartikeln im Fluid, die so zueinander passen müssen, dass die Partikeln den Stromlinien folgen. Bei der Makroanwendung beider Methoden benutzt man einen dünnen (Laser-) Lichtschnitt parallel zur Hauptvorzugsströmung, der seinerseits unter einem rechten Winkel von einer Kamera beobachtet wird.

Nun lassen sich diese beiden Methoden auf den konkreten Anwendungsfall „Strömung in Mikrokanälen“ nicht ohne Modifikationen übertragen. Andernorts [2, 3, 4] bereits mehrfach realisierte Aufbauten ähneln dem eines Auflichtmikroskopes mit Epifluoreszenz-Strahlteiler und konfokaler,

koaxialer Lichteinkopplung des anregenden Strahls (Abb. 1). Der dünne Lichtschnitt wird somit ersetzt durch die dünne, plane Objektebene des Objektivs. Hier existiert aber im Gegensatz zum Lichtschnitt eine Volumenausleuchtung.

Als Folge wird der übliche PIV-Algorithmus in seine Korrelationsuche auch jene Untergrundbewegung mit einbeziehen, deren Streulicht so beschaffen ist, dass es Strukturen aufweist, aber auch nicht mehr ausgefiltert werden kann. Es werden also Vektoren errechnet, deren Zuordnung in Z-Richtung unklar ist [7].



**Abb. 1: Prinzip der konfokalen Ausleuchtung. Leider entspricht die Skizze der gängigen, aber unrichtigen Vorstellung, die Gegenstandsebene sei exakt mit dem Ort des Fokus identisch. Der Fokus liegt leicht oberhalb, auch bei auf  $\infty$  korrigierten Objektiven! Zutreffend ist diese Darstellung allein für Scan-Aufbauten.**

<sup>1)</sup> Ablagerungen, besonders bekannt als Biofouling in Nahrungsmittelfluiden.

Eine gemeinsame Bewertung dieser Fakten führt zu den Aussagen:

- Messungen in dünnen Schichten (im Vergleich zur Tiefenschärfe des Objektivs) sind möglich.
- In dicken Schichten kann an der Oberfläche exakt gemessen werden; in der Tiefe wird die Z-Zuordnung rasch ungenau bzw. schließlich unbestimmt und unmöglich.
- Bei stabilen Strömungsverhältnissen können mehrere Bilder zusammengefasst eine verdünnte Partikelkonzentration erlauben.
- Eine Kombination von PIV und Tracking gestattet eine reguläre Gitterberechnung mit zusätzlicher Information an den Bildrändern (z. B. Wände).
- Die oben zitierten Beispiele von Mikro-PIV-Systemen wurden durchweg zu Beobachtungen an Störungen mit Geschwindigkeiten der Größenordnung  $10^{-2}$  m/s konstruiert. Die Karlsruher Anwendung dagegen strebt den Bereich um 15 m/s an, was eigene Entwicklungsanstrengungen erfordert. Die hierzu betrachteten Kriterien für die Komponentenauswahl sind im Folgenden beschrieben.

### Objektiv und Partikeln

Eine Realisierung einer optischen Mikroströmungsmessanordnung für die vorliegende Applikation muss sich danach orientieren, dass das Testobjekt Drücken bis 0,6 MPa sowie Temperaturen bis 100 °C ausgesetzt werden soll

und dementsprechend die Beobachtungsfenster auszulegen sind. Somit wurde ein großer Arbeitsabstand gewählt, d. h. der Abstand zwischen dem mechanischen, objektseitigen Ende des Objektivs und dem Gegenstand liegt im Bereich von 19 und 6 mm bei 10 und 100fach Abbildungsmaßstäben.

Die Frage nach dem „richtigen“ Maßstab entscheidet sich im Triplet

- Partikelgröße
- Pixelgröße der Kamera
- bildseitig beabsichtigte mathematische Operationen.

Grundsätzlich sollte das Bild einer Partikel größer als ein Pixel sein, da sonst kleine Bewegungen des Bildes auf ein und demselben Pixel unbeobachtbar bleiben [8]. Andererseits wird der Helligkeitswert eines Partikelbildes umso kleiner, je mehr Pixel sich das Bild teilen. Damit verschlechtert sich auch das Signal-Rauschverhältnis.

Das Partikel soll der Strömung folgen können, die in einem 200 x 200  $\mu\text{m}$  Rechteckkanal verläuft und die Grenzen zur Turbulenz erreicht. Die Grenzschicht wird zu 60  $\mu\text{m}$  abgeschätzt, die Rauigkeit zu 0,2  $\mu\text{m}$ . Damit wird im Allgemeinen die Vorstellung verbunden, möglichst kleine Tracerpartikel einzusetzen, jedoch fällt die Intensität der Fluoreszenzmission mit dem Partikelradius  $r^3$  ab. Geht man zu größeren Partikeln über, erhöht sich dagegen der Volumenfüllgrad des Fluides und man gelangt bald zu optisch dichten Schichten, d.h. zu geringen Eindringtiefen. Komplikationen treten durch Fouling und Agglomeration ein.

### Kamera, Beleuchtung und deren Einkopplung

Seitens der Kamera kommt hier nur eine „echte“ PIV-Kamera mit schneller Doppelbildfolge und hoher Digitalauflösung (12 bit) in rauscharmer, Pixel-homogener Qualität in Frage. Die Auswahl stellt sich zwischen VGA-Ortsauflösung mit 15 Bildpaaren oder SVGA mit 4 Bildpaaren je Sekunde. Im Hinblick auf die dem Experiment wahrscheinlich dahineilende Zeitkonstanz wurde der VGA-Typ gewählt.

Neben den etablierten Doppelpulslasern genügt in Anbetracht der kleinen auszuleuchtenden Fläche (einige  $10^{-3}$   $\text{mm}^2$ ) auch blitztaugliche Leuchtdioden (LED's), bei denen der gesamte, sonst im Dauerbetrieb tolerable Ladungsfluss in sehr kurzen Zeitabschnitten appliziert wird [10]. Es sind hinreichend kurze Lichtimpulse im Wellenlängenbereich von ultrarot bis gelb realisiert worden, in dem auch entsprechend passende Partikel verfügbar sind. Damit erhält man auch die Möglichkeit, auf einfache Art nahezu beliebige Blitzmuster zusammen zustellen, z. B. um Tracking und PIV in Echtzeit zu kombinieren.

Das Herzstück einer Epifluoreszenz-Mikroskopiervorrichtung ist der Strahlteiler, der den zumeist seitlich eintreffenden Anregungsstrahl zum Objektiv lenkt und das Emissionslicht zur Kamera – oder Okular – durchlässt. Der optimale Einbauort dafür ist die Stelle nach dem auf  $\infty$  korrigierten Objektiv und vor der Tubuslinse, die das Bild für die Kamera oder das Zwischenbild für den Betrachter formt.

Bei Einkopplung von aufgeweittem Laserlicht entstehen hier, aber auch im Objektiv sowie einer planparallelen Abdeckplatte Interferenzmuster, die bei völlig korrekter Justierung maximal ausgeprägt sind. Kleine Abweichungen in der Divergenz und Orthogonalität können diese bis zum Verschwinden bringen. Der Preis dafür ist eine nicht konfokale Ausleuchtung, die auch nicht betrachtete Zonen erhellt und damit mehr Streulicht produziert. Grundsätzlich vermieden werden Interferenzprobleme bei LED-Einsatz, da die Kohärenzlänge vielmals kleiner ist.

Zur Bewertung der Ausleuchtungsgüte wurde einerseits die Begleitsoftware der PIV-Kamera mit den Funktionen

- Einstellbare Falschfarbendarstellung
- Pixelgrauwertabfrage
- Intensitätshistogrammdarstellung,

und andererseits geeignete Targets mit homogenen und äußerst gering strukturierten Oberflächen verwendet.

### Erfahrungen mit dem Testaufbau

Um zu entscheiden, ob und in welchem Umfang Mikro PIV-Systeme und/oder deren Komponenten kommerziell zu kaufen sind und wo Entwicklungsbedarf vorliegt, wurde ein erster Aufbau mit einem Leitz Orthoplan Mikroskop, Beschaffungsjahr 1968, begonnen (Abb. 2). Die anfänglich zurückhaltenden Umbauten wichen bald einer weitgehenden Demontage,

um den benötigten Arbeitsraum wenigstens minimal herzustellen. Heute besteht dieser Testtyp aus dem Gehäuse mit maximal tiefergelegter Objektträgermechanik, Durchlichtrevolver mit Objektivadapter und übergroßem Arbeitsobjektiv sowie der verbliebenen Tubuslinse. Darauf aufgesetzt ist der Strahlteilerwürfel und das Kamerarohr.

Bei den Aussagen aus den Versuchen ist zu unterscheiden zwischen festen bzw. ruhenden Objekten und durchströmten Objekten. Bei ersteren ist der stehende Aufbau lediglich notwendig, wenn ein offener Pool mit Partikelbesetzung untersucht werden soll.

Bei durchströmten Objekten stehen An- und Umbaumöglichkeiten der Objektfixierung und der Zugänglichkeit für Zu- und Ableitungen sowie für Messsonden im Vordergrund. Be- und Entlüftungen, Partikelinjektionssepta, Spülanschlüsse usw. führen zur Notwendigkeit einer Leckagevorsorge.

Partikelablagerungen an Decke und Boden sollten nicht durch Schwerkraft unterstützt werden.

Für den ersten messtüchtigen Aufbau wurde für einen liegenden Aufbau der optischen Achse und ein stehendes Prüfobjekt entschieden. So lassen sich Vibrationen optimal vermeiden und allen übrigen Forderungen ebenfalls nachkommen.

Die Optimierung der Ausleuchtung ist weiterhin Thema, dessen Anforderungen in den Grundsätzen bekannt sind, aber noch kein Abschluss erreicht ist.

### Erster Testkreislauf und Bildresultate

Erste Strömungsvisualisierungen wurden am Testaufbau mit CW Laser ausleuchtung (ca. 60 mW) vorgenommen. Dabei lief die Kamera im Fast Shutter Modus, in dem Mehrfachbelichtungen mit Pausenvorgabe möglich sind (Tracking). Zur Beobachtung gelangte ein ruhiger, gleichmäßiger

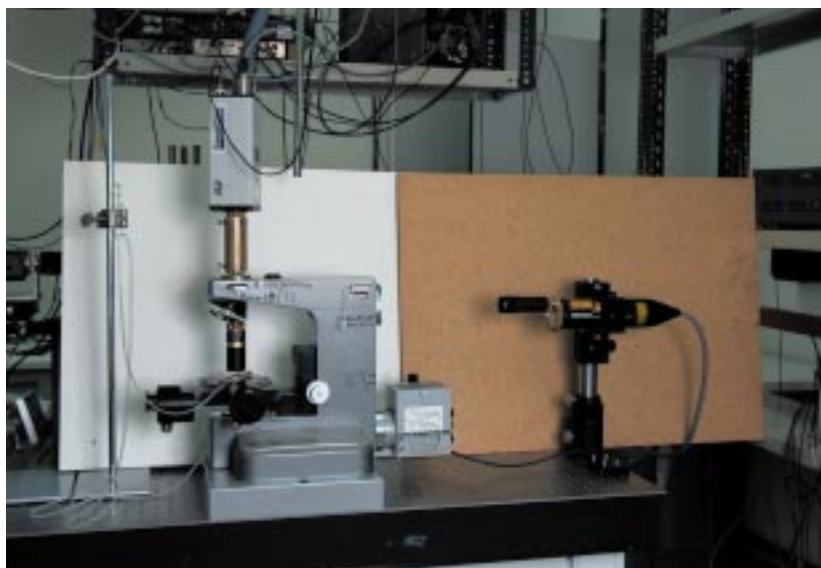


Abb. 2: Testaufbau.

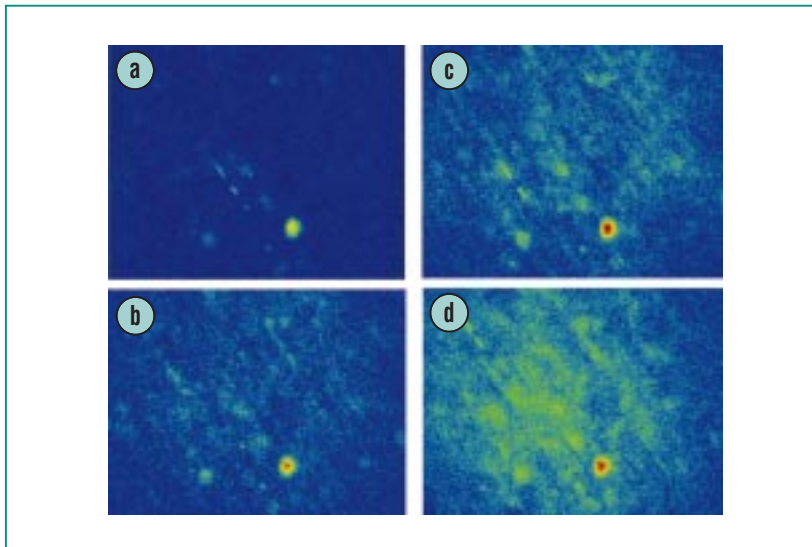


Fluss durch ein einfaches Testobjekt der allein schwerkraftgetrieben war. Das Testobjekt bestand aus einer teilbaren Kuvette, die einen Rechteckkanal mit 100  $\mu\text{m}$  Dicke bildete. Der gemessene Durchfluss wurde zu einer mittleren linearen Strömungsgeschwindigkeit von ca. 23 cm/s umgerechnet.

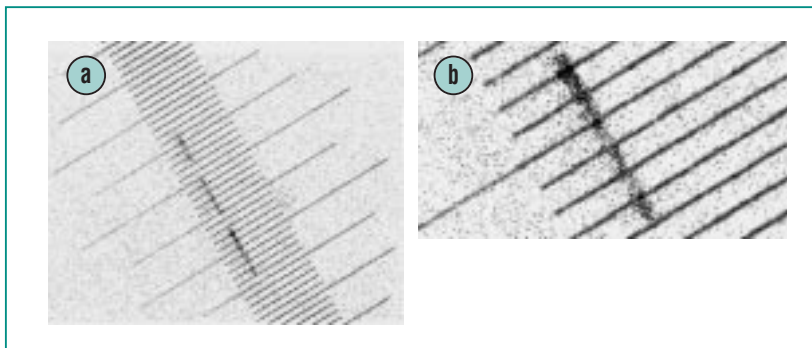
Mit ersten Partikelzugaben wurde das Kamerasetup optimiert, weitere Zugaben erhöhten die beobachtete Anzahl von Teilchen stufenweise. So konnte gelernt werden, dass kürzere Zeiten (damit kürzere Leuchtspuren) mit höheren Partikelkonzentrationen besser verträglich sind (Abb. 3). Weiterhin wurde festgestellt, dass sich

genau gegenüber der Einlauföffnung ein Ringwall von abgeschiedenen Partikeln bildet, der offenbar die Strömung nach unten umlenkt und sie später hin dann noch deutlich vermindert.

Angesichts der Geschwindigkeit, mit der einmal angefangenes Fouling fortschreitet wurde vor allem in Hinblick auf spätere, komplexere Kreisläufe nach Reinigungsmöglichkeiten gesucht. Spülmittel mit Alkoholzusatz erwiesen sich insoweit wirkungsvoll, als ein Großteil der Ablagerungen abgelöst und mit der Lösung ausgetragen wurde. Rück-, Impuls- und Druckspülvorgänge zeigten unbefriedigende Wirkungen.



**Abb. 3: Trackeraufnahmen bei zunehmender Partikeldichte im Zeitakt 100  $\mu\text{s}$  Belichtung, 100  $\mu\text{s}$  Pause, 200  $\mu\text{s}$  Belichtung. Deutlich erkennbare sesshafte Agglomerate.**



**Abb. 4: a) Trackingaufnahme bei sehr geringer Partikeldichte mit nachträglich überblendeter 10  $\mu\text{m}$ -Teilstrichskala, Geschwindigkeit 22 cm/s. b) Ausschnittvergrößerung 8-fach; Skala und Partikel sind unterschiedlich beleuchtet; Skala im Gegenglühllicht, Partikel konfokal; die Laserenergie im Brennpunkt bewirkt Rauschen in der Ortsabbildung. Die ca. 45°-Schräge zu Pixelreihen und -spalten wurde bewusst gewählt, um Artefakte auszuschließen.**

### Bildaufbereitung

Ziel der Vorarbeit am Bild soll sein, zu eindeutigeren Korrelationsmaxima bei der PIV-Auswertung zu gelangen. Hierzu sind sesshafte Leuchtspuren, die einen Peak bei Nullverschiebung unterstützen, und Untergrundrauschen, das beliebige Korrelationen fördert, zu eliminieren. Soll ein Geschwindigkeitsprofil mit Tiefenauflösung erstellt werden, müssen unscharfe Spuren getilgt werden.

Alle verwendbaren Erkennungsfunktionen werden bei zu geringer Vergrößerung und zu kleinen Eigenschaftsunterschieden fragwürdig, da ein Bild eines Objektes stets statistisch auf ein Pixelensemble verteilt ist [12]. So ist etwa das Bild eines Partikels mit 0,7  $\mu\text{m}$   $\varnothing$  bei 10facher Vergrößerung und 10 x 10  $\mu\text{m}$  Pixelgröße statistisch 1,8 Pixel „groß“, denn es kann auf 1, 2 oder maximal 4 Pixel verteilt sein (Abb. 4). Selbst „sesshafte“ Objekte haben von Bild zu Bild kei-

ne identische Verteilung auf Pixel. Physikalisch spielen hier neben der Brown'schen Bewegung wohl temperaturabhängige Fluktuationen des Brechungsindex die Hauptrolle, denn der Laserstrahl erreicht im Objektivfokus eine sehr beachtliche Energiedichte, wie sie im Bereich von schnellen Brutreaktoren in Kernnähe vorkommt.

### Ausblick – experimentelle Untersuchungen

Ein experimentierfreundlicher anwendungsbezogener Mikro-PIV-Aufbau wurde gefunden und die Realisierung ist weitgehend abgeschlossen. Vorversuche und Literaturstudien haben gezeigt, dass die Wahl der Partikelgröße und Anzahldichte extrem die Möglichkeiten von Aussagen beeinflussen. Damit müssen diese Größen schrittweise auf die Zielgeschwindigkeit angepasst werden. Fouling wird die Durchführung von Messungen erschweren und die Entwicklung geeigneter Strategien zur Erleichterung fordern.

An der Ausleuchtung findet sich noch Optimierungspotenzial, obwohl die grundsätzlichen Ansätze bereits Erfolg zeigten. Das Konzept der konfokalen Ausleuchtung muss vor dem Hintergrund der Untergrundproduktion und der Aufheizung im Objektivfokus nach Tests mit dem Impulslaser noch einmal kritisch betrachtet werden.

Die Möglichkeiten der Bildvorverarbeitung wurden erkundet, jedoch müssten die entsprechenden Operationen automatisiert werden. Wenn Korrekturen durch Führung des Experiments vermieden werden können, ist dies vorzuziehen.

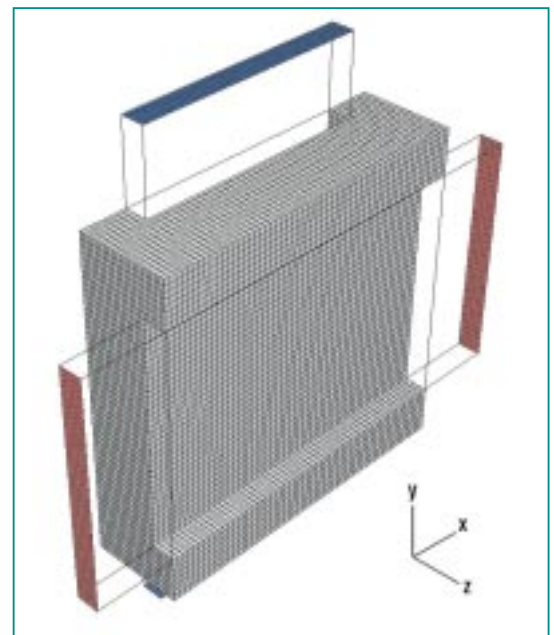
### Vereinfachte numerische Simulation von Mikrowärmetauschern

Die bisherigen Arbeiten zur Berechnung von Mikrowärmetauschern konzentrierten sich auf strukturauflösende Berechnungen von Ausschnitten des Grundkörpers mit entsprechendem großen numerischen Aufwand [13]. Eine vereinfachte, dafür aber effektive Simulation, erlaubt umfangreiche Parameterstudien und somit eine intensive Begleitung von Entwicklung und Anwendung. Insbesondere der Einfluss der Mikrokanalgeometrie, der Temperatur und des Massendurchsatzes lassen sich damit effizient analysieren. Durch eine Vereinfachung der kleinskaligen Geometrie und durch die Modellierung der relevanten physikalischen Vorgänge lässt sich die Auflösung mit feinen Rechengittern durch ein grobmäschiges Netz ersetzen. Die Ergänzung der grundlegenden Gleichungen der Strömungsdynamik und des Wärmeübergangs durch bekannte empirische Korrelationen führt zu einem erheblich geringeren Aufwand bei der numerischen Berechnung und Auslegung von Mikrowärmetauschern. Diese Vorgehensweise erfordert jedoch eine experimentelle Validierung der ergänzenden Modelle und Schließungsansätze. Die wesentlichen integralen Ergebnisse sind die Temperaturänderung und der Druckverlust im warmen und kalten Bereich des Wärmetauschers. Außerdem liefert auch die vereinfachte Simulation Informationen über die thermodynamischen Zustände als räumliche Verteilung innerhalb des Apparates. Im Folgenden werden zwei

unterschiedliche Vorgehensweisen zur vereinfachten Simulation am Beispiel von Mikrokreuzwärmetauschern vorgestellt und die Rechenergebnisse mit experimentellen Daten verglichen.

### Das Spaltmodell für Mikrokreuzwärmetauscher

Dieses Modell bedient sich einer vereinfachten Geometriedarstellung der Feinstruktur der Wärmetauscher. Der den Wärmestrom bestimmende Temperaturgradient befindet sich zwischen der kalten und warmen Passage und nicht zwischen parallelen Kanälen der gleichen Passage. Deshalb können die einzelnen Kanäle durch einen durchgehenden Spalt ersetzt werden, wobei warme und kalte Passage durch das Strukturmaterial getrennt sind (siehe Abb. 5). Dabei werden die sich



**Abb. 5: Spaltmodell des Kreuzstrommikrowärmetauschers mit warmer (rot) und kalter Passage (blau).**

zwischen den Kanälen befindlichen Stege im Spalt als poröser Körper verschmiert. Die Bewegung der Flüssigkeit wird auf die Strömungsrichtung in den ehemaligen Kanälen eingeschränkt. Der Wärmestrom durch die Stege in Strömungsrichtung wird in die trennende Wand zwischen warmen und kalter Flüssigkeit verlagert. In Abhängigkeit von der Geometrie der Einzelkanäle kann sich bei dieser Modellierung die Kontaktfläche zwischen Flüssigkeit und Struktur verändern. Diese Änderung wird durch einen Korrekturfaktor bei der Wärmestromberechnung von der Flüssigkeit in die Struktur berücksichtigt.

Für die korrekte Berechnung der Massenstromverteilung auf die verschiedenen Kanäle ist es notwendig, kleine Bereiche außerhalb des Wärmetauschers in der Umgebung von Ein- und Auslauf in die Berechnung einzubeziehen, sodass sich der Massenstrom entsprechend den unterschiedlichen Druckverlusten in den einzelnen Kanälen automatisch einstellt. Der Druckverlust für Einzelkanalströmung unterscheidet sich von dem der Spaltströmung durch einen Formfaktor und dem unterschiedlichen hydraulischen Durchmesser. Diese Abhängigkeiten werden in der vereinfachten Simulation durch Korrekturfaktoren bei der Viskosität berücksichtigt. Der Druckverlust an Ein- und Auslauf wird durch empirische Druckverlustkoeffizienten beschrieben. Im Falle des Umschlages von laminarer zu turbulenter Strömung wird das einfachste Turbulenzmodell, das Modell des Mischungsweges von Prandtl, benutzt. Dieses Modell führt zu einer erhöhten Viskosität und Wärmeleit-

fähigkeit für die Flüssigkeiten. Der Übergang zur turbulenten Strömung im gesamten Spalt findet bei einer Reynoldszahl von 2300 statt, die aus einer mittleren Geschwindigkeit berechnet wird. Druckverluste, die durch Rauigkeiten entstehen werden durch eine sogenannte additive Rauigkeitsviskosität ersetzt [14]. Bei der numerischen Lösung der Transportgleichungen wird ein Gitter verwendet, welches die hier beschriebene vereinfachte Geometrie auflöst. Besonders in Strömungsrichtung kann ein recht grobes Netz im Vergleich zur detaillierten Beschreibung des Wärmetauschers benutzt werden, und eine Auflösung der Stegstruktur entfällt.

### Das 1D-Strömungspfadmodell für Mikrokreuzwärmetauscher

Dieses Modell stellt eine weitere Vereinfachung des Spaltmodells dar. Wie dort, werden die Stege räumlich verschmiert. Der übrig gebliebene Spalt wird jetzt in Strömungsrichtung in eine Anzahl von eindimensionalen Strömungspfaden zerlegt, die über die Ein- und Auslaufbereiche gekoppelt sind. Die thermische Kopplung erfolgt wieder durch die separierende Wand zwischen der kalten und warmen Passage. Wie beim Spaltmodell werden die Wärmeströme in der restlichen Struktur korrigiert, um die fehlenden Stege zu simulieren. Die Berechnung des Wärmeübergangs vom Strukturmaterial zur Flüssigkeit wird durch die Verwendung von Standard-Nusseltzahlkorrelationen für die Strömung in eindimensionalen Kanälen realisiert. Der Druckverlust berechnet sich aus den allge-

mein bekannten Druckverlustkoeffizienten für laminare oder turbulente Rohrströmung [15]. Die Oberflächenrauigkeit wird wieder mit Hilfe einer Rauigkeitsviskosität berücksichtigt, während der Druckverlust an Ein- und Auslauf durch die gleichen empirischen Druckverlustkoeffizienten wie bei der Spaltströmung bestimmt wird. Die Gleichungen zur Strömungsdynamik in den eindimensionalen Strömungspfaden werden auf der Grundlage einer groben Diskretisierung gelöst. Senkrecht dazu in Richtung des starken Temperaturgradienten gibt es nur vier Rechenzellen, jeweils eine für die Flüssigkeitsströmung und zwei zur Berechnung des Wärmetransports in der Wand zwischen kalter und warmer Flüssigkeit. Hier liegt der Gewinn beim Rechenaufwand im Vergleich zum Spaltmodell. Außerdem sind keine zusätzlichen Turbulenzmodelle erforderlich, da die Physik der Turbulenz in den Standardkorrelationen zum Wärmeübergang und Druckverlust enthalten ist.

Auch hier wird der Umschlagpunkt von turbulenter zu laminarer Strömung bei einer Reynoldszahl von 2300 angenommen, wobei der Übergang ganz lokal in einer Rechenmasche erfolgen kann.

### Lösung der Transportgleichungen mit CFX4.3 und Ergebnisse

Die in den beiden vereinfachten Modellen auftretenden Transportgleichungen für Masse, Impuls und Enthalpie (Navier-Stokes-Gleichungen und Wärmeleitung) werden mit Hilfe des kommerziellen CFD (Computational Fluid Dy-

namics) Programms CFX 4.3 gelöst. Die Stoffeigenschaften und die Modellierung der physikalischen Vorgänge (Wandreibung, Turbulenz, Wärmeübergang) werden mit Hilfe von benutzerdefinierten Funktionen programmiert. Auch die Ermittlung der Mischungstemperatur an den Ausgängen des Wärmetauschers, sowie die Datenausgabe für die graphische Auswertung der Ergebnisse müssen zusätzlich eingebracht werden.

Beispielhaft soll hier ein „1 cm<sup>3</sup> Mikrowärmetauscher“, der mit Wasser betrieben wird, betrachtet werden. Er enthält 34 Mikrokanäle pro kalter und warmer Passage mit jeweils einem Querschnitt von 0.2 mm mal 0.1 mm. Die Stegbreite beträgt 0.1 mm und die trennende Wand zwischen den Passagen hat eine Dicke von 0.1 mm. Die Eintrittstemperatur beträgt auf der kalten Seite 8 °C und auf der warmen Seite 95 °C. Für die hier dargestellten Ergebnisse wurde das Spaltmodell verwendet. Das 1D-Strömungspfadmodell liefert die gleiche Ergebnisqualität. Abb. 6 zeigt die Temperaturerhöhung nach dem Durchlauf der kalten Passage in Abhängigkeit vom Massendurchsatz des kalten und warmen Wassers, während Abb. 7 den Druckverlust auf der warmen Seite darstellt. In allen Graphiken sind zum Vergleich die experimentellen Werte eingetragen. Deutlich ist sowohl im Temperaturverlauf als auch beim Druckverlust der Übergang von laminarer zu turbulenter Strömung in der warmen Passage an der Änderung der Kurvensteigungen zu erkennen. Ähnliche Rechnungen wurden für verschiedenen

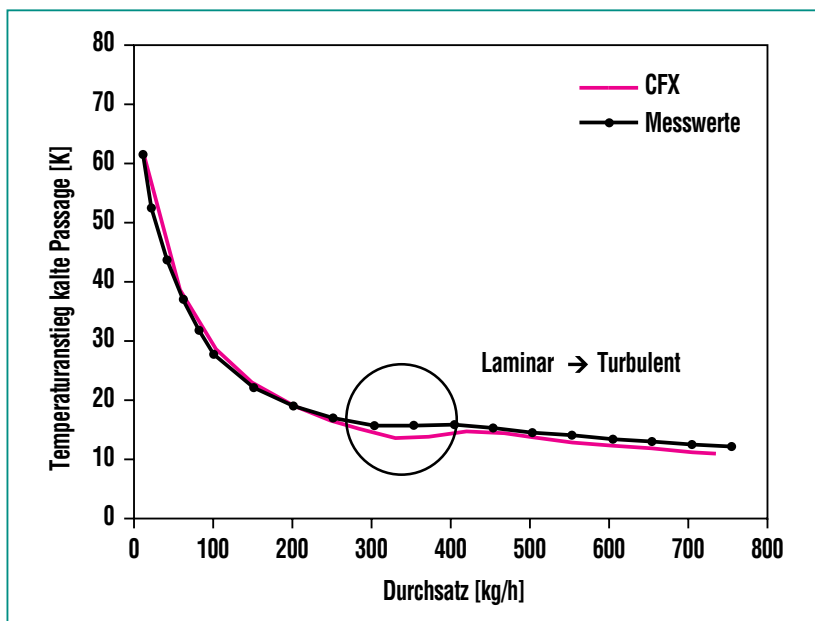


Abb. 6: Berechnete und gemessene Aufheizung der kalten Passage.

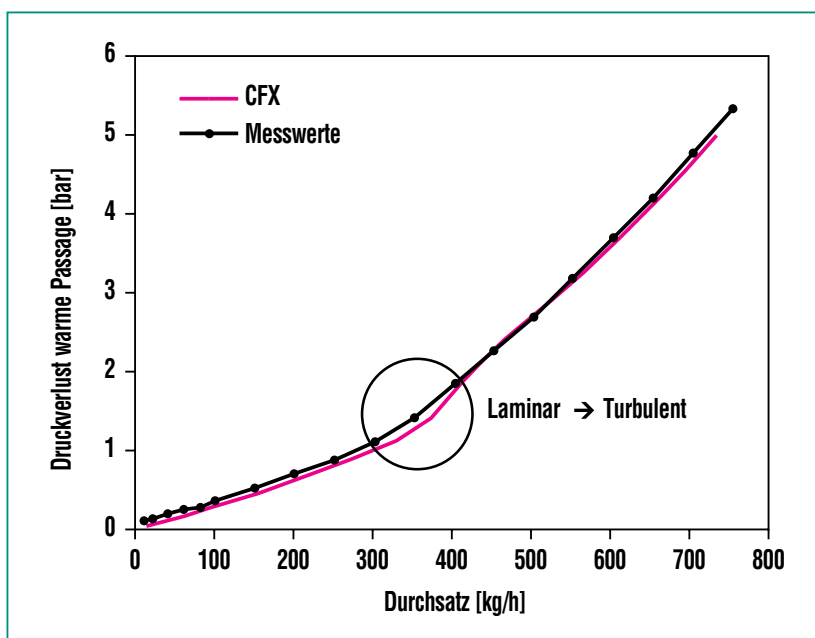


Abb. 7: Druckverlust in der warmen Passage.

Flüssigkeiten und auch für asymmetrische Massendurchsätze auf warmer und kalter Seite durchgeführt und teilweise mit den Ergebnissen detaillierter strukturauflösender Rechnungen verglichen.

Alle Ergebnisse zeigen die gute Anwendbarkeit der vereinfachten Modelle. Die Beziehungen für Druckverlust und Wärmeübergang sind laut Literatur nicht immer für die Verwendung in sehr

kleinen Kanälen geeignet [16]. Somit ist eine Überprüfung experimenteller Art zum Strömungsverhalten an Einzelkanälen der Mikrowärmetauscher erforderlich. Das gilt besonders für den Einfluss der Rauigkeit und den Druckverlust im Ein- und Ausströmungsbereich.

### Ausblick – Numerische Simulation

Mikrowärmetauscher und Mikroreaktoren sollen in der chemischen Verfahrenstechnik eingesetzt werden. Dort spielen Pha-

senwechsel und chemische Reaktionen eine wesentliche Rolle. Deshalb ist es erforderlich auch für diese Vorgänge vereinfachte Modelle zu entwickeln und anzuwenden. Ein erster Schritt in diese Richtung wäre die Verwendung eines Gases in der einen Passage und einer inkompressiblen Flüssigkeit in der anderen. Ein weit größerer Schritt wäre dann die Beschreibung einer Zweiphasenströmung mit Verdampfung in einer Passage des Wärmetauschers und die Simulation von elektrisch beheizten Mikroverdampfern. Eine vereinfachte Si-

mulation von katalytischen Reaktionen in den Mikrokanälen ist notwendig, um die Mikroapparate in ihrer verfahrenstechnischen Anwendung umfassend beschreiben zu können.

## Literatur

- [1] K. Schubert, I. Brandner, M. Fichtner, G. Linder, U. Schygulla, A. Wenka, *Microscale Thermophysical Engineering*, 5, 17-39 (2001)
- [2] J. G. Santiago, S. T. Wereley, C. D. Meinhart, D. J. Beebe, R. J. Adrian, *Exp. Fluids* 25, 316-319 (1998)
- [3] C. D. Meinhart, S. T. Wereley, T. G. Santiago, *Exp. Fluids* 27, 414-419 (1989)
- [4] M. J. Kim, H. J. Kim, K. D. Kim, *Proceedings of PSF VIP-3, March 18-21 (2001) Mani, Hawaii, USA F3112*
- [5] C. D. Meinhart, S. T. Wereley, H. B. Gray, *Mas. Sci. Technol.* 11 (2000), 809-814
- [6] C. D. Meinhart, S. T. Wereley, J. G. Santiago, *Journal of Fluids Eng.*, June 2000, Vol. 122, 285-289
- [7] M. G. Olsen, R. J. Adrian, *Exp. Fluids (Suppl.)* S. 166-174 (2000)
- [8] D. Kean, R. J. Adrian, Y. Zhang, *Mas. Sci. Technol.* 2 (1995), 1202-1205
- [9] D. E. Kataoka, M. M. Troian, *Nature* 402, 794-796 (1999)
- [10] W. J. Hiller, H. M. Lent, G. E. A. Meier, B. Stasicki, *Experiments in Fluids* 5, 141-144 (1987)
- [11] B. Stasicki, W. J. Hiller, G. E. A. Meier, *(DLR unveröffentlicht), SPI Vol. 1032 (1988)*
- [12] R. I. Adrian, *Meas. Sci. Technol.* 8 (1997), 1393-1398
- [13] A. Wenka, M. Fichtner, K. Schubert, *Microreaction Technology: 4th International Conference, IMRET 4, AIChE Spring Nat. Meeting, Atlanta, Ga., March 5-9, 2000, Topical Conf. Proc. pp. 256 - 263, New York, N. Y., 2000*
- [14] Gh. Mohiuddin Mala, Li Dongqing, *International Journal of Heat and Fluid Flow* 20 (1999) 142-148
- [15] *VDI-Wärmeatlas, Berechnungsblätter für den Wärmeübergang, Springer 1997*
- [16] S. M. Ghiaasiaan, T. S. Laker, *International Journal of Heat and Mass Transfer* 44 (2001) 2777-2782

# Strömungs- und Transportprozesse in Mikrokanälen

P. Ehrhard, I. Meisel, IKET

## Einleitung

Durch den Fortschritt in den Fertigungstechniken für Mikrostrukturen werden mikrofluidische Bausteine in vielen Anwendungen relevant. Bei Strömungen in Mikrokanälen können beispielsweise durch kleinste Fluidmengen, durch große Wärme- und Stoffübertragungsflächen, durch elektrokinetische oder andere Grenzflächeneffekte erhebliche Vorteile gegenüber makroskopischen Strömungen erzielt werden. Dies erlaubt etwa die (parallele) Durchführung hochgenauer und reproduzierbarer chemischer oder biologischer Analysen, die Entwicklung äußerst kompakter Wärmetauscher oder eine hochpräzise und sichere (thermische) Prozessführung in der Verfahrenstechnik.

Die modellhafte Beschreibung der Strömungs- und Transportprozesse in Mikroströmungen stellt ein wichtiges Werkzeug bei der Entwicklung und bei der Optimierung mikrofluidischer Anwendungen dar. So kann die Entwicklung und Fertigung einer Vielzahl von Testmustern erheblich durch den Einsatz von zuverlässigen numerischen Simulationen reduziert werden. Dies setzt zwingend voraus, dass die verwendeten Modelle adäquat sind und deshalb die Simulationen die wesentliche Physik richtig wiedergeben. An dieser Stelle ist auf die enorme Bedeutung von ausgesuchten Validierungs-Experimenten hinzuweisen, die genau diesen Aspekt zu überprüfen haben.

## Theoretische Beschreibung von Mikroströmungen

Betrachten wir Mikroströmungen in Kanälen von 1-1000  $\mu\text{m}$  Kanalweite, so stellt sich zuerst die Frage ob die Grundgleichungen und Randbedingungen aus der Kontinuumsmechanik gültig bleiben. Hierbei müssen wir zwischen Gasen und Flüssigkeiten unterscheiden [1]:

- a) Bei Gasen kann über das etablierte Konzept der mittleren freien Weglänge ein Kriterium abgeleitet werden, welches auf der Knudsen-Zahl basiert [2]. Die Knudsen-Zahl ist das Verhältnis aus mittlerer freier Weglänge und Kanalweite. Für  $\text{Kn} \leq 10^{-3}$  erwarten wir uneingeschränkte Gültigkeit der Kontinuumsmechanik, für  $10^{-3} \leq \text{Kn} \leq 10^{-1}$  kann in einem Übergangsbereich die Kontinuumsmechanik mit modifizierten Randbedingungen (z.B. Navier-Rutschbedingung [2]) verwendet werden. Haben wir etwa Luft unter Normalbedingungen (293 K, 1 atm) in einem Kanal von 1  $\mu\text{m}$  Kanalweite, so wird  $\text{Kn} = 0.065$ . Dieses Beispiel macht deutlich, dass wir in kleinen Kanälen durchaus in den Übergangsbereich kommen können, wo Modifikationen der Kontinuumsmechanik notwendig werden. Die Situation verschärft sich im übrigen, wenn etwa niedrige Drücke, hohe Temperaturen oder große Gasmoleküle vorliegen.
- b) Bei Flüssigkeiten ist das Konzept der mittleren freien Weglänge nicht anwendbar, weil die

mittleren Molekülabstände um Größenordnungen kleiner sind und deshalb die Moleküle permanent wechselwirken. Tendenziell ist deshalb zu erwarten, dass die Anwendung der Kontinuumsmechanik unproblematischer ist als für Gase. Für Wasser unter Normalbedingungen kann etwa eine empirische Scherrate von  $\gamma \geq 2.4 \cdot 10^{12} \text{ s}^{-1}$  für das Auftreten von nicht-Newtonschem Verhalten, und eine empirische Scherrate von  $\gamma \geq 1.2 \cdot 10^{11} \text{ s}^{-1}$  für das Versagen der Navier-Rutschbedingung gefunden werden [3,4]. Selbst unter extremen Bedingungen sind Scherraten von  $\gamma > 10^6 \text{ s}^{-1}$  in Mikrokanälen kaum erreichbar. Lediglich extrem große Moleküle in kleinsten Kanälen könnten eine Ausnahme darstellen.

Mit dem Grundgerüst der Kontinuumsmechanik ist es somit möglich, Gasströmungen in Mikrokanälen bedingt und Flüssigkeitsströmungen uneingeschränkt zu behandeln. So stellt sich weiter die Frage, welche Effekte in Mikrokanälen in den Vordergrund treten und welche Effekte eine untergeordnete Rolle spielen. Dies können wir formal mit Hilfe einer Dimensionsanalyse beantworten.

## Dimensionsanalyse

Bevor wir uns den dimensionslosen Kennzahlen zuwenden, ist es sinnvoll die Größenordnung der physikalischen Größen abzuschätzen. Dies erlaubt, im Vergleich zur Makroströmung, Änderungen zu quantifizieren. Wir folgen hier in Teilen der Vorgehens-

weise von [5]. In Tab. 1 sind einige physikalische Größen in ihrer Größenordnung für Makroströmungen und für Mikroströmungen abgeschätzt. Kanäle oder Rohre in Makroströmungen haben typisch einige cm Kanalweite, während wir für Mikroströmungen einige 10  $\mu\text{m}$  Kanalweite unterstellen. Entsprechend erwarten wir für die Kanallänge in Makroströmungen einige m und in Mikroströmungen einige cm. Die Geschwindigkeiten in Makroströmungen liegen typisch bei einigen m/s, während in Mikroströmungen einige mm/s auftreten. Die Festlegung der Größen  $d$ ,  $l$ ,  $u$  kann durchaus, je nach Geschmack, um eine Zehnerpotenz nach oben oder nach unten verschoben werden. Dies ändert lediglich die Größenordnung, nicht aber die Tendenz der folgenden Aussagen.

Basierend auf den festgelegten Größen  $d$ ,  $l$ ,  $u$ , wird es möglich, andere Größen wie Druckabfall, Massenstrom, Volumenstrom und

Kräfteverhältnisse abzuschätzen. Wir werden hier nur die Ergebnisse diskutieren, eine vollständige Ableitung findet sich in [6]. Wir unterstellen stets, dass die Fluideigenschaften in der Makro- und in der Mikroströmung in etwa gleich sind (präzise: gleiche Größenordnung haben). Weiterhin ist es ausreichend, das Verhältnis der diskutierten Größen in Mikro- und Makroströmung zu betrachten.

Der laminare Druckabfall in einem Kanal folgt der Abhängigkeit  $\Delta p \propto ul/d^2$ . Gemäß Tab. 1 ist demnach in Mikrokanälen ein höherer Druckabfall zu erwarten als in Makrokanälen. Die Volumen- und Massenströme in Kanälen verhalten sich gemäß  $dV/dt, dm/dt \propto ud^2$ , so dass in Mikrokanälen drastisch kleinere Volumen- und Massenströme auftreten werden.

Zur Bewertung der maßgeblichen Kräfte in der Strömung erweisen sich Kennzahlen auf Basis von Kräfteverhältnissen als aussage-

kräftig. Die Reynolds-Zahl charakterisiert das Verhältnis von Trägheitskräften  $F_T$  und Reibungskräften  $F_R$ . Sie verhält sich gemäß  $Re \propto ud$  und demgemäß wird die Reynolds-Zahl in Mikrokanälen dramatisch kleiner als in Makrokanälen. In der Regel dominieren deshalb die Reibungskräfte im Mikrokanal, und ein Übergang zu turbulenter Strömung tritt wegen schwacher Trägheitskräfte nicht auf. Gleichzeitig erscheint es sinnvoll, alle weiteren Kräfte mit der Reibungskraft zu vergleichen. Die Stokes-Zahl, welche das Verhältnis aus Druckkräften  $F_D$  und Reibungskräften  $F_R$  angibt, wird demgemäß  $Sto \sim 1$ .

Das Verhältnis aus Schwerkraft  $F_S$  und Reibungskraft  $F_R$  können wir gemäß  $Re/Fr \propto d^2/u$  mit Hilfe der Reynolds-Zahl und der Froude-Zahl  $Fr \propto F_T/F_S$  ausdrücken. In Mikrokanälen wird sich die Schwerkraft deshalb deutlich schwächer als in Makrokanälen auswirken. Das Verhältnis aus Kapillarkräften

		makro	mikro		mikro/makro	
Kanalweite	$d$	$\sim 10^{-2}$ m	$\sim 10^{-5}$ m		$\sim 10^{-3}$	$\sim 10^{-3}$
Kanallänge	$l$	$\sim 1$ m	$\sim 10^{-2}$ m		$\sim 10^{-2}$	$\sim 10^{-2}$
Mittlere Geschwindigkeit	$u$	$\sim 1$ m/s	$\sim 10^{-3}$ m/s	$\sim 1$ m/s	$\sim 10^{-3}$	$\sim 1$
Druckabfall	$\Delta p$				$\sim 10$	$\sim 10^4$
Volumen-, Massenstrom	$dV/dt, dm/dt$				$\sim 10^{-9}$	$\sim 10^{-6}$
Reynolds-Zahl $\propto F_T/F_R$	$Re$				$\sim 10^{-6}$	$\sim 10^{-3}$
$F_S/F_R$	$Re/Fr$				$\sim 10^{-3}$	$\sim 10^{-6}$
$F_G/F_R$	$Re/We$				$\sim 10^3$	$\sim 1$
Aufheizspanne	$\Delta T$				$(\sim 10^4)$	$\sim 10$
Wärmeleitanteil	$q_{WL}/q_{kon}$				$(\sim 10^5)$	$\sim 10^2$

Tab. 1: Typische Größenordnungen der physikalischen Größen und Quotienten der Größenordnungen aus Mikroströmung und Makroströmung (grau schattiert für Mikrowärmetauscher).

(oder allgemein Grenzflächenkräften)  $F_G$  und Reibungskräften  $F_R$  kommt im Quotienten  $Re/We \propto 1/u$  zum Ausdruck. Hierin tritt die Weber-Zahl  $We \propto F_T/F_G$  auf. Wir können in Mikrokanälen somit einen deutlich größeren Einfluss von Kapillarkräften, oder allgemein von Grenzflächenkräften, erwarten. Bei einphasiger Strömung sind (nach anfänglicher Benetzung) keine Fluid/Fluid-Grenzflächen präsent, so dass in diesem Fall keine Kapillarkräfte wirken. Gleichwohl können an Fluid/Wand-Grenzflächen Kräfte auftreten, welche etwa durch nichtisotherme Verhältnisse oder elektrische Felder verursacht werden. Auch solche Grenzflächenkräfte werden durch die Abhängigkeit von  $Re/We$  erfasst. Der starke Einfluss aller Grenzflächenkräfte hängt mit dem extrem großen Verhältnis aus Oberfläche und Volumen in Mikrokanälen zusammen. Dies legt den Schluss nahe, dass auch Wärme- und Stoffübertragung in Mikrokanälen, weil durch die Übertragungsfläche bestimmt, sehr effizient möglich ist.

Nach Betrachtung der mechanischen Aspekte wollen wir nun den Aspekt des Wärmetransports und der Wärmeübertragung näher beleuchten. Aufgrund der Analogie zwischen Wärme- und Stofftransport sind diese Überlegungen auch auf den Stofftransport übertragbar. Wir erwärmen hierzu etwa die Kanalwand um eine gewisse Temperaturdifferenz gegenüber dem Fluid und fragen, um welche Aufheizspanne  $\Delta T$  sich das Fluid beim Durchlauf durch den Kanal erwärmt. Wir finden hierzu die Abhängigkeit  $\Delta T \propto l/du$ , womit gemäß Tab. 1 eine drastisch höhere

Aufheizspanne in Mikrokanälen folgt. Eine solch große Aufheizspanne ist natürlich nicht sinnvoll, weil das Fluid in kürzester Zeit die Wandtemperatur annimmt und deshalb im größten Teil des Kanals kein Wärmeübergang mehr erfolgt. Es ist deshalb geboten, in einem Mikrokanal zur Wärmeübertragung deutlich höhere Strömungsgeschwindigkeiten zu wählen, etwa entsprechend den grauschattierten Teilen von Tab. 1.

Mit den in den grauschattierten Teilen von Tab. 1 gegebenen Parametern wird eine moderate Aufheizspanne erreicht, wie sie in einem Wärmetauscherkanal sinnvoll ist. Leider erhöht die große Strömungsgeschwindigkeit gleichzeitig den Druckabfall erheblich. Die Tendenz der Aussagen zur Trägheitskraft  $F_T$  und Schwerkraft  $F_S$  bleibt bei Verschiebung der Größenordnungen erhalten (vgl. Tab. 1). Die Kapillar- bzw. Grenzflächenkräfte  $F_G$  werden hingegen bei dieser Parameterwahl eine deutlich schwächere Rolle spielen.

Zur Charakterisierung des Wärmetransports bieten sich Quotienten aus Wärmeströmen an. Das Verhältnis aus diffusiv (durch Wärmeleitung) transportierter Wärme  $q_{WL}$  und konvektiv transportierter Wärme  $q_{kon}$  verhält sich gemäß  $q_{WL}/q_{kon} \propto 1/(lu)$ . Wir können deshalb davon ausgehen, dass die im Fluid durch Wärmeleitung axial transportierte Wärme in Mikrokanälen deutlich wichtiger ist als in Makrokanälen. Ähnliches gilt im übrigen für die axiale Wärmeleitung in der Wand.

Wir werden uns im folgenden Beispiel auf die Mikroströmungen von

Flüssigkeiten beschränken, welche durch die Parameter im unshattierten Teil von Tab. 1 gekennzeichnet sind. Solche Strömungen sind beispielsweise in chemischen oder biologischen Analyse-Chips („lab on chip“, „ $\mu$ TAS“) relevant. Die prominente Rolle von Grenzflächenkräften haben wir bereits oben diskutiert. Das Beispiele bezieht sich deshalb auf die Ausnutzung der elektrischen Doppelschicht in einem elektrisch erregten Mikromischer.

### Elektrisch erregter Mikromischer

In vielen mikrofluidischen Anwendungen zur chemischen oder biologischen Analyse und in Mikroreaktoren spielt die Mischung von Flüssigkeiten eine wichtige Rolle. Allgemein können wir die Vermischung als einen zweistufigen Prozess auffassen: (i) zunächst wird die Kontaktfläche zwischen den zu mischenden Flüssigkeiten vergrößert und die Dicke einzelner Flüssigkeitslamellen wird minimiert, (ii) die Stoffdiffusion kann dann effektiv die Mischung auf molekularen Skalen herstellen. Zwischen mischbaren Flüssigkeiten existiert natürlich keine Grenzfläche, so dass wir auf den Begriff Kontaktfläche ausweichen. In makroskopischen Mischern ist die (Kanal-)Reynolds-Zahl meist groß, so dass Trägheitskräfte und Strömungsinstabilitäten genutzt werden können um die Kontaktfläche zu vergrößern und damit effektive Diffusion zu ermöglichen. In Mikromischern hingegen, sind kleine (Kanal-)Reynolds-Zahlen typisch. Dies bedeutet, dass Trägheitseffekte schwach sind und andere Maßnahmen zur Vergröße-



rung der Kontaktfläche eingesetzt werden müssen.

In Mikromischern sind bisher verschiedene Klassen von Verfahren zur Vergrößerung der Kontaktfläche vorgeschlagen worden [7]:

- a) Durch Multilamination wird eine Vielzahl dünner Flüssigkeitsstrahlen erzeugt und wechselweise zusammengeführt. So erhält man große Kontaktflächen zwischen den Flüssigkeiten und eine effektive Diffusion wird möglich. Diese Verfahren bedürfen jedoch aufwendiger dreidimensionaler Flüssigkeitsführung mit entsprechend komplexer Geometrie der Mikrostrukturen. Aus diesen Gründen sind solche Mikromischer nur bedingt für (billige) Massenfertigung geeignet.
- b) Durch oszillierende Strömung in Seitenkanälen wird die Strömung im Mischkanal aufgefaltet, was gleichfalls zu großen Kontaktflächen zwischen den Flüssigkeiten führt. Die oszillierende Strömung in den Seitenkanälen wird hierbei durch mechanische oder elektro-mechanische Einrichtungen wie Pumpen, Membranen oder Piezo-Kristalle erzeugt.
- c) Durch geeignete komplexe Wandstrukturen im Mischkanal werden Sekundärströmungen induziert, welche ebenfalls die Strömung und damit die Kontaktfläche auffalten.

Der Grundgedanke des folgenden Mischkonzepts besteht darin, in der elektrischen Doppelschicht (an Flüssigkeits/Wand-Grenzflächen) zeitabhängige elektri-

sche Kräfte zu induzieren. Dies ist mit einem von außen angelegten elektrischen Feld geeigneter Orientierung, Amplitude und Frequenz möglich. So kann eine zeitabhängige Strömung auch bei niedrigen Reynolds-Zahlen angeregt werden, welche zur Auffaltung und Vergrößerung der Kontaktfläche zwischen den beiden Flüssigkeiten führt. Die große Kontaktfläche erlaubt dann eine effektive Diffusion und damit schnelle Vermischung. Die Erregungsfrequenz kann hierbei so optimiert werden, dass sie in Resonanz mit der Strömung erfolgt.

Flüssigkeiten, wie beispielsweise wässrige Lösungen, enthalten meist Ladungsträger in Form von Ionen. Im Innern der Flüssigkeit sind die Ionen unterschiedlicher Ladung gleichverteilt, so dass dort die Flüssigkeit elektrisch neutral ist. An der Wand hingegen kommt es zu einer erhöhten Konzentration eines der beiden Ladungsträger und damit zu einer elektrisch nicht neutralen Schicht. Die Ladungsverteilung kann mit der sogenannten Debye-Hückel-Approximation angenähert werden, so dass sich gemäß

$$\rho_e(y) = \frac{q_w}{l_D} e^{-y/l_D} \quad (1)$$

eine exponentielle Ladungsverteilung in Wandnähe ergibt [8]. In (1) bezeichnet  $q_w = \epsilon \zeta / l_D$  die Ladungsdichte der Wand, welche mit dem Zeta-Potential  $\zeta$ , der Debye-Länge  $l_D$  und der Dielektrizitätskonstante  $\epsilon$  der Flüssigkeit verknüpft ist.  $y$  ist die wandnormale Koordinate. Die Debye-Länge  $l_D$  charakterisiert die Dicke der elektrisch nicht neutralen Schicht, welche

auch als elektrische Doppelschicht (EDL) bezeichnet wird. In Flüssigkeiten ist  $l_D$  üblicherweise kleiner als  $1 \mu\text{m}$ . Nur in der elektrischen Doppelschicht können elektrische Kräfte induziert werden.

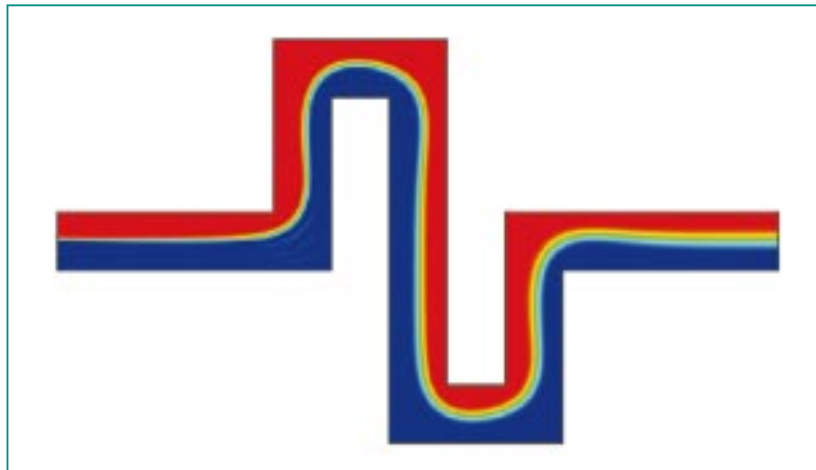
Auch in Mikrokanälen erweist sich die Debye-Länge  $l_D$  als deutlich kleiner als die Kanalweite  $d$ . Um die elektrische Doppelschicht in einer numerischen Simulation vernünftig aufzulösen, wäre deshalb eine erhebliche Verfeinerung des Rechengitters in Wandnähe erforderlich. Dies würde den Rechenaufwand dramatisch erhöhen. In [6] wird eine sog. angepasste asymptotische Entwicklung abgeleitet, welche eine näherungsweise (analytische) Behandlung der elektrischen Doppelschicht erlaubt, und damit die numerische Simulation solcher Strömungen auf relativ groben Gittern zulässt.

Im folgenden Beispiel sind Ergebnisse einer numerischen Simulation zu einem elektrisch erregten Mikromischer in einem mäanderförmigen Kanal gegeben. Hierzu werden die instationären, zweidimensionalen (ebenen) Erhaltungsgleichungen (Kontinuitätsgleichung, Navier-Stokes-Gleichungen, Stofftransportgleichung) mit Hilfe eines Finite-Elemente-Verfahrens dimensionslos ohne/mit einem harmonisch oszillierenden, vertikalen elektrischen Feld gelöst. Hierbei machen wir von der vereinfachten Behandlung durch ein asymptotische Repräsentation der elektrischen Doppelschichten Gebrauch. Ein vollständige Darstellung der zugrundeliegenden Skalierung, Gleichungen und Randbedingungen findet sich in [9]. Abb. 1 zeigt das Konzentra-

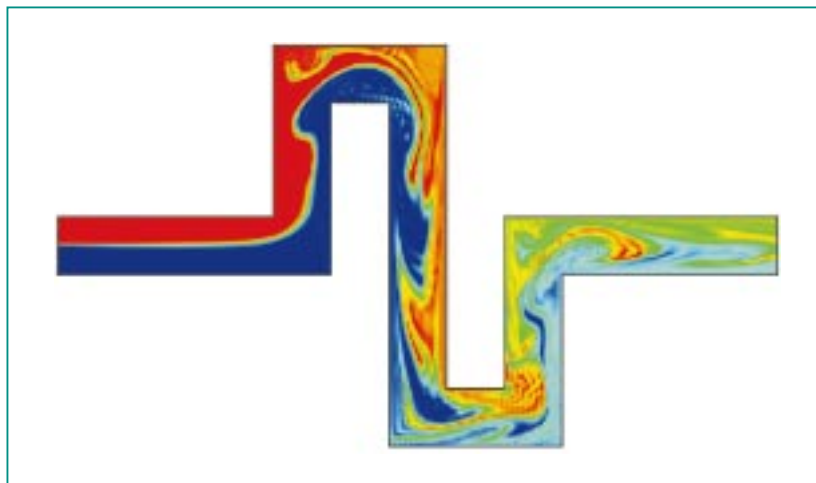
tionsfeld ohne elektrische Erregung. Mit den Parametern Reynolds-Zahl  $Re = 10$  und Schmidt-Zahl  $Sc = 100$  ist das Problem dimensionslos festgelegt. Es ist  $Re = ud/\nu$ ,  $Sc = \nu/D$ , mit der kinematischen Viskosität  $\nu$  der Flüssigkeit und der Stoffdiffusivität  $D$ . In einem wassergefüllten Kanal entspricht diese Parameterwahl etwa eine Kanalweite von  $d = 250 \mu\text{m}$  und einer mittleren Geschwindigkeit von  $u = 40 \text{ mm/s}$ .

Wir erkennen, dass die beiden Flüssigkeiten im wesentlichen unvermischt durch den Mäander strömen, weil durch fehlende Trägheitseffekte weder Ablösung noch Instabilitäten auftreten. Lediglich an der Kontaktfläche zwischen den beiden Flüssigkeiten kommt es infolge der Stoffdiffusion zu einer geringen Vermischung. Die unvermischten Flüssigkeiten erscheinen in Abb. 1 rot und blau, während die perfekt durchmischte Flüssigkeit grün erscheint.

In Abb. 2 ist das Konzentrationsfeld mit elektrischer Erregung gezeigt. Die Parameter  $Re$ ,  $Sc$  sind gleich wie in Abb. 1, das vertikale oszillierende elektrische Feld hat eine Amplitude von  $E = 20 \text{ V/mm}$  bei einer Erregungsfrequenz von  $f = 16 \text{ Hz}$ . Wir erkennen, dass aufgrund der (vertikalen) elektrischen Kräfte an den Kanalwänden eine Auffaltung der Strömung mit entsprechender Vergrößerung der Kontaktfläche auftritt. Demzufolge läuft die Diffusion effektiver ab und im Ergebnis erhalten wir am Austritt des einfachen Mäanders gut durchmischte Flüssigkeiten, was anhand der Mischfarben deutlich wird.



**Abb. 1: Konzentrationsfeld bei der Strömung zweier Flüssigkeiten durch einen Mäander ohne elektrische Erregung.**



**Abb. 2: Konzentrationsfeld bei der Strömung zweier Flüssigkeiten durch einen Mäander mit Erregung durch ein elektrisches Wechselfeld.**

### Zusammenfassung

Die theoretische Beschreibung der Strömungs- und Transportprozesse in Mikrokanälen, d.h. in Kanälen von  $1\text{-}1000 \mu\text{m}$  Kanalweite, stellt zunächst kein grundsätzlich neues Problem dar. Vielmehr kann in weiten Bereichen die Kontinuumsmechanik, gegebenenfalls mit modifizierten Randbedingungen, zugrunde gelegt werden. Für Gase sollte hier-

bei die Gültigkeit der Kontinuumsannahme mit Hilfe der Knudsen-Zahl sorgfältig überprüft werden. Für Flüssigkeiten weisen aktuelle Arbeiten auf ein Kriterium auf Basis der Scherrate hin, welches für Mikrokanäle selbst unter extremen Bedingungen nicht verletzt wird.

Für Strömungen in Mikrokanälen können wir davon ausgehen, dass Trägheitseffekte gegenüber Rei-

bungseffekten in den Hintergrund treten. Demgemäß liegt in der Regel eine laminare Strömung vor. Ähnliches gilt für Effekte der Schwerkraft, welche in Mikrokanälen in der Regel eine untergeordnete Rolle spielen. Im Gegensatz dazu spielen Grenzflächeneffekte in Mikrokanälen in der Regel eine prominente Rolle. Grenzflächeneffekte sind einerseits durch mechanische Kräfte an den Grenzflächen gegeben und andererseits durch den Wärme- und Stoffübergang über die

Grenzflächen. Schließlich ist in Mikrokanälen zu erwarten, dass diffusive Effekte, wie beispielsweise die Wärmeleitung im Fluid oder in der Kanalwand, eine wichtige Rolle spielen.

Die Anwendung von elektrischen Kräften an Flüssigkeits/Wand-Grenzflächen führt zum Konzept eines elektrisch erregten Mikromischers. Ein zeitlich oszillierendes elektrisches Feld wird hierbei genutzt, um die Strömung aufzufalten und damit die Kontaktfläche

zwischen den beiden Flüssigkeiten zu vergrößern. Die zeitliche Erregung sollte für ein optimales Ergebnis in Resonanz mit der Strömung erfolgen. Über die aufgefaltete Kontaktfläche wird effiziente Diffusion möglich und eine deutliche Verbesserung der Vermischung wird erreicht.

## Literatur

- [1] M. Gad-el Hak, (1999), *ASME J. Fluids Engineering* 121, 5-33
- [2] S. Schaaf, P. Chambré, (1961), *Flow in rarefied gases*, Princeton University Press
- [3] W. Loose, S. Hess, (1989), *Rheologica Acta* 28, 91-101
- [4] P. Thompson, S. Troian, (1997), *Nature* 389, 360-362
- [5] H. Herwig, (2002), *ZAMM, im Druck*
- [6] P. Ehrhard, I. Meisel, (2002), *FZK-Bericht 6680*
- [7] W. Ehrfeld, V. Hessel, H. Löwe, (2000), *Microreactors*, Wiley-VCH
- [8] T. Schulenberg, G. Janssens-Maenhout, (2002), *FZK-Bericht 6669*.
- [9] I. Meisel, P. Ehrhard, (2002), *Proc. MSC 2002 Conference, Puerto Rico, 22.-25.4.2002*, 62-65

# Keramische Reaktoren für den Einsatz in der Mikroreaktionstechnik

R. Knitter, D. Göhring, P. Risthaus, IMF

## Einleitung

In der Verfahrenstechnik wurde bereits Ende der achtziger Jahre erkannt, dass das hohe Verhältnis von Oberfläche zu Volumen von Mikrostrukturkomponenten zu hohen Wärmeübertragungsleistungen führt, die den Einsatz dieser Komponenten als Wärmetauscher interessant erscheinen lässt [1]. Aber auch in der chemischen Reaktionstechnik ermöglicht der hohe Wärmetransport selbst bei stark exothermen Reaktionen eine isotherme Reaktionsführung und einen kontrollierbaren Reaktionsverlauf explosionsgefährdeter Reaktionen. Aufgrund der geringen Abmessung sind die Strömungsverhältnisse in Mikrokanälen fast immer laminar, und die Mischung der Medien erfolgt über Diffusion. Die hohen Stoff- und Wärmeübergänge und die engen Verweilzeitenspektren in Mikroreaktoren ermöglichen gegenüber konventionellen Reaktoren eine sehr viel präzisere Prozesskontrolle und ließen dadurch insbesondere bei schnellen, heterogen katalysierten Gasphasenreaktionen höhere Selektivitäten und Ausbeuten erwarten. In einer der ersten Arbeiten, in der dies nachgewiesen werden konnte, wurde dazu ein am Forschungszentrum Karlsruhe entwickelter, metallischer Mikroreaktor eingesetzt [2].

Kleine, kompakte Anlagen ermöglichen prinzipiell die verteilte Produktion („on site“) oder auch die Herstellung bei Bedarf („on demand“) und können so die Risiken durch Transport oder Lagerung gefährlicher Chemikalien minimieren. Im Bereich der Pro-

duktion ist die Bereitschaft zum Einsatz von Mikroreaktoren noch immer sehr gering, obwohl in der Zwischenzeit nachgewiesen werden konnte, dass entweder durch Parallelisierung mehrerer Reaktoren („Numbering-up“) oder durch eine geringe Vergrößerung der Kanaldurchmesser auch mit Mikroreaktoren ein großer Durchsatz möglich ist. Die Vorbehalte liegen zum einen an der aufwendigen Steuer- und Regelungstechnik und dem komplexen Aufbau der Medienzuführungen, die zum Betrieb vieler, parallel betriebener Mikroreaktoren notwendig sind, zum anderen aber auch daran, dass potentielle Fouling-Probleme durch Verstopfung zu Ausfällen der Anlagen führen können. Im F&E-Bereich für kinetische Untersuchungen, zur Aufklärung der Reaktionsmechanismen und zum Benchmarking bei Prozessforschung und -intensivierung, aber auch im Bereich der kombinatorischen Chemie und des Katalysator-Screenings hingegen hat die chemische Industrie das Potenzial dieser neuen Technik erkannt und ist zunehmend interessiert, Mikroreaktoren einzusetzen. Dies scheitert vielfach aber noch an der Verfügbarkeit günstiger, einfach handhabbarer Mikroreaktoren als Standard-Labor-Tool.

Die Entwicklung von Mikrostrukturierungstechniken hat in den letzten 25 Jahren zur Miniaturisierung einer Fülle von mechanischen, optischen, thermischen und fluidischen Komponenten und Systemen geführt. Da nahezu alle dieser Strukturierungstechniken aber nur für ausgewählte Werkstoffe geeignet sind,

führte dies in der Mikrosystemtechnik zwangsläufig zu einer Limitierung der zur Verfügung stehenden Materialpalette. Beispiele für Mikrostrukturierungstechniken sind die LIGA-Technik zur Herstellung von Mikrostrukturen aus Polymeren und ausgewählten Metallen, die Silizium-Technologie, die mikromechanische Bearbeitung von metallischen Werkstoffen und die Fotostrukturierung von Spezialgläsern. Für einige Bereiche der Mikrotechnik sind jedoch die besonderen Eigenschaften von Keramiken, wie die hohe Härte oder die hohe thermische und chemische Beständigkeit von großem Interesse. Es sind aber genau diese Eigenschaften, die die Anwendung der etablierten Strukturierungstechniken für keramische Werkstoffe unmöglich oder ökonomisch nicht sinnvoll machen, und dadurch die Entwicklung von keramischen Mikrokomponenten verzögerten. So ist es auch nicht verwunderlich, dass trotz der recht großen Zahl von Mikrostrukturkomponenten, die bisher für den Einsatz in der chemischen oder thermischen Verfahrenstechnik vorgestellt wurden [3], praktisch keine vollkeramischen Systeme zu finden sind. Keramiken werden nur für einzelne Elemente oder Teile der Mikrosysteme verwendet. Bei den wenigen bisher vorgestellten, vollkeramischen Konzepten schränken die Herstellungsmethoden die Design-Freiheit und damit eine mögliche Anwendung der Komponenten von vorn herein stark ein [4, 5]. Ein Einsatz dieser Komponenten ist bislang nicht bekannt.

Für sehr hohe Temperaturen und für Reaktionen unter Beteiligung korrosiver Medien sind die existierenden metallischen oder polymeren Systeme zumeist nicht oder nur bedingt geeignet. Hier ist der Einsatz von keramischen Komponenten die einzige Möglichkeit, der Mikroreaktionstechnik dieses Gebiet zu erschließen. Bei der Entwicklung und Fertigung keramischer Bauteile müssen allerdings die größeren Schwierigkeiten bei der Formgebung und insbesondere bei der Mikrostrukturierung, sowie eine aufwendigere Aufbau- und Verbindungstechnik in Kauf genommen werden. Daraus resultiert aber auch, dass nicht das Design einer metallischen Komponente übernommen werden kann, sondern bereits beim Bauteilentwurf ein keramikgerechtes Design erforderlich ist und eine geeignete Füge- und Verbindungstechnik berücksichtigt werden muss.

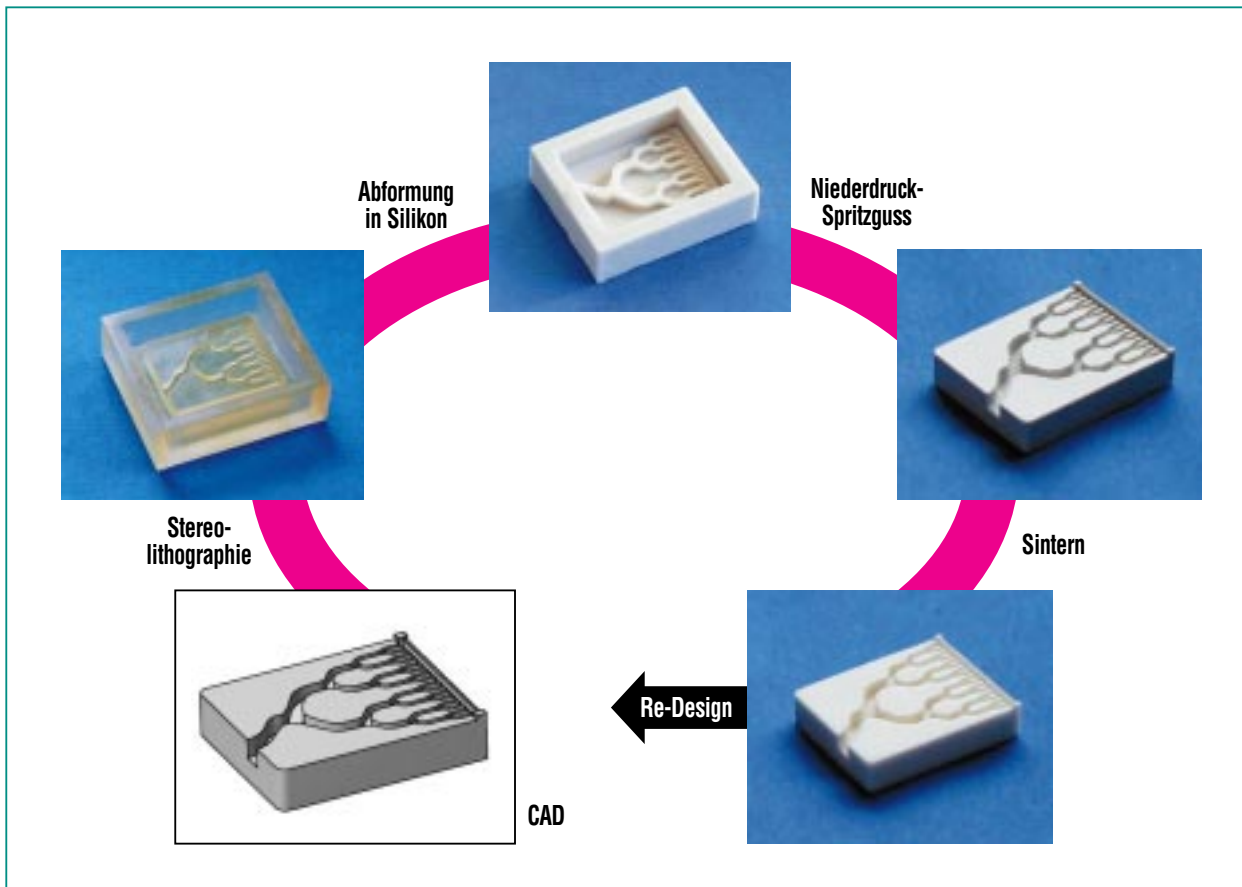
### Design und Fertigung der keramischen Mikroreaktoren

Für die keramischen Mikroreaktoren wurde ein modulares, vollkeramisches Konzept gewählt, das sich dadurch auszeichnet, dass in ein Reaktorgehäuse austauschbare Funktionselemente eingelegt werden können. So konnte ein Mikroreaktorsystem realisiert werden, das einerseits zum schnellen Screening von Katalysatoren, andererseits aber auch allgemein für Gasphasenreaktionen geeignet ist [6, 7]. Aluminiumoxid wurde als Material für das Reaktorsystem wegen seiner thermischen und chemischen Beständigkeit gewählt.

Es wurden zwei Modelle von Mikroreaktoren mit unterschiedlichen Designvarianten für den Einsatz bei Temperaturen bis 1100°C entwickelt. Ein einfaches Modell A, das für das schnelle Katalysator-Screening mit einem austauschbaren, mikrostrukturierten Katalysatorträger bestückt werden kann, und ein Modell B, ausgelegt für Hochtemperatur-Gasphasenreaktionen, mit modularen, austauschbaren Funktionselementen. Die für das Reaktorsystem B zunächst entwickelten Funktionselemente wurden für die oxidative Koppelung von Methan entworfen [6]. Dieses Modell verfügt über zwei Bohrungen für getrennte Gasleitungen. Innerhalb des Reaktors wird durch ein Modul, bestehend aus zwei Gasverteilern und einem Trennplättchen, die Möglichkeit einer getrennten Zuführung und Aufheizung der Eduktgase bis zur Katalysatorzone geschaffen. Der eigentliche Reaktionsraum wird durch zwei mikrostrukturierte Katalysatorträger aufgebaut. Daran schließt sich der Auslassbereich an, der ebenfalls aus zwei Modulen besteht. In der Grundvariante besitzt Reaktormodell B einen konstanten Strömungsquerschnitt über die Gesamtlänge des Reaktors.

Die Formgebung der keramischen Komponenten erfolgt über eine Rapid Prototyping Prozesskette, die sowohl die präzise Fertigung mikrostrukturierter Komponenten als auch die Herstellung relativ großer Bauteile wie dem Reaktorgehäuse ermöglicht [8]. In dieser Prozesskette werden ausgehend von einem drei-

dimensionalen CAD-Modell die Urmodelle unter Berücksichtigung der zu erwartenden Sinterschwindung in einer Rapid-Prototyping-Anlage z. B. durch Stereolithographie gefertigt. Die Urmodelle werden in Silikonformen umkopiert, die dann direkt als Abformwerkzeuge im Niederdruck-Spritzguss eingesetzt werden (Abb. 1). Diese Prozesskette ermöglicht insbesondere in der Design-Entwicklungsphase und für Vorserien eine schnelle und kostengünstige Fertigung keramischer Bauteile, da die zeit- und kostenintensive mikromechanische Herstellung der Werkzeuge entfällt. Innerhalb weniger Tage ist die Modifikation des Designs vorhandener Bauteile oder die Fertigung eines Prototyps möglich. Durch den Einsatz unterschiedlicher Rapid Prototyping Verfahren zur Fertigung der Urmodelle konnte gezeigt werden, dass die Qualität und Auflösung der Keramikbauteile in erster Linie durch die Qualität der Urmodelle bestimmt wird [9], dass aber auch sehr feine Details und hohe Aspektverhältnisse realisierbar sind [10]. Die über Niederdruck-Spritzguss abgeformten Mikroreaktoren zeigen auch als Prototyp bereits die Eigenschaften eines konventionell hergestellten Keramikbauteils. Dies ist insofern von besonderer Bedeutung, da das Design nicht an Designmodellen verifiziert werden kann, sondern die Funktionstüchtigkeit nur unter den Einsatzbedingungen der jeweiligen chemischen Reaktion überprüft werden kann, so dass die Herstellung von Funktionsmodellen unerlässlich war.



**Abb. 1: Prozessstufen der Rapid-Prototyping-Prozesskette zur Herstellung keramischer Mikrobau- teile am Beispiel eines Gasverteilers.**

Beim Niederdruck-Spritzguss wird das keramische Ausgangspulver in ein thermoplastisches Bindemittel gerührt und zu einem fließfähigen Schlicker homogenisiert. Als Binder kommen hierbei niedrigschmelzende Wachse und Paraffine zum Einsatz, die eine Abformung bereits bei Temperaturen von ca. 70°C und Drücken von 0,2 MPa ermöglichen [11, 12]. Da die Temperatur- und Druckbedingungen gegenüber dem Hochdruck-Spritzguss deutlich reduziert sind, wird die Verwendung z. B. von Silikonformen als Abformwerkzeug möglich. Der hier standardmäßig verwendete  $Al_2O_3$ -Feedstock be-

sitzt einen Feststoffgehalt von 89 Gew.%, dies entspricht einer Grunddicke der spritzgegossenen Bauteile von 65 Vol.%. Die organischen Bestandteile werden durch einen stufenweisen Entbindeprozess bei Temperaturen bis 500°C freigesetzt. Nach dem Sintern bei 1700°C besitzen die Aluminiumoxid-Bauteile 95 % der theoretischen Dichte von 3,99 g/cm<sup>3</sup> und weisen eine lineare Schwindung von ca. 12 % auf. Messungen zur Reproduzierbarkeit der Abmessungen an den Strukturierungsdetails ergaben bei dem hier verwendeten  $Al_2O_3$ -Feedstock eine Standardabweichung von weniger als 0,3 %.

Die Abb. 2 zeigt die beiden Grundmodelle A und B des Reaktorsystems. Während im Modell A nur der mikrostrukturierte Katalysatorträger austauschbar ist, sind im Modell B bei Bedarf alle Funktionselemente austauschbar. Vom Reaktorgrundmodell B wurden verschiedene Varianten gefertigt, bei denen einzelne Module bereits fest integriert sein können. So steht auch ein hochkant aufgebautes Reaktorkörper zur Verfügung, in dem das Trennplättchen zwischen den Gasverteilern zusammen mit dem Gehäuse abgeformt wird, und die Module senkrecht eingesetzt werden (Abb.

3). Das modulare Design und die flexible Fertigung gestatten es, den Reaktor schnell an spezielle Anforderungen durch Austauschen der Funktionselemente

anzupassen. Es wurden bereits Module für einen statischen Mischer sowie verschieden strukturierte Katalysatorträger gefertigt [7].

Die hohe Abformpräzision zeigt sich in den rasterelektronenmikroskopischen Bildern von einzelnen Komponenten. Abb. 4 zeigt Detailaufnahmen eines Gasverteilers zur getrennten Zuführung eines Mediums, in dem der  $2 \times 2 \text{ mm}^2$  große Einlasskanal horizontal auf sechzehn Einzelkanäle mit einem Querschnitt von  $500 \times 500 \mu\text{m}^2$  aufgespalten wird (Abb. 4a und b) und einen Ausschnitt aus einer Komponente des statischen Mixers (Abb. 4c). Die periodische Riefelung der vertikalen Wände resultiert aus der präzisen Abformung der in der Stereolithographie schichtweise aufgebauten Polymer-Urform. Aus dem Schichtaufbau der Urform resultiert aber auch, dass alle gegenüber der z-Achse geneigten Flächen durch Stufen angenähert werden müssen (s. Abb. 4a und b). Als Katalysatorträger stehen verschiedene Einsätze zur Verfügung. Neben einfachen Kanalstrukturen mit Kanalbreiten bzw. -höhen zwischen  $250$  und  $500 \mu\text{m}$  (Abb. 5a), wurden auch Einsätze mit noppenförmiger Oberflächenstruktur hergestellt (Abb. 5b). In Modell B können auch zwei mäandrierend verlaufende Kanalstrukturen aufeinander eingesetzt werden, um bei gleicher Durchflussgeschwindigkeit eine höhere Verweilzeit in der Reaktionszone zu realisieren (Abb. 5c).

Um auch nach dem Einsatz den Austausch der Komponenten zu gewährleisten, wird in beiden Modellen das Gehäuse nur durch Anpressen eines polierten Deckels über ein Klammersystem verschlossen. Die Medienzu- und -ableitung erfolgt über kommerzi-

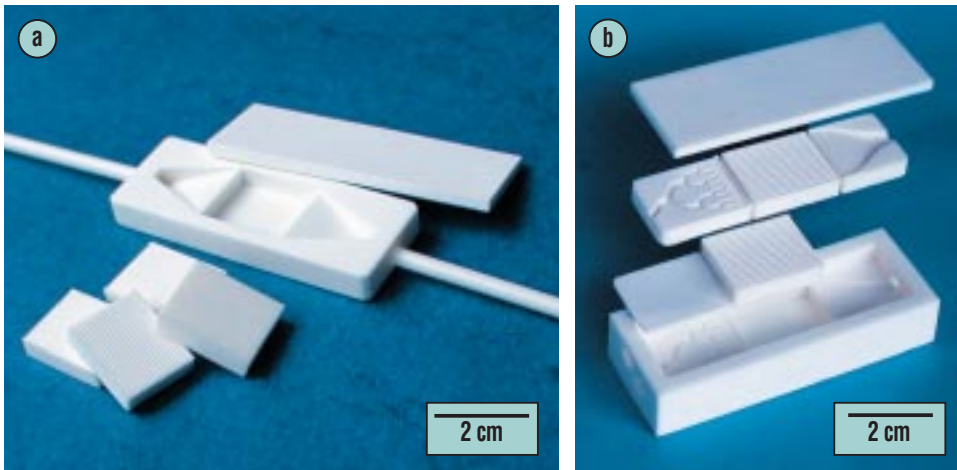
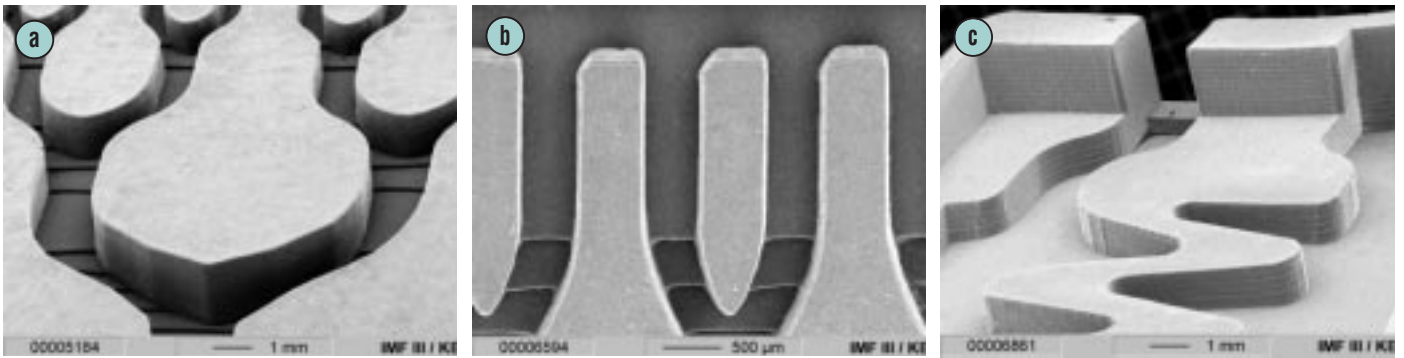


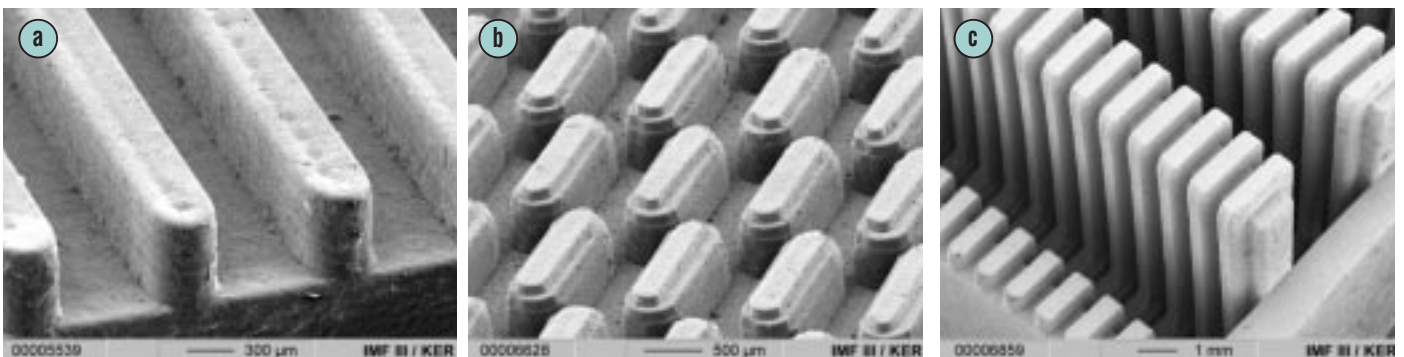
Abb. 2: (a) Reaktormodell A mit austauschbaren Katalysatorträgern und (b) Modell B mit auswechselbaren Funktionselementen. Die Reaktorgehäuse haben eine Länge von 68 mm.



Abb. 3: Modular aufgebaute keramische Mikroreaktorsysteme mit auswechselbaren Funktionselementen, die die Anpassung der Systeme an unterschiedliche Reaktionsführungen erlauben.



**Abb. 4: Detailaufnahmen (a+b) des Gasverteilers und (c) einer Mischerkomponente. Die an den senkrechten Wänden erkennbare Oberflächenstruktur der Keramikbauteile resultiert aus der präzisen Abformung des in der Stereolithographie schichtweise aufgebauten Polymer-Urmodells.**

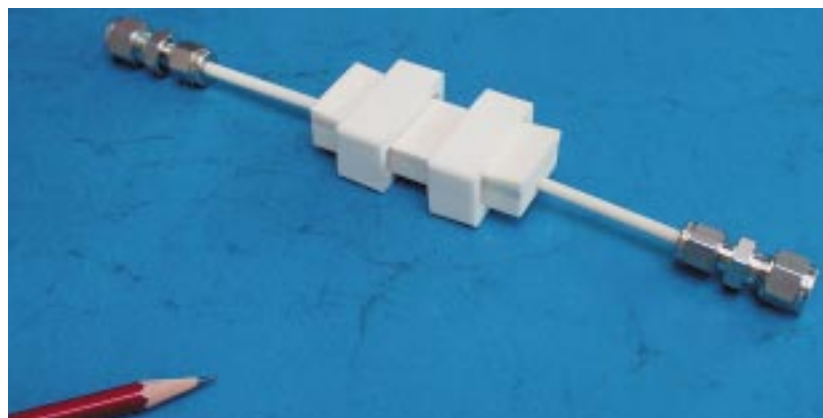


**Abb. 5: Katalysatorträger mit unterschiedlich strukturierten Oberflächen: (a) Kanalstruktur mit einem Kanalquerschnitt von 500 µm x 500 µm, (b) Noppenstruktur und (c) mäanderförmig verlaufende Kanalstruktur.**

elle Keramikrohre, die mit einem Glaslot permanent mit dem Reaktorgehäuse verbunden werden. Für die Verbindungstechnik wurde ein kommerzielles und ein am Forschungszentrum Jülich entwickeltes Glaslot eingesetzt [13], die beide eine Einsatztemperatur der Reaktoren von 1100°C gestatten. Das auf Basis keramischer Rohstoffe entwickelte Glaslot ist im thermischen Ausdehnungskoeffizienten an Aluminiumoxid angepasst. Es zeichnet sich durch hohe Festigkeiten und E-Moduli auch bei Einsatztemperaturen von 1000°C aus, die aus der gezielten Auskristallisation von Wollastonitnadeln in der Glasmatrix resultieren. Der Anschluss des Reaktors

an die Medienversorgung bzw. die Analytik kann dann über standardisierte Swagelok-Anschlüsse erfolgen (Abb. 6). Zur Temperaturkontrolle beim Betrieb des Reak-

tors kann ein Thermoelement durch eine Bohrung von außen bis dicht an die Katalysatoren herangeführt werden, ohne in den Reaktionsraum selbst einzudringen.



**Abb. 6: Einsatzbereiter keramischer Mikroreaktor mit Klammersystem, gefügten Zuleitungen und Swagelok-Anschlüssen.**



## Erprobung der keramischen Mikroreaktoren

Die Erprobung der Mikroreaktoren erfolgte in einem Versuchstand des IMVT [14], am Lehrstuhl für Technische Chemie 1 der Universität Erlangen-Nürnberg [15] sowie in einer vollautomatisierten Katalysator-testanlage bei der Firma Akzo Nobel in Arnheim [16, 17]. Die Mikroreaktoren wurden über mehrere Wochen in Rohröfen bei Temperaturen bis zu 1000°C unter Normaldruck betrieben, kein Reaktor versagte während des Einsatzes unter Betriebsbedingungen, und es wurden auch nach mehreren Wochen Betriebszeit keinerlei thermisch oder chemisch bedingte Veränderungen beobachtet. Die Untersuchung der Dichtigkeit des Reaktorsystems ergab, dass die Verbindung von Reaktorgehäuse und Deckel bis zu einem Druck von 1,2 bar gasdicht ist [14]. Mit einer Golddichtung, die zwischen Reaktorgehäuse und Deckel verspannt wird, kann das System bis 1,3 bar gasdicht betrieben werden. Der gemessene Druckverlust in Modell A liegt bei 1000°C und einem Gasfluss von 100 ml Stickstoff pro Minute bei nur ca. 3 mbar. Die Reaktoren wurden für zwei Gasphasenreaktionen eingesetzt.

### *Oxidative Methankopplung*

Bei der oxidativen Methankopplung handelt es sich um eine schnelle, heterogen katalysierte Gasphasenreaktion, die im Temperaturbereich zwischen 700 und 1000°C stark exotherm verläuft.

Die direkte Umsetzung von Methan zu Ethylen ist in den letzten 20 Jahren intensiv untersucht worden, da Ethylen einer der wichtigsten Ausgangsstoffe der Petrochemie ist und z. B. zur Herstellung von Polyethylen verwendet wird. Trotz der Untersuchung der Reaktion mit einer sehr großen Zahl verschiedener Katalysatoren und verschiedenen Reaktorkonzepten, ist es nicht gelungen, bei hohen Methanumsätzen eine hohe Selektivität an Ethylen zu erreichen und die Vielzahl der Sekundärprodukte zu unterdrücken [18, 19]. Insbesondere muss der Kontakt des Eduktgasgemisches mit heißen Metallflächen vermieden werden, da sonst die partielle bzw. die Totaloxidation des Methans begünstigt wird, und verstärkt CO und CO<sub>2</sub> gebildet werden.

Bei der oxidativen Methan-Kopplung wurde Lithiumaluminat (LiAlO<sub>2</sub>) als Katalysator eingesetzt. Die Reaktion wurde mit verschiedenen Katalysatorvarianten in Abhängigkeit von Temperatur, Durchfluss und Zusammensetzung des Eduktgasgemisches untersucht. Mit zwei Thermoelementen konnte die Temperatur sowohl an der Reaktoraußenwand, als auch im Reaktor gemessen werden. Die Gaszuführung wurde durch Mass Flow Regler gesteuert. Während beim Reaktormodell A Methan, synthetische Luft und Stickstoff vor dem Reaktor gemischt wurden, erfolgte bei Modell B die Zuleitung von Methan und Stickstoff durch den einen Einlass, von synthetischer Luft durch den anderen Einlass. Das den Reaktor verlassende

Gasgemisch wurde in einer beheizten Rohrleitung einem Gaschromatographen zugeführt und online analysiert. Die bei hohen CH<sub>4</sub>:O<sub>2</sub>-Verhältnissen gelegentlich im Reaktor auftretenden Verkokungen konnten durch Pyrolyse unter Luft leicht beseitigt werden. Bei 1000°C und einem Gesamtgasstrom von 100 ml/min betrug die Verweilzeit in der 21 mm langen Reaktionszone ca. 25 ms.

Wie in der Literatur beschrieben, zeigte sich auch im Mikroreaktor, dass die Steigerung der Ethylen-selektivität einer Maximierung des Methanumsatzes entgegengläuft, so dass insgesamt nur geringe Ethylenausbeuten zu beobachten waren (Abb. 7). Wenn gleich im Reaktormodell B Methanumsätze von bis zu 66 % und C<sub>2</sub>-Selektivitäten (Summe der Selektivitäten von Kohlenwasserstoffen mit zwei Kohlenstoffatomen: hier Ethan, Ethylen und Acetylen) von bis zu 44 % erreicht werden konnten, wurden als maximale Ethylenausbeuten nur 4,5 % bzw. maximale C<sub>2</sub>-Ausbeuten von 6,1 % mit einem massiven, strukturierten Katalysator bei 950°C erzielt. Die C<sub>2</sub>-Selektivitäten liegen damit jedoch höher als in [20], die in einem metallischen Mikroreaktor mit keramischem Katalysatoreinsatz gemessen wurden. Abb. 8 zeigt den bei 950°C gemessenen Methanumsatz für verschiedene Katalysatoreinsätze. In den Versuchen lieferten massive, mikrostrukturierte oder poröse Katalysatoreinsätze deutlich bessere Ergebnisse als die durch verschiedene Verfahren beschichteten Katalysatorträger [14]. Dies könnte auf

ein unzureichendes Angebot an katalytischer Oberfläche bei nicht flächendeckender Beschichtung zurückzuführen sein. Vergleichsmessungen mit unbeschichteten Katalysatorträgern zeigten, dass das verwendete Reaktormaterial für die oxidative Methankopplung keine katalytische Aktivität besitzt.

### Partielle Oxidation von Isopren

Als weitere schnelle, heterogen katalysierte Gasphasenreaktion wurde die partielle Oxidation von Isopren zu Citraconsäureanhydrid (CSA) untersucht, die im Temperaturbereich zwischen 300 und 500°C stark exotherm verläuft. Das gewünschte Produkt gehört zur Gruppe der Feinchemikalien und wird bspw. als Ausgangsstoff für die Synthese von künstlichen Harzen aber auch für Pharmazeutika verwendet. Als Katalysator wurden hier Vanadium-Titan-Mischoxide ( $V_{75}Ti_{25}O_x$ ) eingesetzt, die als Suspension auf die mikrostrukturierten  $Al_2O_3$ -Träger aufgebracht wurden [21]. Die Reaktionsgase wurden dem Reaktormodell A über Mass Flow Regler dosiert zugeleitet, die Analyse der Produktgase erfolgte online in einem Gaschromatographen.

Bei früheren Untersuchungen dieser Reaktion in Mikroreaktoren aus Edelstahl mit verschiedenen metallischen Katalysatorträgerplatten wurde bei höheren Temperaturen eine nicht zu vernachlässigende Blindaktivität der Reaktormaterialien festgestellt, die die Ausbeute der Reaktion negativ beeinflusste [21].

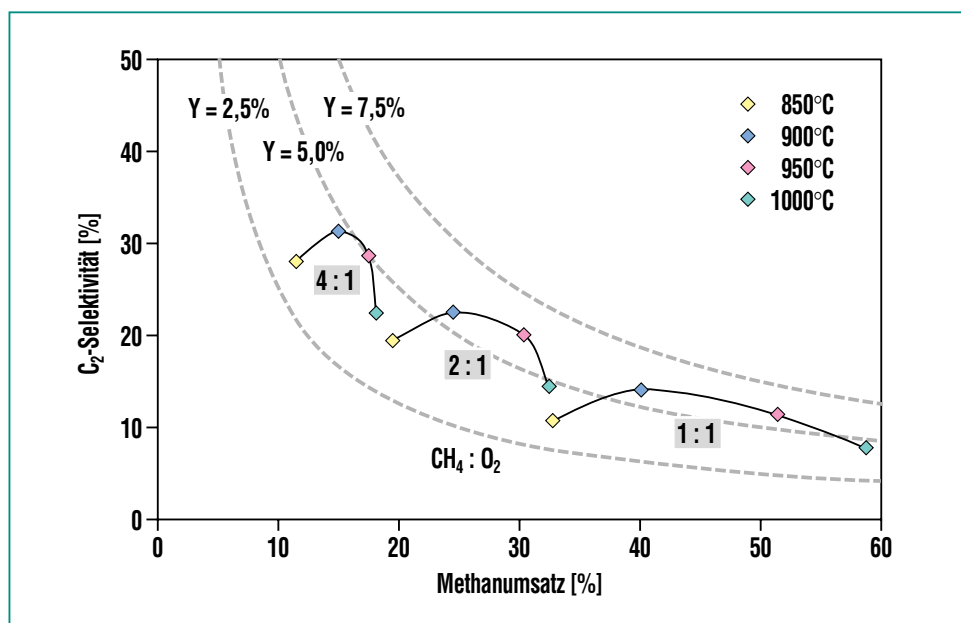


Abb. 7: C<sub>2</sub>-Selektivität in Abhängigkeit von Methanumsatz, Temperatur und CH<sub>4</sub>:O<sub>2</sub>-Verhältnissen von 1, 2 und 4 bei Verwendung eines massiven mikrostrukturierten Katalysatoreinsatzes aus Lithiumaluminat und einem Gesamtgasstrom von 100 ml/min. Die grauen Linien repräsentieren C<sub>2</sub>-Ausbeuten von 2,5, 5,0 und 7,5 Prozent.

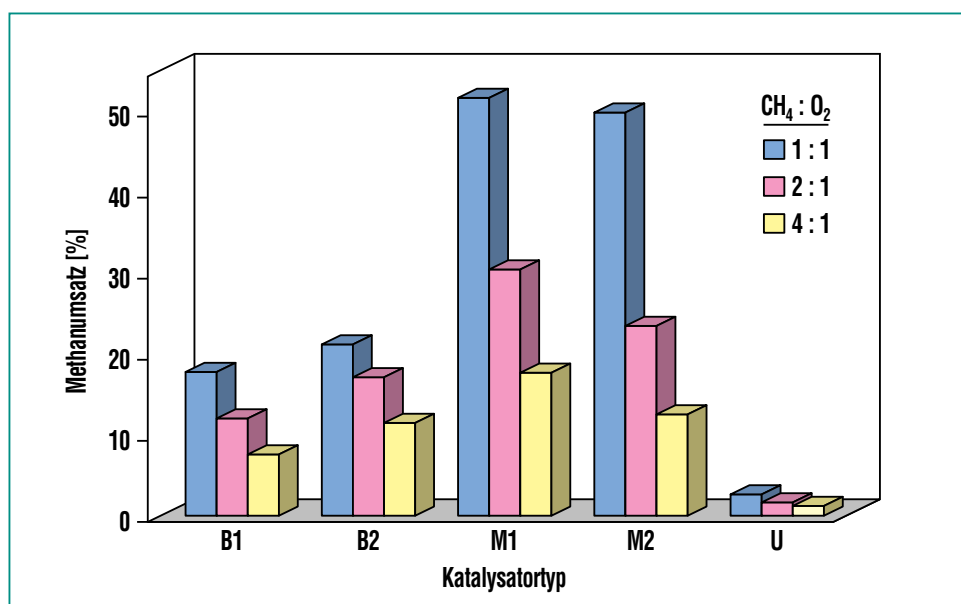


Abb. 8: Methanumsatz bei 950°C in Abhängigkeit vom CH<sub>4</sub>:O<sub>2</sub>-Verhältnis für verschiedene Katalysatorvarianten. (B1 und B2: durch Sol-Gel-Technik bzw. Zersetzung von Metallsalzlösungen beschichtete Katalysatorträger, M1 und M2: massiver, mikrostrukturierter bzw. hochporöser Katalysatoreinsatz aus Lithiumaluminat, U: unbeschichteter Katalysatorträger aus Aluminiumoxid [14].)

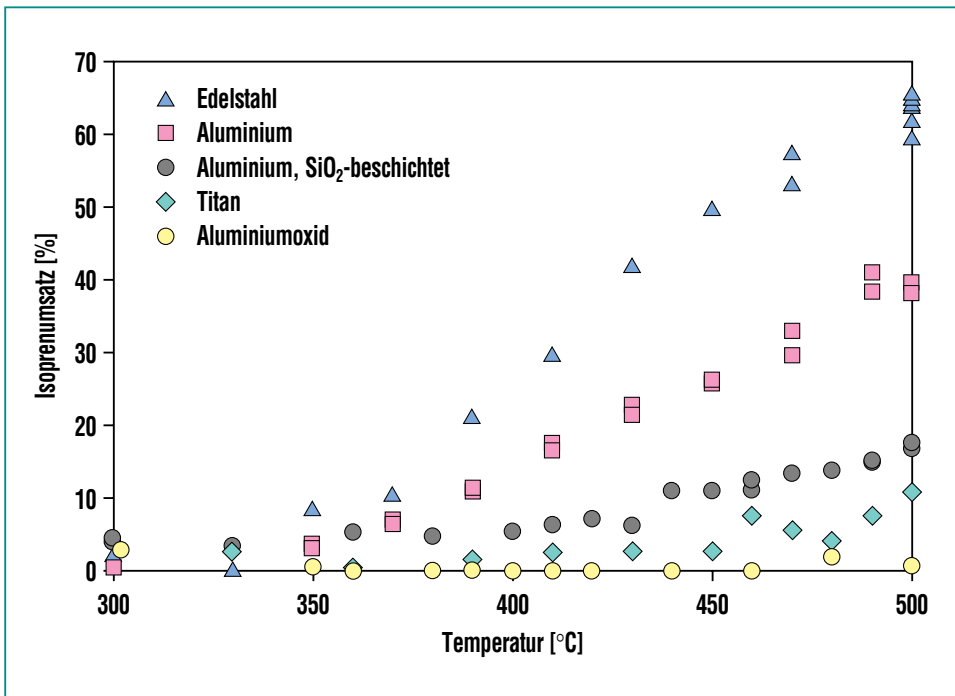


Abb. 9: Isoprenumsatz in Abhängigkeit von der Temperatur bei Blindwertmessungen ohne Katalysator in metallischem Mikroreaktor mit Kanalstrukturen aus verschiedenen Materialien und im keramischen Mikroreaktor [15].

Abb. 9 zeigt den Isoprenumsatz bei Blindwertmessungen, d. h. ohne Anwesenheit eines Katalysators, im Temperaturbereich zwischen 300 und 500°C für verschiedene Reaktormaterialien. Alle metallischen Materialien zeigen eine mit der Temperatur ansteigende Blindaktivität, die bei Edelstahl Isoprenumsätze von bis zu 65 % verursachen kann. Dies bedeutet, dass in diesen Fällen ein großer Prozentsatz des Eduktes für die Umsetzung zum gewünschten Produkt nicht mehr zur Verfügung steht. Bei Aluminiumoxid ist im Gegensatz dazu praktisch keine Blindaktivität zu beobachten [15]. Einen Vergleich der in Keramikreaktor A und einem metallischen Mikroreaktor (mit Katalysatorträgern aus SiO<sub>2</sub>-beschichtetem Aluminium [21]) gemessenen Isoprenumsätze und CSA-Ausbeuten zeigt Abb. 10. Unter den gewählten Versuchsparametern wurde im keramischen Mikroreaktor eine leicht höhere Ausbeute an Citraconsäureanhydrid beobachtet. Das Maximum der Ausbeute und der Anstieg des Isoprenumsatzes im keramischen Reaktor sind gegenüber dem metallischen scheinbar zu tieferen Temperaturen hin verschoben. Für diese Beobachtung könnte die höhere Wärmeleitfähigkeit des metallischen Reaktors der entscheidende Einflussfaktor sein. In diesem kann die Reaktionswärme schneller abgeführt werden und somit eine bessere Isothermie gewährleistet werden. Der negative Einfluss der Blindaktivität scheint jedoch zu überwiegen, so dass insgesamt für den metallischen Reaktor eine geringere Selektivität resultiert.

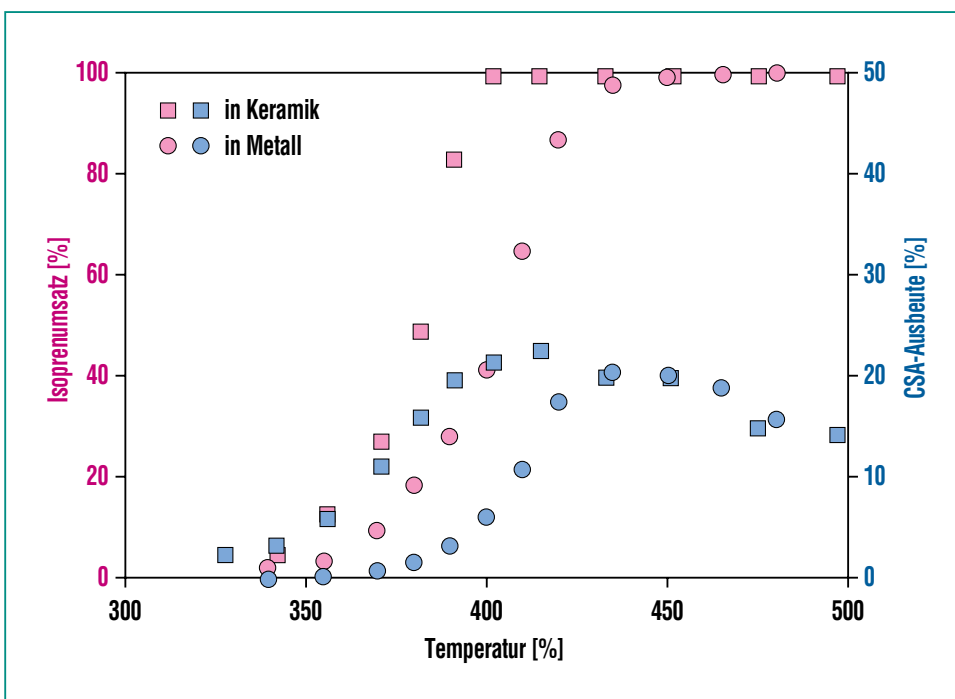


Abb. 10: Isoprenumsatz und Ausbeute an Citraconsäureanhydrid als Funktion der Temperatur im keramischen (■) und metallischen Mikroreaktor (●) [15].

## Ausblick

Das entwickelte modulare Mikroreaktorsystem ist das erste vollkeramische System, das in der Mikroverfahrenstechnik für Reaktionen bis 1100°C oder auch unter sehr korrosiven Bedingungen wie z. B. in der Chlorchemie eingesetzt werden kann. Unter Normaldruck kann es ohne zusätzliche Dichtung gasdicht betrieben werden. Der modulare Aufbau des Systems und die flexible Fertigungsroute erlauben es, den Reaktor schnell an spezielle Reaktionsbedingungen anzupassen. Durch Austausch der Funktionselemente kann so bspw. der Gasfluss und die Verweilzeit im Reaktor verändert werden. Die Austauschbarkeit der Katalysatorträger machen das System für das Katalysator-Screening interessant, da dadurch nicht nur das Katalysatormaterial sondern auch die Geometrie der Reaktionszone schnell variiert werden kann. Während bei vielen Systemen der komplette Innenraum des Mikroreaktors z. B. durch Imprägnieren mit dem Katalysator aktiviert wird, kann bei austauschbaren Katalysatorträgern gezielt nur die Reaktionszone beschichtet werden. Dies ermöglicht aber auch den Einsatz anderer, bisher nicht zugänglicher Beschichtungstechniken oder die Verwendung von Katalysatormaterialien, die eine besondere, z. B. thermische Nachbehandlung erfordern.

Das Mikroreaktorsystem wurde bereits erfolgreich an zwei heterogen katalysierten Gasphasenreaktionen erprobt. Während der mehrwöchigen Untersuchungszeiträume wurden bei Einsatztemperaturen bis 1000°C keinerlei thermisch oder chemisch bedingte Verschleißerscheinungen beobachtet. Die keramischen Reaktorsysteme zeigten in Blindversuchen keine katalytische Aktivität und beeinflussten die Reaktionen somit nicht. Dies macht die keramischen Reaktorsysteme selbst für solche Reaktionen interessant, die unter thermischen und korrosiven Gesichtspunkten in metallischen Mikroreaktoren durchgeführt werden könnten.

Mit dem modularen Mikroreaktor ist ein System entwickelt worden, das im F&E-Bereich für kinetische Untersuchungen, zur Prozessintensivierung und zum Benchmarking sowie zum Katalysator-Screening flexibel eingesetzt werden kann. Zur direkten Beheizung des Reaktors wird die induktive Kopplung elektrisch leitfähiger, keramischer Schichten untersucht [22]. Diese können durch Siebdruck auf die Rückseite der Einlegemodule aufgebracht werden und ermöglichen so z. B. eine direkte Beheizung der Reaktionszone. Die Anpassung der Reaktorkomponenten für Flüssigphasenreaktionen ist geplant, eine Weiterentwicklung des Systems zur Herstellung von Nischenprodukten „on demand“ oder „on site“ oder für den mobilen Einsatz ist denkbar.

## Danksagung

Die Arbeiten wurden teilweise im Rahmen des HGF-Strategiefondsprojektes MALVE vom BMBF gefördert. Die Autoren danken Dr. R. Broucek, Dr. P. Lebens, Akzo Nobel, Arnheim, Dr. M. Liauw, S. Walter, S. Malmberg, LTC1, Universität Erlangen-Nürnberg, sowie P. Pfeifer, IMVT, für wertvolle Beiträge zur Erprobung der Reaktoren. Durch ihre engagierte Unterstützung haben B. Dörzapf, W. Laub, C. Odemer, IMF III, Dr. E. Anurjew und E. Hansjosten, IMVT, wesentlich zum Erfolg der Entwicklungsarbeiten beigetragen.

## Literatur

- [1] K. Schubert, W. Bier, G. Linder, D. Seidel, (1989) *Chemie Ingenieur Technik* 61, 172-173
- [2] G. Wießmeier, K. Schubert, D. Hönicke, (1997) *IMRET 1, February 23-25, Frankfurt*, in: Ehrfeld, W. (Ed.) *Microreaction Technology*, Springer, Berlin, 1998, 20-26
- [3] W. Ehrfeld, V. Hessel, H. Löwe, (2000) *Microreactors*, Wiley-VCH, Weinheim
- [4] P. M. Martin, D. W. Matson, W. D. Bennett, D. C. Stewart, C. C. Bonham, (2000) *IMRET 4, AIChE Spring Meeting, March 5-9, Atlanta, USA, Topical Conference Proceedings*, 410-415
- [5] C. Provin, S. Monneret, H. Le Gall, H. Rigneault, P.-F. Lenne, H. Giovannini, (2001) *IMRET 5, May 27-30, Strasbourg, France*, in: Matlosz, M.; Ehrfeld, W.; Baselt, J. P. (Eds.) *Microreaction Technology – IMRET 5: Proc. of the 5th Int. Conf. on Microreaction Technology*, Springer Verlag, Berlin, 103-112
- [6] R. Knitter, D. Göhring, M. Bram, P. Mechnich, R. Broucek, (2000) *IMRET 4, AIChE Spring Meeting, March 5-9, Atlanta, USA, Topical Conference Proceedings* 455-460
- [7] R. Knitter, D. Göhring, P. Risthaus, J. Haußelt, (2001) *Microsystem Technologies* 7 [3] 85-90
- [8] R. Knitter, W. Bauer, D. Göhring, J. Haußelt, (2001) *Adv. Eng. Mater.* 3 [1-2] 49-54
- [9] R. Knitter, W. Bauer, D. Göhring, (2002) zur Veröffentlichung eingereicht bei *J. Mech. Eng. Sci*
- [10] W. Bauer, R. Knitter, G. Bartelt, D. Göhring, E. Hansjosten, (2001) *HARMST 01, 4th Int. Workshop on High-Aspect-Ratio Micro-Structure Technology, June 17-19, Baden-Baden, Germany, Book of Abstracts* 145-146
- [11] J. A. Mangels, (1994) *Am. Ceram. Soc. Bull.* 73 [5] 37-41
- [12] W. Bauer, R. Knitter, V. Piotter, R. Ruprecht, (2002) *FZKA-Nachrichten, diese Ausgabe*
- [13] N. H. Menzler, M. Bram, H. P. Buchkremer, D. Stöver, (2001) *Material- und Verfahrensentwicklung mikrotechnischer Hochleistungsbauteile, Abschlusspräsentation am 23. Okt. 2001, Wissenschaftliche Berichte FZKA 6662*, 125-131
- [14] D. Göhring, P. Pfeifer, P. Lebens, R. Broucek, (2001) *Material- und Verfahrensentwicklung mikrotechnischer Hochleistungsbauteile, Abschlusspräsentation am 23. Okt. 2001, Wissenschaftliche Berichte FZKA 6662*, 135-140
- [15] D. Göhring, R. Knitter, P. Risthaus, S. Walter, M. A. Liauw, P. Lebens, (2002) *IMRET 6, AIChE Spring Meeting, March 10-14, New Orleans, USA, Topical Conference Proceedings*
- [16] R. Broucek, P. Lebens, (2000) *Material- und Verfahrensentwicklung mikrotechnischer Hochleistungsbauteile, Wissenschaftliche Berichte FZKA 6528*, 157-161
- [17] P. Lebens (2001) *Material- und Verfahrensentwicklung mikrotechnischer Hochleistungsbauteile, Forschungszentrum Karlsruhe, Abschlusspräsentation am 23. Okt. 2001*
- [18] Y. Amenomiya, V. I. Briss, M. Goledzinowski, J. Galuszka, A. R. Sanger, (1990) *Catal. Rev. Sci. Eng.* 32, 163-227
- [19] M. Baerns, O. Buyevskaya, (1998) *Catalysis Today* 45, 13-22
- [20] W. L. Allen, P. M. Irving, W. J. Thompson, (2000) *IMRET 4, AIChE Spring Meeting, March 5-9, Atlanta, USA, Topical Conference Proceedings*, 351-357
- [21] St. Walter, E. Joannet, M. Schiel, I. Bouillet, R. Philipps, M. A. Liauw, (2001) *IMRET 5, May 27-30, Strasbourg, France*, in: Matlosz, M.; Ehrfeld, W.; Baselt, J. P. (Eds.) *Microreaction Technology – IMRET 5: Proc. of the 5th Int. Conf. on Microreaction Technology*, Springer Verlag, Berlin, 387-396
- [22] R. Knitter, R. Lurk, M. Rohde, S. Stolz, V. Winter, (2001) *IMRET 5, May 27-30, Strasbourg, France*, in: Matlosz, M.; Ehrfeld, W.; Baselt, J. P. (Eds.) *Microreaction Technology – IMRET 5: Proc. of the 5th Int. Conf. on Microreaction Technology*, Springer Verlag, Berlin, 86-93

# Mikro-Optik: Querschnitts-Technologie für die Telekommunikation und Sensorik

U. Wallrabe, H. Dittrich, U. Hollenbach, P. Krippner, A. Last, J. Mohr, A. Ruzzu, IMT; W. Zißler, Spinner GmbH; T. Oka, Mitsubishi Electric Co.

## Einleitung

Die rasant wachsende Nachfrage nach Information und Kommunikation hat dem Licht als Datenüberträger einen enormen Vor-schub gebracht. Schon heute werden über 90% der Datenmengen in Deutschland über Photonen in Glasfasernetzen transportiert [1]. Die Vorteile von Licht liegen nicht nur in seiner Geschwindigkeit, sondern auch in seiner Störunan-fälligkeit, d.h. die Photonen lassen sich weder von externen Feldern wesentlich beeinflussen noch treten sie untereinander in Wechsel-wirkung [2]. Doch nicht nur im globalen Datenverkehr, auch in Pri-vathäushalten oder im Auto werden optische Netze zum Einsatz kommen. Damit rückt die optische Datenübertragung in den „Consumer-Markt“ vor und wird zunehmend durch einen entsprechen- den Preisdruck gekennzeichnet.

Ähnliches gilt für den Bereich der optischen Sensorik. Sie findet ebenfalls wegen ihrer Störunan-fälligkeit einen stets wachsenden Einsatzbereich, sei es in der industriellen Produktion zur Rege-lung und Überwachung von auto-matisierten Prozessen oder eben-falls im Consumer-Bereich, insbe-sondere wiederum im Auto. Auch in der Medizintechnik ist die opti-sche Sensorik von besonderem Interesse, da sie im Allgemeinen nichtinvasiv ist und unabhängig von starken Feldern, wie sie z.B. in einem Kern-Spin-Tomographen vorliegen, verwendet werden kann.

Im Zuge zunehmender Miniaturi-sierung mit dem Ziel der Kosten-

dämpfung durch höhere Integra-tion kommt der Mikrooptik für die optische Telekommunikation und Sensorik eine Schlüsselrolle zu. Sie ist somit eine Querschnitts-Technologie für die genannten An-wendungsfelder, was im Engli-schen auch mit „enabling techno-logy“ bezeichnet wird, – wörtlich eine „Möglichmacher-Technolo-gie“.

Die Konstruktion hochintegrierter mikrooptischer Bauteile hängt häufig von den zur Verfügung ste-henden Fertigungsprozessen ab, d.h. deren Entwicklung ist in der Regel miteinander verknüpft und kann kaum gesondert betrachtet werden. Dies führt jedoch zu hochspezialisierten Prozessen, die der Forderung nach Effizienz und Kostensenkung entgegen- stehen. Aus diesem Grunde geht der Entwicklungstrend dahin, mi-krooptische Systeme modular aufzubauen auf Kosten einer voll-ständigen Integration.

Ein solch modularer Ansatz er-laubt den Herstellern von mikro-optischen Systemen, sich auf die Fertigung jeweils eines Modules zu spezialisieren, eine entspre-chende Technologie bei sich zu implementieren, und diese für weitere ähnliche Module zu nut-zen. Das verringert die notwendi-gen Investitionen, erhöht die Pro-zesssicherheit, und beschleunigt für die Unternehmen den „Return of Investment“. Im Folgenden werden ein modulares Ferti-gungskonzept vorgestellt [3] und Beispiele für optische Bauteile und Systeme gegeben, die da-nach gefertigt werden können.

## Modulares Fertigungs-konzept

Grundlage für ein modulares Fer-tigungskonzept für mikrooptische Systeme ist die Tatsache, dass diese häufig in zwei funktionale Untergruppen geteilt werden kön-nen: Das ist einmal eine optische Grundplatte, d.h. eine mikroopti-sche Bank, in der optische Basis-komponenten wie Linsen, Pris-men oder Spiegel entweder direkt strukturiert sind oder in sie einge-setzt werden. Zum anderen ist das eine elektrooptische Grund-platte, die entsprechend elektro-optische Basiskomponenten wie Photodioden, Laserdioden oder LEDs enthält, die fast ausschließ-lich eingesetzt werden. Beide Grundplatten können unabhängig voneinander bei zwei verschiede-nen Herstellern gefertigt werden.

Der Zusammenbau dieser zwei Grundplatten ergibt ein mikro-elektrooptisches Subsystem, das wiederum in Kombination mit Treiber- und Auswerteelektronik sowie einer Häusung zum voll-ständigen System wird. Die Mon-tage des Subsystems kann bei ei-ner dritten Firma stattfinden. Der Aufbau des Gesamtsystems liegt beim Systemhersteller, der auch die Kenntnis des Anwendungs-marktes hat.

Eine unerlässliche Vorausset-zung für eine erfolgreiche Monta-ge ist die eindeutige Definition der Prüfmethode zum Nachweis der Spezifikation der Komponen-ten sowie aller optischen und elektrischen Schnittstellen. Diese sind teilweise normiert, wie z.B. die Glasfaserdurchmesser, teil-weise benötigen sie die Abspra-che aller beteiligten Firmen.

Selbstverständlich kann das beschriebene theoretische Konzept nicht immer vollständig und in seiner reinen Form auf die Anwendung übertragen werden. In Abweichung davon können ebenso zwei ausschließlich optische Grundplatten ohne elektrooptische Komponenten zu einem System ergänzt werden, oder auch eine elektrooptische Grundplatte mit Elektronik zu einem Komplettsystem.

Zur Veranschaulichung werden verschiedene Beispiele aus Telekommunikation und Sensorik vorgestellt und jeweils der Modulcharakter ausgearbeitet. Alle im Folgenden beschriebenen mikrooptischen Bänke werden mit dem LIGA-Verfahren [4, 5] hergestellt sowie mit damit verknüpften Prozessen wie Spritzgießen [6], mechanischer Mikrofertigung [7] und Screen Printing [8].

## Faserstecker

Ein Beispiel für ein einfaches System ist ein Faserstecker [9], der die gleichzeitige Kopplung von 16 Glasfasern erlaubt. Er besteht aus zwei optischen Grundplatten, die selbst keine optischen Bauteile enthalten sondern nur Mikrostrukturen zur Positionierung der Glasfasern aufweisen. Diese können entweder als Einzelfasern oder als Faserbündchen vorliegen. Das Steckerdesign wurde explizit für eine einfache Montage ausgelegt. Dazu wurden in Steckerlängsrichtung Faserführungsstrukturen angeordnet (Abb. 1), deren Abstand sich in Richtung des Koppelendes verringert. Die hinterste Reihe der Führungsstrukturen hat einen Abstand von 140  $\mu\text{m}$ , die vorderste Reihe von 123  $\mu\text{m}$ .

Für die Montage werden die Fasern über den Führungsstrukturen der unteren Steckerhälfte platziert. Streicht man mit einem geeigneten Werkzeug von hinten nach vorne darüber, so justieren sich die Fasern selbständig und werden zwischen den vordersten Führungsstrukturen leicht geklemmt, was die weiterführende Montage vereinfacht. Die Klemmung selbst wird durch eine gerippte Oberfläche der Führungsstrukturen erleichtert (Abb. 1, Inset), da zwischen Führungsstrukturen und Fasern nur Punktkontakte vorliegen.

Anschließend wird die obere Steckerhälfte auf die untere gesetzt. Eigens für diesen Montageschritt vorgesehene Einraststrukturen helfen, die zwei Steckerhälften passiv zueinander auszurichten. Durch das Loch in der oberen Steckerhälfte wird lichthärtender Kleber zugeführt, der

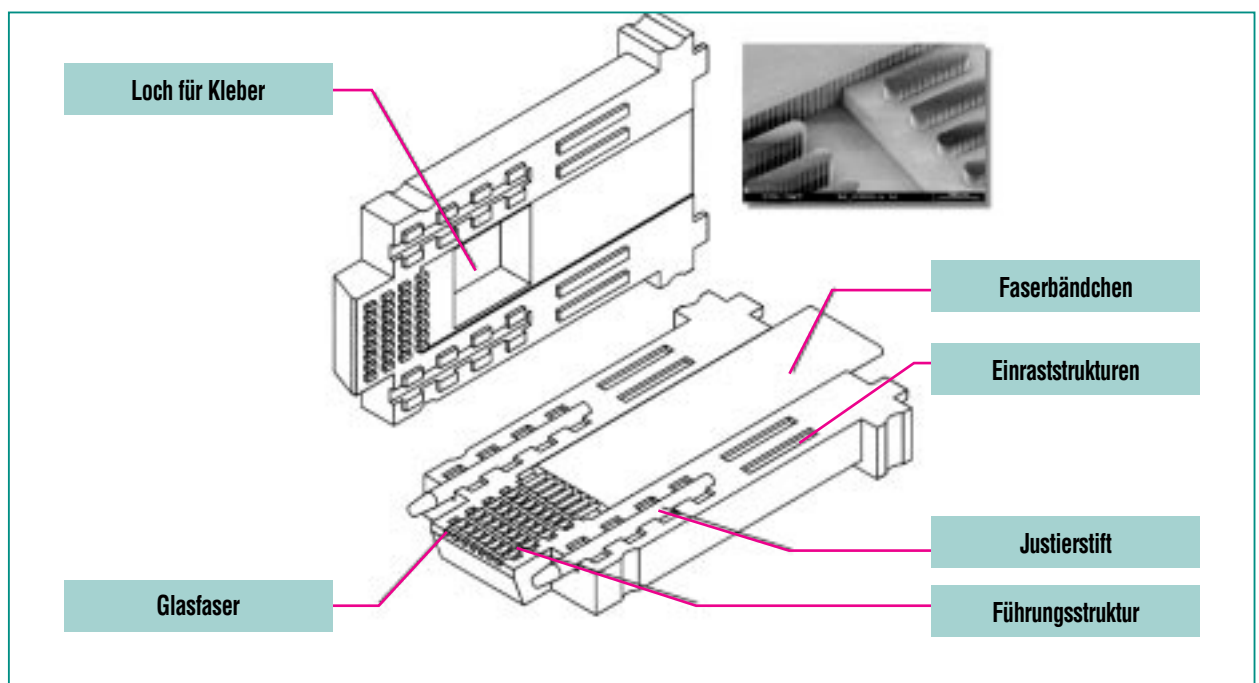
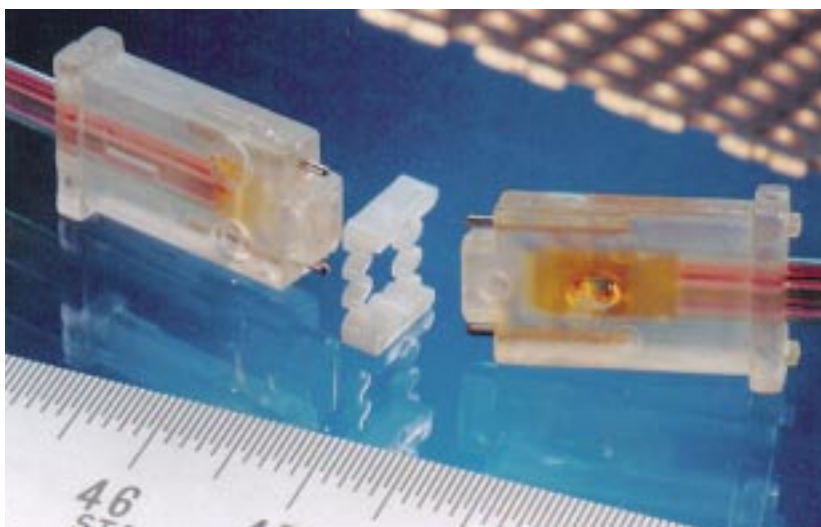


Abb. 1: Design eines Fasersteckers für die optische Telekommunikation, Detail: Rem-Aufnahme einer Rippenoberfläche an den Faser-Führungsstrukturen.



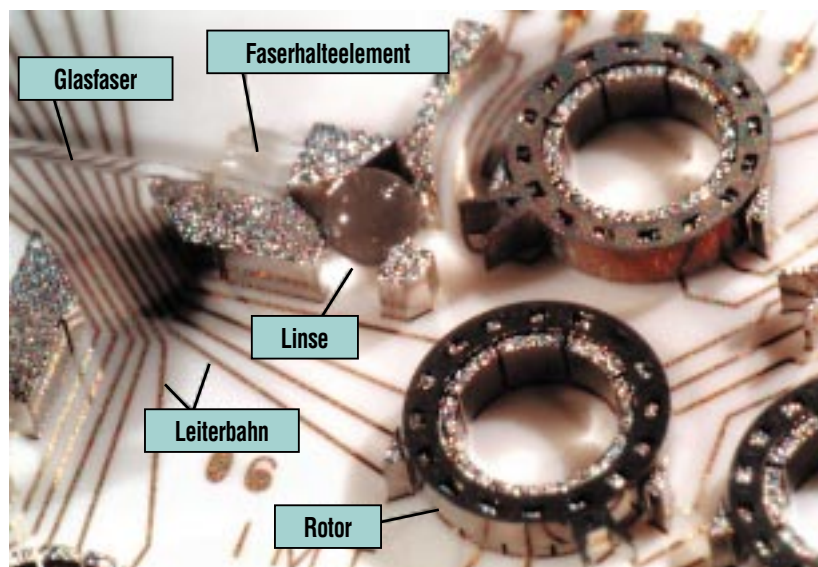
**Abb. 2: Zwei fertig montierte Faserstecker mit verbindendem Koppellement.**

sich allein durch Kapillarkräfte in dem Stecker verteilt und so die zwei Hälften fest miteinander verbindet. Abschließend werden die Koppelenden, d.h. die Steckerstirnflächen poliert.

Die Kopplung zweier Stecker erfolgt mit Hilfe zweier Justierstifte, die gleichzeitig mit den Fasern in die Steckerteile montiert werden. Sie werden in ein zusätzliches Koppellement eingeführt und so ausgerichtet, wie in Abb. 2 angedeutet. Die Lagegenauigkeit dieser Stifte bezüglich der Glasfasern ist in der Größenordnung von  $1\ \mu\text{m}$  und definiert die Qualität der Steckverbindung. Den fertig montierten Stecker kann man im Sinne des modularen Fertigungskonzeptes als Subsystem verstehen. In Kombination mit einem Steckergehäuse sowie den elektrooptischen Schnittstellen, d.h. der Lichtein- und -auskopplung entsteht daraus das optische Gesamtsystem.

Die Stecker wurden mit 16-fachem Singlemode-Faserbünd-

chen ausgestattet. Der leichtleitende Kern jeder Singlemode-Faser hat einen Durchmesser von  $9\ \mu\text{m}$ . Die damit gemessene mittlere Einfügedämpfung beim Kopeln zweier Stecker beträgt  $1,2\ \text{dB} \pm 0,5\ \text{dB}$  bei einer Wellenlänge von  $1300\ \text{nm}$ , d.h. der Versatz der Faserkerne zueinander ist ungefähr  $2,3\ \mu\text{m}$  [10].



**Abb. 3: Optische Grundplatte einer 2x2-Schaltmatrix für die Telekommunikation.**

## Schaltmatrix

Mit einer optischen Schaltmatrix können  $n$  Eingangskanäle wahlweise auf  $n$  Ausgangskanäle geschaltet werden. Die hier vorgestellte 2x2-Matrix für Singlemode-Fasern [11] besteht aus einer optischen Grundplatte mit Montagehilfsstrukturen für Glasfasern, Linsen sowie festen und beweglichen Spiegeln. Die beweglichen Spiegel basieren auf elektrostatischen Mikromotoren, deren Statoren mit auf der optischen Bank strukturiert sind und deren Rotoren mit den daran befestigten Spiegeln eingesetzt werden. Abb. 3 zeigt einen Ausschnitt solcher einer optischen Bank bestehend aus einem Keramiksubstrat mit Montagestrukturen aus galvanisierten Nickel und eingesetzten Linsen sowie Glasfasern auf Faserhalteelementen aus Plexiglas. Die Anschläge für alle Montageteile sind derart gestaltet, dass es sich bei den Kontaktstellen um Punktkontakte handelt,



was die Positionsgenauigkeit erhöht. Die Notwendigkeit der Faserhalteelemente ergibt sich aus den unterschiedlichen Durchmessern von Glasfasern und Linsen. Die Kugellinse hat einen Durchmesser von 650  $\mu\text{m}$ , d.h. die optische Achse liegt auf halber Höhe, also auf 325  $\mu\text{m}$ . Die Fasern haben jedoch nur einen Durchmesser von 125  $\mu\text{m}$ , d.h. sie müssen mit einem geeigneten Halteelement auf die Höhe der optischen Achse angehoben werden.

Die Spiegelrotoren, ebenfalls aus Nickel, sind in die Statorstrukturen eingesetzt. Um die Motoren anzusteuern, sind zweierlei elektrische Schnittstellen realisiert worden. Die einfache Variante beruht auf Leiterbahnen (vgl. Abb. 3), die durch Drahtbonden kontaktiert werden. Bei einer 2x2-Matrix sind das bereits 33 Kontakte. Bei größeren Matrizen wird dieses Konzept schnell unbrauchbar. Daher wurde eine elektrische Grundplatte entwickelt, in der die Leiterbahnen durch Siebdruckverfahren ver-

senkt und entflochten werden [8]. Im Sinne des modularen Fertigungskonzeptes kommt hier zwar keine elektrooptische, aber eine rein elektrische Grundplatte zum Tragen. Die elektrische Grundplatte wird extern, also als Modul, gefertigt, und die optische Grundplatte wird unmittelbar darauf aufgebaut.

Abb. 4 zeigt eine entsprechende optische Bank sowie die durchkontaktierte elektrische Grundplatte, bei der die Kontakte in einem regelmäßigen Raster angeordnet sind. Beides zusammen bildet ein mikrooptisches Subsystem, das gemeinsam mit der Treiberelektronik für die Drehspiegel zu einem Gesamtsystem wird.

Mit der Schaltmatrix werden Übersprechdämpfungen von über 90 dB, Einfügedämpfungen von minimal 3 dB sowie Wiederholgenauigkeiten von 0,5 dB erreicht. Die Schaltzeit beträgt minimal 30 ms bei 700 V oder maximal 700 ms bei 70 V.

## Abstandssensor

Der Abstandssensor repräsentiert das vollständige modulare Fertigungskonzept. Er besteht aus einer mikrooptischen Bank mit diversen Spiegeln, die das Licht innerhalb der optischen Bank umlenken und fokussieren, als auch unter 45 Grad aus der Ebene auskoppeln (Abb. 5). Außerdem werden in die optische Bank Zylinderlinsen zum Fokussieren senkrecht zur Ebene eingesetzt. Das Gegenstück zur mikrooptischen Bank bildet eine elektrooptische Grundplatte bestehend aus einem Silizium-Chip mit einer Laserdiode (LD), einer Positions-sensitiven Diode (PSD) sowie einer Monitordiode (MD). Beide Chips werden kopfüber ineinander gesetzt und miteinander verklebt. Zur Vereinfachung der passiven Montage beider Chips werden Glaskugeln zunächst in passende Gruben in den Silizium-Chip geklebt. Bei der Überkopf-Montage der optischen Bank tauchen die Kugeln in entsprechende runde Justierzylinder, die gleichzeitig mit den Spiegeln in der optischen Bank strukturiert wurden [12].

Der Abstandssensor basiert auf dem Triangulationsprinzip, d.h. in Abhängigkeit des Messabstandes trifft das Licht auf verschiedenen Stellen der PSD auf (Abb. 6) und wird dort mit Hilfe einer Brückenschaltung orts aufgelöst abgegriffen.

Abb. 7 zeigt beide Chips vor der Endmontage. Die optische Bank, rechts im Bild, besteht aus Plexiglas-Strukturen auf einem Keramikträger, die zur Verspiegelung mit Gold bedampft sind. An der

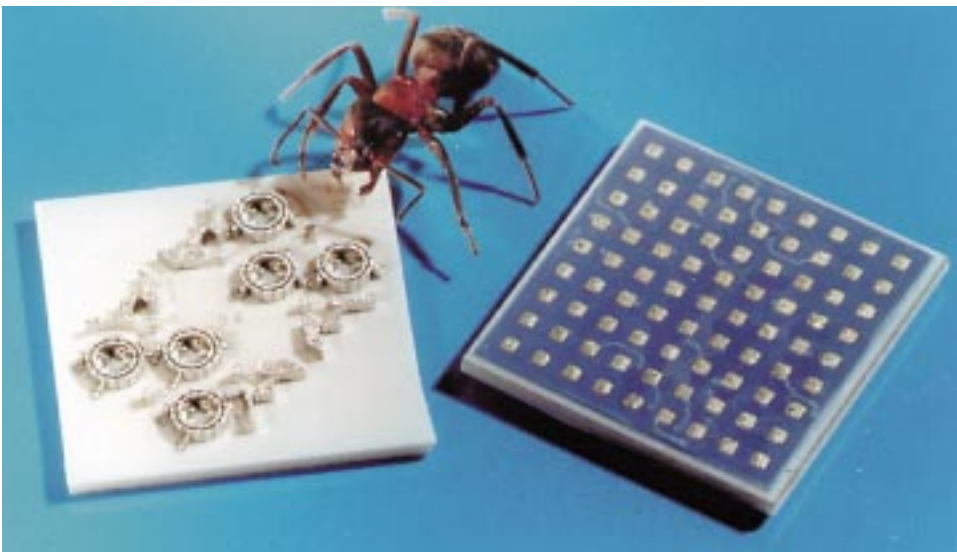


Abb. 4: Darstellung der elektrischen Grundplatte für eine 2x2-Schaltmatrix.

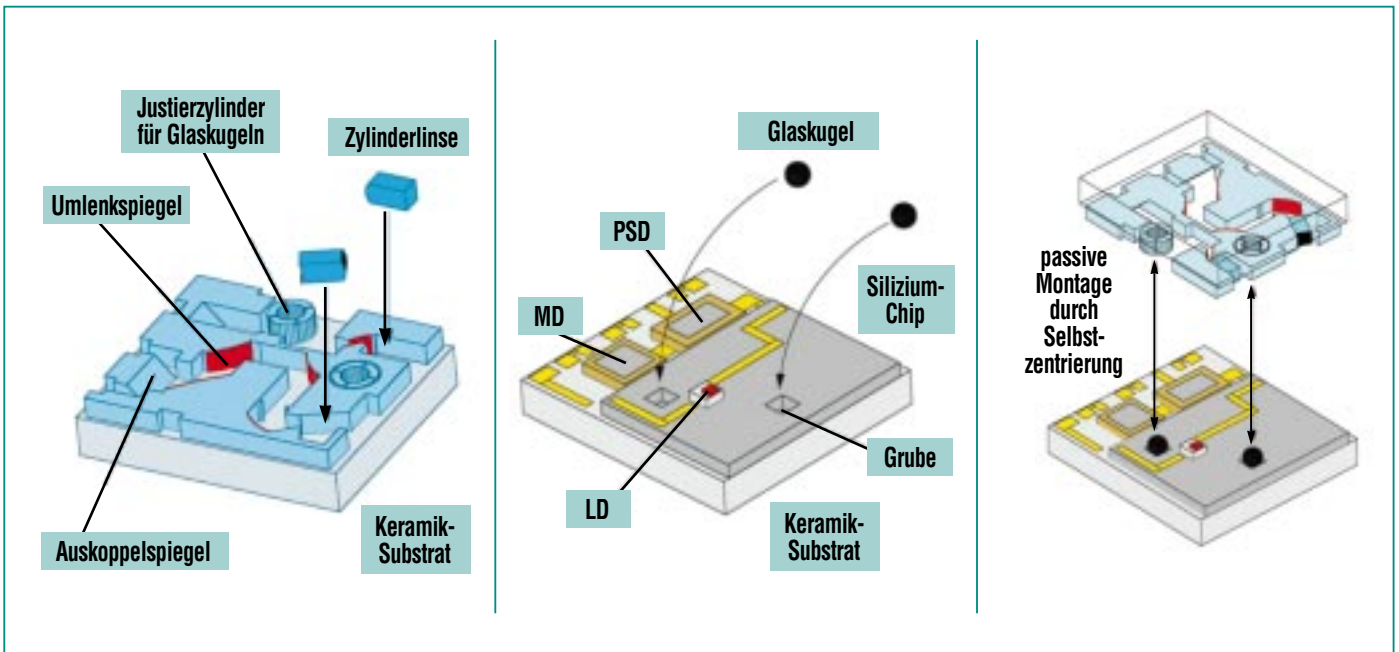


Abb. 5: Modularer Aufbau eines Abstandssensors mit mikrooptischer Bank und elektrooptischer Grundplatte zur Überkopf-Montage.

Vorderkante sind die eingesetzten Zylinderlinsen zu erkennen. Der Siliziumchip, links im Bild, ist auf einem Aluminium-Träger fixiert. Die Glaskugeln sind bereits eingesetzt. Die rein elektrische Schnittstelle nach außen sind die

Bondkontakte für die Dioden. Das so entstandene mikrooptische Subsystem wird im weiteren mit einem Gehäuse und Steuerelektronik versehen und stellt dann ein vollständiges optisches System dar.

Es wurden zwei Sensortypen mit Messabständen von  $6 \pm 1$  mm und  $16 \pm 10$  mm hergestellt. Beide Typen weisen ein lineares Ausgangssignal mit einem Linearitätsfehler von  $\pm 2\%$  auf. Die Wiederholgenauigkeit ist besser als 0,3%.

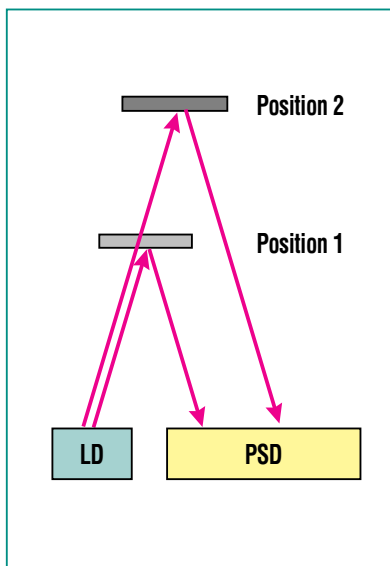


Abb. 6: Triangulationsprinzip.

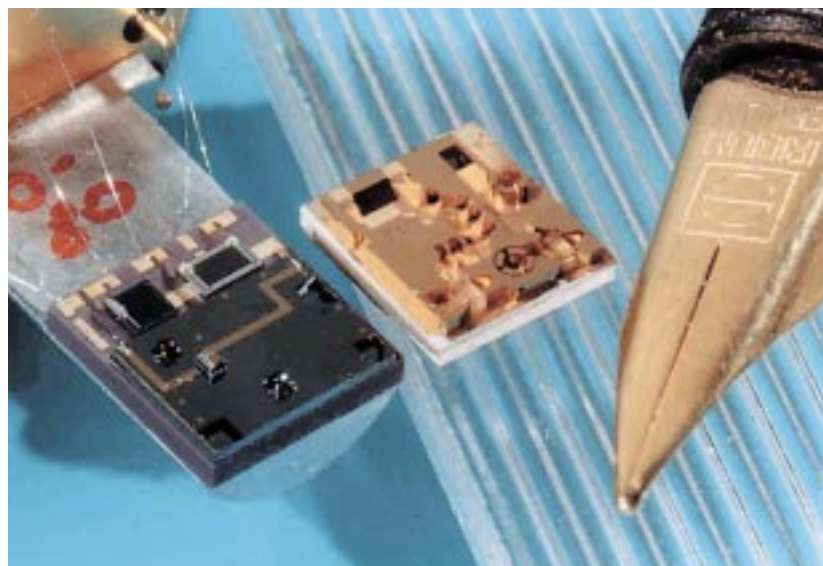


Abb. 7: Photo der zwei Chips des Abstandssensors.

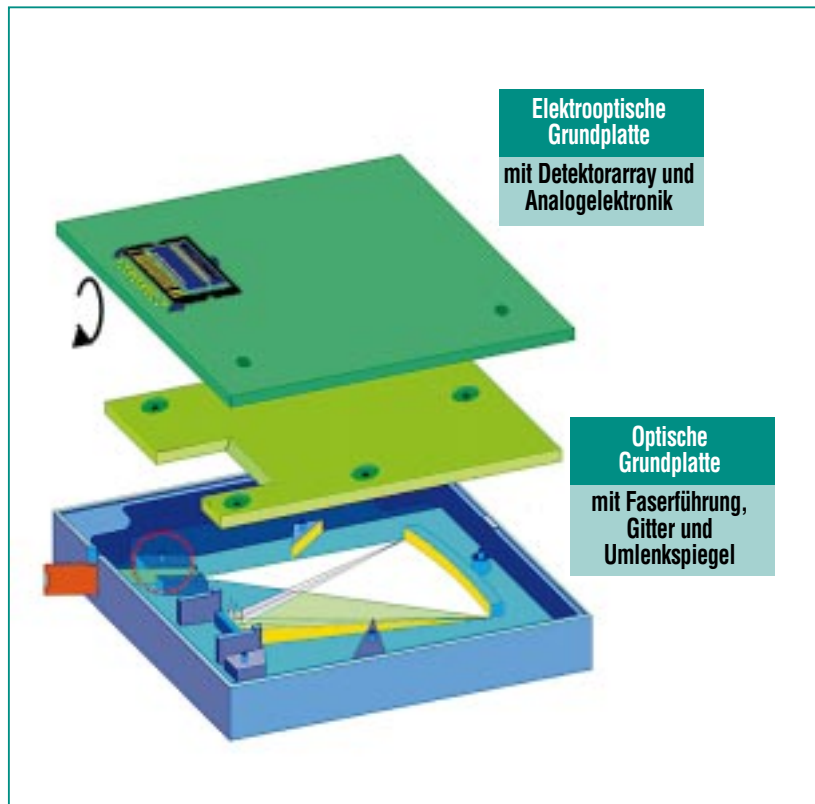


Abb. 8: Modularer Aufbau eines NIR-Spektrometers.



Abb. 9: Messgerät für Neugeborenenengelbsucht auf der Basis eines Mikrospektrometers.

## NIR Spektrometer

Ein weiteres Beispiel für das vollständige modulare Konzept ist ein Spektrometer für das nahe Infrarot (NIR). Hier besteht die optische Bank aus einem reflektierendem Beugungsgitter sowie Faserhaltestrukturen und einem 45°-Spiegel zur Auskopplung des Lichtes aus der Ebene [13]. Die elektrooptische Grundplatte enthält auf der dem Spektrometer zugewandten Seite ein Diodenarray sowie auf der abgewandten Seite die entsprechende Auswerteelektronik. Abb. 8 zeigt schematisch den Aufbau und die Funktion des Subsystems.

Über eine Glasfaser wird weißes Licht in das Spektrometer eingekoppelt. Es breitet sich in der Ebene des Spektrometers aus und beleuchtet vollständig das reflektierende Gitter. Aufgrund der Gitterkrümmung wird das gebeugte Licht auf die Ebene des Diodenarrays fokussiert und kann dort wellenlängenaufgelöst abgegriffen werden. Die Auflösung beträgt im unteren Spektralbereich, d.h. bei Wellenlängen zwischen 0,9 und 1,15  $\mu\text{m}$ , ca. 13 nm, im oberen Spektralbereich, also zwischen 1,15 und 1,8  $\mu\text{m}$ , 20 nm.

Mit dem Subsystem wird von entsprechenden Systemherstellern zusammen mit Auswerteelektronik sowie Bedien- und Anzeigeeinheiten ein Gesamtsystem aufgebaut. Abb. 9 zeigt als Beispiel ein Messgerät der Firma SpectrX, das ein ähnliches Spektrometer für sichtbares Licht enthält. Hiermit kann nichtinvasiv der Bilirubinwert bestimmt werden, der ein Maß für Neugeborenenengelbsucht darstellt.

## Zusammenfassung

Um die Mikrooptik als Querschnittstechnologie für Telekommunikation und Sensorik preislich und logistisch rentabel zu machen, wurde ein modulares Fertigungskonzept zur Herstellung von Mikrooptischen Systemen entwickelt und anhand von vier Beispielen veranschaulicht. Der Modulcharakter gestattet eine Entflechtung der Fertigung an verschiedene Standorte bei jeweils hochspezialisierten Herstel-

lern. Dabei bleibt das grundlegende Konzept jedoch immer erhalten: Die Trennung von einer mikrooptischen Bank mit teilweise integrierten optischen Elementen wie Spiegeln und Prismen sowie einer elektrooptischen Grundplatte mit Lasern und Dioden etc. Die Montage der Elemente sowie der Grundplatten zueinander verläuft weitestgehend passiv, was eine weitere wichtige Vereinfachung und damit Verbilligung der Gesamtfertigung bedeutet. Mit der Beherr-

schung solch einer modularen Fertigungsmethode für mikrooptische Systeme ist damit eine wichtige Voraussetzung für innovative Entwicklungen in der optischen Telekommunikation und Sensorik geschaffen.

## Literatur

- [1] *Deutsche Agenda: Optische Technologien für das 21. Jahrhundert*, VDI-Technologiezentrum Düsseldorf
- [2] J. Jahns: *Photonik*, Oldenbourg Wissenschaftsverlag, 2001
- [3] J. Mohr, A. Last, U. Hollenbach, T. Oka, U. Wallrabe: *Proc. MOEMS 2002, Okinawa, August 2001*, pp. 77-78
- [4] J. Mohr: *Sensors and Materials 10 (1998)*, pp. 363-373
- [5] Th. Hanemann, M. Hecke, V. Piotter: *Polymer News*, Vol. 25 (2000), No. 7, pp. 224-229
- [6] V. Piotter, Th. Hanemann, R. Ruprecht, J. Hausselt: *Proc. (CD) INJECTION MOLDING 2001, Copenhagen, Denmark, March 2001*, ISBN 87-89753-36-4
- [7] Th. Schaller, H. Dittrich, A. Gerlach, A.E. Guber, M. Hecke, A. Muslija, U. Wallrabe, W. Zißler: *EUSPEN 2nd International Conference, Turin, Italy, May 2001*, Vol.2, pp. 676-679.
- [8] A. Ruzzu, O. Fromhein, D. Haller: *HARMST, 01, Fourth International Workshop on High-Aspect-Ratio Micro Structure Technology, Baden-Baden, Germany, June 2001*, pp. 247- 248.
- [9] U. Wallrabe, H. Dittrich, G. Friedsam, Th. Hanemann, K. Mohr, K. Müller, V. Piotter, P. Ruther, Th. Schaller, W. Zißler: *SPIE Design, Test, Integration and Packaging of MEMS/MOEMS, DTIP2001, Cannes, France, April 2001*, SPIE Volume 4408, pp. 478-48521.
- [10] A. Ghatak, A. Sharma, R. Tewari: *Viva Books Private Ltd., Neu Dehli*, p. 71
- [11] A. Ruzzu, D. Haller, J. Mohr, U. Wallrabe: *SPIE Micromachinig and Microfabrication, MOEMS and Miniaturized Systems, Santa Clara, Cal., Sept. 2000*, SPIE Vol. 4178, pp. 67-76.
- [12] T. Oka, H. Nakajima, A. Shiratsuki, M. Tsugai, U. Wallrabe, U. Hollenbach, P. Krippner, J. Mohr: *TRANSDUCER'01, The 11th International Conference on Solid-State Sensors and Actuators, Munich, Germany, June 2001*, pp. 536-539
- [13] P. Krippner, T. Kühner, J. Mohr, V. Saile: *SPIE Micro- and Nanotechnology for Biomedical and Environmental Applications, San Jose, Cal., Jan. 2000*, SPIE Vol. 3912, pp. 141-149

# Mikroabformung in Kunststoff – von der Machbarkeitsstudie zur Vorserienfertigung

V. Piotter, T. Hanemann, K. Müller, R. Ruprecht, IMF;  
H. Dittrich, M. Hecke, M. Worgull, IMT

## Einleitung

In immer stärkerem Maße werden in der Mikrosystemtechnik Komponenten aus polymeren Werkstoffen eingesetzt. Die Vielfalt der Materialeigenschaften, der günstige Preis und die Anzahl vergleichsweise einfacher Fertigungsverfahren sind dafür ausschlaggebend. Typische Anwendungsgebiete stellen u.a. die Telekommunikation, Bio- und Medizintechnik, chemische Analytik, Mikroelektronik und die Kfz-Technik dar [1].

Im FZK werden drei verschiedene Verfahren zur Replikation von Primärstrukturen mit Kunststoffen eingesetzt: das Reaktionsgießen, bei dem der Kunststoff in der Form polymerisiert, sowie das Vakuumheißprägen und das Spritzgießen, die thermoplastische Kunststoffe verarbeiten.

Diese drei Verfahren werden im Folgenden vorgestellt und ihre Gemeinsamkeiten aber auch Unterschiede herausgearbeitet. Dabei wird sowohl auf technische wie auch wirtschaftliche Aspekte eingegangen und anhand von Beispielen gezeigt, was heute mit Kunststoffabformung im Mikrobereich möglich ist und welches

Potenzial in diesen Technologien steckt.

## Lichtinduziertes (UV) Reaktionsgießen

Das lichtinduzierte Reaktionsgießverfahren (auch UV-RIM oder Photomolding genannt) ist eine Weiterentwicklung des Reaktionsgießverfahrens, wie es Ende der 80er Jahre am Forschungszentrum zur Herstellung der ersten LIGA-Mikrostrukturen verwendet wurde [2]. Das gemeinsame Grundprinzip des Reaktionsgießens ist die Prozesssequenz Werkzeugschließen mit anschließender Evakuierung, Formfüllung durch ein niedrig viskoses Reaktionsharz (Mischung aus Polymer und Monomer), Aushärten im mikrostrukturierten Formeinsatz zum festen Kunststoff und Werkzeugöffnen mit anschließender Formteilentnahme. Typische Verfahrensparameter der thermisch induzierten Polymerisation waren: Reaktionstemperatur bis zu 150 °C, Entformtemperatur bis zu 60 °C, Zykluszeiten bis 120 Minuten. Im Unterschied dazu verlaufen photochemisch induzierte Polymerisationen sehr schnell, so dass sich bei geeigneter Licht-

quelle die Zykluszeit auf typischerweise 5 Minuten senken lässt. In einem Versuchsstand wurden die prozesstypischen Elemente des Mikroreaktionsgießens (Formeinsatzhalteplatte mit 2 Kavitäten, Auswerfersystem, Vakuum- und Temperieranschlüsse, Materialreservoir mit Kolbeneinspritzung) mit den Anforderungen der Photopolymerisation (Werkzeughälfte aus Borosilikatglas, Hochleistungs-UV/Vis-Strahler) kombiniert [3]. Das Verfahren hat derzeit drei Anwendungsfelder: Neben der schnellen Feststellung der Abformbarkeit neuer Formeinsätze ist ein „Rapid Manufacturing“ von mikrostrukturierten Prototypen möglich. Durch den kompakten und modularen Aufbau des Versuchsstandes ist ein kompletter Formeinsatzwechsel innerhalb von 10 Minuten und eine Komplettinbetriebnahme (Formeinsatzwechsel, Werkzeugzusammenbau, Materialbefüllung) innerhalb von 30 Minuten möglich. Erste Teile sind dann innerhalb von weiteren 15 Minuten erhältlich. Der dritte Anwendungsbereich ist das Austesten neuer Materialsysteme z.B. für Anwendungen in der Mikrooptik.

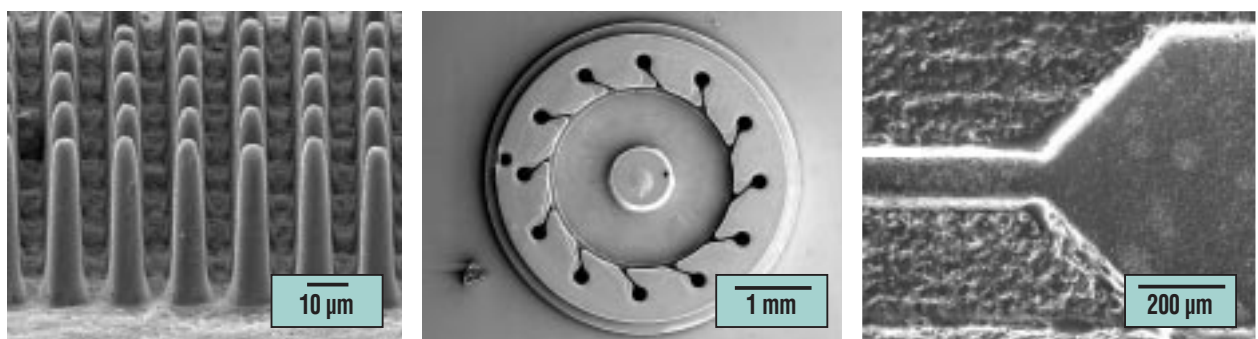


Abb. 1: REM-Aufnahmen eines PMMA-Bauteiles (Säulenarray: Höhe 61 µm, Breite 8 µm), abgeformt mit Formeinsatz aus Polyimid. Düsenplatte aus Polyester (gefräster Formeinsatz) sowie eine Teststruktur aus Polyester-Keramik-Komposit (laserstrukturierter Hartmetallformeinsatz).

Abb. 1 zeigt Mikrostrukturen, welche durch Lasermikrobearbeitung oder Mikrozerspanung hergestellt und durch UV-RIM abgeformt wurden. Die Verwendung von polymerisierbaren Gießharz-Keramik-Formmassen (hier Polyester, gefüllt mit 35 Volumen%  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) ermöglicht die Herstellung von Bauteilen mit verbesserten thermomechanischen Eigenschaften. In diesem Fall wurde die Vickers-Kleinlasthärte im Vergleich zum reinen Polyester mehr als verdoppelt.

## Heißprägen

Beim Heißprägen wird ein mikrostrukturierter Formeinsatz in einer evakuierten Werkzeugkammer mit hoher Kraft in eine thermoplastische Kunststoffolie hineingedrückt, die über ihre Erweichungstemperatur erhitzt ist [4]. Da sich Prägestempel und Gegenwerkzeug nicht komplett schließen lassen, verbleibt beim Heißprägeprozess im Normalfall immer eine charakteristische Trägerschicht, auf der die Mikrostrukturen angeordnet sind. Durch die Einstellung sehr geringer Umformgeschwindigkeiten können durch den Prägeprozess auch Mikrostrukturen mit sehr hohen Aspektverhältnissen hergestellt werden.

Die Vakuumheißprägetechnik, vor über zehn Jahren für die Replikation von LIGA-Strukturen entwickelt, hat sich inzwischen überall dort bewährt, wo es um Mikro- oder gar Nanostrukturen höchster Güte geht wie z.B. Mikrooptiken [5]. Besonders bei der Strukturierung von ebenen Platten wie Kapillar-Electrophorese (CE)-Chips oder Mikrotiterplatten eignet sich

das Heißprägen. Dass die Heißprägetechnik auch eine wirtschaftliche Fertigung erlaubt, zeigt die in Zusammenarbeit mit der Fa. Greiner Bio-One realisierte Mikrotiterplatte mit 96 kompletten Kapillarelektrophoresechips auf einer Fläche von  $86 \times 126 \text{ mm}^2$  [6].

Verschiedene Sonderformen des Heißprägens erlauben die Realisierung komplexer Mikrostrukturen in Kunststoff:

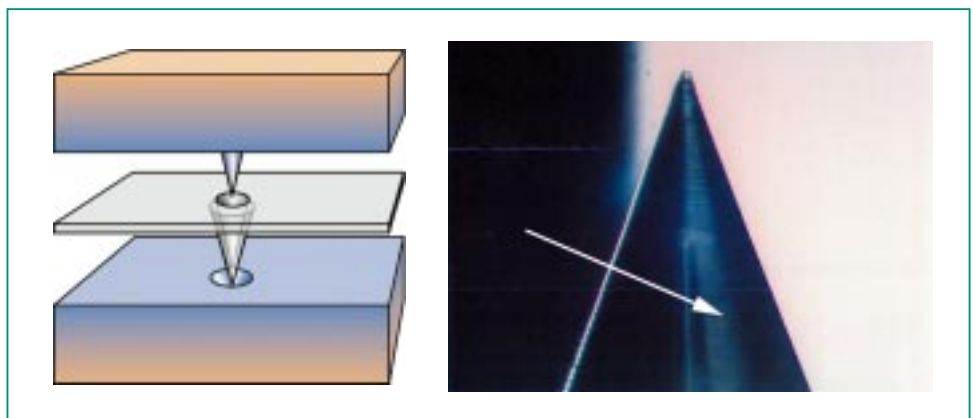
Eine Möglichkeit ist das positionierte Abformen auf vorstrukturierten Substraten, für die eine zusätzliche Mess- und Justiereinheit verwendet wird, um die beiden Werkzeughälften auszurichten. Damit können auch beidseitig mikrostrukturierte Bauteile abgeformt werden, wie z.B. Fluidstrukturen mit zusätzlichen Nutzstrukturen auf der Rückseite. Im Extremfall ragt sogar eine Mikrostruktur in die Ebene der gegenüberliegenden Platte (Abb. 2).

Ein weiteres Sonderverfahren ist das Heißprägen von Verbundschichten. Ersetzt man das einfache Halbzeug durch einen Verbund von mehreren Folien lassen sich interessante Effekte erzielen.

Das klassische Beispiel ist das Mikrospektrometer für den UV-VIS-Bereich. Durch die Kombination von PMMA-Folien mit unterschiedlichen Brechungsindizes erhält man einen Wellenleiter, in dem das Licht geführt wird.

Wählt man als Kombination Polymere, die beim Prägevorgang nicht miteinander verschweißen, aber trotzdem so stark aneinander haften, dass sie sich gemeinsam entformen lassen und erst dann getrennt werden, lassen sich Durchgangslöcher oder 3D-Mikrostrukturen erzeugen [7].

Und schließlich kann als zweites Material im Verbund auch eine metallische Leiterbahn auf der Oberfläche des Kunststoffhalb-



**Abb. 2: Beidseitiges Prägen mit sich durchdringenden Konturen erfordert höchste Präzision bei der Justierung. Links das Verfahrensprinzip: Eine nadelartige Mikrostruktur am oberen Prägestempel und die kegelförmige Vertiefung auf der Unterseite werden auf weniger als  $10 \mu\text{m}$  zueinander ausgerichtet. Rechts ein Hohlkegel mit über 1mm Höhe. Die verbleibende Restschichtdicke bestimmt die Wandstärke zwischen der äußeren Kegeloberfläche und dem inneren Hohlkegel (Pfeil) mit einem Durchmesser von ca.  $10 \mu\text{m}$  an der Spitze.**

zeugs aufgebracht sein. Beim Heißprägevorgang folgt diese Leiterbahn dann der Topologie und stellt so eine elektrisch leitende Verbindung von der Oberfläche in den Strukturgrund her (Abb. 3); eine hervorragende Möglichkeit um z.B. fluidische Strukturen mit elektrischen Eigenschaften auszustatten.

### Spritzgießen

Beim Spritzgießen von Kunststoffteilen handelt es sich um ein seit mehreren Jahrzehnten in der makroskopischen Abformtechnik anerkanntes Verfahren, mit dem Produkte in großen Stückzahlen kostengünstig hergestellt werden können. Dazu wird Kunststoffmaterial aufgeschmolzen und in eine Form (Werkzeug) eingespritzt.

Es ist vor allem die sehr gute Eignung zur Fertigung mittlerer und großer Stückzahlen, welche die Spritzgießtechnik für die Mikrosystemtechnik interessant macht. Für die Herstellung von Mikro-

komponenten bedurfte es allerdings der Implementierung von Zusatzeinrichtungen. In diesem Zusammenhang sind vor allem die Werkzeugevakuierung und die sog. Variotherm-Temperaturführung zu nennen. Erstere ist notwendig, weil die Kavitäten in einem typischen Mikroabformwerkzeug „Sacklöcher“ darstellen. Würde erwärmte Kunststoffschmelze in eine solche Kavität ohne vorherige Evakuierung eingedrückt werden, so käme es durch die komprimierte und somit erhitzte Luft zu einer Verbrennung des organischen Materials (Dieseleffekt). Variotherme Temperaturführung besagt, dass vor dem Einspritzen der Polymermasse in das Werkzeug dieses auf Temperaturen in der Nähe des Schmelzpunktes aufgewärmt wird. Dadurch behält die Kunststoffschmelze eine ausreichende Fließfähigkeit, um auch Strukturdetails bis in den Submikrometerbereich auszuformen. Bei der Entformung müssen aufgrund der hohen Empfindlichkeit der Mikro-

strukturen hochpräzise Werkzeugbewegungen gewährleistet sein [8].

Weiterentwicklungen der Mikroreplikation sind im Erprobungsstadium. Beispielsweise lässt das Mikromontagespritzgießen oder Micro Insert Injection Molding, welches durch Einsatz von Einlege-teilen die umfangreiche Aufbau- und Verbindungstechnik vereinfacht, eine deutliche Reduzierung der Gesamtfertigungskosten erwarten. Eine ähnliche Zielsetzung wird mit dem Mikro-2-Komponenten-Spritzgießen verfolgt, wobei diese Prozesstechnik zudem die Herstellung mehrkomponentiger und damit multifunktionaler Mikrokomponenten ermöglicht [8].

### Übersicht der Verfahren

Beispiele für die Gerätetechnik der beschriebenen Replikationsverfahren zeigt Abb. 4, einen Überblick gibt Tab. 1.



Abb. 3: Prägen von Leiterbahnen zur elektrischen Kontaktierung. Das Verfahrensprinzip lässt erkennen, dass nach dem Prägen die Leiterbahnen im Polymer vergraben sind. Rechts im Bild ist zu sehen, wie die Leiterbahnen über eine 45°-Kante (im Bild dunkel) einen Höhenunterschied von über 100 µm überwinden.

	UV-RIM	Heißprägen	Spritzgießen
<b>Bevorzugter Anwendungsbereich</b>	Prototypenfertigung	Kleinserien	Massenfertigung
<b>Typische Rüstzeit</b>	15 min	15 min	45 min
<b>Typische Zykluszeit</b>	1 min/mm Bauteildicke	5 – 30 min	55s – 8 min
<b>Temperaturführung</b>	Isotherm bei Raumtemperatur	Variotherm	Variotherm
<b>Getestete Formeinsatzmaterialien</b>	Metall, Keramik, Kunststoff, Silizium	Metall, Keramik, Kunststoff, Silizium	Metall, Kunststoff, Silizium
<b>Formeinsatzgröße</b>	26 x 66 mm <sup>2</sup> , Kleinere Formate unter Verwendung von Adaptern möglich	Bis zu Ø 6“, Verschiedene Standards sind vorhanden: LIGA: 26 x 66 mm <sup>2</sup> , Ø 4“, 86 x 126 mm <sup>2</sup>	Nahezu beliebig, abhängig von Maschinen- und Werkzeuggröße Standard bei LIGA: 26 x 66 mm <sup>2</sup>
<b>Kleinstes abgeformtes strukturelles Detail</b>	200 nm	200 nm	200 nm
<b>Bisher realisiertes größtes Aspektverhältnis:</b>			
Frei stehende Struktur (Pin, Steg)	14 (h = 86 µm, b = 6 µm)	50 (h = 200 µm, b = 4 µm)	17 (h = 2000 µm, b = 115 µm)
Vergrabene Struktur (Loch, Kanal)	20 (h = 2 mm, b = 100 µm)	50 (h = 200 µm, b = 4 µm)	25 (h = 250µm, b = 10µm)
<b>Geeignete Materialklassen:</b>	– Reaktive Gießharze – Composite aus Gießharzen mit Keramik- oder Metallpulver sowie organischen Farbstoffen	Nahezu sämtliche Thermoplaste und thermoplastische Elastomere	Nahezu sämtliche Thermoplaste und thermoplastische Elastomere, hochgefüllte Formmassen für das Pulverspritzgießen [10]

Tab. 1: Die wichtigsten Parameter der vorgestellten Mikroabformungsprozesse.





Abb. 4: Die unterschiedlichen Einsatzfelder spiegeln sich auch in der Maschinenausstattung wider. Links die Versuchsanlage für den UV-RIM-Prozess. In der Mitte eine manuell zu bestückende Heißpräganlage Hex03 der Firma Jenoptik für Laborbetrieb und Vorserienfertigung. Rechts die Battenfeld Microsystem 50 mit 5t Schließkraft, ausgelegt zum vollautomatischen Spritzgießen kleinster Bauteile mit integrierter Teileentnahme und Magazinierung.

### Komplexe Fertigungsbeispiele

Die drei Replikationsverfahren ergänzen sich bei komplexen Aufgabenstellungen (Abb. 5). Dies soll an zwei Beispielen beschrieben werden:

#### Glasfaser-Steckverbinder

An der Entwicklung eines Fasersteckers in Zusammenarbeit mit der Spinner GmbH waren drei Institute des Forschungszentrums beteiligt. Der Steckverbinder für Glasfaser-Bändchenkabel ist vorwiegend für den Anschluss von Geräten in lokalen optischen Netzwerken vorgesehen [9].

Der Steckverbinder ist als Zwitterstecker ausgeführt (Abb. 6), d.h. beide Stecker sind identisch aufgebaut und über ein separates Kupplungselement miteinander verbunden. Der Stecker selbst besteht aus zwei spritzgegossenen

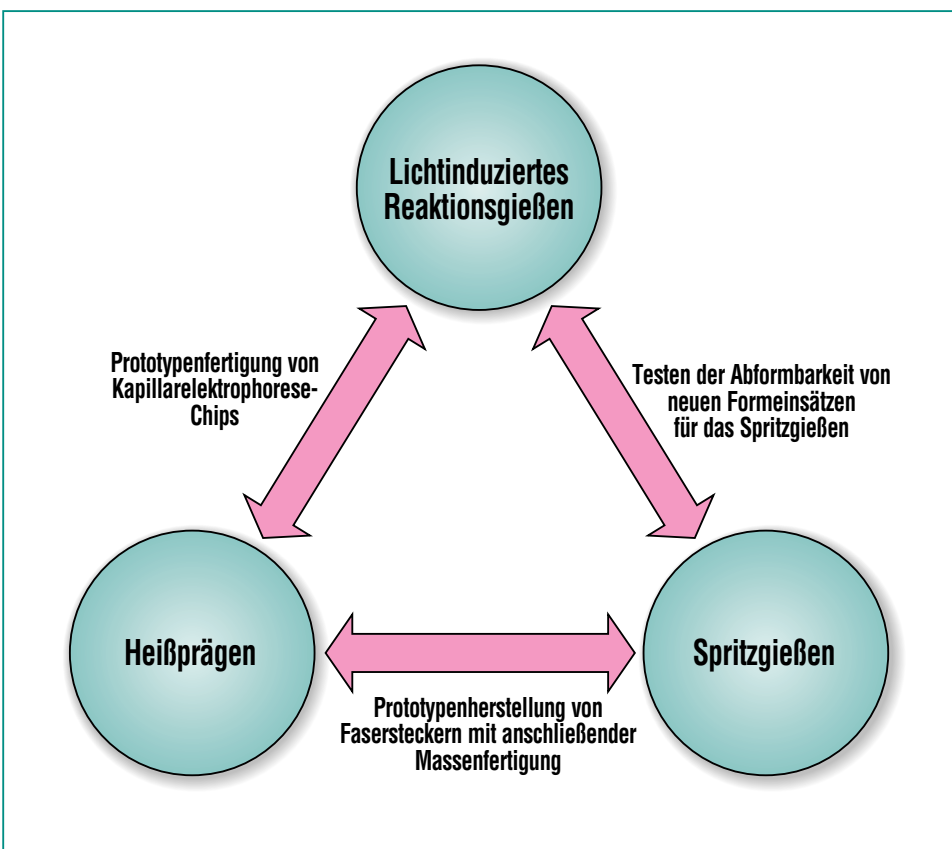


Abb. 5: Ergänzung der einzelnen Abformverfahren.

nen Hälften: von diesen besitzt die Unterhälfte Führungsstrukturen, in die bis zu 16 Glasfasern und zwei Führungsstifte eingelegt und positioniert werden. Die Lagetoleranz der Einzelfasern beträgt weniger als  $\pm 1,5 \mu\text{m}$ . Mit der zweiten Hälfte werden die Fasern und Führungsstifte fixiert und vor Beschädigung geschützt.

Sehr anspruchsvoll ist die Herstellung der Formeinsätze für das Spritzgieß- bzw. Prägewerkzeug. Sie besitzen mehrere Strukturebenen mit präzisen Höhenstufungen und sehr kleine Strukturdetails unter  $10 \mu\text{m}$ . Sie werden in einer Verfahrenskombination aus Mikrofräsbearbeitung und LIGA-Technik gefertigt, wobei die spezifischen Vorteile beider Verfahren genutzt werden. Nicht zuletzt müssen die Außenabmessungen der Formeinsätze und deren Ebenheit mit Toleranzen unter  $10 \mu\text{m}$  gefertigt werden, um Gratbildung am Formteil zu vermeiden.

Die ersten Formeinsätze wurden zunächst im Heißprägeprozess abgemustert. Die sehr schnell verfügbaren Resultate gaben Auskunft über die zu erwartende Qualität und noch nötige Änderungen. Solange dann die endgültige Version der Formeinsätze gefertigt wurde, konnte der Bau des Spritzgießwerkzeuges beginnen. Mit den neuen Formeinsätzen wurde umgehend die Optimierung des Spritzgießprozesses durchgeführt, während parallel dazu erste Musterteile für Tests heißgeprägt wurden.

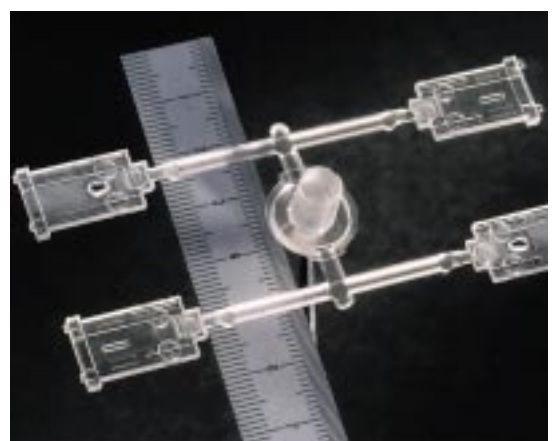
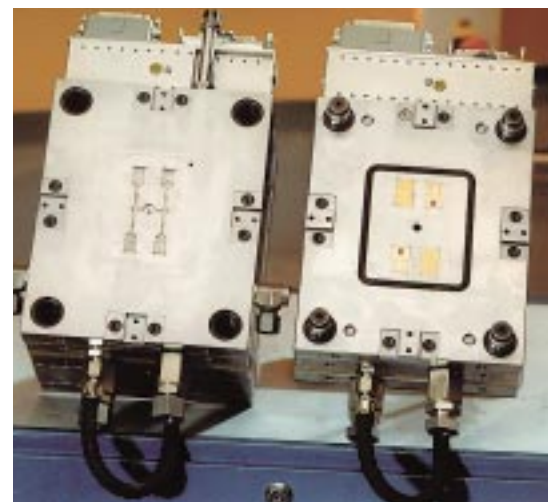
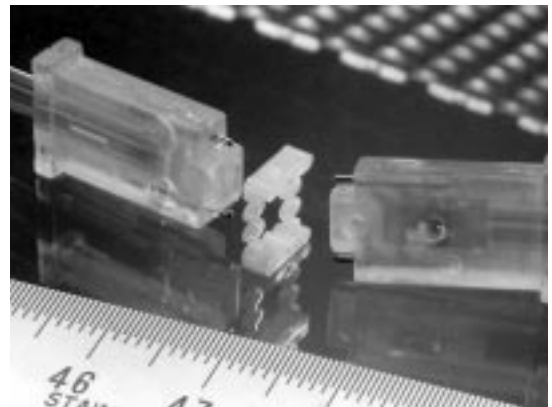
Nachdem der Spritzgießprozess stabil lief, wurden Demonstratoren für den Auftraggeber gefertigt

und geometrisch charakterisiert, mit denen dieser seine Kunden bemustern konnte. Gleichzeitig war die Spinner GmbH in der Lage, selbst die Fertigung vorzubereiten und schrittweise die Produktion zu übernehmen.

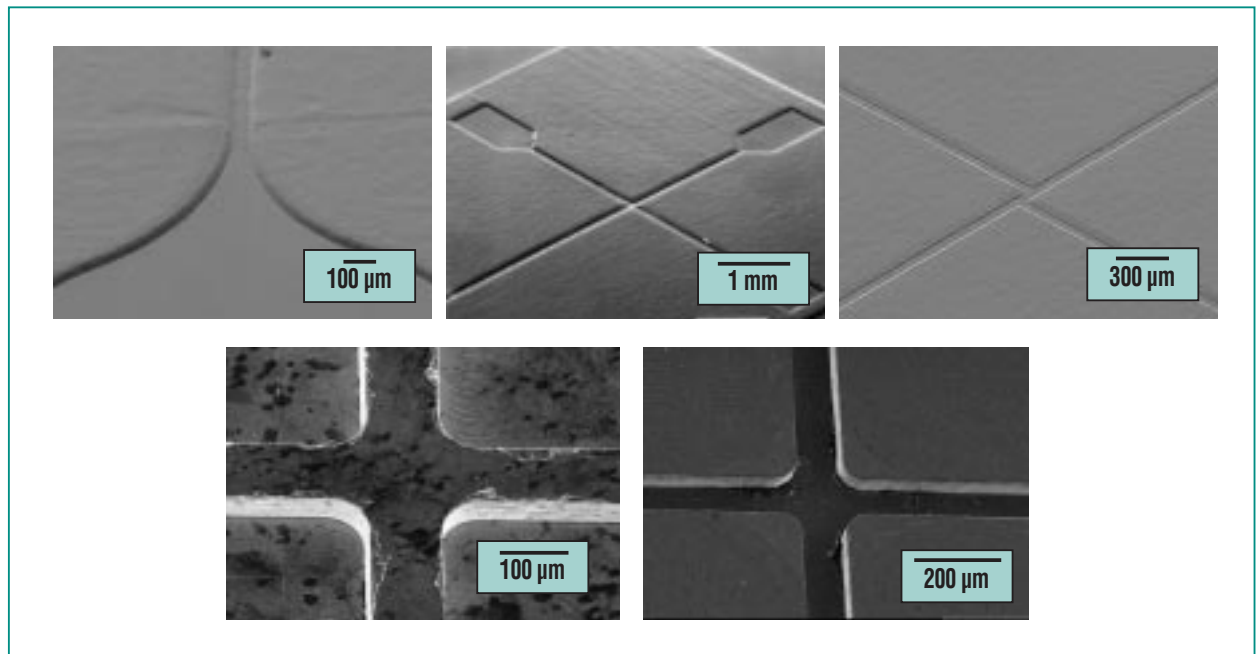
### Kapillar-Elektrophorese-Chip (CE-Chip)

Abformtechniken leiden immer unter der relativ langen Vorlaufzeit für die Strukturierung der Formwerkzeuge. Neben dem LIGA-Verfahren und der mechanischen Mikrofertigung von Formeinsätzen ist die Lasermikrobearbeitung hervorragend geeignet, mikrostrukturierte Formeinsätze herzustellen. Ein besonderes Merkmal dieses Verfahrens ist die Flexibilität, mit der auf Designänderungen der Mikrostruktur reagiert werden kann. Damit ist das in der „Makrowelt“ seit wenigen Jahren etablierte Verfahren des „Rapid Tooling“, d.h. die schnelle Fertigung (i. Allg. innerhalb von ca. 1-2 Arbeitstagen) von Abformwerkzeugen für kleine Stückzahlen, auch in der „Mikrowelt“ möglich. Um die prinzipielle Abformbarkeit der mittels Lasermikrobearbeitung hergestellten Formeinsätze zu bestimmen, wird aufgrund der kurzen Rüstzeiten meist das Reaktionsgießverfahren eingesetzt. Anschließend ist dann der Transfer des Formeinsatzes auf eine Heißpräge- oder Spritzgießmaschine aufgrund der geometrischen Kompatibilität direkt möglich.

Am Beispiel von Kapillarelektrophorese-Chips wird eine derartige Entwicklungskette aufgezeigt.



**Abb. 6: Spritzgegossener Steckverbinder für Glasfaserbündchen-Kabel; ein Steckerpaar mit Zwischenstück (oben), speziell für Steckverbinder-Gehäusehälften entwickeltes Spritzgießwerkzeug (Mitte), aus dem Werkzeug entnommenes Spritzgussteil (unten).**



**Abb. 7: Von oben: 3 REM-Aufnahmen abgeformter Designstudien sowie Kreuzungsbereich eines CE-Chips (gefertigt durch Lasermikrobearbeitung). Links unten die erhabene Kreuzung im Messingformeinsatz (gefertigt durch mechanische Mikrobearbeitung) und rechts unten die in PMMA abgeformte Kanalstruktur mit 100 µm Tiefe.**

Abb. 7 zeigt verschiedene Designstudien von CE-Chips, bei denen die Ein- und Auslass- sowie die Kreuzungsgeometrie der Kapillaren variiert wurden. Die entsprechenden Stahlformeinsätze wurden durch Lasermikrobearbeitung hergestellt und im Reaktionsgießverfahren abgeformt (Prototypenfertigung). Eventuelle Ablagerungen im Formeinsatzgrund (Débris), welche die Entformbarkeit beeinträchtigen können, lassen sich durch einen speziellen Reinigungsabformschritt im Heißprägeverfahren entfernen, um dann durch Reaktionsgießen optimale Abformungen in Polyester durchführen zu können. Anschließend kann über mechanische Mikrobearbeitung ein Werkzeug mit höheren Strukturen gefertigt werden (Abb. 7) und entsprechend den Anforderungen im UV-RIM oder

Heißprägeverfahren in Kunststoff repliziert werden.

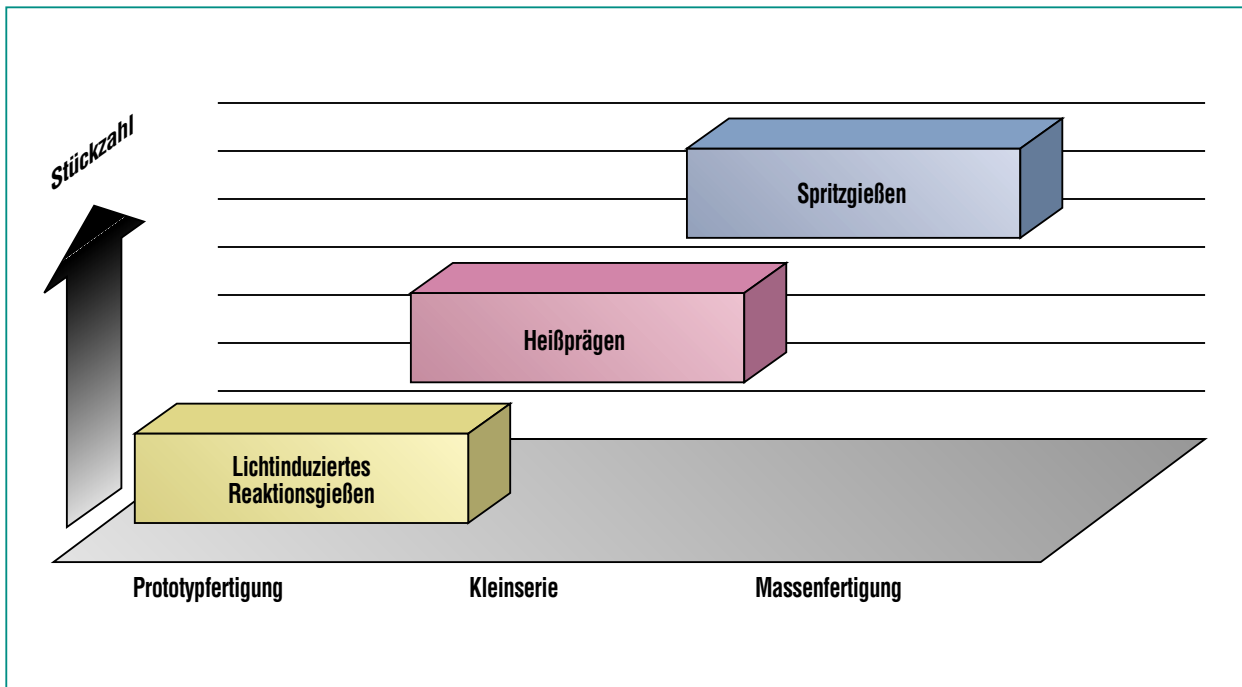
### Zusammenfassung und Ausblick

Alle drei vorgestellten Abformverfahren haben ihre Tauglichkeit zur Herstellung qualitativ hochwertiger Kunststoff-Mikrokomponenten bereits an verschiedenen Bauteilgeometrien unter Beweis gestellt. Da sich die Prozesse je nach Serienumfang in ihrer Eignung ergänzen, steht am Forschungszentrum Karlsruhe eine Reihe von Replikationstechnologien für einzelne Prototypen bis zum Massenbauteil zur Verfügung (Abb. 8). Durch enge Zusammenarbeit der verschiedenen Arbeitsgruppen ist es möglich, die jeweils beste Lösung für unter-

schiedliche Fragestellungen auszuwählen, oft durch Kombination mehrerer Verfahren. Unterstützt wird diese Zusammenarbeit durch den Zugriff auf unterschiedliche Formeinsatztechniken.

Die Entwicklung der Replikationsverfahren am Forschungszentrum Karlsruhe wird weiter vorangetrieben. Die Prototypenfertigung mittels Reaktionsgießen wird sich neben der weiteren Prozessoptimierung auf die Anwendung neuer Kompositmaterialien mit besonderen optischen und thermomechanischen Eigenschaften konzentrieren.

Nachdem sich die Heißprägetechnik als Mikroabformtechnik in den letzten Jahren etablieren konnte, sind die Anforderungen immer mehr auf größere Stückzahlen und kürzere Zykluszeiten



**Abb. 8:** Die am Forschungszentrum Karlsruhe eingesetzten Abformverfahren decken einen breiten Anwendungsbereich ab. Vom Einzelteil für Tests bis hin zum Massengut kann je nach Anforderung die passende Technik ausgewählt werden.

ausgerichtet. Dies gilt vor allem für die Sonderverfahren, bei denen sich die Heißprägetechnik am deutlichsten von anderen Verfahren abgrenzt. Aus diesem Grund zielen die Entwicklungsarbeiten der näheren Zukunft auf die Entwicklung schnellerer Maschinen und die Integration in automatisierte Fertigungsumgebungen, da für das Heißprägen in diesem Bereich das größte Potenzial zur Zykluszeitverkürzung identifiziert werden konnte.

Beim Spritzgießen liegen die Schwerpunkte in der Entwicklung

von Werkzeugkonzepten für die Herstellung leicht vereinzelbarer Mikroteile sowie der weiteren Verringerung der Zykluszeiten. Dabei sollen verstärkt Simulationstechniken eingesetzt werden. Materialeitig ist von einem vermehrten Einsatz von Hochleistungsthermoplasten und gefüllten Kunststoffen auszugehen. Gänzlich neue Perspektiven eröffnet das Einlege- und Mehrkomponenten-Mikrospritzgießen, mit dem nicht nur der Montageaufwand bei Mikrosystemen reduziert, sondern auch neue funktionale Einheiten hergestellt werden können.

### Danksagung

Die Autoren danken ihren Kollegen am FZK für die freundschaftliche und stets hilfreiche Zusammenarbeit. Ferner gilt der Dank den vielen externen Partnern des FZK, insbesondere den Firmen Battenfeld GmbH, Spinner GmbH und Steag microParts GmbH.

## Literatur

- [1] W. Menz, J. Mohr, O. Paul,  
*Wiley-VCH, Weinheim, 2001*
- [2] P. Hagemann, W. Ehrfeld,  
*International Polymer Processing, 4,*  
*188 (1989)*
- [3] W. Pfleging, T. Hanemann,  
*FZK Nachrichten, 31(1), 21 (1999)*
- [4] T. Hanemann, M. Hecke, V. Piötter,  
*Polymer News, Vol. 25, No. 7, 2000,*  
*pp. 224-229*
- [5] M. Hecke, W. Bacher,  
*FZKA- 6080, Forschungszentrum*  
*Karlsruhe (1998), 89-94*
- [6] A. Gerlach, G. Knebel, A. Guber,  
M. Hecke, D. Herrmann, A. Muslija,  
T. Schaller,  
*Microsystem Technologies 2002,*  
*Vol. 7 No 5-6, 2002, 265-268*
- [7] M. Hecke, A. Durand,  
*Proc. of 2nd euspen International*  
*Conference – Turin,*  
*2001; pp. 196-198*
- [8] V. Piötter, T. Hanemann, R. Ruprecht,  
J. Hausselt,  
*Proc. of Injection Molding 2001*  
*Conference; Copenhagen; 2001;*  
*pp. 182-189*
- [9] U. Wallrabe, H. Dittrich,  
G. Friedsam, T. Hanemann, J. Mohr,  
K. Müller, V. Piötter, P. Ruther,  
T. Schaller, W. Zißler,  
*Proc. of Design, Test, Integration*  
*and Packaging of MEMS/MOEMS;*  
*SPIE Vol. 4408; 2001; pp. 478-485*
- [10] W. Bauer, R. Knitter, V. Piötter,  
R. Ruprecht,  
*dieses Heft*

# Preisgünstige Mikrofluidik aus Plastik

W.K. Schomburg, IMT

## Einleitung

Mikrofluidische Komponenten gewinnen von der Öffentlichkeit weitgehend unbeachtet an Bedeutung in unser aller Alltag. Vom Reifendrucksensor im Auto über Düsen für die medizinische Behandlung mit Inhalationssprays bis zur Genanalyse für die Diagnostik reichen die Anwendungsfelder dieser Technologie, mit deren Hilfe mikroskopisch kleine Geräte möglich werden, wie z.B. Pumpen, Ventile, Sensoren für Druck und Durchfluss und Kapillarsysteme für die chemische, biologische und medizinische Analyse.

Die geringe Größe ist nur einer der Vorteile mikrofluidischer Komponenten, der z.B. neue implantierbare Systeme und tragbare Geräte erst möglich macht. Weitere wichtige Folgen kleiner Abmessungen sind ein verminderter Energieverbrauch, wodurch ein Batteriebetrieb möglich wird, und der schnellere Ablauf chemischer, biologischer und physikalischer Vorgänge, wodurch z.B. eine Analysereaktion für die Diagnose einer Krankheit schneller abgeschlossen ist.

Trotz dieser funktionellen Vorteile könnte die Mikrofluidik auf dem Markt keine Bedeutung erlangen, wenn nicht ein anderer Gesichtspunkt hinzukäme: geringe Fertigungskosten. Wenn nur sehr kleine Geräte gebaut werden, können viele Teile bei jedem Arbeitsschritt parallel im Nutzen gefertigt werden. Im Forschungszentrum Karlsruhe wird die Mikroabformung entwickelt, mit der aus preiswerten Kunststoffen filigrane und komplexe Mikrostrukturen

auf einfache Weise hergestellt werden.

Der vorliegende Bericht behandelt neben den für eine preisgünstige Mikrofluidik aus Plastik benötigten Schlüsseltechniken eine Reihe von Anwendungsbeispielen, die den praktischen Nutzen verdeutlichen, den wir alle aus diesem faszinierenden Arbeitsgebiet ziehen können.

## Anwendungen

Die Bemühungen, der einheimischen Industrie durch die Entwicklung von Schlüsseltechnologien zu neuen Märkten zu verhelfen, können nur erfolgreich sein, wenn die Vorteile dieser Techniken am Beispiel von Demonstratoren aufgezeigt werden. Dies ist insbesondere deshalb wichtig, weil die in der Mikrosystemtechnik noch nicht so breit eingesetzten Polymere deutlich andere Eigenschaften aufweisen als z.B. das wesentlich besser untersuchte Silizium. So zeichnen sich Polymere durch eine wesentlich größere thermische Dehnung und durch die Neigung zu langfristigen plastischen Veränderungen aus. Aus diesen Eigenschaften leiten sich Konstruktionsprinzipien ab, deren Erarbeitung neben der Entwicklung der Schlüsseltechnologien eine wichtige Aufgabe des Forschungszentrums ist.

Außerdem gilt es die Chancen zu erkunden, die sich daraus ergeben, dass Polymere eine so große Stoffklasse sind, in der sich für viele Anwendungen neue Lösungsansätze erschließen. So können aus Polymethylmethacrylat (PMMA) relativ einfach

Mikrostrukturen hergestellt werden, deren Biokompatibilität für viele Anwendungen ausreicht. Weitgehend chemisch inert sind dagegen fluorierte Kohlenwasserstoffe wie Polyvinylidenfluorid (PVDF), Polyetheretherketon (PEEK) und Perfluor-Alkoxy-Polymere (PFA), die sich deshalb für Mikroventile eignen, die chemisch aggressive Medien schalten sollen. Aus Polyimid (PI) lassen sich dagegen besonders dünne, flexible und beständige Membranen herstellen.

Im Folgenden werden Mikroventile, Mikropumpen, Sensoren und Kapillarsysteme vorgestellt und ihre Eigenschaften diskutiert.

### Piezoventil

Als erstes Beispiel soll ein Piezoventil beschrieben werden, das nur  $13 \cdot 13 \cdot 3 \text{ mm}^3$  groß ist [1]. Abb. 1 zeigt dieses Ventil im Größenvergleich zu einem Pfennigstück. Das Mikroventil wird mit dem AMANDA-Verfahren hergestellt, das die Fertigungsschritte Abformung, Oberflächenmikromechanik und Membranübertragung miteinander kombiniert, um preiswerte Mikrokomponenten aus Kunststoffen zu erzeugen [2].

Das Piezoventil besteht aus zwei Gehäuseschalen, zwischen denen eine ca.  $10 \mu\text{m}$  dicke Polyimidmembran eingeklebt ist. Die Membran verschließt die Einlassöffnung des Ventils, weil sie durch ein unter Druck stehendes Übersetzungsmedium auf den Ventilsitz gedrückt wird. Die Kammer, in der das Übersetzungsmedium eingeschlossen wird, wird nach oben hin durch eine Scheibe aus Piezokeramik ver-

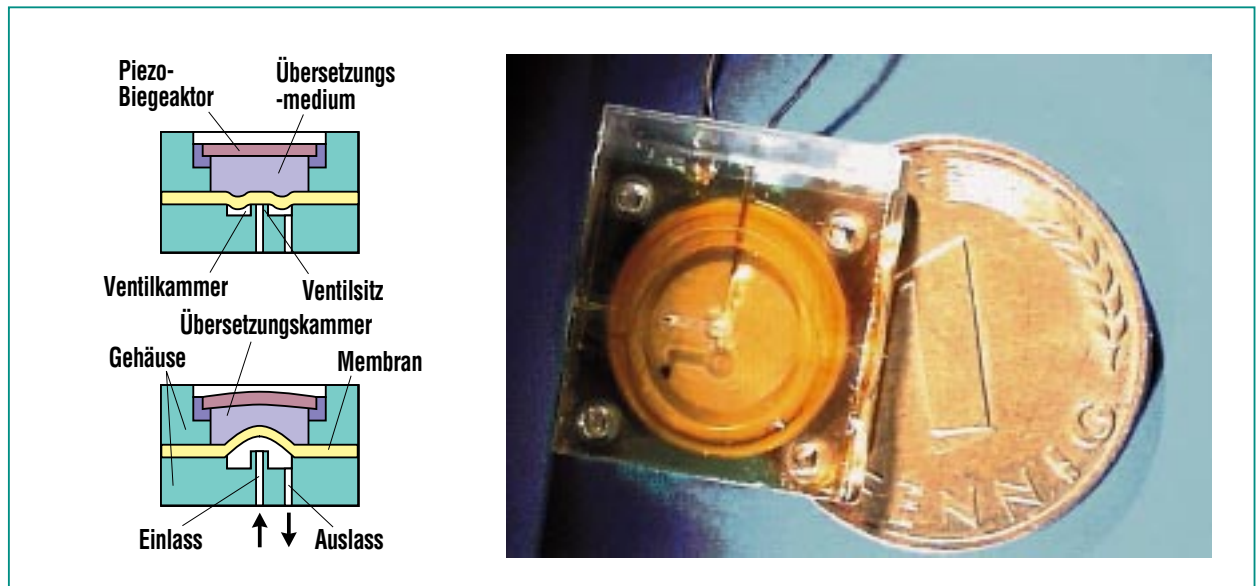


Abb. 1: Mikroventil, das mit einem Piezo angetrieben wird. Links: Schematischer Aufbau eines geschlossenen (oben) bzw. geöffneten (unten) Ventils. Rechts: Größenvergleich zu einem Pfennigstück.

geschlossen. Eine elektrische Spannung von einigen hundert Volt wölbt die Keramikscheibe nach oben und öffnet damit das Ventil.

Die Oberfläche der Keramikscheibe ist fünfundzwanzigmal größer als der bewegliche Teil der Membran. Dadurch wirkt das Übersetzungsmedium wie eine Hydraulik und die Membran wird um ca. 50  $\mu\text{m}$  vom Ventilsitz abgehoben, wenn sich die Piezokeramik nur um ca. 2  $\mu\text{m}$  wölbt.

Ein positiver Nebeneffekt der Lagerung der Keramikscheibe auf dem Übertragungsmedium ist, dass sie sehr viel stärkere mechanische Stöße überstehen kann, als wenn sie frei aufgehängt wäre. Dauerversuche zeigten nach 40 Millionen Schaltvorgängen keine Veränderungen am Öffnungsverhalten des Ventils.

Durch die kompakte Bauweise beträgt das Totvolumen des Mi-

kroventils nur 0,33  $\mu\text{l}$  und es werden Schaltzeiten im Bereich von nur 2 ms erreicht.

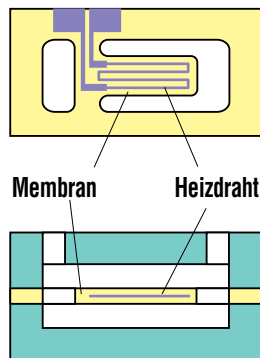
Die hier dargestellten Mikroventile sind das Ergebnis eines Kooperationsprojekts mit einem Industriepartner. Mit dem neuen Ventil können Anwendungen erschlossen werden, z.B. in der Medizin- und Analysetechnik oder der Biotechnologie.

### Fluss-Sensoren

Mit dem AMANDA-Verfahren können nicht nur Aktoren wie das oben dargestellte Mikroventil sondern auch Sensoren hergestellt werden. Diese zeichnen sich nicht so sehr durch besonders hohe Präzision sondern durch ihren günstigen Preis aus. Sie können als alleinstehende Komponente in ein Gerät eingebaut werden, es bietet sich andererseits aber auch an, durch eine integrierte Fertigung von Aktoren

und Sensoren sich selbst regelnde Mikrosysteme aufzubauen. So kann durch die Kombination eines Mikroventils mit einem Fluss-Sensor ein Mikrodosiersystem entstehen, dass nach einem vom Arzt vorgegebenen Therapieplan Medikamente dosiert. In Abb. 2 ist ein mit dem AMANDA-Verfahren hergestellter Fluss-Sensor mit äußeren Abmessungen von nur  $5,5 \cdot 4,5 \cdot 1,2 \text{ mm}^3$  zu sehen, der nach dem anemometrischen Prinzip arbeitet [3]. Das heißt, die Wärmeableitung von einem in einer Durchflusszelle aufgehängten Heizdraht dient als Maß für die Strömungsgeschwindigkeit des umgebenden Mediums.

Der Heizdraht wird von einer ca. 200 nm dicken Leiterbahn aus Platin gebildet, die in der Mitte einer nur 2,4  $\mu\text{m}$  dicken Polyimidmembran angebracht ist. Eine elektronische Schaltung hält die Temperatur der Leiterbahn konstant und ermittelt die dazu not-



**Abb. 2: Mit dem AMANDA-Verfahren hergestellter anemometrischer Fluss-Sensor. Die Wärmeableitung durch das umgebende Medium von einer dünnen Leiterbahn im Inneren einer nur 2,4  $\mu\text{m}$  dicken Polyimidmembran dient als Maß für die Strömungsgeschwindigkeit**

wendige Energiezufuhr, die ein Maß für die durch das Medium abgeführte Wärmemenge ist. Die Temperatur der Leiterbahn verändert deren elektrischen Widerstand, deshalb wird statt der Temperatur der auf einfache Weise zu messende Widerstand bestimmt. Dabei muss allerdings bedacht werden, dass der Widerstand einer Leiterbahn nicht nur von ihrer Temperatur sondern auch von ihrer mechanischen Dehnung verändert wird. Deshalb befindet sich die Leiterbahn in einer frei im Strömungskanal aufgehängten Fahne und ihre Lage in der neutralen Faser in der Mitte der Membran stellt sicher, dass eine denkbare Flatterbewegung zu keiner Beeinträchtigung der Messung führt.

Der hier gezeigte Fluss-Sensor wurde sowohl für die Messung mit Wasser als auch mit Stickstoff erprobt. Messbereich und -emp-

findlichkeit hängen von der Größe der Durchflusszelle ab. Mit einem Querschnitt von ca. 100  $\mu\text{m}$  konnte eine Empfindlichkeit von 100 nl/min für Wasser und 0,1 sccm für Stickstoff gemessen werden. Bei Messungen in einer Klimakammer veränderte sich das Mess-Signal in einem Temperaturbereich zwischen 20 und 60  $^{\circ}\text{C}$  um weniger als 1 %.

Wegen seines einfachen Aufbaus konnte für den Fluss-Sensor eine Fertigungsausbeute von 80 % erreicht werden. Abschätzungen zeigen, dass dieser Sensor in einer Serienfertigung ohne Anschlüsse für ca. 4 € hergestellt werden könnte. Damit erscheint er für Anwendungen interessant, bei denen er nach einmaligem Gebrauch weggeworfen werden kann. Dies könnte z.B. für Infusionen interessant sein, die aus hygienischen Gründen nicht mehrfach verwendet werden dürfen.

### *Kapillarsysteme*

Ein anderer Bereich, in dem mikrofluidische Komponenten aus Kunststoffen neue Chancen eröffnen, sind Kapillarsysteme. Mikrokapillaren dienen beispielsweise Analysezielen im Bereich der Gentechnik. Nach der rasanten Entwicklung, die die Gentechnologie in den vergangenen Jahren genommen hat, gibt es jetzt zahlreiche Anwendungen, die an der Schwelle zur Markteinführung stehen. Oft zeigt sich dabei, dass Analyseverfahren, deren Machbarkeit auf Probenträgern aus Glas oder Silizium demonstriert worden ist, auf das preisgünstigere Basismaterial Kunststoff übertragen werden müssen. Eine Genanalyse, mit der Krankheiten entdeckt werden können, kann z.B. nur dann für alle Patienten verfügbar gemacht werden, wenn die Kosten nicht zu hoch sind.



In Kooperation mit der Firma Greiner Bio-One wurde eine Mikrotiterplatte entwickelt, auf der Mikrokanäle für die Analyse von 96 biologischen Proben angebracht sind (vgl. Abb. 3) [5]. Dabei betragen die Außenabmessungen der Platte nur  $85 \cdot 128 \text{ mm}^2$ . Die Mikrokanäle sind  $100 \mu\text{m}$  breit und  $50 \mu\text{m}$  tief und enthalten einen Kreuzungspunkt mit einem Volumen von nur  $0,6 \text{ nl}$ . So kleine Probenvolumen können durch Kapillarelektrophorese in einem solchen Kanalsystem analysiert werden. Allerdings wird die Probe über ein größeres Reservoir auf die Titerplatte aufgegeben, sodass in etwa  $1 \mu\text{l}$  von der Probe benötigt wird.

Die Mikrotiterplatten sind aus zwei  $1 \text{ mm}$  dicken Platten aufgebaut in die durch Heißsprängen [6] die Mikrokanäle angebracht wurden bzw. in denen sich  $384$  Zugangsöffnungen befinden, die als Reservoirs für die Probe und eine Trägerflüssigkeit dienen. Diese beiden Platten werden dichtend miteinander verbunden. Für die Analyse müssen zu allen  $384$  Öffnungen elektrische Kontakte hergestellt werden. Dies wird bisher dadurch gelöst, dass Drähte in die Öffnungen abgesenkt werden. Da dies bei so vielen Öffnungen aber ein störanfälliges Verfahren ist, werden elektrische Zu-

leitungen entwickelt, die vom Rand der Titerplatte an die Enden der einzelnen Kanäle führen.

Ein anderes Beispiel für Kapillarsysteme sind hohle Mikrospitzen, die unter anderem dazu dienen können, Medikamente durch die Haut in den Körper einzubringen oder Körperflüssigkeit für eine Diagnose aus dem Körper zu entnehmen. Die Entwicklung von geeigneten Abformverfahren für solch filigrane Strukturen steht noch an ihrem Anfang. In Abb. 3 ist eine durch Heißsprängen hergestellte,  $850 \mu\text{m}$  hohe Spitze mit einer Öffnung von  $15 \mu\text{m}$  Durchmesser zu sehen.

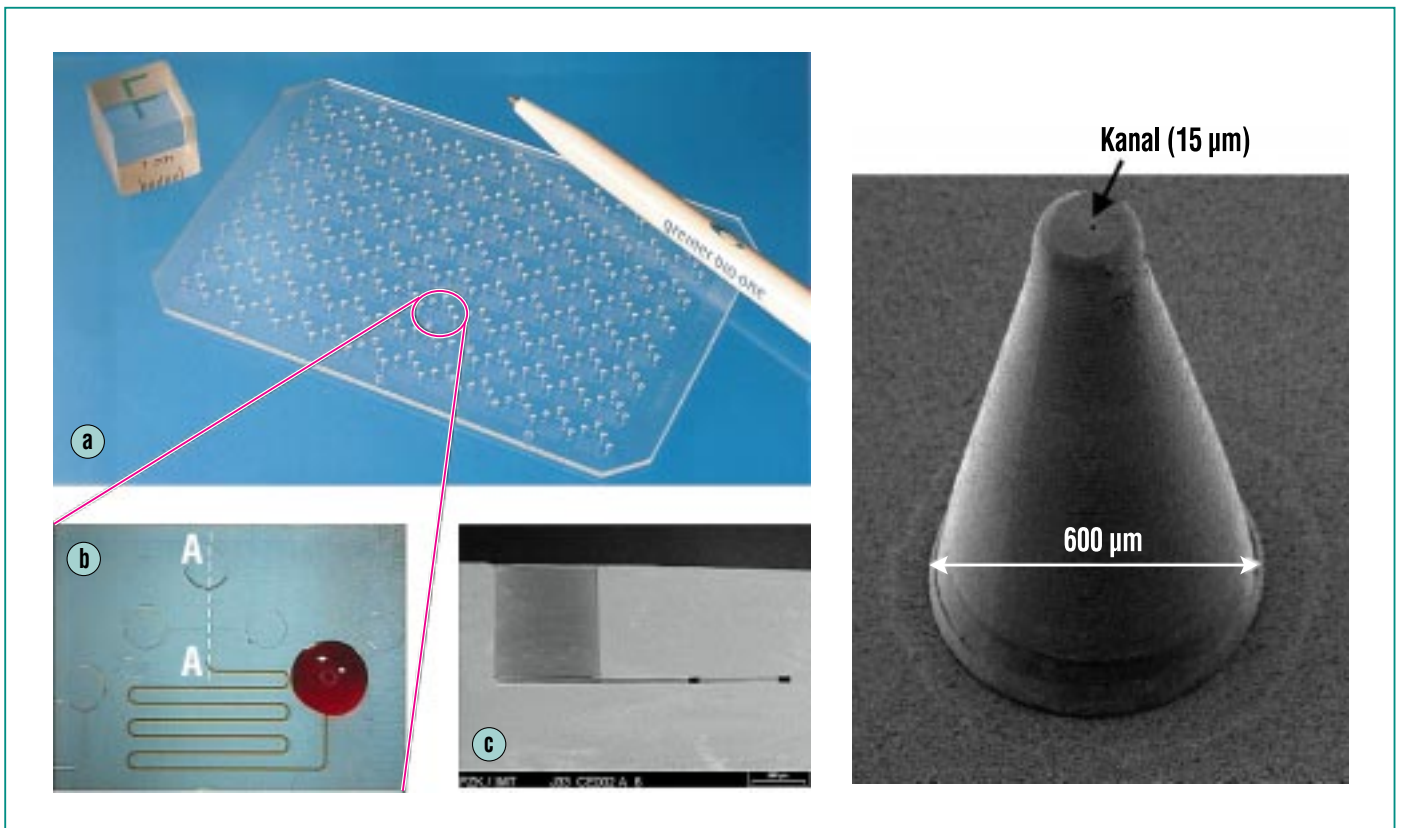


Abb. 3: Links: Mikrotiterplatten aus PMMA mit  $100 \mu\text{m}$  breiten und  $50 \mu\text{m}$  tiefen Kanälen: a) Eine Mikrotiterplatte mit 96 Mikrokanalstrukturen für biologische Analysen, b) eine einzelne Kanalstruktur während der Befüllung, c) Schnitt entlang der Linie A–A in b). Rechts: Durch Heißsprängen hergestellte,  $850 \mu\text{m}$  hohe Mikrospitze aus PSU mit einem  $15 \mu\text{m}$  breiten, durchgehenden Kanal.

## Schlüsseltechnologien

Damit mikrofluidische Komponenten aus Polymeren hergestellt werden können, müssen bestimmte Schlüsseltechnologien zur Verfügung stehen. Dazu zählen die Mikroabformung, die Herstellung von durchgehenden Öffnungen und Kanälen, das Verbinden von mikrostrukturierten Teilen und das Anbringen von mikrostrukturierten elektrischen Leiterbahnen und Kontakten auf den Polymerteilen.

Ein Prinzip, das bei allen Fertigungsschritten beachtet werden muss, ist die Parallelfertigung im Nutzen. Sie ist eine wesentliche Voraussetzung dafür, dass die einzelnen Komponenten preisgünstig erzeugt werden können. Ein Nutzen ist in der Regel ein Polymerteil, das die Gehäuse von typischerweise 10 bis 100 mikrofluidischen Komponenten beinhaltet und erst möglichst spät in der Fertigungskette in die einzelnen Komponenten aufgeteilt wird, wenn der Nutzen nicht sogar in der Anwendung als Einheit verwendet wird. Je mehr Komponenten auf einem Nutzen Platz finden, desto mehr werden mit jedem Fertigungsschritt bearbeitet, sodass der Preis für die Einzelkomponente entsprechend sinkt.

Wenn mikrostrukturierte Teile aus Polymeren in größerer Stückzahl möglichst preisgünstig hergestellt werden sollen, ist die Mikroabformung praktisch konkurrenzlos. Näheres zur Mikroabformung findet sich in dem Beitrag „Replikationstechniken für die Herstellung mikrostrukturierter Bauteile aus Kunststoff“ in diesem Heft [6]. Die Geschichte der Mikroabformung

begann Mitte der 80er Jahre, als im Institut für Mikrostrukturtechnik nach einem Weg gesucht wurde, die Produkte des LIGA-Verfahrens preiswert in großer Stückzahl herstellen zu können [7]. Heute steht die Mikroabformung im Zentrum des Interesses zahlreicher Firmen, die Mikrokomponenten auf den Markt bringen wollen [8, 9]. Die mikrostrukturierten Formen für die Abformung werden längst nicht mehr nur mit dem LIGA-Verfahren hergestellt sondern durch mechanische Mikrofertigung [10], und die Kombination von Fotolithografie, Reaktives Ionätzen oder anisotropes Siliziumätzen mit Galvanik.

Ebenfalls von großer Bedeutung sind die Verbindungstechniken für mikrofluidische Komponenten aus Polymeren. Hierfür werden Verfahren entwickelt, die es erlauben, dichtende Verbindungen zu erzeugen, ohne dass es zu Beschädigungen der mikroskopischen Strukturen kommt. Hohe Temperaturen dürfen deshalb in der Regel nicht angewandt werden, denn Kunststoffe verziehen sich, wenn sie zu sehr erwärmt werden. Die große thermische Dehnung der Polymere führt auch leicht zu mechanischen Spannungen im fertigen Bauteil, die seine Funktion beeinträchtigen können. Deshalb wurden vor allem Klebverfahren entwickelt, die es erlauben, auch bei vergleichsweise großen Fertigungstoleranzen dichtende Verbindungen zu schaffen [11]. Wenn Klebungen nicht möglich sind, weil z.B. der Klebstoff in der Anwendung beim Kontakt zum Medium angelöst werden würde,

sind Schweißverfahren eine mögliche Alternative.

Die Herstellung von mikrofluidischen Komponenten aus Polymeren lässt sich typischerweise gliedern in die Abformung der Gehäuse mit darin angebrachten Mikrokanälen, Öffnungen und anderen Funktionseinheiten und in das Zusammenfügen verschiedener Teile sowie das Anbringen fluidischer und elektrischer Anschlüsse. Ein Beispiel für ein solches Herstellungsverfahren, das sich schon in der industriellen Fertigung bewährt, ist das AMANDA-Verfahren, bei dem eine Membran mit einem abgeformten Gehäuse verbunden wird [2]. Dieses Verfahren wurde entwickelt, um die weltweit erste Mikropumpe aus Kunststoff herstellen zu können [4], und führte zur Entwicklung ähnlicher Verfahren durch andere Arbeitsgruppen [12], [13]. Die Vorteile einer kostengünstigen Fertigung aus Polymeren werden beim AMANDA-Verfahren systematisch genutzt, und die bisher in Kleinserien gefertigten Komponenten zeigen, dass sich auf diese Weise zuverlässige Produkte mit hoher Ausbeute erzeugen lassen.

## Zusammenfassung

Mikrofluidische Komponenten wie z.B. Pumpen, Ventile, Sensoren für Druck und Durchfluss und Kapillarsysteme für die chemische, biologische und medizinische Analyse eröffnen Technik und Medizin neue Möglichkeiten. Neben Zuverlässigkeit und Funktion ist die preiswerte Fertigung mikrofluidischer Komponenten von entscheidender Bedeutung, denn nur, wenn z.B. ein neues

Diagnoseverfahren preisgünstig ist, kann es allen Patienten verfügbar gemacht werden, und ein Fluss-Sensor für die Klimatechnik wird sich am Markt nur durchsetzen, wenn er nicht zu teuer ist.

Preiswerte mikrofluidische Komponenten können aus Kunststoffen gefertigt werden, weil sie sich durch Abformprozesse nahezu unabhängig von der Komplexität des Entwurfs formen lassen. Darüber hinaus ist die Stoffklasse der Polymere sehr groß, sodass sich

für fast jede Anwendung ein geeigneter Kunststoff finden lässt.

Für mikrofluidische Komponenten aus Kunststoffen werden gewisse Schlüsseltechnologien benötigt, deren Entwicklung sich das Institut für Mikrostrukturtechnik des Forschungszentrums Karlsruhe zum Ziel gesetzt hat. Dazu gehören neben dem Mikroheißprägen Verbindungsverfahren für Mikrostrukturen aus Polymeren und das Anbringen von elektrischen Leiterbahnen und Anschlüssen.

Der vorliegende Bericht behandelt neben den für eine preisgünstige Mikrofluidik aus Plastik benötigten Schlüsseltechniken eine Reihe von Anwendungsbeispielen, die den praktischen Nutzen erahnen lassen, den wir alle aus diesem faszinierenden Arbeitsgebiet ziehen können.

## Literatur

- [1] T. Rogge, W.K. Schomburg, Z. Rummler, *FZKA-Bericht 6671 (2001)*
- [2] W.K. Schomburg, R. Ahrens, W. Bacher, J. Martin, V. Saile, *Sensors and Actuators A 76 (1999) 343 - 348*
- [3] D. Dittmann, R. Ahrens, Z. Rummler, K. Schlote-Holubek, W. K. Schomburg, *11th Int. Conf. on Solid-State Sensors and Actuators, Transducers '01, München, June 10-14, 2001 (2001)*
- [4] B. Büstgens, W. Bacher, W. Bier, R. Ehnes, D. Maas, R. Ruprecht, W.K. Schomburg, L. Keydel, *Proceedings der 4th International Conference on New Actuators, Actuator'94, Bremen, June 15 - 17, (1994) 86 - 90*
- [5] A. Gerlach, G. Knebel, A. Guber, M. Heckeke, D. Herrmann, A. Muslija, Th. Schaller, *Microsystem Technologies 7 (2002) 265 - 268*
- [6] M. Heckeke, R. Ruprecht, *in diesem Band*
- [7] E.W. Becker, W. Ehrfeld, P. Hagmann, A. Maner, D. Münchmeyer, *Microelectronic Engineering 4 (1986) 35 - 56*
- [8] H. Becker, W. Röpke, O. Rötting, *Proc. Micro System Technologies 2001, (MST) Düsseldorf, ed. H. Reichl, VDE Verlag (2001) 401 - 406*
- [9] *inno 11 (1999) 8-9*
- [10] W. Pfleging, T. Schaller, *in diesem Band*
- [11] D. Maas, B. Büstgens, J. Fahrenberg, W. Keller, P. Ruther, W.K. Schomburg, D. Seidel, *Proc. des International Workshop on Micro Electro Mechanical Systems, MEMS '96, 11. bis 15.2.96 in San Diego, USA (1996) 331 - 336*
- [12] J. Döpfer, M. Clemens, W. Ehrfeld, K.-P. Kämper, H. Lehr, *Proc., 5th Int. Conf. on New Actuators (Actuator'96), Bremen, Germany, June 26-28, (1996) 37-40*
- [13] O. Larsson, O. Öhman, Å. Billman, L. Lundblad, C. Lindell, G. Palmkog, *Proc. of Int. Conf. on Solid-State Sensors and Actuators (Transducers'97), Chicago, USA, September 16-19, (1997) 1415-1418*

# Wie sich Proteine selbst verraten: Neue Konzepte zum Proteinnachweis

M. Kautt, MIKRO; J. Reichert, W. Hoffmann, M. Strasser, M. Rapp, A. Voigt, K. Länge, IFIA;  
K.-F. Weibezahn, E. Gottwald, IMB

## Einleitung

In den zurückliegenden 10 Jahren legten die Biowissenschaften ein vorher nur schwer absehbares Entwicklungstempo vor. Den bisherigen Höhepunkt stellt dabei sicher die vollständige Entzifferung, genauer: Sequenzierung, des menschlichen Genoms im Jahre 2000 noch vor dem ursprünglich vorgesehenen Zeitpunkt dar [1]. Die Grundlagen für diese und vergleichbare Leistungen liegen auf technischer Seite insbesondere in der Einführung automatisierter Prozesse und der Bereitstellung neuartiger und leistungsfähiger Untersuchungsmethoden. Neben dem Einzug der Robotik in das biologische Laboratorium lässt sich ein Trend zur Nutzung miniaturisierter Komponenten und Verfahren beobachten. Mit dem großangelegten Einsatz von sogenannten Mikro-Arrays (auch als DNA-, Bio- oder Proteinchips bezeichnet) und zunehmend von mikrofluidischen Analysenchips hat sich die Mikrosystemtechnik als eine der Triebkräfte in der Bio-Analytik erwiesen.

Nachdem so mit dem „Bauplan des Lebens“ eine riesige Informationsquelle eröffnet wurde, richtet sich heute das Interesse auf ein tieferes funktionales Verständnis der in lebenden Organismen ablaufenden Prozesse. Hierbei sind die Proteine in ihrer Ausprägung und Funktion von zentraler Bedeutung. Die entsprechende Forschungsrichtung wird in Analogie zur Genomforschung („Genomics“) als Proteomforschung („Proteomics“) bezeichnet. Unter Proteom versteht man dabei allgemein das quantitative Protein-

muster, das von einer Zelle oder einem Gewebe unter exakt definierten Bedingungen exprimiert wird [2].

Aus Sicht der Mikrosystemtechnik eröffnen sich interessante Wege, neue Werkzeuge für die Proteom- und Proteinanalytik bereitzustellen, weil es nicht einfach möglich ist, die bereits für die Genomforschung entwickelten technischen Ansätze eins zu eins zu übertragen. Dazu unterscheiden sich Proteom und Genom zu sehr. So stehen den rund 30.000 bis 40.000 Genen des Menschen schätzungsweise zwischen 200.000 und 2 Millionen Proteine in jeder Zelle gegenüber. Ihre Zusammensetzung variiert im Gegensatz zum Genom je nach Zelltyp. Sie ist abhängig vom allgemeinen Zustand eines Organismus und wohl auch davon, was man gerade zum Frühstück gegessen hat [3]. Das Proteom zu beschreiben ist damit keine einfache Aufgabe und es soll nicht verschwiegen werden, dass das Proteom – oder zumindest was man in der Analyse sieht – auch davon abhängt, mit welchen Methoden man es betrachtet. Dementsprechend sind insbesondere solche Technologien erforderlich, mit denen das spezifische Auftreten und Verhalten einzelner Proteine in möglichst ungestörter Umgebung nachgewiesen werden können, die eine Proteingesamtheit charakterisieren können und mit denen auch geringste Substanzmengen noch zu handhaben sind. Hier sind besonders markierungsfreie Nachweismethoden in Kombination mit neuen mikrofluidischen und Array-basierten Ansätzen erfolgversprechend.

Der Nachweis von Biomolekülen in mikrotechnischen Analysensystemen – etwa den als „Lab-on-a-chip“ bezeichneten mikrofluidischen Systemen oder in sogenannten „Microarrays“ – erfolgt heute üblicherweise durch laserinduzierte Fluoreszenz (LIF). Die Fluoreszenzdetektion zeichnet sich durch eine enorme Empfindlichkeit und durch eine sehr hohe Selektivität aus. So kann beispielsweise eine Fluorescein-Lösung noch bis zu Konzentrationen von  $10^{-12}$  Mol/L nachgewiesen werden. Damit wird deutlich, dass bei Vorliegen einer intrinsischen Fluoreszenz, wenn die Fluoreszenz also eine Eigenschaft des Moleküls ist, die LIF-Detektion ideal ist. Liegt keine native Fluoreszenz vor, existieren zwar eine Reihe von Markierungs- und Derivatisierungsmöglichkeiten, es treten jedoch häufig Probleme mit uneinheitlichen Derivatisierungsprodukten und -ausbeuten auf. Da beispielsweise im Falle eines zu analysierenden Protein- oder DNA-Gemischs die Markierung üblicherweise noch vor einer Trennung des Gemischs erfolgt, die Trennung jedoch auf molekularen Unterschieden der Proteine oder DNA-Sequenzen beruht, kann zusätzlich die Trennung auch durch die Markierung beeinflusst sein. Um dies zu umgehen, sind Nachweismethoden erforderlich, die intrinsische Eigenschaften der Moleküle oder spezifische Wechselwirkungen nutzen. Ziel der am Forschungszentrum verfolgten Entwicklungen ist es, insbesondere die im Vergleich zur DNA wesentlich labileren Proteine in ihrem nativen Zustand nachweisen zu können.

## Elektrochemische Detektion von Biomolekülen auf mikrofluidischen Analysenchips

Die elektrochemische Detektion nutzt in Dickschicht- und Dünnschichttechniken hergestellte Metall- oder Graphitelektroden und elektrochemische Reaktionen der zu bestimmenden Analyten hieran aus. Diese Elektroden können als Sensorelemente in Analysenchips integriert und beispielsweise für eine amperometrische Detektion genutzt werden, da viele biologisch relevante Spezies elektroaktiv sind. Parallel dazu können weitere Elektroden zur Erzeugung elektrischer Felder integriert werden, die für elektrokinetischen Transport und elektrophoretische Trennung benötigt werden. Somit eröffnet sich die Möglichkeit, sowohl die Trennung der Analytspezies als auch deren Detektion in nur einer Technologie im Chipformat zu vereinen.

Abb. 1 zeigt das Funktionsmuster eines hybrid aufgebauten Kapillarelektrophorese-Chips mit inte-

grierter elektrochemischer Detektion. Der Chip ist auf einer Substratplatte aus Quarzglas aufgebaut, die Platin- oder Gold-Mikroelektroden enthält, welche mittels Sputtern und lithografischem Lift-off-Prozess hergestellt worden sind. Darauf befindet sich als Deckplatte ein Polymer (Polydimethylsiloxan, PDMS) mit einer einfachen kreuzförmigen Mikrokanalstruktur. Der Querschnitt der Kanäle beträgt  $50\ \mu\text{m}$ , die Strecken zwischen A und B betragen  $8\ \text{mm}$  und zwischen C und D  $38\ \text{mm}$ . Minireservoirs dienen der Aufnahme von Analyt- und Pufferlösung für die elektrophoretische Trennung. Über die elektrische Kontaktierung (erkennbar als metallische Leiterbahnen und Kontaktinseln am Chiprand) erfolgen die elektrokinetische Injektion der Analytlösung im Bereich der Kreuzung (durch Anlegen einer Spannung zwischen 1 und 2), der Transport der Analytlösung und die Trennung der Spezies im elektrischen Feld (Spannung liegt nun an zwischen 3 und 4) und die Detektion durch Messung des konzentrationsabhängigen Stromes an einer der Arbeitselektro-

den am Ausgang des Trennkanales (siehe Detailaufnahme). Als Beispiel ist die Trennung und der amperometrische Nachweis der Neurotransmitter Dopamin und Brenzkatechol in nur wenigen Sekunden gezeigt (Abb. 2).

## Direkter Nachweis von Proteinen in Analysenchips durch Lichtstreuung

Eine in der Mikrosystemtechnik neuartige optische Methode zum markierungsfreien Nachweis von Proteinen stellt der Prototyp eines optischen Detektors auf Basis der Lichtstreuung dar. Er erlaubt, Proteine ohne vorheriges Markieren durch Anbinden eines Fluoreszenzlabels, in Kapillarelektrophorese-Chip-Systemen (CE-Chips) aufgrund des von den Proteinen durch Laserlichtanregung ( $670\ \text{nm}$ ) gestreuten Lichts zu detektieren.

Lösliche Proteine haben bis zu einer Molmasse von  $500\ \text{kD}$  einen Durchmesser von kleiner  $15\ \text{nm}$ , die Lichtstreuung erfolgt somit isotrop ( $P(\vartheta) = 1$ , Rayleigh-Streu-

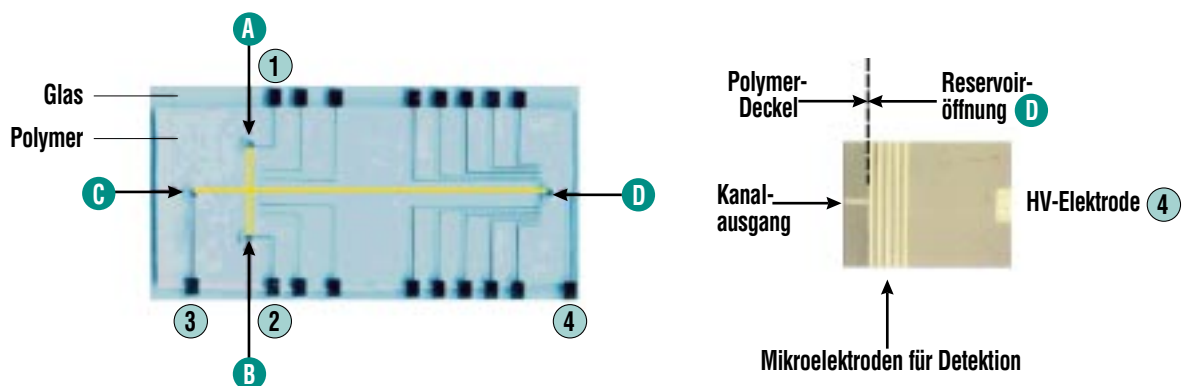
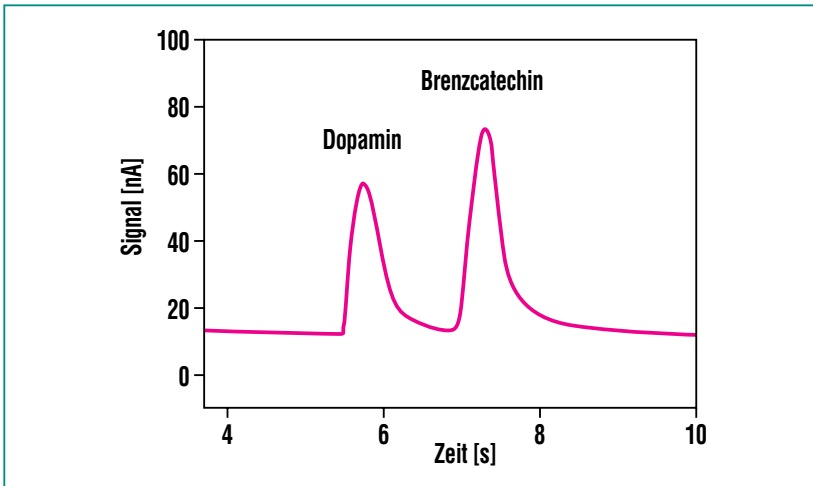


Abb. 1: Kapillarelektrophorese-Analyse-Chip mit integrierter elektrischer Detektion (links) und Detailansicht der Messelektroden am Ausgang des Trennkanales (rechts).



**Abb. 2: Amperometrische Detektion von Neurotransmittern an Au-Chipelektroden (Injektion: 2 s bei 0,5 kV, Trennpotential: 2 kV, Detektionsspannung: 1200 mV, Analytkonzentration: 0,5 mM in Puffer pH 5,5).**

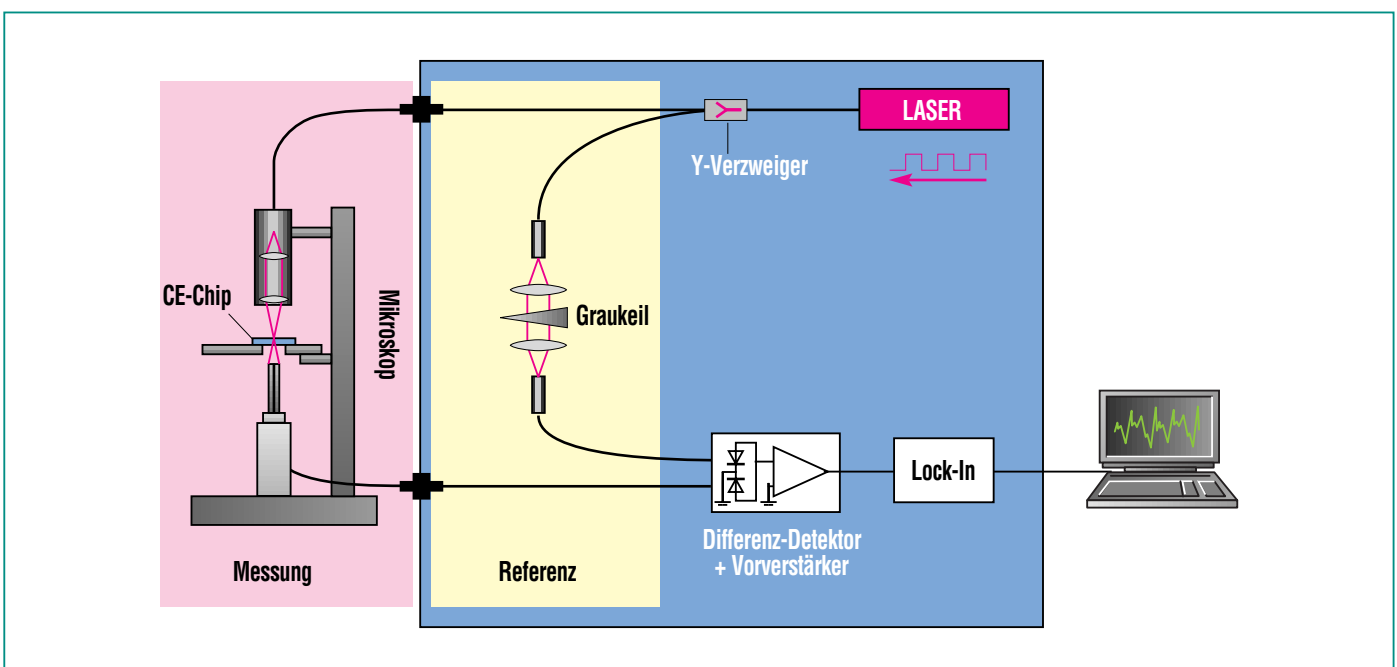
ung). Bezüglich des geometrisch-optischen Layouts sind planare Chipstrukturen mit rechteckig ausgebildeten Kanälen, wie sie in Analysen-Chips durchaus typisch sind, vorteilhaft. Die Fokussierung des Messstrahls in den Ka-

nal kann hier optimal ausgelegt werden, so dass Nachweisgrenzen bis 1  $\mu\text{g}$  Protein/ml grundsätzlich möglich sind.

Der Aufbau des Detektors (Abb. 3) enthält neben dem Mess-

kanal noch einen optischen Referenzkanal, der einerseits zur Kompensation von Schwankungen des Lasers dient und über den andererseits die Grundstreuung des Chipmaterials und des Laufpuffers in der Kapillare vor den Messungen abgeglichen wird. Erfasst und elektronisch verstärkt wird somit nur das durch die Streuung der Proteine verursachte Differenzsignal.

Abb. 4 a) zeigt den im Detektor eingelegten Chip. Deutlich zu erkennen ist die klassische Kreuzführung der Kapillaren eines CE-Chips. Die Justage des Chips in x-, y- und z-Richtung erfolgt auf einem Mikroskoptisch. Nach vorheriger Kompensation der Grundintensität über einen Graukeil im Referenzkanal wird das vom Probenkanal kommende Messlicht mittels Fasern abgegriffen und auf den Differenzdetektor geleitet. Die Änderung der Streuung kann



**Abb. 3: Schematischer Aufbau der Streulichtmessung auf mikrofluidischen Chips.**

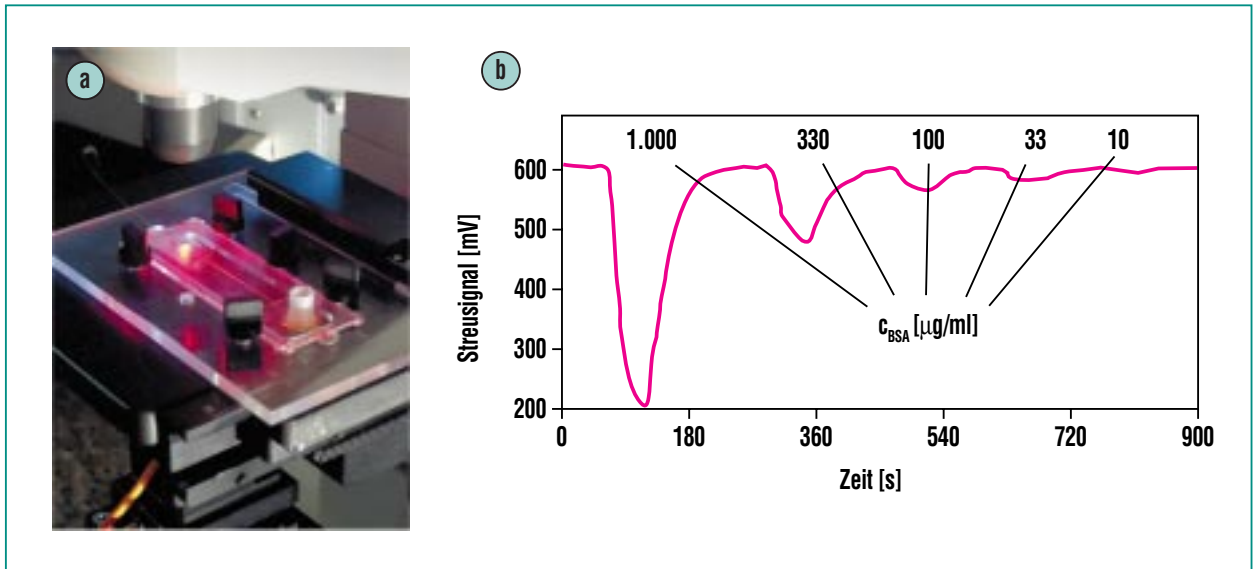


Abb. 4: a) Miniaturisierter Streulichtdetektor mit eingelegtem mikrofluidischen Chip. b) Test des Protein-detektors mit Rinderalbumin (Bovine Serum Albumin, BSA). Aufgetragen ist der Zeitverlauf des Streusignals bei sequentieller Beprobung mit abnehmenden Proteinkonzentrationen, jeweils 60 s Proteinzugabe und nachfolgend 180 s Spülen mit Pufferlösung.

entweder als Schwächung des Primärstrahls verfolgt oder unter einem Winkel von  $8^\circ$  bis  $15^\circ$  erfasst werden. In Abb. 4 b) ist der Zeitverlauf des Streusignals dargestellt, das bei Beprobung mit einer Lösung von Rinderalbumin (BSA) in abnehmender Konzentration erhalten wurde.

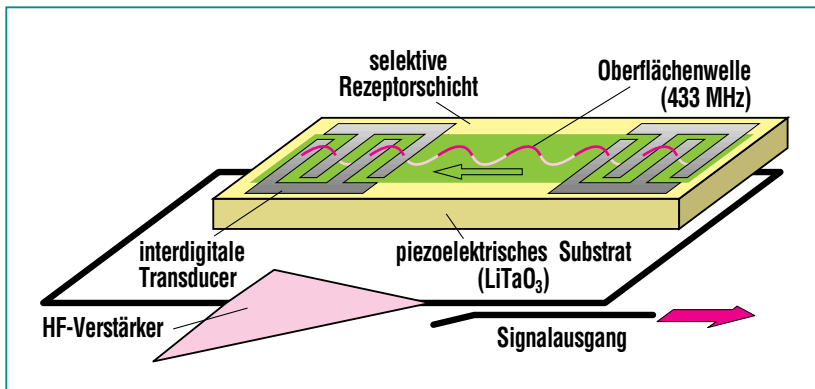
Derzeit wird der Detektor in Kooperation mit der École Polytechnique Fédérale de Lausanne (EPFL) optimiert und anhand deren Chip-Strukturen getestet, wobei das Erreichen einer Nachweisgrenze von  $1 \mu\text{g/ml}$  ein vorzügliches Entwicklungsziel darstellt. Damit stünde dann eine kostengünstige und einfach realisierbare alternative Nachweismethode für Proteine ohne vorherige Markierung zur Verfügung, deren Sensitivität für eine Vielzahl von Anwendungen an Kapillarelektrophorese-Proteinchips ausreichend wäre.

### Massensensitive Sensoren zum spezifischen Nachweis von Proteinen und zur Quantifizierung von Protein/Protein-Interaktionen

Ein weiteres Prinzip zur markierungsfreien Bestimmung von Biomolekülen ist die direkte Messung der Massenzunahme einer sensitiven Oberfläche. Ein am Forschungszentrum Karlsruhe entwickelter Sensor beruht auf einem SAW-Resonator ausgerüstet mit einer entsprechend biorezeptiven Oberfläche. SAW steht hierbei für Surface Acoustic Wave = Akustische Oberflächenwelle. Auf diesem Resonator wird die masseabhängige Ausbreitung einer durch Kristallschwingungen hervorgerufenen akustischen Oberflächenwelle gemessen [6].

Solche massensensitiven SAW-Sensoren stellen im Vergleich zu anderen massensensitiven Verfahren eine empfindliche Methode für die direkte markierungsfreie Detektion von (Bio-)Molekülen wie z. B. Proteinen dar, und lassen sich zudem noch vergleichsweise kostengünstig parallelisieren. Dies ist immer dann ein Vorteil, wenn eine große Zahl gleichartiger Untersuchungen in möglichst kurzer Zeit durchgeführt werden soll.

Abb. 5 zeigt das SAW-Bauelement, das aus einem piezoelektrischen Substrat mit zwei aufgetragenen Interdigitaltransducern besteht, von denen einer als Sender, der andere als Empfänger arbeitet. Eine hochfrequente Wechselspannung am Sendetransducer erzeugt eine akustische Oberflächenwelle, die über das Substrat läuft und im Empfängertransducer wieder in ein elektrisches Signal zurückverwandelt



**Abb. 5: Schematische Darstellung des Aufbaus eines SAW-Oszillatorschaltkreises.**

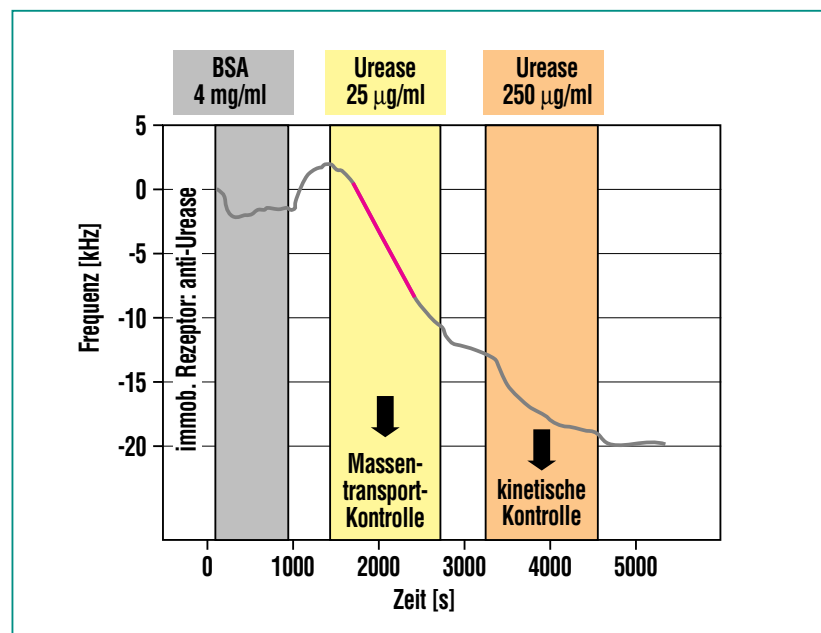
wird. Durch Integration dieses Bauelements in einen Oszillatorschaltkreis erhält man, nach Ausgleich von Dämpfung und Phasenverschiebung der akustischen Welle, eine Schwingung mit spezifischer Resonanzfrequenz. Diese Frequenz wird als Messsignal aus der Schaltung ausgekoppelt.

Das Signal ändert sich, wenn Biomoleküle angelagert werden, da diese aufgrund der Änderung von Masse und Viskosität an der Oberfläche die Schallgeschwindigkeit der Oberflächenwelle beeinflussen.

Durch eine mikrofluidische Peripherie können kompakte Messzellen mit Volumina im Sub-Mikroliterbereich aufgebaut werden, die zudem einfach zu handhaben sind; beides wichtige Voraussetzungen für die Entwicklung eines flexiblen und leistungsfähigen Arrays. Liegen komplexe Matrices vor, so können mit einem Array, wie es momentan entwickelt wird, bei geeigneter Wahl der Rezeptorschichten auf den Sensoren während einer Messung mehrere Proteine zur gleichen Zeit spezifisch nebeneinander nachgewiesen werden. Im Falle einer ent-

sprechenden Kalibration kann auch quantifiziert werden. Falls nur ähnliche Proteine als Analyte vorliegen, für die zunächst keine hochspezifischen Rezeptoren zur Verfügung stehen, lassen sich deren tatsächliche Konzentrationen ebenfalls bestimmen, wenn Verfahren zur Signalmusterauswertung eingesetzt werden.

Unabhängig von einer Parallelisierung ermöglicht bereits die Integration nur eines SAW-Detektors in ein Fließ-Injektions-Analyse-System neben einer automatisierten Probenhandhabung vor allem die Bestimmung kinetischer und thermodynamischer Konstanten einer Bindungsreaktion an der Oberfläche. Hierzu wird der Bindungsvorgang zeitaufgelöst beobachtet. Das Prinzip beruht darauf, dass der ausgenutzte Bindungsprozess von Analyt-Molekülen in Lösung an oberflächengebundenen Rezeptoren aus zwei Schritten besteht: Diffusion an die Oberfläche und die eigentliche Bindungsreaktion. Die Rezeptordichte an der Oberfläche bestimmt, welcher dieser beiden Schritte der geschwindigkeitsbestimmende ist und gibt somit den Informationsgehalt der Bindungskurve vor. In der Abb. 6 ist dieser Zusammenhang



**Abb. 6: Mess-Signale bei unterschiedlicher Konzentration des auf dem SAW-Resonator immobilisierten Rezeptors. Je nach Bedingungen werden kinetische und thermodynamische Größen zur Charakterisierung der Interaktionsanalyse zugänglich.**



gezeigt. Im massentransportkontrollierten (diffusionskontrollierten) Bereich kann die in der Lösung vorhandene Analyt-Konzentration über die Steigung der linearen Bindungskurve bestimmt werden, im kinetisch kontrollierten Bereich können durch Kurvenanpassung kinetische und thermodynamische Konstanten der Oberflächenreaktion ermittelt werden.

Weltweit sind inzwischen eine Vielzahl von Protein-Protein-Interaktionen publiziert und qualitativ untersucht worden. Es fehlt jedoch meist an einer verlässlichen Quantifizierung dieser Reaktionen, die für ein tieferes Verständnis komplexer funktionaler Zusammenhänge, beispielsweise auf zellulärer Ebene, notwendig ist. Hier bietet sich das SAW-basierte System aufgrund seiner bereits heute erreichten Nachweisstärke bis  $4 \text{ pg/mm}^2$  Protein, einfachen Parallelisierbarkeit und biorezeptiven Konditionierbarkeit als leistungsfähiges und auch kostengünstiges Analysenprinzip an.

### Biohybride CellChips für Stoffwechselltests

Im Folgenden wird eine Entwicklung vorgestellt, die allein zwar noch kein Analysensystem ist, jedoch das Potenzial besitzt, zur Kernkomponente eines Systems für Toxizitäts- und Wirksamkeitstests zu werden. Es handelt sich um eine als „Cellchip<sup>®</sup>“ bezeichnete Polymere Mikrokomponente, die es erlaubt, Zellen unter Erhalt ihrer Differenzierung über einen langen Zeitraum zu kultivieren. Damit könnten solche Systeme für Analysezwecke über längere Zeit nicht nur vital bleiben, sondern auch ihre spezifischen Funktionen erhalten und notfalls wiederholt eingesetzt werden.

Der am Forschungszentrum entwickelte Ansatz, der auch für eine spätere Anwendung als Leberunterstützungssystem denkbar ist, geht davon aus, definierte Zellzahlen bzw. Schichtdicken von Gewebe zu kultivieren, die sogar aktiv bei kurzen Versorgungsweegen durchströmt bzw. überströmt

werden können und somit nicht diffusionslimitiert sind. Dazu wird ein Raster für die Zellkultur genutzt, das sich von der Größenordnung her an physiologischen Maßen orientiert. So beträgt etwa die mittlere freie Weglänge zwischen zwei Blutkapillaren ca.  $300 \text{ }\mu\text{m}$ . Eine Gewebeschicht von  $150 \text{ }\mu\text{m}$  Dicke kann also noch durch Diffusion versorgt werden. Dieses Grundmaß wurde für das Design einer Gitterstruktur gewählt, das sich mikrotechnisch realisieren lässt. Als Materialien für den mikrotechnisch hergestellten Cellchip<sup>®</sup> kommen Polymere wie Polymethylmethacrylat, Polycarbonat oder andere in Frage, die sich in Heißspräge- bzw. Mikrospritzgussverfahren gut verarbeiten lassen. Solche Mikrostrukturen können auf einer Fläche von  $1 \text{ cm}^2$  900 ( $30 \times 30$ ) Mikrocontainer beherbergen (Abb. 7). Der pyramidenförmig strukturierte Boden ist porös, um Medium oder Testsubstanzen hindurch pumpen zu können (Abb. 8).

Zellkulturversuche mit Ratten- bzw. Schweinehepatozyten auf Mikrostrukturen bestätigen den vorgestellten Ansatz: Die Zellen bleiben sogar ohne aktive Mediumversorgung (nur durch Diffusion versorgt) auf lange Zeit vital und funktionsfähig. Damit ist dieses System grundsätzlich geeignet als Basis für Testsysteme bis hin zu einem extrakorporalen Organersatz. Besonders für die letzte Anwendung sind allerdings noch eine Vielzahl weiterer Probleme zu lösen. Unter anderem muss die Oberfläche der eingesetzten Polymere für die Zellen angemessen funktionalisiert werden [5]. Neben der Anwendung

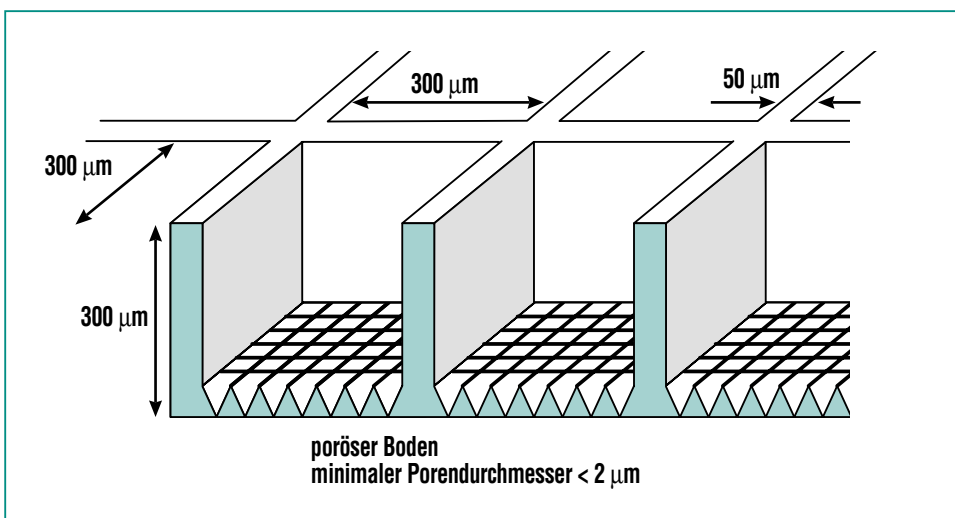
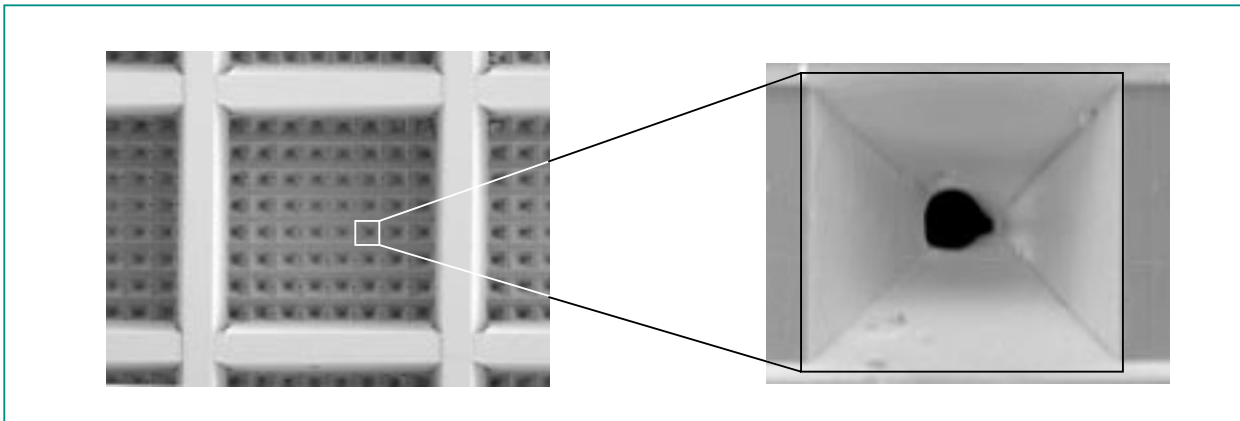


Abb. 7: Schematische Darstellung des Aufbaus einer Mikrostruktur, die zur Besiedlung mit Zellen geeignet ist.



**Abb. 8: Mikrostruktur mit Perfusionskanälen, die durch Excimer-Laser-Beschuss hergestellt wurden. Links: Aufsicht auf einen Mikrocontainer (300 µm Innenbreite), rechts: Ausschnittvergrößerung einer pyramidenförmigen Vertiefung (Kanaldurchmesser ca. 2 µm).**

als biohybrides Lebersystem, werden auch weitere Anwendungen angestrebt, etwa die Expansion von Knochenmark oder die Züchtung von Dünndarmgewebe und Haut.

Die Möglichkeit präzise definierte Gewebeschichten und -geometrien kultivieren zu können ist ein entscheidender Vorteil gegenüber anderen dreidimensionalen Kultivierungsverfahren. Gerade dies macht die Mikrostrukturen für die Pharma- und Wirkstoffforschung interessant. Es ließen sich in solchen Arrays Toxizitäts- und Wirksamkeitstests an In-vitro-Geweben miniaturisieren. Die Rasteranordnung von 900 Mikrocontainern auf nur 1 cm<sup>2</sup> Fläche kommt dem Bestreben entgegen, immer kleinere Probenvolumina zu verwenden. Damit lässt sich nicht nur für Anwendungen im sogenannten High-Throughput-Screening der Probendurchsatz steigern, sondern es besteht auch die Möglichkeit das erforderliche Probenvolumen, das inzwischen einen bedeutenden Kostenfaktor darstellt, zu reduzieren.

### Zusammenfassung und Ausblick

Erste Entwicklungsbeispiele von markierungsfreien Detektionsverfahren für den Nachweis von Proteinen und zum Aufbau eines Systems für wirkungsspezifische Tests wurden vorgestellt. Dabei zeigte sich, dass insbesondere elektrochemische Ansätze das Potenzial besitzen, in einer Technologie den Protein-Nachweis gleichzeitig mit Maßnahmen zum Probentransport zu verbinden. Damit eröffnet sich die prinzipielle Möglichkeit, in nur einem Fertigungsschritt („Metallisierung“) zwei Funktionalitäten in neuartige Analysensysteme zu integrieren. Mit dem Funktionsmuster eines miniaturisierten Verfahrens zum Nachweis von Proteinen durch Streulichtmessung steht ein neuartiges unspezifisches optisches Prinzip zur Verfügung, das den Nachweis von unmarkierten Proteinen bereits heute bis in den unteren µg/ml-Bereich ermöglicht. Hinsichtlich des spezifischen Nachweises von Proteinen ermöglicht das SAW-gestützte

Verfahren den Aufbau eines massensensitiven Biosensorsystems, das sowohl parallelisiert werden kann als auch – abhängig von der angewandten Methode – eine Quantifizierung von Proteininteraktionen erlaubt. Dabei ist schon heute abzusehen, dass im Vergleich zu kommerziell vertriebenen Technologien, eine mittelfristige Realisierung von mobilen Geräten für die medizinische Diagnostik zu attraktiven wirtschaftlichen Bedingungen möglich wird. Das abschließend vorgestellte Cellchip<sup>®</sup>-System zur Kultivierung von Zellen erlaubt grundsätzlich den Aufbau von neuartigen und lebensnahen Toxizitäts- und Wirksamkeitstest für die Pharmaforschung.

## Danksagung

Wichtige Anregungen zur Entwicklung von in Analyse-Chips integrierbaren elektrochemischen Detektionsmethoden verdanken wir Herrn Prof. Dr. P. C. Hauser vom Department Chemie der Universität Basel.

Besonderer Dank gilt Frau Prof. Ruth Freitag, EPFL, für die anregenden Diskussionen und die Bereitstellung der von ihr entwickelten Analysenchips.

Wir danken auch den Kollegen Thomas Schaller, Dr. Volker Piotter und Dr. Wilhelm Pfleging so-

wie deren Mitarbeitern, die bei der Herstellung der CellChips wesentliche Beiträge geleistet haben.

## Literatur

- [1] J. C. Venter, M. D. Adams, E. W. Myers et al, *Science* 291 (2001) 1304-1351
- [2] F. Lottspeich, *Angew. Chem. Int. Ed.* 38 (1999) 2476-2492
- [3] R. F. Service, *Science* 294 (2001) 2074-2076
- [4] N. Barié, M. Rapp, H. Siegrist, *Analisis* 27 (7/1999) 622-629
- [5] A. Welle, *Nachrichten* 33 (4/2001) 295-304

# Die Vision des schrumpfenden Labors: Mikrofluidische Lösungen für analytische Anwendungen in den Life Sciences

M. Kautt, MIKRO; S. Halstenberg, IAI; D. Moss FGS; A. Guber, D. Herrmann, A. Muslija, IMT

## Passt ein Analysenlabor auf einen Chip?

Die Miniaturisierung von Analysetechniken und analytischen Methoden ist kein Selbstzweck. Vielmehr handelt es sich um einen Trend, der einerseits der Notwendigkeit, zunehmend sparsamer mit Reaktionslösungen umzugehen, unterliegt und andererseits eine Reihe von analytischen Vorteilen erschließt, die konventionellen Techniken aufgrund ihrer makroskopischen Dimension verschlossen sind. So ist es auch kein Wunder, dass im aktuellen Trendbericht zur Analytischen Chemie 2001 in den „Blauen Blättern“ (Nachrichten aus der Chemie) neben biochemischen Nachweismethoden die „verstärkte Nutzung miniaturisierter Techniken, selbst in Gebieten, die bislang als Domäne des klassischen Apparatebaus galten“, beobachtet werden [1]. Bis dann aber die Vision eines Laboratoriums auf einem Chip – als sog. „lab-on-a-chip“ bezeichnet und vergleichbar zu den Prozessorchips der Computerindustrie gemeint – realisiert sein wird, bleibt noch einiges zu tun. Fest steht jedoch bereits heute, über ein Jahrzehnt nachdem zum ersten Mal das Konzept der auch als „ $\mu$ TAS<sup>1)</sup>“ bezeichneten Analyseneinheiten formuliert wurde [2], dass mikrotechnische und hier insbesondere mikrofluidische Prozesse den Schlüssel zum Aufbau neuartiger miniaturisierter Analysenverfahren bilden. Und dass diese wahrscheinlich die Methoden der Umwelt- Lebensmittel- und anderer Analytiken bis

<sup>1)</sup> Miniaturized Total Analysis System

hin zur medizinischen Diagnostik verändern werden [3].

Die Miniaturisierung von analytischen Verfahren verspricht dabei ganz allgemein eine Reihe von Vorteilen, wie

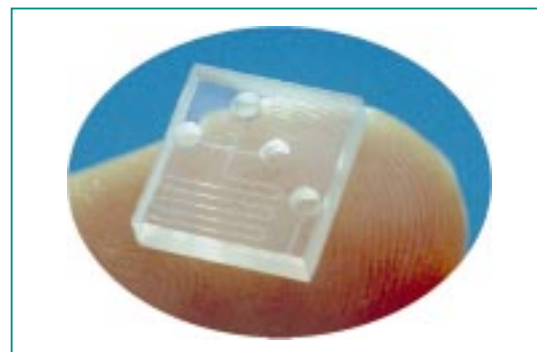
- Verkürzung von Analysenzeiten,
- Erhöhung der Qualität der Analysenergebnisse,
- Parallelisierung von funktionalen Komponenten und Integration von Funktionen,
- Verringerung des Bedarfs an Probe und Reagenzien und somit weniger anfallender Abfall,
- Verminderung entstehender Kosten,
- Portabilität miniaturisierter Systeme.

Wobei natürlich nicht übersehen werden darf, dass Miniaturisierung alleine nicht gleich alles besser macht. Hier sind auf die jeweiligen Anwendungen abgestimmte Lösungen zu entwickeln und gleichermaßen eine einzelfallabhängige Priorisierung der vorstehenden möglichen Vorteile vorzunehmen. So sind nicht alle Vorteile immer in Einklang zu bringen. Beispielsweise ist es eher unwahrscheinlich, dass eine mikrotechnische Analyseneinheit, die mehrere Funktionen integriert, auch gleichzeitig sehr kostengünstig ist, wenngleich sie aber wahrscheinlich eine bessere analytische Leistung im Vergleich zu einem Aufbau zeigt, der aus Einzelkomponenten besteht.

Ein unbestritten positives Beispiel für den Nutzen der Miniaturisie-

rung in der Analytik stellt die chromatographische Trennung dar. So ist die bei Kombination miniaturisierter Kanalgeometrien mit elektrokinetischen Effekten erreichbare erhöhte Trennleistung durch eine Verringerung charakteristischer Dimensionen bedingt und ermöglicht damit die Steigerung der Qualität des Analyseergebnisses [4]. Wobei festgestellt werden muss, dass diese auch von der Empfindlichkeit der eingesetzten Detektionsverfahren abhängt.

Um abschließend die eingangs gestellte Frage zu beantworten: Heute passt ein Analysenlabor wohl noch nicht auf einen Chip. Aber wie Abb. 1 zeigt, passt eine mögliche Einzelkomponente eines künftigen mikrofluidischen Analysenchips immerhin schon mal auf einen Finger. So werden denn gemeinsame Entwicklungen an der Schnittstelle von Mikrofluidik und Nanotechnik sowie Biosensorik, Mikroelektronik und Informatik in Zukunft Neuerungen insbesondere in den Bereichen Simulation, Fertigungsverfahren, Oberflächenmodifikation und Nachweismethoden generieren, die uns dem Labor im Chipformat damit näher kommen lassen.



**Abb. 1: Kapillar-Elektrophorese-Einheit in Kunststoff abgeformt und zum Größenvergleich auf einem Finger platziert.**

## Modellierung des Verhaltens von strömenden Flüssigkeiten in Mikrokapillaren

Unter Mikrokapillaren versteht man allgemein geschlossene Kanäle, deren (in der Mikrosystemtechnik meist rechteckiger) Querschnitt etwa in der Größenordnung eines menschlichen Haares liegt (rd. 60  $\mu\text{m}$ ). Sie bilden die Grundlage für mikrofluidische Komponenten, die neben den Kapillaren noch weitere funktionstragende Teile besitzen, deren geometrische Abmessungen im Bereich zwischen 10 und einigen 100 Mikrometern liegen. Solche mikrofluidischen Systeme für bioanalytische Anwendungen werden typischerweise planar aufgebaut. Man spricht hier oft von sogenannten „Analysenchips“. Abb. 1 zeigt eine Einheit eines weiter unten beschriebenen Analysenchips im Vergleich zu den papillaren Linien eines Fingers.

## Effiziente Simulationsverfahren für komplexe mikrofluidische Situationen

Beim Entwurf von fluidischen Mikrosystemen bzw. -komponenten reduziert der Einsatz rechnergestützter Werkzeuge den Entwicklungsaufwand bedeutend und hilft, die gewünschten Fließeigenschaften vorherzusagen und reproduzierbar einzustellen.

Dringt eine Flüssigkeit in einen strukturierten Mikrokanal ein und drängt dabei ein anderes Fluid aus dem Kanal heraus, so muss eine transiente, d. h. sich während der Betrachtung verändernde, Mehrphasenströmung betrachtet werden unter Berücksichtigung der freien Oberfläche und der Kapillarkraft. Das Vorschreiten der Flüssigkeit geht mit einer Änderung der Grenzflächenform einher und ist damit aufgrund der meist hohen Komplexität der Geometrie analytisch nicht hinreichend erfassbar. Zur

Nachbildung des Strömungsverhaltens können nun jedoch Simulationsmethoden, wie z. B. die Finite Volumen Methode (FVM), eingesetzt werden, die eine hohe Diskretisierung des Strömungsraums vornehmen und so in ihren Ergebnissen analytischen Lösungen hinreichend nahe kommen.

Um den hohen zeitlichen Aufwand bei der Simulation komplexer Geometrien zu reduzieren, wurde am Forschungszentrum ein Konzept zur Erstellung eines geeigneten Gesamtmodells erarbeitet [5]. Dabei wird das Strömungsproblem in mehrere Bereiche unterteilt, wobei für jeden Bereich Modelle auf physikalischer Modellebene (z.B. FVM-Modelle) erstellt werden. Aus den Simulationsergebnissen werden Modelle einer höheren Modellebene, z. B. Netzwerkmodelle, verbessert oder generiert. Das bedeutet, dass sich die Komplexität des Gesamtproblems zunächst durch die Aufteilung in mehrere untergeordnete Bereiche reduziert. Nachfolgend werden die Simulationsergebnisse dazu eingesetzt, das Gesamtproblem auf einer höheren Modellebene, z. B. mit einem Netzwerkmodell, zu beschreiben. Im Gegensatz zu den Modellen auf physikalischer Ebene besitzt das höhere Modell des Gesamtproblems einen geringeren Simulationsaufwand. Dies führt somit in kürzerer Zeit zu nutzbaren Ergebnissen.

Zur Unterteilung des Strömungsgebietes in die zu modellierenden Bereiche wird die Symmetrie der Struktur ausgenutzt (siehe Abb. 2). Ein entsprechendes parametrisierbares FVM-Modell wird erstellt, das in den vom Entwickler vorgegebenen Parametern vari-

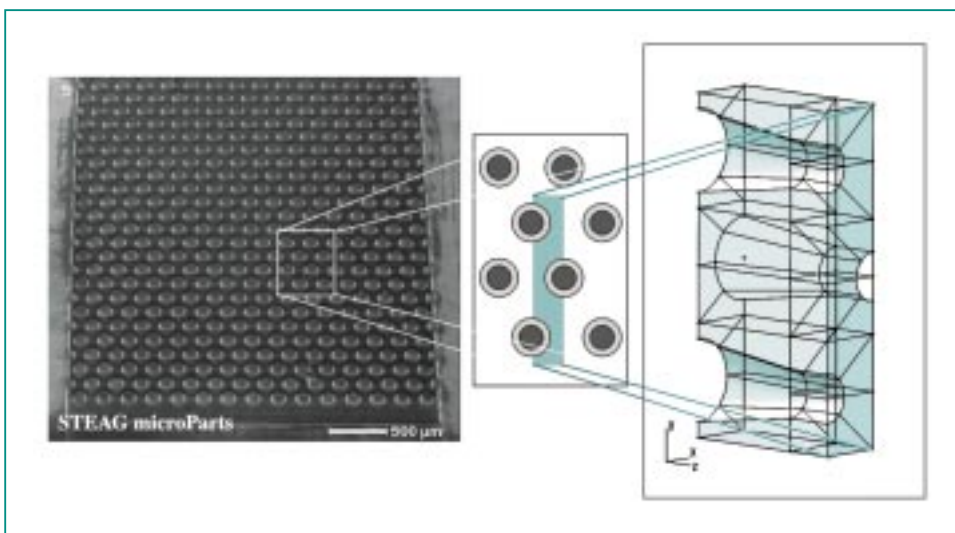


Abb. 2: Funktionseinheit (Ausschnitt) eines als medizinischer Teststreifen vorgesehenen Analysenchips (Abbildung mit freundlicher Genehmigung der STEAG microParts GmbH, Dortmund).

iert werden kann. Die Generierung des Modells aus den Geometrieangaben erfolgt dann automatisch. So können in dem abgebildeten Beispiel verschiedene Geometrieparameter, die die Säulenstruktur die (z. B. Säulenhöhe, Säulendurchmesser) beschreiben.

Vor der Durchführung einer Simulation sind die Eingabe- und Ausgabegrößen festzulegen. Wenn wie im Falle einer einphasigen Strömung die Abhängigkeit des resultierenden Volumenstroms von der anliegenden Druckdifferenz erfasst werden soll (Abb. 3 a), dann dienen als Referenzdaten zur Erstellung des höheren Modells Simulationsergebnisse für unterschiedliche Druckdifferenzen und unterschiedliche Säulenhöhen (Abb. 3 b).

Weitere Arbeiten zur modellhaften Beschreibung und zur Simulation von Strömungen in Kapillaren sind dem Beitrag von Ehrhard et al., ebenfalls in diesem Band, zu entnehmen [6].

### Mikrofluidische Dünnschichtzelle für das High-Throughput-Screening

High-Throughput-Screening (zu Deutsch etwa „Hochdurchsatz-Ausleseprüfung“) ist eines der Schlagworte bei der Suche nach besseren Wirkstoffen für neue Medikamente. Allgemein versteht man darunter das vollautomatisierte Testen vieler niedermolekularer Verbindungen auf bestimmte biologische Wirkungen hin.

Das am Forschungszentrum entwickelte Screening-Verfahren nutzt aus, dass eine Interaktion zwischen einem Arzneimittelkandidat und einem sogenannten „Targetprotein“ zu einem Komplex führt und sich hierdurch Änderungen in den Schwingungseigenschaften der Moleküle ergeben. Diese Molekül-Schwingungen können mittels FTIR-Spektroskopie (von Fourier-Transform-Infrarotspektroskopie) bestimmt werden. Vergleicht man nun zwei

Zustände, wie etwa das Summenspektrum aus ungemischten Target- und Arzneimittelkandidat-Lösungen mit dem Spektrum der Mischung, muss im Falle einer Interaktion, die dann einen starken Hinweis auf die mögliche Eignung des Kandidaten als Wirkstoff geben würde, ein anderes Spektrum resultieren (Abb. 4). Da es sich auch bei einer Interaktion nur um sehr kleine strukturelle Änderungen handeln wird, wurde mit der sogenannten Differenzspektroskopie eine empfindliche Methode entwickelt, die auch kleinste Unterschiede noch sichtbar macht.

Das Verfahren nutzt dabei also intrinsische optische Eigenschaften der Proteine im mittleren Infrarot-Spektralbereich aus, so dass eine Detektion von Protein-Arzneimittel-Wechselwirkungen ohne zusätzliche Markierung, Färbung oder Immobilisierung möglich ist. Exemplarisch sind in Abb. 5 anhand der Wechselwirkung zwischen dem Enzym Trypsin und

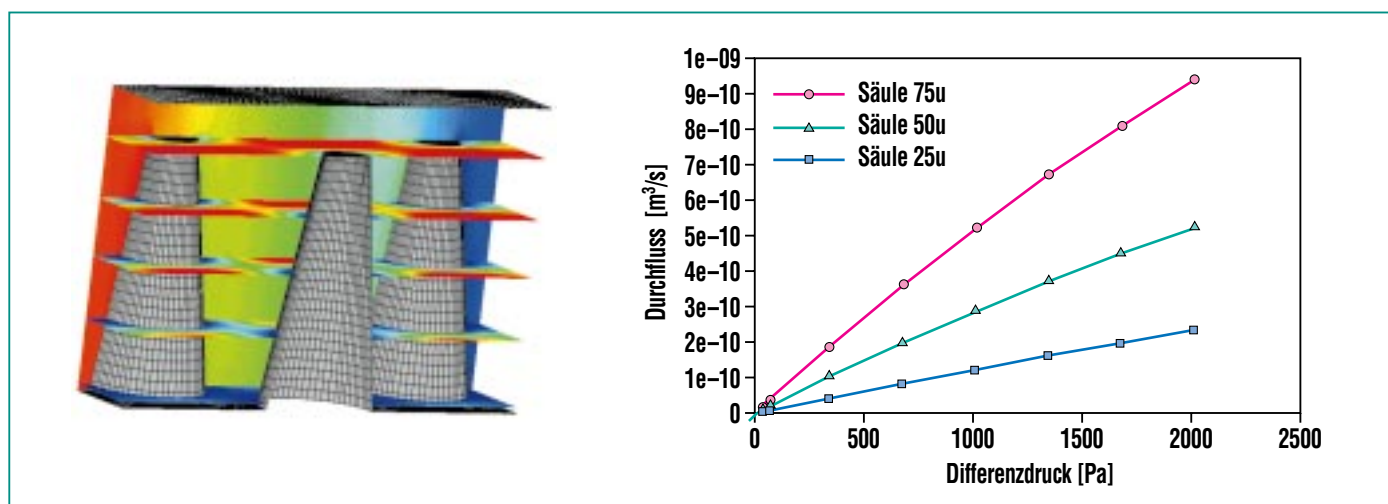


Abb. 3: a) Darstellung des simulierten Volumenstroms zwischen den Säulen in Abhängigkeit der Druckdifferenz; b) Simulationsergebnisse für unterschiedliche Druckdifferenzen unterschiedliche Säulenhöhen. Diese dienen als Referenzdaten zur Erstellung des höheren Modells.

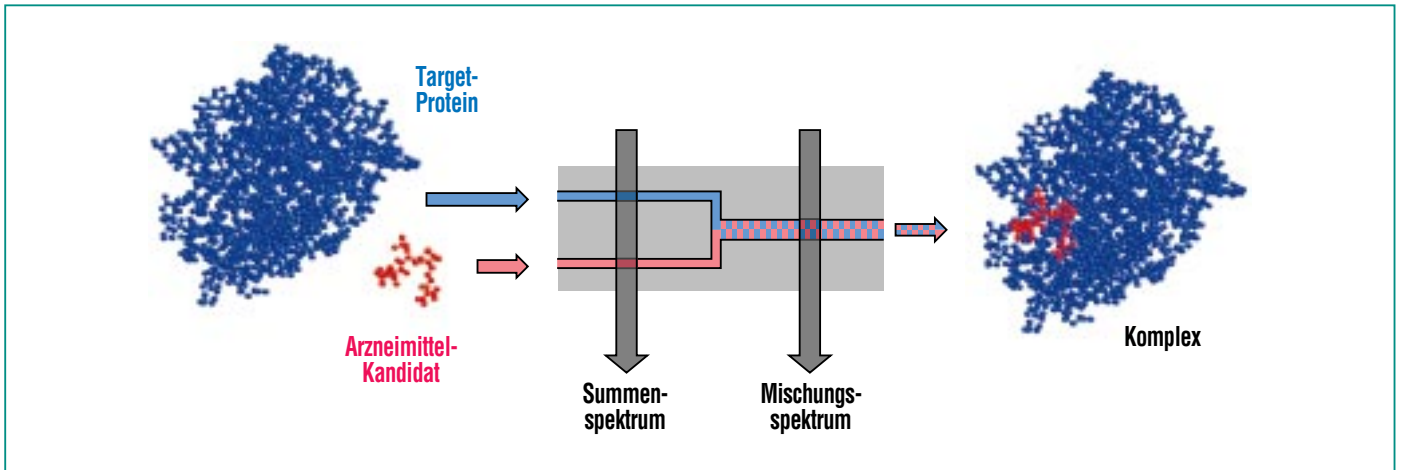


Abb. 4: Prinzip des Nachweises der Komplexbildung zwischen Proteinen und Arzneimittel-Kandidaten mittels FTIR-Spektroskopie. Aufgrund der Komplexbildung unterscheiden sich das Summenspektrum und das Mischungspektrum.

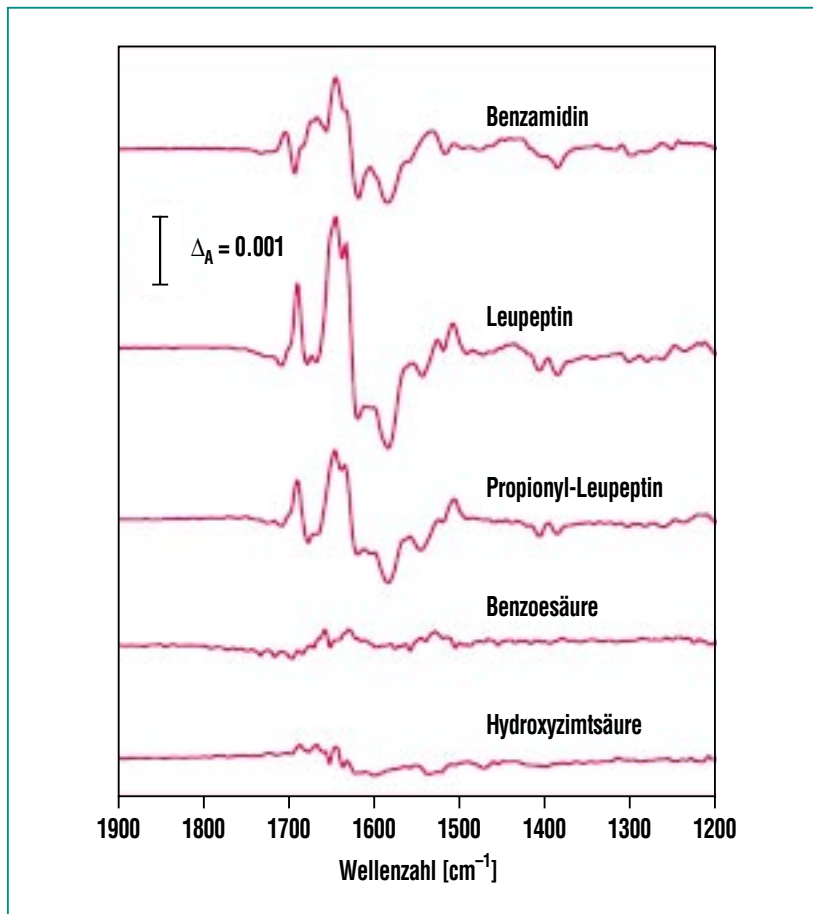


Abb. 5: FTIR-Differenzspektren, die durch Mischung des Enzyms Trypsin mit Hemmstoffen (obere 3 Spektren) bzw. mit Kontrollsubstanzen (untere 2 Spektren) erhalten wurden.

fünf verschiedenen niedermolekularen Verbindungen die resultierenden Differenzspektren gezeigt.

Man erkennt nur in drei Fällen ein ausgeprägtes Differenzspektrum, was auf eine Interaktion hindeutet. Die als Kontrollsubstanzen eingesetzten Säuren zeigen keine nennenswerten Differenzen, also auch keine Interaktion.

Trotz der analytischen Leistungsfähigkeit des Verfahrens ließ erst eine mikrotechnische Entwicklung die FTIR-Differenzspektroskopie zu einer auch kommerziell beachteten Technik werden. So muss nämlich bei wässrigen Lösungen – und hierum handelt es sich im Pharmascreeing üblicherweise – die starke Absorption von Infrarotlicht durch das als Lösungsmittel dienende Wasser berücksichtigt werden. Daher müssen die Messungen bei einer optischen Weglänge und damit Schichtdicke einer Messzelle von höchstens 10  $\mu\text{m}$  erfolgen. Das Fördern von wässrigen Proteinlösungen durch derart dünne

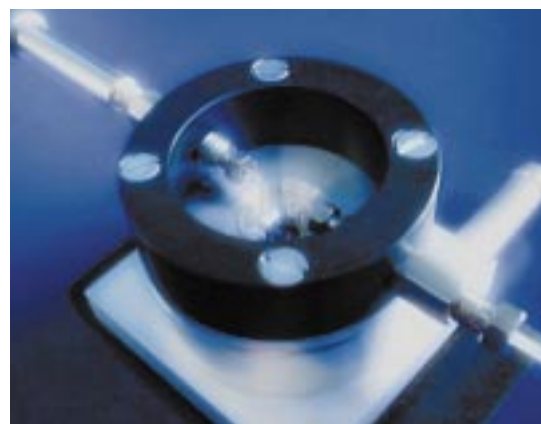
Schichten erzeugt jedoch Drücke in der Messzelle bis etwa 25 bar. Da nun die Strukturänderungen im Protein, und daher auch die zu erfassenden Spektraländerungen, extrem klein sind, bedeutet dies, dass es auch bei hohem Druck zu keiner Änderung der Schichtdicke kommen darf. Bereits eine Schichtdickenänderung von 10 nm würde zu einem unakzeptabel großen Störsignal führen. Hierzu musste eine neuartige mikrofluidische Durchflusszelle entwickelt werden, die zwischenzeitlich unter den Namen AquaSpec™ von einem Startup-Unternehmen, an dem auch zwei ehemalige Doktoranden des Forschungszentrums beteiligt sind, vertrieben wird (Abb. 6).

### Eine Mikrotiterplatte aus Kunststoff mit 96 integrierten mikrofluidischen Strukturen

Für die Entwicklung neuer Medikamente werden heute in der pharmazeutischen Industrie typischerweise mehr als 100.000 Substanzen pro Woche auf ihre Wirksamkeit hin überprüft. Dabei kommen vorzugsweise Mikrotiterplatten aus Kunststoff als großflächige Testplattformen zum Einsatz. Diese enthalten auf einer standardisierten Grundfläche von 125 mm x 85 mm, mehrere hundert bzw. tausend individuelle, miniaturisierte Reaktionskammern, sogenannte Wells. Konventionelle, am Markt befindliche Mikrotiterplatten besitzen 96, 384 oder 1536 Wells, wobei das Well-Volumen zwischen 1 ml und 12 µl liegt. Dabei stellt generell das Handling von sehr kleinen Probenvolumina im Mikroliter-Bereich ein erhebli-

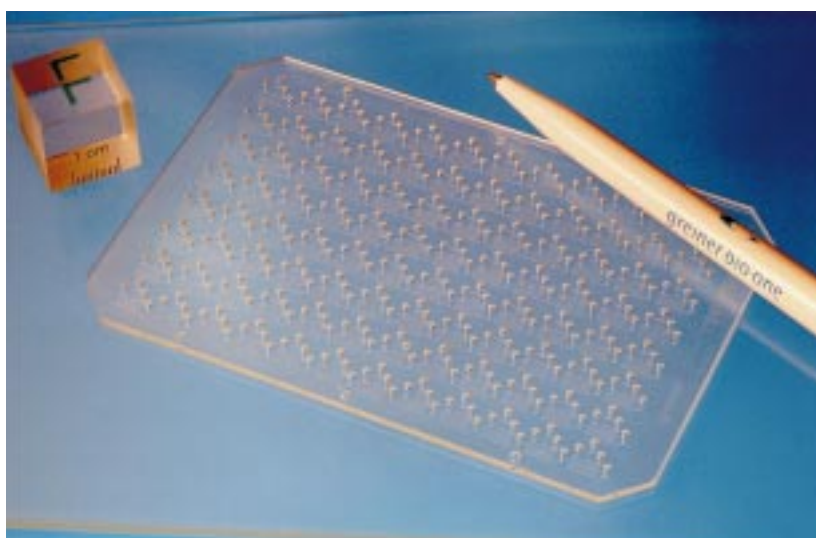
ches Problem dar, da Verdunstungseffekte immer mehr zum Tragen kommen. Durch den Einsatz von gekammerten mikrofluidischen Kanalsystemen anstelle der offenen Wells werden die Verdunstungseffekte deutlich minimiert. Das bietet zudem die Möglichkeit, in den Mikrokanälen kleinste Probenmengen aufzuarbeiten, zu trennen oder sie mit weiteren Substanzen zu vermischen. Diese als Lab-on-a-Chip bezeichneten Systeme zeichnen sich aufgrund der kleinen Kanalabmessungen auch durch einen sehr geringen Chemikalienverbrauch aus.

Mit mikrotechnischen Fertigungsverfahren konnten erstmalig Mikrotiterplatten im Standardformat aus Kunststoff mit 96 gleichzeitig ausgebildeten mikrofluidischen Strukturen realisiert werden (Abb. 7), die in ihrem prinzipiellen Aufbau Kapillarelektrophorese-Einheiten entsprechen. Die Wahl von Kunststoff, im Vergleich zu anderen in der Mikrosystem-



**Abb. 6: AquaSpec™-Zelle (Abbildung mit freundlicher Genehmigung der Fa. micro-biolytics, Freiburg).**

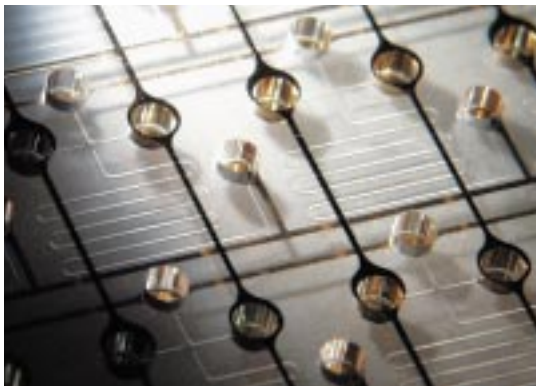
technik gängigen Materialien, erlaubt dabei den Zugang zu potentiell kostengünstigen Analysenchips. Neben der allgemein für eine kommerzielle Nutzung erforderlichen hohen Wirtschaftlichkeit eröffnet sich hierdurch, die Möglichkeit, komplexe mikrofluidische Komponenten auch als Einwegkomponente zu ge- und verbrauchen. Hier bietet Kunststoff einerseits die Möglichkeit, bis zu 2 Größenordnungen günstiger sein



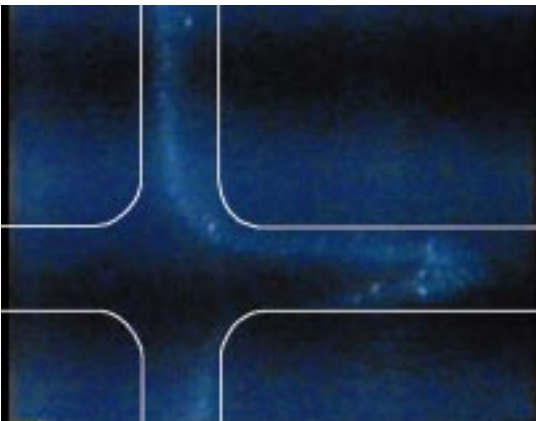
**Abb. 6: AquaSpec™-Zelle (Abbildung mit freundlicher Genehmigung der Fa. micro-biolytics, Freiburg).**



zu können als mit anderen Materialien [7]. Andererseits zeichnen sich Kunststoffe durch eine für Massenprodukte vorteilhafte hohe Toleranz gegenüber mechanischer Belastung, eine hohe Materialvielfalt und die Möglichkeit zur vielseitigen Modifizierung der Oberflächen aus.



**Abb. 8:** Die elektrische Kontaktierung der vier Reservoirs jeder mikrofluidischen CE-Struktur erfolgt durch aufgedampfte Leiterbahnen aus Gold (Abbildung mit freundlicher Genehmigung der Firma Greiner Bio-One, Frickenhausen).



**Abb. 9:** Der im Kreuzungsbereich generierte Pfropf einer Farbstoff/DNA-Mischung wandert nach dem Anlegen einer elektrischen Spannung nach rechts in den Trennkanaal. An der unteren Kanalseite erfolgte ein Abriss, während von oben noch Substanz mitgezogen wird.

Jede der 96 Mikrokanal-Strukturen besteht aus zwei sich kreuzenden Mikrokanälen, an deren Ende sich jeweils Zugangsöffnungen (Reservoirstrukturen) zur Aufnahme von Probenmaterial befinden. Die Kanäle sind jeweils 100  $\mu\text{m}$  breit und 50  $\mu\text{m}$  tief. Im Kreuzungsbereich beträgt das Volumen etwa 600 pl. Die Trennstrecke ist aus Platzgründen mäandrierend angeordnet und ist insgesamt 40 mm lang. Um das zu analysierende Probengemisch definiert bewegen und trennen zu können, werden elektrische Spannungen angelegt und über elektrische Leiterbahnen an die Reservoirs geführt.

Die elektrische Kontaktierung aller 384 Reservoirbereiche erfolgt über Leiterbahnen, die in die mikrostrukturierte Kunststoffplatte integriert sind (Abb. 8). Füllt man den langen Kanal mit Agarosegel, können durch Anlegen eines elektrischen Feldes geringe Mengen eines Probengemischs in das Kanalsystem eingeschleust und getrennt werden. Dies ist anhand des Standfotos einer Videosequenz in Abb. 9 gezeigt. Erfolgt dies bei allen 96 Strukturen zur selben Zeit, so können parallel Trennungen von Substanzgemischen durchgeführt werden.

### Zusammenfassung

Es wurde gezeigt, wie neuartige rechnergestützte Simulationsmittel helfen, das Potenzial mikrofluidischer Strukturen zum Aufbau von neuartigen Analysenchips in vertretbarer Zeit und mit vertretbarem Rechenaufwand in konkrete Geometrien und Designvorschläge umzusetzen. Weiterhin wurden Beispiele vorgestellt, um

bereits heute die Menge an kostbarem Probenmaterial und die erforderliche Reaktandenmenge in einer Analyse zu reduzieren, bei gleichzeitiger Erhöhung der Zahl an Untersuchungen. Die Mikrofluidik wurde anhand von ersten Entwicklungsbeispielen vorgestellt als eine Schlüsseltechnik auf dem Weg zu hochintegrierten Analysensystemen, die in ihrer zukünftig vollständigen Ausprägung zu als  $\mu\text{TAS}$  oder Lab-on-a-Chip-Systeme bezeichneten Analyseverfahren führen sollen.

### Danksagung

Dem Bundesministerium für Bildung und Forschung gilt der Dank der AutorInnen für die Förderung des Verbundprojektes OMID („Optimierung von Mikrosystemen für Diagnose- und Überwachungsanwendungen“), in dessen Verlauf die hier dargestellten Ergebnisse zur Simulation erarbeitet wurden. Weiterer Dank gilt den Projektpartnern STEAG microParts GmbH und Universität Bremen für Ihre hervorragenden Beiträge.

Die Arbeiten zur Entwicklung einer Dünnschichtzelle für die FTIR-Spektroskopie hätten ohne die Beiträge von Kathrin Fuchsle, Ralf Masuch und Andreas Wolf (die beiden letztgenannten von der micro-biolytics GmbH, Freiburg) nicht zu den gezeigten Erfolgen führen können.

Wir bedanken uns bei Dr. Andreas Gerlach von der Greiner Bio-One GmbH für die sehr gute Zusammenarbeit und den Kollegen Dr. Mathias Hecke und Thomas Schaller für die unverzichtbare Unterstützung.

---

---

## Literatur

- [1] R. Nießner, J. Broekaert, J. W. Einax, H. Emons, W. Engelwald, K. Heumann, H. Hutter, D. Knopp, R. Krska, U. Panne, U. Pyell, R. Salzer, F. Scheller, W. Stöcklein, N. Trautmann, M. Weller, *Nachr. Chemie* 50 (4/2001) 455-464 und 483-487
- [2] A. Manz, N. Graber, H. M. Widmer *Sensors and Actuators B1* (1990) 244-248
- [3] J. M. Ramsey *Nat. Biotech.* 17 (1999) 1061-1062
- [4] C. S. Effenhauser, in: A. Manz, H. Becker (Eds.) *Microsystem Technology in Chemistry and Life Sciences*, Springer Verlag Berlin Heidelberg (1998) 51-82
- [5] S. Halstenberg, H. Eggert, A. Quinte, K.-P. Scherer, *Sensor 2001 10th Int. Conf., Nürnberg, Germany*
- [6] P. Ehrhard, G. Janssens-Maenhout, I. Meisel, Thomas Schulenberg, *diese Nachrichten*
- [7] J. M. Wilkinson, *Microm. Dev.* 4 (3/1999) 1-3

# Lithographische Verfahren zur Mustererzeugung in der Mikrosystemtechnik

J. Schulz, D. Maas, J. Mohr, IMT

## Einleitung

Der Brockhaus schreibt zum Begriff Lithographie: „Geschliffener Solnhofener Schiefer, mit Fettkreide beschrieben und mit saurer Gummiarabicum-Lösung geätzt, nimmt nur an den beschriebenen Stellen die Druckfarbe an (lithos = stein; graphein = schreiben, zeichnen)“. Erfunden wurde die Lithographie von Alois Senefelder, Autor von Komödien und

Liedern, im Jahr 1789, der nach einer Technik suchte, seine Stücke zu kopieren. Er handelte schon damals so, wie es heute von uns angewandten Wissenschaftlern verlangt wird: er erkannte die kommerziellen Chancen des Verfahrens und meldete es zum Patent an (1799). Die Anwendung des Verfahrens im Bereich der Kunst ließ nicht lange auf sich warten, wurde aber lange Zeit nicht so recht als eigenstän-

dige Kunstform akzeptiert. Dies änderte sich spätestens mit den Lithographien von Henri de Toulouse-Lautrec. Die Weiterentwicklung im Bereich der Massenreproduktion führte zum heutigen Offset-Druck.

Die Weiterentwicklung zur Strukturierung von Substraten für technische Anwendungen begann mit der Verfügbarkeit von Fotolacken. Die Strukturierung von Fotolacken ist ähnlich wie in der Fotografie mit Hilfe eines Belichtungs- und Entwicklungsschritts möglich. Die Strukturen von Fotolacken können deswegen in der Lithographie zur Strukturierung des Substrats durch Ätzen verwendet werden. Hier rührt der im Folgenden synonym verwendete Begriff „Resist“ her, denn die Fotolackstrukturen müssen der Ätzlösung „widerstehen“.

Das Schema ist in Abb. 1 für Positivlacke und für Negativlacke dargestellt. Die „technische“ Lithographie besteht somit aus der Prozessfolge:

- Beschichten
- Bestrahlen
- Entwickeln
- Ätzen oder andere Form der Nutzung der Struktur
- Strippen

Die Selektivität spielt für die Materialauswahl eine zentrale Rolle. Beim Entwickeln muss eine Lösung gefunden werden, deren Lösungsgeschwindigkeiten im belichteten und unbelichteten Bereich sich sehr stark unterscheiden (Kontrast des Prozesses). Die Lösungen, die zur Strukturierung des Substrats eingesetzt

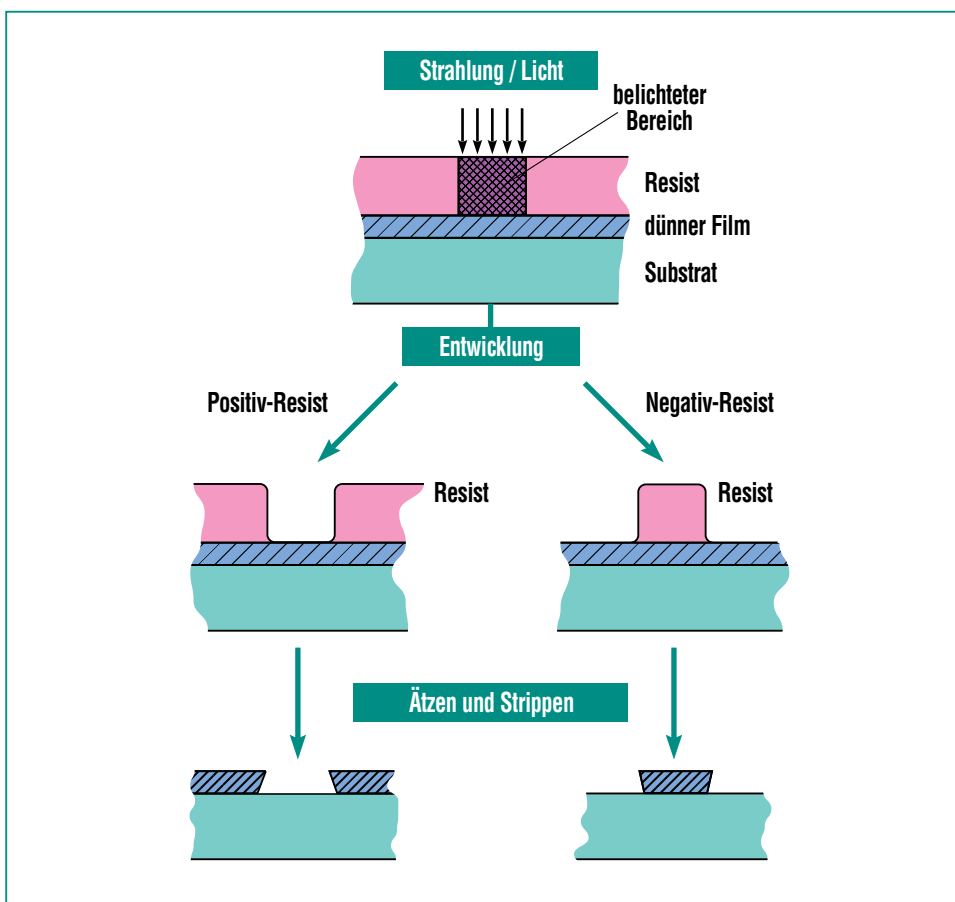


Abb. 1: Darstellung der prinzipiellen Schritte der technischen Lithographie: Bestrahlung, Entwicklung, Ätzen der Strukturen und Strippen. Bei Positiv-Resists werden die belichteten Bereiche wegentwickelt, bei Negativ-Resists die unbelichteten. Die unterschiedlichen Entwicklungsraten der belichteten und unbelichteten Bereiche beruhen bei Positiv-Resists z.B. auf einer deutlichen Reduzierung des Molekulargewichts (PMMA) oder auf chemischen Reaktionen, die die Polarität deutlich erhöhen (Novolak). Bei Negativ-Resists ist die geläufigste Wirkungsweise eine Vernetzungsreaktion (z.B. SU-8).

Einsatzgebiet	Substrat	Auflösung	Höhe
Chips	8 inch	0,2 µm	1 µm
Flip-Chip	8 inch	30 µm	30 µm
Leiterplatte	DIN A3	100 µm	10 µm
Schreib-/Leseköpfe	8 inch	30 µm	100 µm

**Tab. 1: Zusammenstellung der Einsatzgebiete der Lithographie mit den höchsten Umsatzvolumina und den dazugehörigen technischen Grundparametern. Die Tabelle dient der Orientierung und stellt nicht die „vorderste Front“ der Technologie dar.**

werden, dürfen die Resiststrukturen nicht angreifen. Andererseits muss beim Strippen der Strukturen der (eventuell chemisch veränderte) Resist sehr gut aufgelöst, die hergestellten Strukturen aber nicht angelöst werden.

Die Resiststrukturen dienen also zum Ätzen des Substrats (substraktive Strukturierung). Sie können aber auch zum Auffüllen der freigelegten Bereiche (additive Strukturierung, wie z.B. im LIGA-Verfahren) oder – vor allem in der Halbleiterstrukturierung – zum Herstellen lokaler Dotierungen durch Ionenimplantation verwendet werden. In ganz seltenen Fäl-

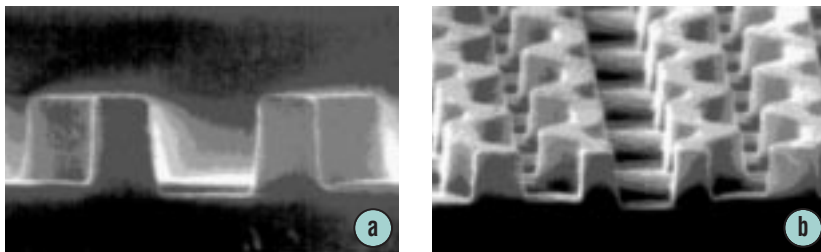
len wird die Resiststruktur selbst genutzt. Hierzu später noch ein Beispiel.

Tab. 1 gibt einen groben Überblick über die heutigen Einsatzgebiete und die wesentlichen Charakteristika von lithographischen Verfahren.

### Prozessschritte der Lithographie

Abb. 2 zeigt Strukturen aus der Halbleitertechnik und eine Auflistung der möglichen Fehler [1].

Für die Auswahl und genauere Festlegung der Prozessschritte



**Abb. 2: Beispiel für Lithographiestrukturen bei der Chip-Herstellung. Stichwortartig einige technologische Probleme, die es zu beherrschen gilt: Verträglichkeit der Prozessfolgen, Auflösung, Streulicht, Reflexion vom Substrat, Defekte, Profil- und Tiefenschärfe, Homogenität über der Fläche, Justierung, Verzüge, Stufenbedeckung, Spannungsrisse, Haftung, Sauberkeit nach dem Strippen. Die Auswirkungen von Fehlern reichen von Sofortausfällen der Chips über Feldausfälle im späteren Einsatz bis hin zu nicht tolerablen Qualitätsschwankungen.**

sind neben den technisch erzielbaren Eigenschaften vor allem die Investitionskosten und die Auswirkungen auf die Produktionskosten ausschlaggebend.

Im Folgenden werden nur die am IMT verfügbaren Prozessschritte näher beleuchtet.

### Beschichtung des Substrats mit Resist

Spin-Coating ist eine apparativ einfache und sehr verbreitete Technik, um auf runden Substraten gleichmäßige Schichten zwischen 0,1 µm und 100 µm Dicke aufzubringen. Das Substrat wird auf einen motorgetriebenen Teller gelegt, der in Lösemittel gelöste Resist wird z.B. aus einer Pipette aufdosiert und der Motor wird gestartet. Zur Berechnung der sich ergebenden Schichtdicke existiert übrigens eine der wenigen geschlossenen Lösungen der Navier-Stokes-Gleichungen:

$$h = \frac{h_0}{\left[1 + (4\rho\omega^2 / 3\eta) h_0^2 t\right]}$$

Hierbei ist: h die Schichtdicke nach dem Schleudervorgang, h<sub>0</sub> die Schichtdicke vor dem Schleudervorgang, ρ die Dichte, η die Zähigkeit der Flüssigkeit, ω die Kreisfrequenz und t die Schleuderzeit. Bei sehr kleinen Schichtdicken ist es oft schwierig eine geschlossene Schicht (pin-hole-free) zu erzeugen. Bei dicken Schichten wird die Homogenität der Dicke wegen des möglichen Fließens bei auch nur leichter Schräglage im Gravitationsfeld zum Problem, ebenso stört eine Randüberhöhung, die sich mehrere Zentimeter vom Rand zur

Substratmitte hin erstrecken kann.

Nach dem Aufschleudern erfolgt ein sogenannter „Prebake-Schritt“ (Backen vor dem Belichten), um durch Austreiben des Lösemittels einen festen Film zu erzielen.

Das Aufkleben von Resists auf ebene Substrate ist eigentlich nur im LIGA-Verfahren bedeutend, wo hohe Resistdicken (200 µm bis 2 mm) mit nur sehr geringen inneren mechanischen Spannungen verlangt werden. Dies verbietet jegliche mit erhöhter Temperatur verbundene Prozessfolge. Besondere Anforderungen sind eine geringe Dicke der Klebeschicht und deren Blasenfreiheit.

Weitere Beschichtungstechniken sind z.B.: Sprühen, Laminieren, Tauchen, elektrochemische Beschichtung.

### Belichtung des Resists

Technologisch am einfachsten und wegen der oft geringen Stückzahlen in der Mikrosystemtechnik am weitesten verbreitet ist die UV-Belichtung durch Schattenwurf. Der Schatten wird beim Belichten durch eine Quarzglasplatte erzeugt, der Schatten entsteht unter den opaken Bereichen, die aus 0.1 µm dickem Chrom auf dem Glas bestehen. Zum Belichten wird eine Quecksilberdampflampe mit den drei typischen Wellenlängen 365 nm, 405 nm und 436 nm verwendet, wobei die Auswahl der Wellenlänge auf die Empfindlichkeit des Resists abgestimmt sein sollte. Die (Fresnel-)Beugung des Lichts führt zu einer Unschärfe in der Ab-

bildung, die durch folgende Formel beschrieben wird:

$$b_{\min} = Q \sqrt{\lambda d}$$

Hierbei ist  $b_{\min}$  die kleinste erreichbare Strukturbreite,  $\lambda$  die Wellenlänge,  $d$  der Abstand zwischen Maske und Resist und  $Q$  ein Parameter, der alle anderen Einflüsse zusammenfaßt. In  $Q$  gehen zu einem großen Teil die Qualität der Belichtungsoptik und vor allem der sogenannte Kontrast des verwendeten Resists ein.

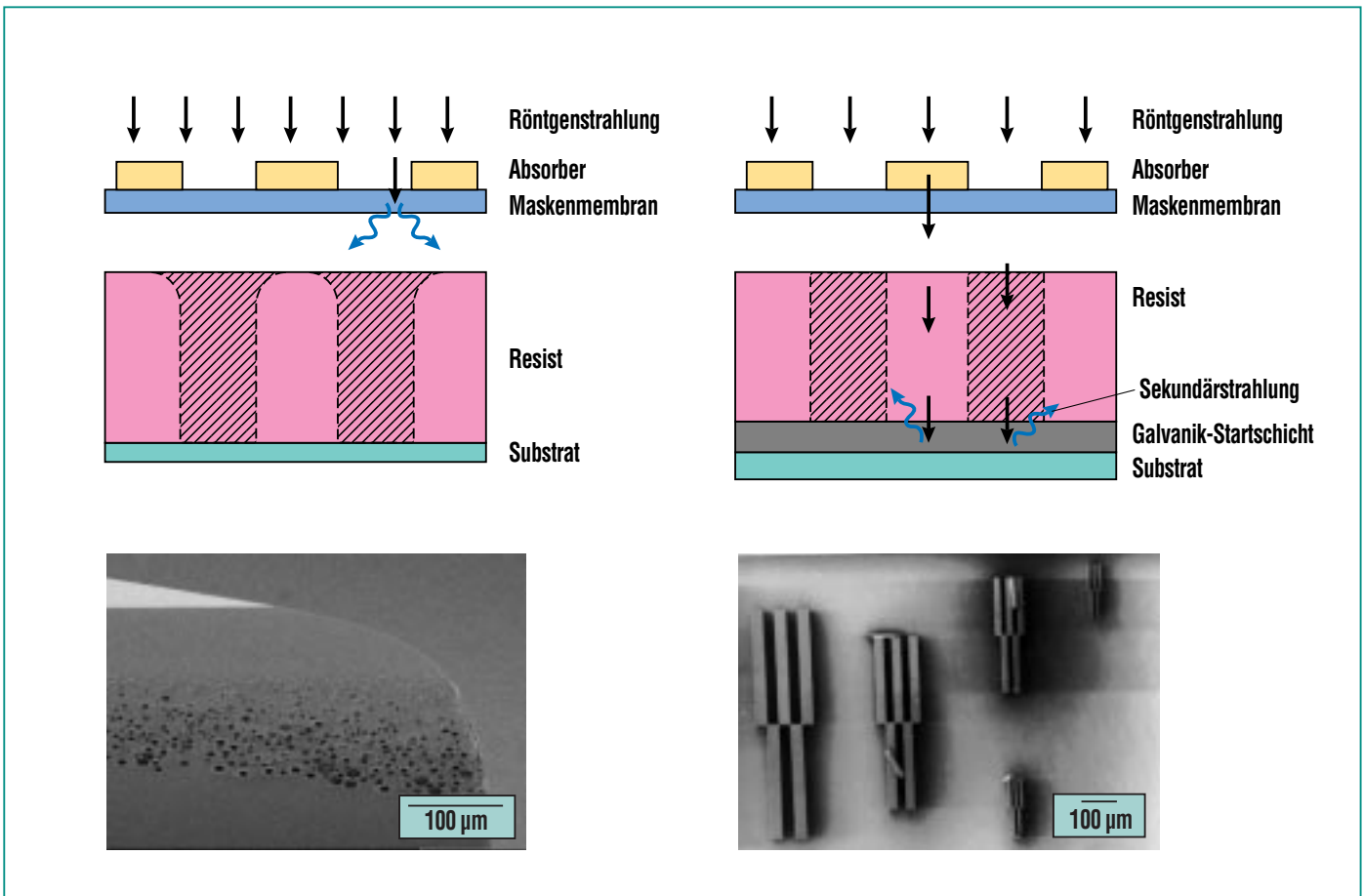
Die Röntgenbelichtung durch Schattenwurf ist das zentrale Merkmal der LIGA-Technik des IMT. Wegen der geringen Wellenlängen des verwendeten (Synchrotron-) Strahlungsspektrums (0,05 nm bis 5 nm) spielt die Beugung eine vernachlässigbare Rolle. Allerdings müssen die Masken anders aufgebaut sein als in der Fotolithographie: Eine dünne Membran mit geringer Kernladungszahl trägt die Absorberstrukturen mit hoher Kernladungszahl, die meist aus galvanisch abgeschiedenem Gold bestehen. Ein Standard hat sich bislang weltweit nicht etablieren können. Das IMT arbeitet mit (und an) zwei Varianten: Titanmembranen, 2.5 µm dick für Bestrahlungen von Resists bis 500 µm und Berylliumbleche, 500 µm dick für Bestrahlungen zur Erzeugung noch höherer Strukturen. Andere Institutionen verwenden dünne Membranen aus Siliziumnitrid, Siliziumcarbid, Glas, Bornitrid, Diamant etc.

Wegen der Härte der Strahlung absorbieren auch die Materialien

mit hoher Kernladungszahl die Strahlung nicht vollständig. Die Reststrahlung beeinflusst durch Fluoreszenzeffekte die Qualität der Strukturen sowohl an der Resistoberkante als auch an der für die Haftung wichtigen Grenzfläche zum Substrat. Beide Effekte sind in Abb. 3 dargestellt und können u.a. durch eine ausreichende Absorberhöhe vermieden werden [2].

Die Belichtung mit Elektronenstrahlen nimmt in mehrfacher Hinsicht eine Sonderstellung ein. Zum Einen wird nicht durch eine Maske belichtet, sondern ein fokussierter Elektronenstrahl wird so bewegt, dass nur die zu belichtenden Bereiche getroffen werden. Solche Anlagen erzeugen daher aus CAD-Daten die ersten Strukturen (Primäre Mustererzeugung). Zum Anderen erfolgt die Absorption des Strahles im Wesentlichen durch inelastische Streuung der Elektronen im Resist. Dieser Streueffekt ist die Ursache für Unschärfen der Strukturen vor allem bei Resisthöhen oberhalb 1 µm. Um dies zu minimieren, muss die Energie der einfallenden Elektronen möglichst hoch sein.

Wenn hohe Stückzahlen mit sehr geringer Streuung der Strukturbreite gefordert sind, wird nahezu ausschließlich die Projektionsbelichtung eingesetzt. Sie ist ähnlich der Diaprojektion, nur dass die Maske gleich groß oder größer als das Bild ist. Auf dem Substrat werden die einzelnen Strukturbereiche, meist identisch mit einem Chip, im sogenannten Step and Repeat Verfahren aneinandergesetzt.



**Abb. 3: Probleme bei der Synchrotronbelichtung des Resists. Zusätzlich zur hohen thermischen Belastung von Maske und Substrat spielen wegen der kurzwelligen Komponenten der Strahlung Fluoreszenzeffekte eine wichtige Rolle. So ist im linken Bild dargestellt, wie Fluoreszenz aus der Maskenmembran oder von den Absorberstrukturen in den obersten Schichten des Resists absorbiert wird und dort zu Verrundungen führt. Im rechten Bild ist dargestellt, wie Fluoreszenz aus dem Substrat zu einer hauchdünnen entwickelbaren Zone unter unbelichteten Resiststrukturen führt, die in Entwicklerlösung weggeschwemmt werden können (Haftungsprobleme).**

Weitere Varianten sind die direkte Belichtung mit einem gesteuerten Laserstrahl und, vor allem für die Nanotechnologie, die Belichtung mit einem Elektronenstrahl eines höchstauflösenden Raster-Elektronenmikroskops (REM).

### Entwicklung

Das Herauslösen der belichteten Bereiche (Positiv-Resist) bzw. der unbelichteten Bereiche (Negativ-Resist) erfolgt in einer für jeden

Resist spezifischen Entwicklerlösung. Je unschärfer der Übergang zwischen belichteten und unbelichteten Bereichen ist, umso stärker wirken sich Schwankungen der Entwicklerkonzentration, der Temperatur, der Entwicklersättigung etc. auf das Strukturprofil aus. Daher sind vor allem für die UV-Lithographie und die E-Beam-Lithographie sehr homogene Bedingungen des Stofftransports zu und von den zu entwickelnden Bereichen nötig. Dies wird durch

kontinuierliches Besprühen des rotierenden Substrats erreicht (Sprühentwicklung). Bei sehr scharfen Übergängen zwischen belichteten und unbelichteten Bereichen (Röntgenlithographie) ist ein einfaches Tauchen in ein Bad mit Entwicklerlösung ausreichend. Die Entwicklungsrate kann durch Megaschall signifikant beschleunigt werden [3], ohne dass sich der Kontrast des Resists verringert. Dies ist insbesondere für hohe Strukturen, wie sie für das

LIGA-Verfahren typisch sind, von Bedeutung.

Noch nicht in kommerziellem Einsatz sind Resists, die sich in einem Plasmareaktor trocken entwickeln lassen.

### Strippen

Probleme im Zusammenhang mit dem rückstandsfreien Entfernen des Resists werden häufig unterschätzt. Bei Negativ-Resists treten meist starke Vernetzungen auf, was die Suche nach einem geeigneten Lösungsmittel, das die erzeugten Strukturen nicht angreift, sehr erschwert. Bei Positiv-Resists werden die Strukturen einem „Postbake“ unterworfen, der ein leichtes Vernetzen initiiert und dadurch die Stabilität gegen Ätzen erhöht. Zweitens geht das anschließende Ätzen, die Galvanik oder auch die Ionenimplantatio-

nen nicht ganz spurlos am Resist vorbei. Zumindest die oberflächennahen Bereiche, die ja auch durch die Bestrahlung schon in Mitleidenschaft gezogen wurden, benötigen aggressive Medien zur Auflösung.

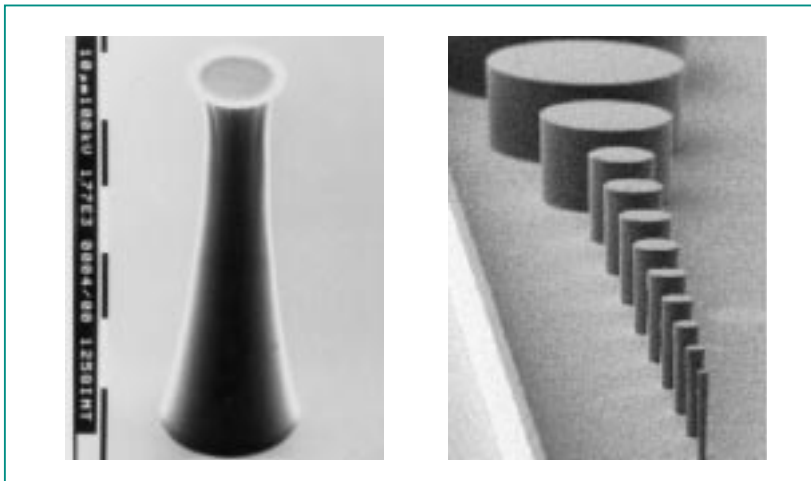
Nicht zuletzt sei das rückstandsfreie Spülen und Trocknen erwähnt, das anlagentechnisch beherrscht werden muss. Für jede Anwendung werden Reinigungskaskaden mit spezifischen Lösungsmedien bereitgestellt. Eingesetzte Varianten sind beispielsweise: nasschemisches Auflösen, Verbrennen im Sauerstoffplasma, gegebenenfalls mit Zugabe aggressiver Gase wie  $\text{CF}_4$  oder  $\text{SF}_6$ , Belichten und Entwickeln des gesamten Substrats, Laserablation, Wasserstrahlanwendung mit mehreren Hundert bar Druck.

## Anwendungsbeispiele der Lithographie am IMT

### UV-Lithographie

Ein vergleichsweise einfaches Anwendungsbeispiel ist die Herstellung von Leiterbahnen aus Gold mit einer Linienbreite von  $5\ \mu\text{m}$  und einer Dicke kleiner  $1\ \mu\text{m}$ . Hierfür werden Resists unterhalb  $5\ \mu\text{m}$  Dicke eingesetzt. Sie werden unter anderem für fluidische Sensoren (Druck, Durchfluss, Temperatur) und für Heizleiter bei Mikropumpen verwendet. Gewisse Erfahrungen sind beim Ätzen der Strukturen notwendig. Will man Strukturbreiten kleiner  $2\ \mu\text{m}$  erreichen, so ist beim Belichten auf möglichst guten Kontakt zwischen Maske und Resist zu achten. In allen anderen Teilschritten hat die Homogenität über der Fläche eine zentrale Bedeutung (Beschichten, Tempern, Entwicklung, Ätzen), da Inhomogenitäten zu Variationen der Linienbreite und somit der elektrischen Eigenschaften der Leiterbahnen führen. Die Nutzung qualifizierter Reinräume und qualifizierter Handhabungstechniken ist unabdingbar.

Mit Resists von  $10\ \mu\text{m}$  bis mehrere hundert  $\mu\text{m}$  Dicke werden Formen für die Galvanik hergestellt. Schwerpunkte der Entwicklungsarbeiten sind nicht so sehr die Lithographieaspekte sondern vielmehr das Zusammenspiel der verschiedenen aufeinander folgenden Technologieschritte. Abb. 4 zeigt zunächst das Strukturprofil der Novolak-Resists [4] im Vergleich mit dem relativ neuen Epon SU8 Resistsystem. Abb. 5 zeigt den Blick auf einen Formeinsatz, der mit dem SU8 Resist und Nickel-Galvanik hergestellt wurde [5].



**Abb. 4: Vergleich der Resistprofile dicker Schichten in der UV-Lithographie. Links ist eine  $60\ \mu\text{m}$  hohe Novolak-Struktur zu sehen, rechts eine  $180\ \mu\text{m}$  hohe SU-8 Struktur. Wenngleich der erste Eindruck zugunsten der SU-8-Strukturen ausfällt, konnten sich diese am Markt bislang nur wenig durchsetzen. Die Gründe liegen in der Spannungsrisanfälligkeit und dem sehr hohen Vernetzungsgrad, der dazu führt, dass der Resist sich nur schwer entfernen lässt.**



**Abb. 5: Detailaufnahme eines Formeinsatzes aus galvanisiertem Nickel. Die Quadrate sind etwa 50 µm breit. Der Resist wurde durch Laserablation entfernt.**

### E-Beam-Lithographie

Das IMT besitzt einen Elektronenstrahlschreiber des Typs EBP5 (EBeam Pattern Generator 5 Zoll), mit dem Substrate bis zu einer Strukturfeldgröße von 5 Zoll (etwa 125 mm) belichtet werden können. Die Anlage wird routi-

nemäßig eingesetzt, um Chrommasken für die UV-Lithographie und anspruchsvolle Zwischenmasken für das LIGA-Verfahren herzustellen. Bei den Chrommasken beträgt die Resistenschichtdicke 0,5 µm. Bei den Zwischenmasken beträgt die Resistenschichtdicke 3 µm. In diesem Falle spielt die Streuung der Elektronen für die Strukturauflösung bereits eine erhebliche Rolle. Insbesondere für optische Anwendungen – eines der strategischen Anwendungsfelder des Programms MIKRO – sind die Auflösung, die Seitenwandsteilheit, die Seitenwandwelligkeit (die aus dem Aneinanderfügen einzelner Pixel resultiert) und die Lagegenauigkeit aller optischen Elemente zueinander besonders hohen Anforderungen unterworfen. Dies ist der Grund für die hohe Beschleunigungsspannung von 100kV beim IMT-Elektronenstrahlschreiber.

### Röntgenlithographie

Die Röntgenlithographie war der Ausgangspunkt der heutigen Kompetenz des IMT rund um das LIGA-Verfahren. An der Angströmquelle Karlsruhe (ANKA) sind drei Strahlrohre für LIGA-Belichtungen installiert. Zwischen dem Strahlquellpunkt, der sich noch im Speicherring der ANKA befindet und der eigentlichen Bestrahlungsstation, gibt es unterschiedliche Elemente, die der Anpassung des Spektrums dienen. Tab. 2 stellt die Anwendungsfälle zusammen.

Über störende Effekte wie z.B. die Fluoreszenz wurde oben schon berichtet. Zur Befriedigung der Industriekunden müssen hier jeweils geeignete Lösungen erarbeitet werden. Tab. 3 stellt Parameter zusammen, für die das IMT Verfahren etabliert hat, die für industrielle Anwendungen tauglich

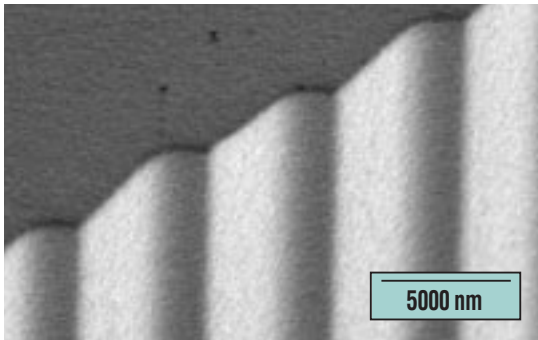
Beam-Line	Anwendungsbereich	Status	Strahlenoptische Elemente
Litho 1	Maskenlithographie bis 100 µm	Im Aufbau	Röntgenspiegel
Litho 2	Bestrahlung bis 600 µm	Etabliert	Röntgenspiegel
Litho 3	Bestrahlung bis 100 µm (1.3 GeV) Bestrahlung bis 800 µm (1.8 GeV) Forschung, Ultratiefe Lithographie	Etabliert Etabliert Im Aufbau	Doppelröntgenspiegel

**Tab. 2: Zusammenstellung der Bestrahlungsmöglichkeiten in der ANKA.**

	Röntgenlithographie	Tiefenlithographie	Ultratiefenlithographie
Strukturhöhe/µm	<100	100-400	400-1000
Kleinste Breite/µm	5	5-20	8-40
Strukturdetails (Beispiel Spektrometer)	Sub-µm	Sub-µm	Sub-µm
Vertikalität/mrad	<1	1,5	1,5-2,5

**Tab. 3: Parameter der Röntgenlithographie. Grau hinterlegt sind Anwendungsfälle, für welche die Technologie derzeit erarbeitet wird.**





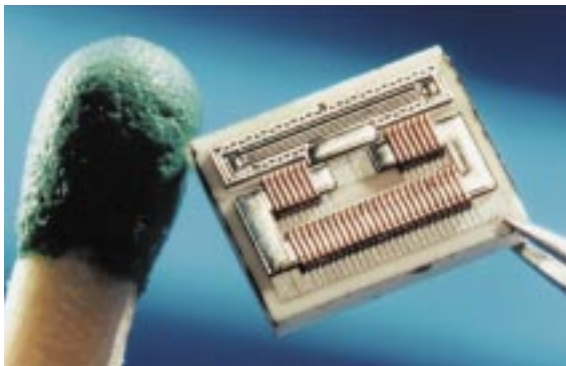
**Abb. 6: Ausschnitt eines Beugungsgitters eines Spektrometers, das mit Röntgenlithographie nach dem LIGA-Verfahren hergestellt wurde. Die einige  $\mu\text{m}$  langen und knapp  $1 \mu\text{m}$  hohen Stufen erstrecken sich über die gesamte Resistdicke von etwa  $400 \mu\text{m}$ .**

sind. Für die Anwendungen der Ultra-Tiefen-Lithographie wird ein Ausblick gegeben.

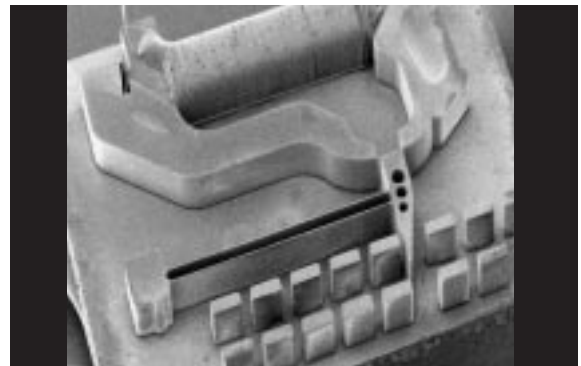
Als Beispiel für die hohen Anforderungen an die Lithographiestruktur ist in Abb. 6 ein Ausschnitt eines Spektrometers dargestellt. Dies ist eines der wenigen Beispiele, bei denen die Lithographiestruktur direkt verwendet werden kann. Solche direktlithographischen Bausteine dienen den LIGA-Kunden, um die Marktnachfrage auszutesten. Die Herausforderungen zur Herstellung solcher Strukturen liegen neben der Feinheit der

Strukturdetails vor allem in der präzisen auf wenige zehn Nanometer genauen Lage des Gitters über dem gesamten Längenbereich von einigen Zentimetern und in der Defektfreiheit der Strukturen.

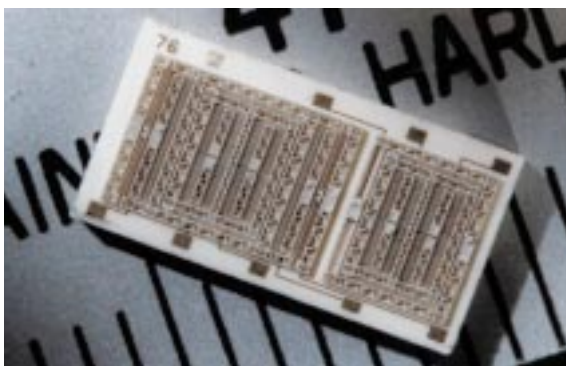
Als Beispiele für das Potential der LIGA-Technik, in Kombination mit vielen anderen Technologien wie Galvanik, Aufbau- und Verbindungstechnik, etc. sind in den vergangenen Jahren verschiedene Arbeiten durchgeführt worden. Abb. 7 zeigt einige beeindruckende Beispiele hierzu.



**Magnetischer Aktor [6]**  
150  $\mu\text{m}$  Höhe, 10  $\mu\text{m}$  Breite, NiFe und Au-Galvanik



**Magnetischer Aktor [7]**  
150  $\mu\text{m}$  Höhe, 10  $\mu\text{m}$  Breite, NiFe-Galvanik



**Gyrometer [8]**  
200  $\mu\text{m}$  Höhe, 3  $\mu\text{m}$  Breite, Ni-Galvanik



**Optischer Schalter [9]**  
500  $\mu\text{m}$  Höhe, 20  $\mu\text{m}$  Breite, Ni-Galvanik

**Abb. 7: Potential der LIGA-Technik anhand einiger Beispiele.**

## Zusammenfassung und Ausblick

Die Lithographie ist auch in der Mikrosystemtechnik ein Standardverfahren zur Strukturierung. Die Details der Verfahren hängen in sehr hohem Maße von den gewünschten technischen Anforderungen und mit breiter werdendem Einsatzgebiet auch von den Kosten und vom Automatisierungsgrad der Fertigungskette ab.

Das IMT konzentriert sich auf die Röntgenlithographie. In diesem Bereich sind in den vergangenen Jahren die wesentlichen strukturbegrenzenden Effekte untersucht worden. Nun gilt es, die in der ANKA erstmalig zur Verfügung stehende gut reproduzierbare und verlässliche Bestrahlungsmöglichkeit für eine breitere Nutzung des LIGA-Verfahrens einzusetzen. Hierzu sind Anstrengungen zur Vertiefung des Prozessver-

ständnisses, der Standardisierung, der Erhöhung der Ausbeute und in der Prüftechnik bis hinab in den Sub- $\mu\text{m}$  Bereich notwendig.

## Literatur

- [1] W. M. Moreau, *Semiconductor Lithography, Principles, Practices and Materials*, Plenum Press 1988
- [2] F. J. Pantenburg, J. Mohr, *Proc. of the 1st European Conf. on Synchrotron Radiation in Materials Science, Chester, GB, July 3-8, 1994 Nuclear Instruments and Methods B, 97 (1995) S. 551-556*
- [3] A. El-Kholi, J. Mohr, R. Stransky, *Microelectronic Engineering vol. 23, 1994, no.1-4, S. 219 ff.*
- [4] S. J. Chung, H. Hein, J. Schulz, *Strukturprofilsimulation dicker Schichten in der optischen Lithographie mit DNQ-Novolak-basierenden Photoresists. Wissenschaftliche Berichte, FZKA-6111 (August 98) Dissertation, Universität Karlsruhe 1998*
- [5] S. J. Chung, H. Hein, *Herstellung von Formeinsätzen aus Nickel bis 120 mm Durchmesser mit Hilfe konventioneller Optischer Lithographie. 4. Statuskolloquium des Programms Mikrosystemtechnik, Karlsruhe, 30.-31. März 2000 Wissenschaftliche Berichte, FZKA-6423 (März 2000) S. 187-188*
- [6] B. Rogge, J. Schulz, J. Mohr, *Wissenschaftliche Berichte, FZKA-5793 (Juli 96)*
- [7] P. Krippner, J. Mohr, *SPIES's Internat. Symp. on Micromachining and Microfabrication 99, Santa Clara, Calif., September 20-22, 1999*
- [8] K. Schumacher, U. Wallrabe, J. Mohr, *Wissenschaftliche Berichte, FZKA-6361 (August 99)*
- [9] A. C. M. Ruzzu, U. Wallrabe, J. Mohr, *Wissenschaftliche Berichte, FZKA-6514 (Dezember 2000)*

# Herstellung metallischer Mikrobauteile unter Einsatz verlorener Kunststoffformen

G. Baumeister, N. Holstein, V. Piotter, R. Ruprecht, G. Schanz, IMF; M. Guttman, F. Winkler, IMT; A. Häfele, Freiburger Materialforschungszentrum

## Einleitung

Mikrosysteme werden weltweit nicht nur monolithisch in Siliziumtechnik gefertigt, sondern in zunehmendem Maß auch durch eine hybride Integration dreidimensionaler Bauteile aus unterschiedlichen Materialien. Neben ersten, bereits auf dem Markt erhältlichen Massenprodukten, wie z.B. Tintenstrahldruckköpfen, zeigen mehr und mehr Anfragen aus der Industrie in verschiedensten Anwendungsbereichen das wachsende Interesse an Mikrobauteilen aus Kunststoff, Keramik und Metall [1]. Beispiele für metallische Bauteile sind Zahnräder für Mikromotoren, kleine Relais, Transformatoren oder Mikrospulen für Anwendungen u. a. in der Telekommunikation (z.B. Handy) oder der Fahrzeugtechnik. Weitere Einsatzmöglichkeiten liegen in der Verwendung von Mikroreaktoren in der chemischen Technologie [26].

Ein offensichtlicher Mangel besteht derzeit jedoch in der Verfügbarkeit entsprechend entwickelter und etablierter Fertigungstechnologien für Mikrobauteile aus Metall. Diese müssen parallel zu den angestrebten Produkten entwickelt und bereitgestellt werden. Eine Zielsetzung am Forschungszentrum Karlsruhe (FZK) im Programm Mikrosystemtechnik (MIKRO) ist deshalb die industriennahe Entwicklung von Mikrofertigungstechniken zur Herstellung metallischer Mikrobauteile, das Darstellen ihrer Leistungsfähigkeit durch die Realisierung von

Demonstratorbauteilen und deren Vergleich zur Bewertung ihrer Zukunftsperspektiven [2].

Die Mikrozerspanung, das Mikroerodieren oder der Materialabtragung mit dem Laser sind Verfahren, mit denen Primär- oder Mutterstrukturen und kleine Serien von Metallmikroteilen gefertigt werden können. Für die Massenfertigung von Mikrobauteilen aus Metall soll das Mikro-Pulverspritzgießen entwickelt werden [3], dessen derzeitige Entwicklungsreife – auch bedingt durch die verfügbaren Pulver – nur für Machbarkeitsstudien ausreicht. Deshalb konzentriert sich dieser Beitrag auf die Beschreibung der beiden in Entwicklung befindlichen Verfahren Mikrogalvanoformung und Mikroguss, mit denen unter Verwendung verlorener, mikrostrukturierter Kunststoffformen quasi dreidimensionale Mikroteile aus Metall oder Legierungen in mittleren bis großen Stückzahlen hergestellt werden können.

## Herstellung mikrostrukturierter Kunststoffformen

Metallische Mikrostrukturen werden heutzutage überwiegend durch Verfahren der Galvanoformung hergestellt. Bei diesem Verfahren wird Metall in vorgefertigte, sogenannte verlorene Kunststoffformen abgeschieden (auch als „Zweite Galvanik“ bezeichnet)<sup>1)</sup>. Diese mikrostrukturierten Formen können sowohl direkt durch lithographische Verfahren (UV-, Elektronenstrahl- oder Röntgentiefen-

lithographie) als auch mit Hilfe mikrostrukturierter Werkzeuge durch Abformverfahren (Replikation), wie z. B. Heißprägen, Spritzgießen oder auch Reaktionsgießen, hergestellt werden [4]. Die lithographischen Verfahren sind gegenüber den Mikroabformverfahren für Kunststoffbauteile, die erst in letzter Zeit aus der Entwicklung an einige Industrieunternehmen übergeben wurden, bereits weitgehend standardisiert, und die notwendige Fertigungsausrüstung ist kommerziell erhältlich.

Die Wahl des adäquaten Herstellungsverfahrens für die Kunststoffformen wird von verschiedenen Parametern bestimmt, wie z. B. von der Geometrie (Höhe und laterale Abmessungen der Mikrostruktur) oder der gewünschten Stückzahl, aber auch von anderen Randbedingungen, wie z.B. einer Positionierung der Mikrobauteile bezüglich anderer bereits vorkonstruierter Geometrien [5], dem verfügbaren Verfahren oder der Kombination von Mikrofertigungsverfahren unter der Nutzung der jeweiligen Vorteile [4].

## Besonderheiten beim Mikrospritzgießen

Das Spritzgießen von mikrostrukturierten Kunststoffteilen stellt in Verbindung mit den nachfolgenden Fertigungsschritten eine Verfahrenskombination mit einem hohen Potenzial für eine Serienfertigung dar. Einen entscheidenden Anteil hat hieran das Mikrospritzgießen, welches die Vervielfachung von Primärmikrostruktu-

<sup>1)</sup> Der häufig verwendete Verfahrensbegriff „Zweite Galvanik“ begründet sich in der Annahme, dass für große Stückzahlen an Bauteilen die verlorenen Formen über den Weg der kostengünstigeren Kunststoffabformung produziert werden und der dafür notwendige Formeinsatz über die „Erste Galvanik“ hergestellt wurde [BAC98].

ren in großer Anzahl ermöglicht. Zur Formgebung der Kunststoffe über die Schmelze werden Werkzeuge mit mikrostrukturierten Formeinsätzen verwendet. Die Formeinsätze werden in Abhängigkeit vom gewünschten Fließlängen-zu-Wanddicken-Verhältnis (Aspektverhältnis) und den Erfordernissen der abgeformten Bauteile entweder mikrozerspannend, mittels LIGA-Technik, oder durch Kombination mit anderen Mikrostrukturierungsverfahren aus Metallen hergestellt [6-11].

Die Abformung mikrostrukturierter Formeinsätze in Thermoplaste durch Spritzgießen erfolgt unter Verwendung bestimmter Zusatzeinrichtungen, die in der makroskopischen Technik so nicht angewendet werden: Hierbei ist vor allem der Variotherm-Prozess zu nennen. Dabei wird das Spritzgießwerkzeug vor dem Einspritzen der Polymerschmelze auf Temperaturen nahe dem Schmelzpunkt des Kunststoffes erwärmt, um eine ausreichende Fließfähigkeit zu gewährleisten. Nach dem Einspritzen wird auf Temperaturen deutlich unterhalb der Erstarrungstemperatur abgekühlt, bei denen eine sichere Entformung des Bauteiles möglich ist. Eine weitere Besonderheit ist das Evakuieren der Werkzeuge vor dem Einspritzen, wodurch thermische Schädigungen am Polymermaterial und am Formeinsatz vermieden werden [4].

### *Mikrostrukturierte Kunststoffformen für den Mikroguss*

Beim Mikroguss werden Kunststoffformen aus ungefüllten Thermoplasten zur Herstellung von

keramischen Formen eingesetzt, wobei beim Sintern der Keramik die Kunststoffformen verbrennen. In die keramischen Hohlformen werden Schmelzen von Metalllegierungen eingegossen. Nach Erstarren und Abkühlen werden die Keramikformen gebrochen und die Keramikreste aus den Metallmikrostrukturen chemisch herausgelöst.

Zum Spritzgießen der verlorenen Kunststoffformen für den Mikroguss wird im Allgemeinen der Kunststoff Polymethylmethacrylat (PMMA) in Form eines kommerziell erhältlichen Granulats verarbeitet. Seltener kommt das Gießen mit Wachs zum Einsatz. Während letzteres bereits bei relativ niedrigen Temperaturen vor dem Sintern der Keramikform ausgeschmolzen wird, erfolgt die Entfernung des PMMA durch Pyrolyse, dem primär rückstandsfreien Verbrennen des Kunststoffs. Dies erfolgt drucklos, so dass die vorgetrocknete keramische Einbettmasse vor dem Sintern zur Keramikform beim Verbrennen des Kunststoffs keine Deformationen erfährt.

### *Mikrostrukturierte Kunststoffformen für die Galvanoformung*

Bei der „Zweiten Galvanik“ dienen die Kunststoffformen als Substrat mit mikrostrukturierter Oberfläche, auf dem das Metall über die Reduktion von Metall-Ionen aus einem wässrigen Elektrolyten galvanisch abgeschieden wird. Die Kunststoffmikrostrukturen werden somit in das Metall invertiert (d.h. im Umkehrton kopiert). Hierzu ist eine ausreichende Oberflächenleitfähigkeit der

Kunststoffformen sicherzustellen, damit diese als Kathode (Minuspol) im Galvanikbad kontaktiert werden können. Diese hohe Leitfähigkeit wird entweder durch eine Beschichtung von nicht leitenden Kunststoffmikrostrukturen oder durch das Spritzgießen mit leitfähigen Kunststoffen erreicht.

### **Kunststoffformen aus leitfähigen Kunststoffen**

Aufgrund ihrer chemischen Struktur handelt es sich bei den meisten Kunststoffen um Nichtleiter. Demgegenüber sind leitfähige Polymere zwar synthetisierbar, weisen im Allgemeinen jedoch schlechte Verarbeitungseigenschaften auf. In der Polymerchemie ist daher die Zugabe von leitfähigen Füllstoffen wie Kohlenstofffasern, Rußen oder Metallpulvern zu isolierenden Kunststoffen durchaus üblich. Das Spritzgießen von Thermoplasten, wie z.B. Polyoxymethylen (POM) oder Polyamid (PA), die mit unterschiedlichen Gehalten an Leitruß oder Kohlenstofffasern gefüllt sind, sogenannte Compounds, wird bereits seit einigen Jahren am FZK durchgeführt. Es gelingt mit diesen Compounds, auch komplexe leitfähige Mikrostrukturen abzuformen [12].

Alle Oberflächen der verlorenen Formen aus gefüllten Kunststoffen sind elektrisch leitend, so dass die galvanische Abscheidung auf der gesamten Oberfläche aufzuwachsen beginnt. Es wurden so u.a. Teststrukturen mit einer minimalen Strukturbreite von 270 µm und einem maximalen Aspektverhältnis von 4,8 spritzgegossen und galvanisch abgeformt. Dabei konnte die To-

pographie der Oberfläche präzise wiedergegeben werden. Es wurde jedoch festgestellt, dass bei eng beieinander stehenden Strukturen (Strukturarrays) Hohlräume in den Metallstrukturen auftraten.

Ein weiteres Beispiel für die Durchführbarkeit des angestrebten Prozesses sind gestufte Mikrozahnräder, die auf einer LIGA-Struktur basierend, galvanisch abgeformt wurden [13, 14]. In diesem Fall gestattet die besondere Geometrie eine ausreichende Ionendiffusion für die Galvanoformung. Bei Strukturarrays mit Aspektverhältnissen über 5, wie es für viele LIGA-Strukturen typisch ist, trifft dies aber nicht mehr zu.

Im Fall von dicht stehenden Strukturarrays mit hohen Aspektverhältnissen ist also eine homogene Leitfähigkeit über die gesamte Oberfläche der verlorenen Formen ungeeignet, da es zu einer bevorzugten Abscheidung im Bereich der Mikrostrukturwände und -stirnflächen kommt und eine galvanische Abscheidung am Fuß der Strukturen nur stark vermindert erfolgt, woraus die Bildung von Hohlräumen resultiert. Diese schränken den Einsatz der resultierenden Metallmikrostruktur als thermisch und/oder mechanisch belastetes Bauteil oder gar als Formeinsatz erheblich ein. Im Rahmen zukünftiger Entwicklungen ist daher ein Leitfähigkeitsunterschied derart anzustreben, dass die galvanische Abscheidung gerichtet vom Strukturgrund beginnend stattfindet.

### Einlegespritzgießen für Kunststoffmikrostrukturen auf leitendem Substrat

Durch das Spritzgießen mit leitfähigen Einlegeteilen können theoretisch unendlich hohe Leitfähigkeitsgradienten zwischen Substrat und Mikrostrukturen realisiert werden. Bei dieser Verfahrenvariante werden vorgefertigte (leitfähige) Formteile, z.B. aus mit Leitruß oder Kohlefasern gefüllten Kunststoffen, mit Durch-

gangsöffnungen auf einem mikrostrukturierten Formeinsatz so platziert, dass die Durchgangsöffnungen direkt über den Kavitäten (d.h. den Mikrostrukturen) des Formeinsatzes liegen. Wird nun eine zweite isolierende Kunststoffmasse durch das Einlegeteil in die Kavitäten gespritzt, entsteht ein Formteil mit einem leitfähigen Substrat (Grundplatte), auf dem isolierende Mikrostrukturen angeordnet sind (Abb. 1).

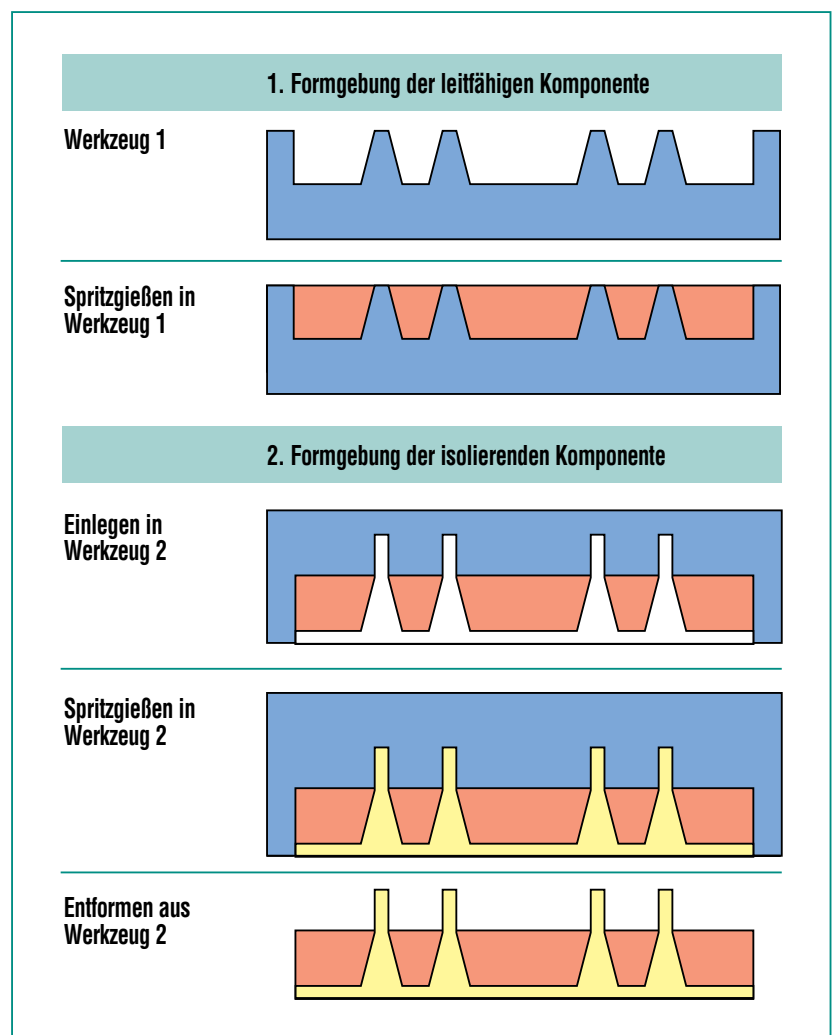


Abb. 1: Verfahrensschema zum Einlegespritzgießen für zweikomponentigen Formteile. Werkzeuge = blau, leitfähige Komponente = rot, isolierende Komponente = gelb.

## Formgebung von Metall-Mikrostrukturen über Legierungsschmelzen

### Herstellung von verlorenen Keramikformen

Das Mikrogießen basiert auf dem Feingießen metallischer Schmelzen, wie es in der Dentaltechnik angewendet wird. Es handelt sich dabei um einen Prozess mit verlorenem Modell und verlorener Form. Die Genauigkeit des Modells und seiner keramischen Abformung hat dabei großen Einfluss auf die Qualität des mikrogegossenen Bauteils. Deshalb soll zunächst die Herstellung der verlorenen Keramikform dargestellt werden, bevor auf den Mikro gießprozess eingegangen wird.

Für den Mikroguss wird eine keramische Hohlform erzeugt, indem spritzgegossene Kunststoffformen als Modelle auf einen Anguss montiert, in einen keramischen Schlicker, die Einbettmasse, eingegossen und nach dem Trocknen anschließend bei etwa 700°C gebrannt werden. Dabei schmilzt das Kunststoffmodell zunächst auf und wird dann rückstandsfrei pyrolysiert. Während des Brennprozesses sintert die Keramik zu einer festen Form zusammen. Die entstandene Hohlform kann nun mit einer metallischen Schmelze ausgefüllt werden.

An die keramische Einbettmasse werden vielfältige Anforderungen gestellt: niedrige Viskosität des keramischen Schlickers zur Erzielung einer hohen Abformgenauigkeit des Kunststoffmodells, hohe Temperaturbeständigkeit,

genügende mechanische Festigkeit, um eine Formbeständigkeit bei den auftretenden Gießkräften zu gewährleisten, eine gewisse Porosität zur Abführung von Gasen beim Gießen, geringe Oberflächenrauheit der gebrannten Einbettmasse und leichte Entfernbarkeit der Einbettmasse nach dem Gießen. Die Eigenschaften der Einbettmasse haben damit neben den typischen Gießparametern wie Gestaltung des Angusses, Vorwärmtemperatur der Form und Höhe des Fülldrucks maßgeblichen Einfluss auf das Gießergebnis. Die kommerziellen Einbettmassen weisen für den Einsatz in der Mikrotechnik hierbei Mängel auf. Der Entwicklung geeigneter Einbettmassen für den Mikroguss kommt daher eine hohe Bedeutung zu [15].

### Parameter beim Mikroguss

Der eigentliche Gießprozess besteht aus dem Aufschmelzen der Gusslegierung durch Widerstandsheizung, induktive Erwärmung oder im Lichtbogen und dem nachfolgendem Abgießen in die mikrostrukturierte keramische Form. Dabei wird die Wärme der gesinterten Form ausgenutzt, um die Erstarrung der Schmelze in der Form zu verzögern und damit die Formfüllung zu verbessern. Außerdem wird zu diesem Zweck Druck auf die Schmelze aufgebracht. Man unterscheidet dabei zwei Methoden: die Druckbeaufschlagung durch Druckluft (bis max. 4 bar), die bei den Vakuum-Druckgussgeräten verwendet wird, und die Druckbeaufschlagung infolge der Fliehkraft bzw. die Beschleunigungskraft (bis max. äquivalent 20 - 25 bar), die

bei den Schleudergießmaschinen ausgenutzt wird.

Das Formfüllungsvermögen wird in erster Linie von der Vorwärmtemperatur der Form beeinflusst. Das Fließvermögen einer Legierung nimmt dabei im Allgemeinen bis zum Erreichen der Schmelztemperatur mit steigender Vorwärmtemperatur zu, da die Wärmeabfuhr an die Umgebung abnimmt. Die Schmelze bleibt also länger fließfähig. Speziell bei Mikrobauteilen ist außerdem der mit abnehmendem Querschnitt hyperbolisch ansteigende Fülldruck zu berücksichtigen, der nach stark vereinfachten Berechnungen etwa unterhalb von 50 µm Durchmesser relevant wird. Fließlängenversuche an Fasern, die als Teststrukturen verwendet wurden, zeigen die Zunahme der erzielbaren Fließlänge mit zunehmender Temperatur bzw. zunehmendem Fülldruck (Abb. 2).

Letzteres ist besonders deshalb wichtig, weil Versuche von Wöllmer [16] gezeigt haben, dass die Oberflächenqualität der Gussstücke mit zunehmender Vorwärmtemperatur der Form abnimmt. Außerdem ist mit zunehmender Formtemperatur eine Kornvergrößerung zu erwarten, die sich negativ auf die mechanischen Eigenschaften des Gussteils auswirkt. Deshalb ist ein hoher Fülldruck bei niedriger Vorwärmtemperatur anzustreben. Da der hohe Fülldruck jedoch auch zu einer sehr exakten Abbildung der Oberflächenstruktur der Einbettmasse führt, ist speziell für den Mikroguss eine Einbettmasse mit sehr geringer Oberflächenrauheit bei gleichzeitig genügender Restporosität zur Abführung

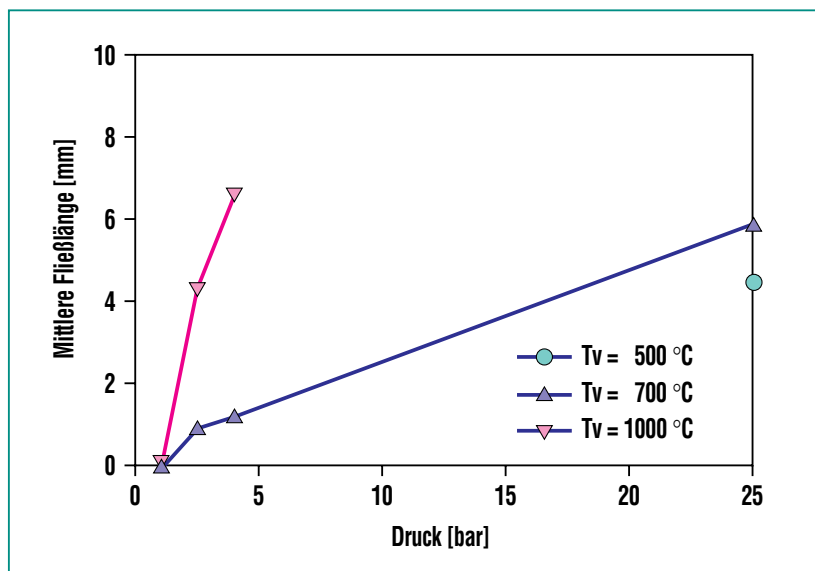


Abb. 2: Einfluss von Fülldruck und Vorwärmtemperatur ( $T_v$ ) auf die erzielbare mittlere Fließlänge beim Abguss einer Faserstruktur mit je zehn Fasern à 100  $\mu\text{m}$  Durchmesser; Gusswerkstoff: Goldbasislegierung.

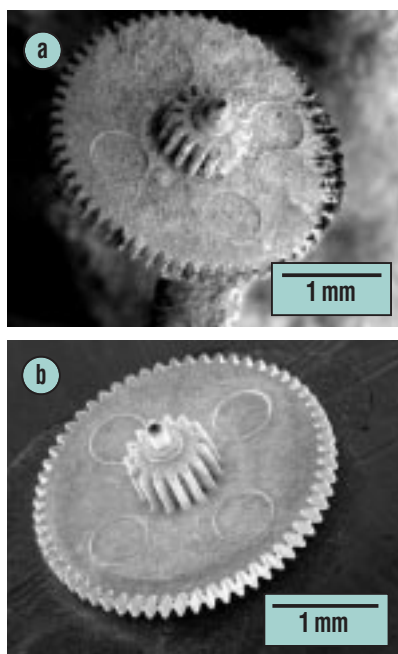


Abb. 3: Einfluss der Einbettmasse auf die Oberflächenrauheit abgegossener Zahnräder. a) kommerzielle Einbettmasse, b) modifizierte Einbettmasse; Gusswerkstoff: Goldbasislegierung.

der Gase erforderlich. In Gießversuchen konnte die Oberflächenrauheit gegossener Teile aus einer Goldbasislegierung durch Zugabe von feinskaligem  $\text{SiO}_2$ -Pulver zu einer kommerziellen Einbettmasse gemäß der ermittelten Rauheitskennwerte um die Hälfte reduziert werden. Abb. 3 zeigt das Ergebnis an REM-Aufnahmen zweier gegossener Zahnräder aus gleichen Modellen.

### Formgebung von Metallmikrostrukturen über die Galvanoformung

Bei Kunststoffformen aus isolierenden Kunststoffen (wie z.B. Polymethylmethacrylat PMMA, Polycarbonat PC, Polysulfon PSU, ...) muss vor der Galvanoformung eine leitfähige Oberfläche erzeugt werden, auf welcher der Start der Metallabscheidung erfolgt. Das kann u. a. durch Sputterbeschichtung oder Clusterabscheidung

realisiert werden. Als weitere Methoden stehen für die Startschichterzeugung andere PVD-Verfahren, die photochemische Metallisierung und die nasschemische Bekeimung (vorrangig für die stromlose Metallabscheidung) zur Verfügung [17].

### Beschichtungsverfahren an isolierenden Kunststoffformen

#### Sputterbeschichtung

Bei der Sputterbeschichtung werden Argon-Ionen auf ein Target (Metallplatte) beschleunigt, welche beim Aufprall Metallatome wegschleudern, die sich auf allen kälteren Oberflächen abscheiden. Die Abscheiderate liegt bei 0,1 bis 1 nm/sec. Höhere Raten verursachen einen höheren Wärmeeintrag in die Oberfläche. Die Kunststoffformen werden so mit einer ausreichend elektrisch leitenden, 10 bis 100 nm dünnen Startschicht versehen (siehe Abb. 4 oben). Vorrangig wird Gold als Schichtmaterial verwendet, da es den chemischen Bedingungen der Elektrolyte widersteht und keine Passivschichten an sauerstoffhaltiger Atmosphäre bildet [18].

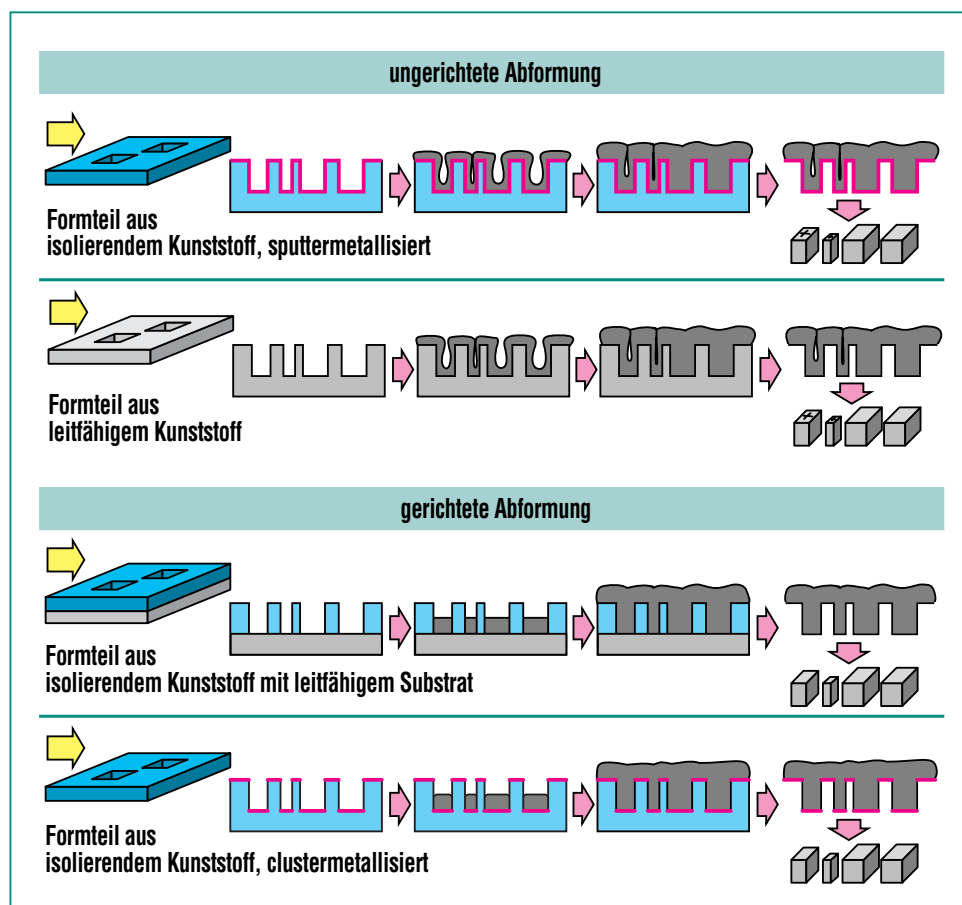
#### Clusterbeschichtung

Durch die gerichtete Abscheidung von Metall-Clustern (Partikel aus hundert bis zehntausend Atomen) kann eine leitfähige Oberflächenschicht primär auf dem Strukturgrund einer Kunststoffform erzeugt werden. Dies erlaubt nach Kontaktierung eine gerichtete galvanische Metallabscheidung oder eine Startbekeimung für die stromlose Metallabscheidung. In ersten Arbeiten wurden Silber-

cluster mit einer Schichtdicke von 30 nm und einer Abscheidegeschwindigkeit von 10 nm/s am Boden und an den Stirnflächen einer Kunststoff-Mikrostruktur abgeschieden, ohne dass die senkrechten Strukturseiten-(wand)-flächen mit Metall bedeckt wurden [19]<sup>2)</sup>. Nach Kontaktierung der zusammenhängenden, leitfähigen Fläche am Strukturboden wurde durch galvanische Abscheidung am Strukturboden beginnend die Kunststoffstrukturen bis zum Kontakt mit der Stirnfläche gleichmäßig aufgefüllt und danach mit einer zusammenhängenden Metallschicht überwachsen (siehe Abb. 4 unten).

In der Folge wurde nach einer Vereinfachung des Verfahrens gesucht, welche u. a. auch die Verwendung einer kommerziellen Clusterquelle ermöglicht. Hierzu wurden in Kooperation mit dem Freiburger Materialforschungszentrum (FMF) Untersuchungen vorgenommen, bei denen das in Freiburg entwickelte Energetic-Cluster-Impact (ECI)-Verfahren zur Metallisierung von Kunststoffformen verwendet wurde. Metallabscheidungen mittels des ECI-Verfahrens wurden bisher nur auf Keramik, Glas oder Metall vorgenommen. Die Beschichtung auf Kunststoffen (PMMA) sowie die anschließende Galvanoformung wurden im Rahmen dieser Kooperation erstmals untersucht.

Beim ECI-Verfahren wird ein Strahl aus Metallclustern mit variabler kinetischer Energie auf die zu beschichtende Unterlage beschleunigt. Die Cluster werden da-



**Abb. 4: Schema der verschiedenen Verfahren zur Galvanoformung in verlorenen Kunststoffformen.**

bei zunächst durch Zerstäuben des gewünschten Materials mit einer DC-Magnetron-Sputterkathode und anschließender Kondensation des entstandenen Metalldampfes in einer Ar-Atmosphäre erzeugt, wobei die Größe der Cluster durch verschiedene Parameter der Clusterquelle (wie Druck, Gasflussrate und Sputterleistung) gesteuert werden kann. Nach Ablenkung der ionisierten Cluster aus dem Strahl werden diese in einem elektrischen Feld auf Energien von bis zu 10 eV pro Atom im Cluster beschleunigt. Der Aufprall eines

solchen energiereichen Clusters ist vergleichbar dem eines Schneeballs, der mit Überschallgeschwindigkeit gegen eine Wand geworfen wird. Cluster- und Oberflächenmaterial werden stark komprimiert, Druck und Temperatur an der Aufschlagstelle steigen für extrem kurze Zeit (einige ps) stark an. Unter diesen extremen Bedingungen vermischen sich die auftreffenden Clustertome gut mit denen der Unterlage und es entstehen schon bei Raumtemperatur sehr glatte und auf der Unterlage gut haftende Schichten [20, 21]

<sup>2)</sup> Die Erzeugung der Silber-Cluster erfolgte unter Verwendung einer Ofenquelle (Eigenbau am Institut für Mikrostrukturtechnik) mittels Expansion durch eine Düse in ein Vakuum.



### Bewertung der Beschichtungsverfahren

Bezüglich der beiden vorgestellten Metallisierungsverfahren für Kunststoffformen zur Erzeugung von Galvanikstartschichten ergibt sich folgender Vergleich (Tab. 1). Über die Auswahl eines Verfahrens entscheiden im derzeitigen Entwicklungsstadium vorrangig das Aspektverhältnis der Mikrostruktur, die Anforderungen an die Startschicht, die Art der Galvanoformung (gerichtet oder ungerichtet) sowie die gestellten Anforderungen an das galvanisierte Bauteil.

### Parameter der Galvanoformung

In verlorene Kunststoffformen werden die Metalle Nickel (Struktur- und Formeinsatzherstellung [22]), Kupfer (Strukturherstellung), Gold (Absorberstrukturen für Röntgenmasken), die Legierungen NiFe, NiW und NiCo [23] galvanisch und Nickel-Phosphor (Ni(P)) außenstromlos (chemisch) abgeschieden [24, 17].

Die galvanische Metallabscheidung erfolgt im FZK sowohl in kleinvolumigen Versuchsanlagen als auch in Galvanikanlagen der

Firma HEGA. Als Elektrolyt für die Erzeugung von Bauteilen aus Nickel wird ein Borsäure haltiger Nickelsulfamat-Elektrolyt verwendet, der sich für die Mikrogalvanoformung als besonders geeignet erwiesen hat [7, 22]. Die Metallabscheidung wird in der Regel bei einer Stromdichte von  $1 \text{ A/dm}^2$  vorgenommen (Abscheidegeschwindigkeit =  $12 \text{ } \mu\text{m/h}$ ). Die Höhe der galvanisierten Schicht betrug für die clustermetallisierten Proben 100, 250 oder 500  $\mu\text{m}$ , bei anderen Proben können durchaus bis zu 1000  $\mu\text{m}$  galvanisiert werden. Um die Bedingungen

Kriterium	Clustermetallisierung	Sputtermetallisierung
<b>Metallisierung</b>	Strukturgrund bzw. Stirnfläche; Seitenwände bleiben frei → gerichtete Galvanoformung	vollflächig → ungerichtete Galvanoformung
<b>Aspektverhältnis</b>	unabhängig	begrenzt (bis max. 10)
<b>Metall</b>	Ag, Cu, Ti, Pd	Au, Cr, Ti, Ni, Cu
<b>Schichtdicke</b>	von 20 bis 100 nm	von 10 bis 100 nm
<b>Haftung</b>	sehr gut, unabhängig von der Schichtdicke	abhängig von Metall (Au, Ti, Cr sehr gut; Cu, Ni schlecht) abhängig von der Schichtdicke
<b>Temperatureintrag</b>	gering bezogen auf gesamte Form	hoch bezogen auf gesamte Form
<b>Kosten</b>	hoch bezogen auf die Anlagen und die Anzahl der Teile pro Zeit	mittel Kosten von Anlagen, Güte und Größe des Metalltargets abhängig
<b>Durchführung</b>	aufwendig, derzeit noch hoher apparativer Aufwand	einfach, geringer apparativer Aufwand
<b>Galvanoformung für einzeln stehende Metallstrukturen</b>	nur mit Verbindungssteg zur Kontaktierung	ja, Vereinzelung nach Bearbeitung der verbindenden Galvanikoberfläche

Tab. 1: Vergleich der Beschichtungsverfahren für Kunststoffformen.

gen bei der Mikrogalvanoformung in engen Grenzen konstant zu halten und somit eine fehlerfreie galvanische Abformung der Mikrostrukturen zu ermöglichen, ist eine intensive Kontrolle der Prozessparameter notwendig [18, 25].

Für die Herstellung vereinzelter Mikrobauteile erfolgt die gerichtete Auffüllung der Form mit Metall in der Regel zu ca. 70 % bezogen auf die Höhe der Kunststoffstruktur. Ist eine Nachbearbeitung der Galvanikoberfläche erlaubt oder gewünscht, kann die Strukturhöhe bis nahe 100 % aufgefüllt werden. Anschließend wird die Form nasschemisch aufgelöst und es verbleiben in Abhängigkeit vom vorgegebenen Strukturdesign ein oder mehrere metallische Mikrobauteile zur weiteren Verarbeitung. Aspektverhältnisse und Qualität (Steilheit/Rauhigkeit etc.) der Metallmikrobauteile orientieren sich dabei vor allem an der Güte und Werkstoffwahl der verlorenen Kunststoffformen. Die Galvanoformung von Mikrostrukturen mit Details im Submikrometerbereich ist gut möglich, da den Elektrolyten mit hoher Mikrostreufähigkeit entsprechende Netzmittel zugegeben werden.

#### Untersuchungen an sputtermetallisierten Proben

Durch Sputtern wurden Teststrukturen aus PMMA mit Aspektverhältnissen (AV) um 5 allseitig beschichtet. Höhere AV (bis 10) sind möglich, wenn die Sputterparameter Leistung, Abstand und Zeit angepasst werden. Im Sinne einer präzisen galvanischen Abformung der Kunststoffformen sind

die Sputterschichten möglichst dünn zu halten. Zur Erzeugung einer ausreichend leitfähigen Schicht reicht bereits eine Schichtdicke um 10 nm aus. Die senkrechten Wände innerhalb der Strukturen werden dabei ebenfalls beschichtet, so dass auch dort ein galvanischer Niederschlag erfolgt. Die als Galvanik-Startschichten üblicherweise verwendeten Goldschichten verbleiben nach der Galvanoformung aufgrund der hohen Haftung zwischen Nickel und Gold vollständig auf dem Nickelniederschlag (Abb. 5).

#### Untersuchungen an ECI-metallisierten Kunststoffformen

Die mittels ECI-Verfahren metallisierten Kunststoffformen aus PMMA erlauben eine gerichtete galvanische Metallabscheidung. In zunächst durchgeführten Versuchen an unstrukturierten Substraten aus PMMA (ohne Mikrostruktur) wurde festgestellt, dass eine Clusterschichtdicke von 30 nm bei den untersuchten Metallen Titan, Kupfer und Silber als Startschicht für die Galvanik ausreichend ist. Die Metallisierung startet auf diesen Schichten gleichmäßig und homogen (siehe Abb. 6). Bei der Trennung des Substrats von der galvanisierten Schicht (durch Abheben oder nasschemisches Auflösen des PMMA) wurde beobachtet, dass die Silber- bzw. Kupfermetallisierung auf der Nickelschicht verbleibt, während die Titanmetallisierung auf dem PMMA-Substrat haftet.

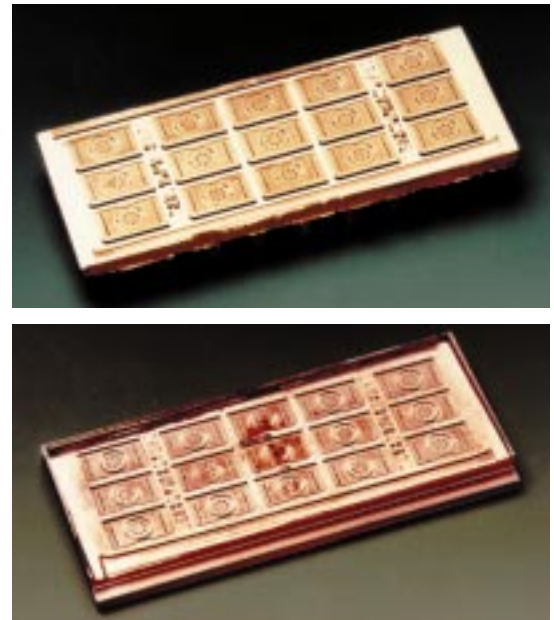


Abb. 5: Au-Sputterschicht auf einer PMMA-Form (oben) und resultierende Ni-Abformung (unten).

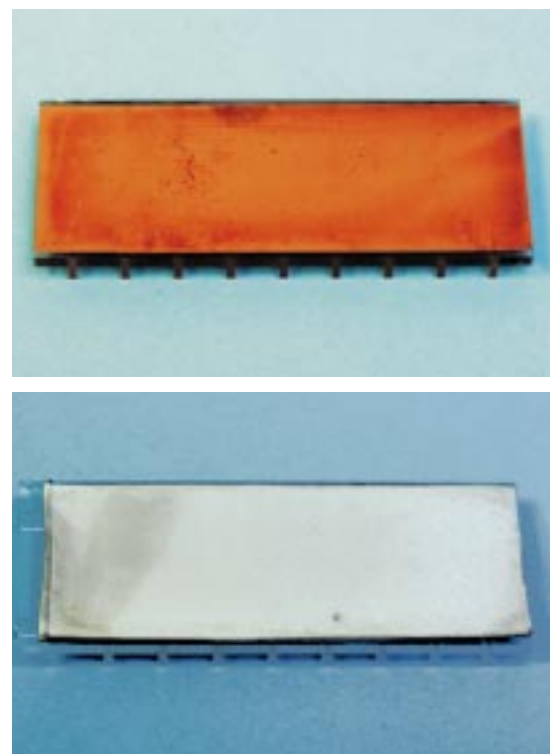


Abb. 6: Oben: Clustermetallisiertes Kunststoffbauteil aus PMMA (Cu, 60 nm), unten: nach der Nickel-Galvanoformung (250 µm).

Bei der Galvanoformung in Kunststoffmikrostrukturen mit kleinen lateralen Abmessungen ( $\leq 100 \mu\text{m}$ ) und einem Aspektverhältnis von  $\geq 10$  startet die galvanische Metallabscheidung im Strukturgrund nicht. Bei galvanisch abgeschiedenen Nickelschichten  $\geq 250 \mu\text{m}$  ist eine Metallisierung der Seitenwände und eine deutliche Durchbiegung der PMMA-Substrate nach der Galvanoformung zu erkennen. Clusterschichten, die sich an den Strukturstirnflächen befinden, lösen sich zum Teil schon vor der Galvanoformung beim Temperaturengleich der PMMA-Form mit dem Nickelelektrolyten ab. Die lokal schlechtere Haftung der Schichten an der Strukturoberseite ist Folge der bei der Clusterbeschichtung entstehenden Raumlagerung an der Stirnfläche der Kunststoffstrukturen, die nur schlecht abfließt. Die Metallisierung der Seitenwände wird auf den nicht ganz senkrechten Aufprall der Metallcluster bei der Beschichtung sowie die leicht angeschrägten Seitenwände der verwendeten Kunststoffformen (Winkel  $< 5^\circ$ ) zurückgeführt. Deshalb wird eine weitere Modifizierung des Beschichtungsverfahrens angestrebt. Die Galvanoformung in clustermetallisierte mikrostrukturierte Kunststoffformen befindet sich derzeit in einer ausführlichen Erprobungsphase. Nach der Optimierung bisher noch kritischer Parameter sollte über diesen Weg eine Verfahrenskombination zur Verfügung stehen, die die Herstellung von zusammenhängenden Bauteilen auch mit hohen Aspektverhältnissen ermöglicht. Für den Einsatz in der Fertigung muss jedoch die Clustertechnologie in ein einfaches industrietaugliches Verfahren überführt werden.

### Galvanoformung in Kunststoffformen aus dem Einlegespritzgießen

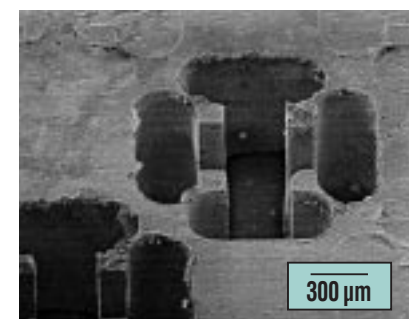
Allseitig leitfähige Kunststoffteile erlauben zwar eine präzise galvanische Auffüllung von Mikrostrukturen, bei Aspektverhältnissen größer 5 wachsen aber enge Mikrostrukturen als Folge der dichteren elektrischen Feldlinienverteilung bevorzugt an den Kanten zu, bevor die Kavitäten dieser Strukturen vollständig gefüllt sind. Deshalb wurden am FZK Kunststoffformen durch Einlegespritzgießen hergestellt, welche prinzipiell eine gerichtete, vollständige Galvanoformung von der Substratoberfläche aus gestatten (Abb. 7). Dabei ist eine Anpassung der maximalen Startstromdichte an die unterschiedliche Leitfähigkeit der Substratoberflächen notwendig, da diese deutlich unter der auf metallischen bzw. metallisierten Schichten liegt. So beträgt der Oberflächenwiderstand bei mit Kohlefasern gefülltem Polyamid PA um  $10^2 \text{ Ohm}$ , bei Polyetheretherketon PEEK sogar um  $10^3 \text{ Ohm}$ . Solche niedrigen Leitfähigkeiten werden durch die nicht homogene Verteilung der Kohlenstofffasern, wie im Beispiel PEEK, verursacht und bedingen bei nicht angepasster Startstromdichte eine unvollständige Abformung. Eine reduzierte Startstromdichte von  $0,1 \text{ A/dm}^2$  bewirkt bei den PA-Typen eine gleichmäßige Beschichtung (Abb. 8). Die Keimbildung an den Fasern führt auch bei kompakten Schichten zu einer körnigen Oberflächenstruktur. Fasern an der Oberfläche werden im Metallniederschlag

eingebaut und beim Auflösen der Kunststoffformen nicht entfernt.

Die Nickel-Galvanoformung in den verlorenen Kunststoffformen, die durch Einlegespritzgießen mit isolierenden, 1 mm hohen POM-Mikrostrukturen gefertigt wurden, erfolgte bis zur vollständigen Auffüllung. Spalte mit  $25 \mu\text{m}$  Breite bedeuten  $\text{AV} = 40$  bei 1 mm Strukturhöhe (Abb. 8). Auch kleinere Strukturen, die bei der Herstellung des Einlegeteiles zustande kommen, werden bei der Galvanoformung



**Abb. 7: Gleichmäßige Nickel-Galvanoformung (Dicke  $48 \mu\text{m}$ ) auf PA12, mit Leitruß gefüllt. Die Kunststoffmikrostrukturen aus isolierendem POM weisen eine Strukturbreite von ca.  $280 \mu\text{m}$  auf.**



**Abb. 8: REM-Aufnahme einer galvanisierten Mikrostruktur aus Nickel. Minimale Stegbreite in Metall  $30 \mu\text{m}$ ; Grabenbreite ca.  $280 \mu\text{m}$ , Grabentiefe  $1000 \mu\text{m}$ .**

präzise in Nickel abgebildet. Die galvanische Abscheidung auf leitfähigen Kunststoffen ist stark abhängig von den verwendeten Füllstoffen, deren Struktur und Mengenanteil in den Formen. Daher wird zur Zeit das Abscheideverhalten verschiedener Kunststoffformen zu Beginn der Metallabscheidung (bis 12 µm Schichtdicke) untersucht, um die optimalen Startparameter und die Qualität des weiteren Auffüllverhaltens bis hin zur Formeinsatzschichtdicke (5-6 mm) zu ermitteln.

### Vergleich der Formgebungsverfahren für Mikroteile aus Metall

Zur Herstellung von gewöhnlichen Metallteilen können in Verbindung mit Formen oder Modellen aus organischen Werkstoffen beispielsweise die Galvanoformung oder die Gießtechnik eingesetzt werden. Vergleichbares wird auch für die Mikrotechnik entwickelt. Mit der Galvanoformung steht ein hochpräzises Abformverfahren für die Herstellung von Mikroteilen aus reinen Metal-

len Ni, Cu, Au oder einfachen, meist binären Legierungen NiCo, NiFe zur Verfügung. Mit der Entwicklung des Verfahrens Mikroguss soll die große Palette der schmelzbaren Metalllegierungen für die Mikrotechnik erschlossen werden.

In den Tabellen 2 bis 4 ist zusammenfassend sowohl ein einfacher Vergleich für die beiden Mikrofertigungstechniken, die verlorene Kunststoffformen verwenden, als auch für die mit diesen Verfahren herstellbaren metallischen Mikro-

Kunststoffform	Galvanoformung		Mikroguss
	isolierend + beschichtet	partiell leitfähig	isolierend
Stückzahl	mittel bis groß	mittel bis groß	klein bis mittel
Abbildungsgenauigkeit	Submikrometer	Submikrometer	einige Mikrometer
Automatisierbarkeit	gut erreicht	erreichbar	gering
Zykluszeit	groß	mittel bis groß	(Einzelfertigung)
Geometriefreiheitsgrad	gering	mittel	groß

Tab. 2: Vergleich der Fertigungsverfahren für Mikroteile aus Metall unter Einsatz spritzgegossener Kunststoffformen.

Kunststoffform	Galvanoformung		Mikroguss
	isolierend + beschichtet	partiell leitfähig	isolierend
min. Strukturbreite	10 µm	10 µm	20 µm
max. Strukturhöhe	1 mm	1 mm	> 120 µm
max. Aspektverhältnis	5 (10)	40	ca. 60
Rautiefe $R_t / R_z^*$	0,3 µm	0,3 µm	< 5 µm
Mittenrauwert $R_a^*$	0,1 µm	0,1 µm	< 0,8 µm
vereinzelte Mikrobauteile	bedingt	ja	ja

Tab. 3: Vergleich der geometrischen Bauteileigenschaften von Metallmikrostrukturen (\*abhängig von Kunststoffart und Qualität des Formeinsatzes beim Spritzgießen).

	Galvanoformung	Mikroguss
Werkstoff	Nickel	Gold-Legierung
Dichte	8,9 (makro)	13,9 (makro)
Korngröße	2-10 µm (mikro)	20-50 µm (mikro)
Biegefestigkeit		R <sub>m</sub> = 890 MPa (makro)
Zugfestigkeit		R <sub>m</sub> = 624 MPa (mikro) R <sub>p0,2</sub> = 450 MPa (mikro)
Härte	~ 250 HV (makro)	275 HV5 (makro) 270-350 HV 0,025
Bruchdehnung	10-35 % (makro)	6 % (makro)

Tab. 4: Vergleich der bauteilspezifischen Werkstoffeigenschaften, ermittelt an Millimeter- („makro“) und Mikroprobekörpern („mikro“: 200 x 200 µm<sup>2</sup>).

bauteile in Hinblick auf den derzeitigen Entwicklungsstand aufgeführt.

### Danksagung

Für die Mitarbeit an der Realisierung der vorgestellten Arbeiten und die Diskussion der Ergebnisse danken die Autoren allen betei-

ligten Kollegen, besonders den Herren Prof. H. Haberland (FMF), O. Rusu (FMF), Dr. K. Bade (IMT) sowie B. Kloppe, J. Lorenz, K. Müller, C. Nold und Dr. E. Oskotski (alle IMF III). Für die Förderung der Arbeiten bedanken wir uns bei der FZK-Programmleitung MIKRO sowie der DFG (Sonderforschungsbereich SFB 499, Mikro-

Urformen, in Kooperation mit der Universität Karlsruhe, und Schwerpunktprogramm SPP 1012, Mikro-mechanische Produktionstechnik).

### Literatur

- [1] J. Fahrenberg, *Galvanotechnik*, 90 (1999) S. 1107-1109
- [2] <http://www.fzk.de/pmt/>
- [3] R. Ruprecht, T. Gietzelt, M. Guttman, T. Hanemann, M. Hecke, K. Müller, V. Piotter, *FZKA-Bericht 6423*, Forschungszentrum Karlsruhe, (März 2000), S. 31-36.
- [4] H. Dittrich, T. Hanemann, M. Hecke, K. Müller, V. Piotter, R. Ruprecht, M. Worgull, *in dieser Ausgabe der Nachrichten*.
- [5] A. Both, W. Becker, M. Hecke, R. Ruprecht, *FZKA-Bericht 5071*, Forschungszentrum Karlsruhe (1995).
- [6] T. Schaller, L. Bohn, D. Scherhauser, K. Schubert, *ASPE 13th Annual Meeting, 1998 Proceedings Vol. 18 (1998)*, S. 108-111
- [7] W. Bacher, K. Bade, B. Matthis, M. Saumer, R. Schwarz, *Microsystems Technologies*, 4 (1998), S. 117-119
- [8] W. Pfleging, V. Piotter, T. Hanemann, *Proc. European Conference on Laser Treatment on Materials, Hannover (1998)*
- [9] J. Mohr, J. Göttert, A. Müller, P. Ruther, K. Wengeling, *SPIE vol.3008 (1997) S. 273-278*
- [10] H. Lorenz, *SKZ-Tagung, Würzburg, 21. + 22.09.2000, Beitrag 6 im Tagungsband*
- [11] H. Weule, J. Schmidt, J. Elsner, V. Hüntrup, H. Tritschler, *Proc. HARMST Conference (2001), will be published in J. Microsystem Technologies*
- [12] V. Piotter, J. Haußelt, J. Konys, R. Ruprecht, *Proc. MICRO System Technologies '96, Potsdam (1996), S.193-198*
- [13] R. Ruprecht, T. Benzler, J. Konys, K. Müller, V. Piotter, A. Thies, H. Wöllmer, J. Haußelt, *Jahrbuch Oberflächentechnik 1998; Band 54; Hüthig Verlag Heidelberg (1998), S. 83-92*
- [14] R. Ruprecht, V. Piotter, *Jahrbuch Oberflächentechnik 1999; Band 55; Hüthig Verlag Heidelberg (1999), S. 95-108*

- 
- [15] G. Baumeister, S. Rath, R. Ruprecht, J. Haußelt, in <http://www.materialsweek.org>
- [16] H. Wöllmer, *Dissertation Uni Freiburg (1999)*
- [17] M. Guttman, K. Bade, J. Fahrenberg, M. Kautt, *Interner Bericht, Forschungszentrum Karlsruhe, (Februar 2000)*
- [18] G. Schanz, E. Walch, M. Guttman, C. Nold, J. Konys, *Interner Bericht, Forschungszentrum Karlsruhe, (April 2001)*
- [19] A. Thies, V. Piötter, J. H. Hausselt, O. F. Hagena, *Microsystem Technology, 4 (1998), S. 110-112*
- [20] H. Haberland, M. Moseler, Y. Qiang, O. Rattunde, T. Reiners, Y. Thurner, *Surf. Rev. Let. 3 (1996), S. 887-890*
- [21] G. Kleer, E. Schäffer, M. Bodmann, J. Kraft, Y. Qiang, H. Haberland, *Mat.-wiss. und Werkstofftechnik, 29 (1998) S. 545-554.*
- [22] K. Bade, *Galvanotechnik, 90 (1999), S. 801-808*
- [23] K. Bade, M. Guttman, *Jahrbuch Oberflächentechnik (Hrsg. A. Zielonka), Giesel-Verlag, Isernhagen, Band 57 (2001), S. 103-120*
- [24] M. Guttman, E. Walch, G. Schanz, J. Konys, *Teil 1: Metalloberfläche 54, Heft 11 (2000), S. 16-28, Teil 2: Metalloberfläche 55, Heft 1 (2001), S. 34-36*
- [25] K. Bade, A. Fath, W. Leskopf, *Metalloberfläche 53, Heft 9 (1999), S. 34-38*
- [26] R. Knitter, D. Göhring, P. Risthaus, *in dieser Ausgabe der Nachrichten*

# Mikromaterialbearbeitung durch spanabhebende und lasergestützte Verfahren

W. Pflöging, IMF; Th. Schaller, IMVT

## Einleitung

Ein Werk aus dem vollen Material herauszuarbeiten, ist eine der ältesten Bearbeitungstechniken überhaupt. Ein Künstler „sieht“ seine Skulptur bereits im rohen Marmor- oder Holzblock: Er muss sie „nur“ noch herausarbeiten. Mit Meißel oder Schnitzmesser entfernt er unter Einsatz seines handwerklichen Geschicks alles überflüssige Material. Ein Schlag zuviel, ein Schnitt an der falschen Stelle, schon war seine Mühe vergeblich. Doch walten Sorgfalt und Können, wird am Ende das Werk den Meister loben. Wenn heute die Späne fliegen, ist die Technik moderner und schneller, am Grundprinzip hat sich aber nichts geändert: Das Werkstück entsteht „virtuell“ als CAD-Modell am Computer, und mit Hilfe von CNC-Bearbeitungszentren wird das Werkstück aus einem (Metall-) Block herausgearbeitet. Die heutige Fertigungstechnik lässt der Kunst meist wenig Raum im Produktionsalltag, doch braucht man immer noch ein profundes Wissen um Werkstoffe, Werkzeuge und Bearbeitungstechniken, damit sich die Ergebnisse sehen lassen können. Dies gilt auch und gerade für die mit bloßem Auge kaum mehr wahrnehmbaren Mikrostrukturen, die mit haarfeinen Werkzeugen „aus dem Vollen“ herausgearbeitet werden. Und bewegt man sich an den Grenzen des technisch Machbaren, kann man der spanabhebenden Bearbeitung dann doch wieder künstlerische Aspekte zuschreiben. Im Gegensatz zur mechanischen Bearbeitung, wo Werkzeug und Material in direktem Kontakt stehen, ist die Lasermaterialbearbei-

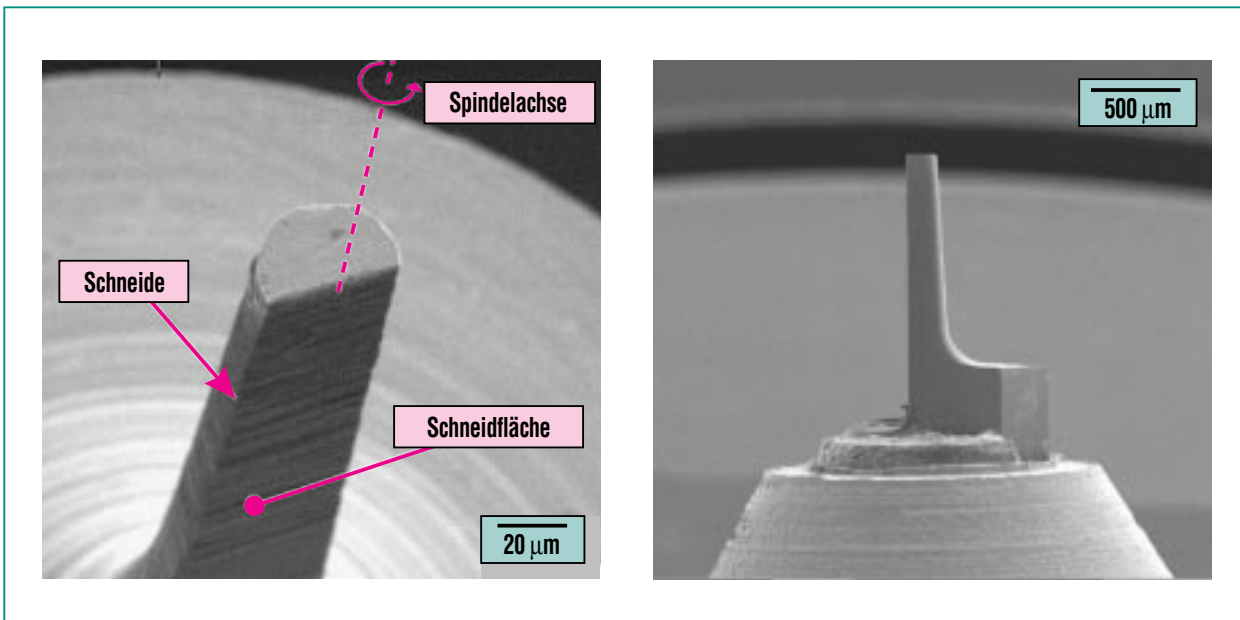
tung berührungslos und daher „verschleißfrei“. Die Dimension der Bearbeitungswerkzeuge ist vergleichbar, wenn man Laserfokusdurchmesser und Fräs Werkzeug betrachtet. Allerdings ist die Auswahl des Werkzeugs „Laser“, mehr noch als bei der mikromechanischen Bearbeitung, von vielen werkstoffspezifischen Faktoren abhängig. Für den Anwender kommt es darauf an, beide Werkzeuge sinnvoll und auf das Strukturierungsproblem angepasst, evtl. auch kombiniert mit anderen Technologien, einzusetzen.

## Mikrobearbeitung durch spanabhebende Verfahren

### Werkzeuge und Werkstoffe

In der Mikrobearbeitung werden Werkzeuge vor allem aus Hartmetall und Diamant eingesetzt. Aufgrund der Korngröße im Bereich einiger Mikrometer, neuerdings auch im Submikrometerbereich, besitzen Hartmetallschneiden bei weitem nicht die Qualität und die Schärfe von monokristallinen Diamantschneiden, bei denen um Größenordnungen kleinere Verrundungen erreicht werden können. Die Schärfe und Schartigkeit der Schneiden wirkt sich unmittelbar auf die erzielbare Oberflächengüte der Strukturen aus. *Hartmetallwerkzeuge* sind als Schaft- und Radiusfräser bis zu Durchmessern von minimal 100 µm marktgängig und werden wie ihre „großen Brüder“ mit den üblichen Hartstoffbeschichtungen angeboten. Die Verwendung noch kleinerer Werkzeuge ist auf-

grund der geringen mechanischen Stabilität nur im Einzelfall sinnvoll. Im Institut für Mikroverfahrenstechnik (IMVT) gelang die Herstellung von (Einschneiden-) Schaftfräsern mit Durchmessern unter 50 µm (Abb. 1, links); mit diesen Fräsern wurden Nuten bis zu einer minimalen Breite von 37 µm in Messing gefräst. Profilwerkzeuge können aus Wendeschneidplatten geschliffen oder auf Kundenwunsch individuell gefertigt werden. Durch die massive Gestalt eines Profilwerkzeuges lassen sich Schnittbreiten deutlich unter 100 µm realisieren. *Diamantwerkzeuge* sind im allgemeinen Werkstatteinsatz weniger verbreitet; besonders Mikrowerkzeuge sind, zumal in Dimensionen unter 0,5 mm, sehr empfindlich. Als Sonderanfertigung sind Einschneiden-Schaftfräser mit einem minimalen Durchmesser von 200 µm von spezialisierten Schleifereien lieferbar (Abb. 1, rechts). Anfang 2002 wurden sogar erste Diamantwerkzeuge für 100 µm Schnittbreite erfolgreich getestet. Für noch kleinere Strukturen muss man auch bei der Diamantbearbeitung auf Profilwerkzeuge zurückgreifen: Die kleinsten im IMVT eingesetzten Werkzeuge besitzen als Rechteckwerkzeuge eine Schnittbreite von 40 µm bzw. als V-Nutenfräser einen Spitzenwinkel von 15° bei Spitzenbreiten unter 10 µm. Hartmetallbohrer sind Standardwerkzeuge bis zu einem minimalen Durchmesser von 50 µm, und am unteren Ende der Skala stehen HSS-Bohrer mit 30 µm Durchmesser. Zu beachten ist, dass mit kleiner werdenden Durchmessern das Risiko eines Werkzeugbruchs stark steigt und der werk-



**Abb. 1: Einschneiden-Schafffräser aus Hartmetall (links) für 50 µm Schnittbreite, und aus monokristallinem Naturdiamant (rechts) für 200 µm Schnittbreite.**

stoffabhängigen Wahl der Bearbeitungsparameter eine entscheidende Bedeutung zukommt. Für reproduzierbare Ergebnisse kommt man zum Beispiel um CNC-Bohrzyklen und geeignete Zentrierungsmaßnahmen nicht mehr herum. Außer den lateralen Abmessungen von Mikrowerkzeugen ist auch das erreichbare Aspektverhältnis wesentlich. Grundsätzlich sollte man aus Stabilitätsgründen nie längere Werkzeuge einsetzen, als zur Strukturierung unbedingt nötig ist. Radiusfräser sind meist auf ein Aspektverhältnis nur knapp über 1 ausgelegt, mit Schafffräsern erzielt man gute Ergebnisse für Aspektverhältnisse bis 5, Profilfräser erlauben die Fertigung noch schlanker Strukturen bis Aspektverhältnis 10, und mit Bohrern sind Einzellöcher in noch größerem Aspektverhältnis herzustellen. Die Wahl der Werkzeuge und die Größe der damit zu er-

zeugenden Strukturen hängen ganz wesentlich vom zu bearbeitenden *Werkstoff* ab. Kupfer, Aluminium und Messing sowie Polymere wie PMMA und PC lassen sich ausgezeichnet und in bester Qualität mit Diamantwerkzeugen mikrostrukturieren. Deren Vorteile (hohe Standzeit, hohe Oberflächengüte und weitgehende Gratfreiheit der Strukturen) werden allerdings erkauft mit einer eingeschränkten Palette der bearbeitbaren Materialien; insbesondere betrifft dies den wichtigsten und beliebtesten Konstruktions- und Strukturwerkstoff: Stahl. Aufgrund der bei lokal hohen Schneidentemperaturen auftretenden Kohlenstoffdiffusion aus dem Diamant in den Stahl ist zur Bearbeitung von Stählen Diamant nur in Ausnahmefällen geeignet; hier muss auf Hartmetallwerkzeuge zurückgegriffen werden.

### *Bearbeitungsverfahren und Strukturen*

Im Zusammenhang mit der Mikrobearbeitung soll nur auf Verfahren eingegangen werden, die eine präzise Kontrolle der Bahnbewegungen des Werkzeugs und bearbeitungsrelevanter Parameter wie Drehzahl, Vorschübe und Zustellungen erlauben. Vor allem bei komplexen Strukturen in der Fräsbearbeitung werden die Bahnbewegungen durch CAD/CAM-Tools generiert; diese Vorgehensweise entspricht der in der „Makrowelt“ gängigen Praxis. Im Folgenden sollen nur folgende spannende Fertigungsverfahren mit geometrisch bestimmten Schneiden betrachtet werden: Bohren, Drehen, Fräsen und Hobeln/Stoßen/Räumen, wobei sich die Betrachtung an den realisierbaren Mikrostrukturen orientiert. Beim *Bohren* ist die erzielbare Strukturvielfalt am stärksten einge-



schränkt, und die Qualität einer Bohrung zeigt sich in der Rundheit, der Geradheit und der Wandrauheit. Es zeigte sich, dass tiefe Einzelbohrungen in die meisten gängigen Werkstoffe einzubringen sind, wenn auch die Standzeit des Bohrers nach wenigen Bohrungen erreicht sein kann. Selbst exotische Werkstoffe wie  $\text{CaF}_2$  wurden bearbeitet; dazu war allerdings die Ermittlung spezieller Parameter nötig. Sofern es die Lochgeometrie zulässt, ist für hohe Präzisionsanforderungen (Abmessungen und Formtoleranzen besser als  $5 \mu\text{m}$ ) das Fräsen dem Bohren vorzuziehen; für konische Löcher oder speziell geformte Lochränder ist die Bearbeitung durch Fräsen unabdingbar. Weit- aus variabler ist das *Drehen* rotationssymmetrischer Strukturen. Im IMVT wird es vorwiegend als Einstechdrehen zur Herstellung mikrostrukturierter Folienbänder für Apparate der Mikroverfahrentechnik eingesetzt. Außerhalb des Forschungszentrums wird das Drehen in der Mikrotechnik bevorzugt im Ultrapräzisionsbereich als „Single Point Diamond Turning“ eingesetzt [1], mit denen in optischer Qualität gekrümmte Oberflächen herausgearbeitet werden können. In neueren Entwicklungen konnte gezeigt werden, dass auch die Stahlbearbeitung mit Diamant möglich ist, wenn das Werkzeug durch Ultraschall angeregt eine lineare oder elliptische Schwingung kleiner Amplitude ausführt [2]. Beim *Fräsen* werden Schaft- und Radiusfräser verwendet. Durch den Einsatz von 5-Achs-Bearbeitungszentren ist die größte Strukturvielfalt zu erzielen bis hin zu Freiformflächen und 5-Seiten Bearbeitung. Es zeigte

sich, dass beim Mikrofräsen mit den verfügbaren Maschinen ohne weiteres in den Mikrometerbereich vorgestoßen werden kann, sofern alle Randbedingungen von der Vorbereitung des Werkstücks und der Wahl der geeigneten Werkzeuge über eine geeignete Bearbeitungsstrategie und angepasste Bearbeitungsparameter bis zu gewissenhaften, fertigungsbegleitenden Kontrollen stimmen. Das Gros der Arbeiten betrifft das *Konturfräsen* ein- oder mehrstufiger ebener Strukturen, also beliebig geformte Zapfen oder Taschen, Stege oder Nuten. Die minimalen Taschen- oder Nutbreiten sind dabei durch den Fräserdurchmesser vorgegeben, ebenso die Innenradien von Taschenecken. Die minimalen Zapfendurchmesser und Stegbreiten liegen werkstoffabhängig zwischen  $20\text{-}50 \mu\text{m}$ . Die erreichbaren Strukturhöhen sind zumeist begrenzt durch die Länge der eingesetzten Fräser. Auf der absoluten Skala reichen die realisierten Strukturhöhen von  $20 \mu\text{m}$  bis zu mehreren Millimetern. Mit Radiusfräsern können Freiformflächen ausgeführt werden. In mehreren Schrupp- und Schlichtschritten wird die gewünschte Struktur Schicht um Schicht aus dem Material herausgearbeitet. Anhand von Teststrukturen wurde nachgewiesen, dass Formfehler besser als  $5 \mu\text{m}$  ohne weiteres erreicht werden können. Profilwerkzeuge sind neben dem Drehen auch zum *Hobeln*, *Stoßen* und *Räumen* einzusetzen. Die Bedeutung dieser Verfahren mit linearer oder zirkularer Kinematik ist aber aufgrund der eingeschränkten Strukturvielfalt in der Mikrobearbeitung gering. Eine Weiterentwicklung stellt

das CNC-Hobeln dar. Abschließend ein Wort zur Gratbildung, die ein generelles Problem der spanenden Bearbeitung ist. Grate sind nicht nur aus optischen Gründen unerwünscht, sie können bei Abformwerkzeugen auch die Abformung, insbesondere bei der Entformung, erheblich erschweren. Die Bildung von Graten kann durch die Verwendung von Diamantwerkzeugen bei vielen Werkstoffen vermieden werden, oder die Grate werden in einem Nachbearbeitungsschritt mechanisch entfernt. Für den verzugsarm bis über 53 HRC härtbaren martensitischen Stahl (X2 NiCoMo 18 9 5) wurde ein Verfahren zur elektrochemischen Entgratung entwickelt, das keine nachteiligen Auswirkungen auf die Mikrostrukturen und Kantenverrundungen zeigt und zudem zu einer Glättung der Oberfläche führt: Mit Rauwerten um  $200 \text{ nm } (R_a)$  und Kantenverrundungen von wenigen Mikrometern sind die gefertigten Mikrostrukturen aus gehärtetem Stahl bei deutlich größerer Verschleißfestigkeit in Abmessungen und Strukturqualität durchaus mit diamantgefrästen Strukturen aus Messing vergleichbar.

### *Neue Wege in der spanabhebenden Bearbeitung*

Verfahrensentwicklungen eröffnen neue Möglichkeiten in der Strukturgestaltung. Beispiele für gemeinhin als spanabhebend nicht zugänglich betrachtete Strukturen sind gekrümmte Nuten mit Breiten kleiner als die verfügbaren Schaft- und Radiusfräserdurchmesser oder Taschen mit

scharfen Innenecken. Die Entwicklung des CNC-Hobelns bietet Lösungen für diese Probleme: Auf einem CNC-Bearbeitungszentrum werden Spindel und Fräser durch eine Vorrichtung ersetzt, mit der die Schneide eines Profilwerkzeugs um 360° gedreht werden kann. Zur Strukturierung wird dieses Werkzeug durch Bewegung der Tischachsen über das Werkstück geführt. Die Spanabnahme erfolgt wie beim Hobeln, sie ist allerdings nicht auf eine lineare Bewegung beschränkt; zur Bearbeitung gekrümmter Nuten wird die Werkzeugschneide in die aktuelle Schnittrichtung ausgerichtet [3]. Damit sind fast alle Bahnbewegungen wie beim Fräsen, mit der Besonderheit möglich, dass Nutenden und Tassenecken nicht wie durch ein rotierendes Werkzeug verrundet werden, sondern scharfkantig enden können (Abb. 2). Die mechanische Mikrobearbeitung ermöglicht die Fertigung von Prototypen für Machbarkeitsuntersuchungen, stellt aber vor allem mit der Bearbeitung von Formeinsätzen den Ausgangspunkt einer mikrotechnischen Massenfertigung von Abformteilen dar. Ein weiterer Nutzen ist die Kombination mit

anderen Mikrostrukturierungsverfahren, z.B. in der Bereitstellung gestufter Substrate für einen nachfolgenden LIGA-Prozess [4]. Die Kombination mechanischer Bearbeitung mit Laserschweißen wird durch ein neues CNC-Bearbeitungszentrum mit integriertem Schweißlaser neue Impulse erhalten: Auf dieser Anlage wird es möglich sein, 3D-Schweißnähte auszuführen, beispielsweise zur Montage von Apparaten für die Mikroverfahrenstechnik.

### Mikrobearbeitung durch lasergestützte Verfahren

#### Strahlquellen – Materialien – Prozesse

Wesentliche Kenngrößen für ein durch Laserstrahlung zu strukturierendes Bauteil sind: Aspektverhältnis, Struktur- und Stegbreite, Oberflächenrauwerte und die Materialkennwerte wie Wärmeleitfähigkeit, Wärmekapazität und Bindungsenergien bzw. -arten. Die Kenntnis dieser Daten ist erforderlich, bevor man für die Strukturierung eine passende Laserstrahlwellenlänge auswählen kann. Die Wellenlänge bestimmt

nämlich die Strukturauflösung und die Energieabsorption im Material. Pauschal kann man sagen: Je kleiner die Wellenlänge, desto kleiner die Strukturabmessungen. Für die Absorption im Material verhält es sich nicht so einfach. Dort gilt im Allgemeinen: Hohe Absorption im IR und im UV; kleine Absorption im Sichtbaren und NIR. Ein weiterer wichtiger Laserparameter ist die zeitliche Länge des Laserpulses. Man hat im gepulsten Laserbetrieb Laserpulsbreiten vom ms-Bereich bis hinunter in den fs-Bereich ( $10^{-15}$  s). Die Pulsbreite bestimmt den thermischen Eintrag der Laserstrahlung in das Material. Auch hier kann man vereinfacht feststellen: Je kürzer der Laserpuls, desto geringer ist die thermische Belastung des Materials. Ein weiterer wichtiger Laserparameter ist die Laserenergiedichte. Dieser Parameter bestimmt die Abtragate: Je höher die Energiedichte, desto höher die Abtragate. Nach Auswahl der Laserparameter wird der Anwender die dazu passende Bearbeitungsanlage auswählen. Die wichtigsten Verfahren für die Mikrobearbeitung sind das Laserstrahlschneiden, -schweißen, -bohren und der Formabtrag. Am

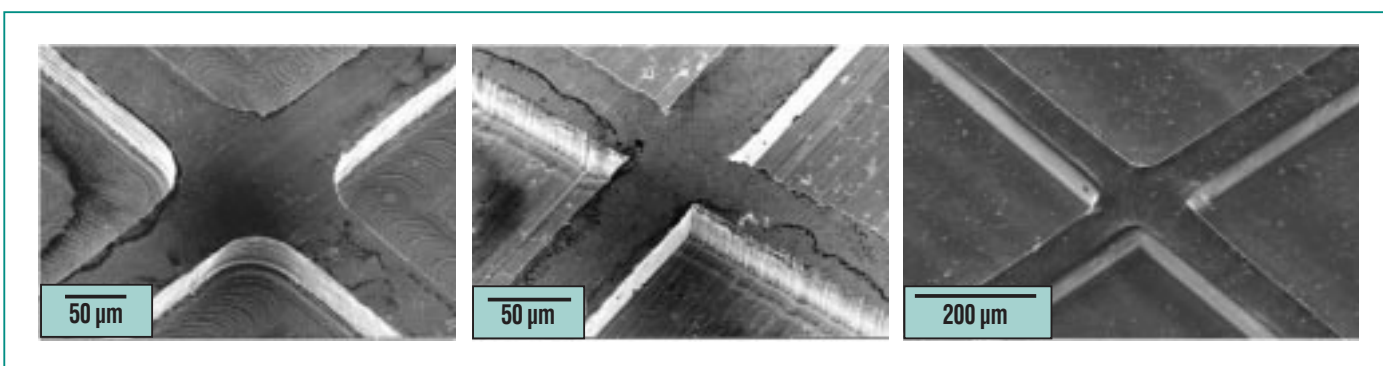


Abb. 2: Radien von Innenecken an Stegkreuzungen im Vergleich: (von links nach rechts) gefräst in Messing, gehobelt in Messing, gehobelt in Stahl und elektroliert.

IMF-I werden für die Strukturierungsaufgaben in der Mikro-technik unterschiedliche Laserstrahlquellen eingesetzt: CO<sub>2</sub>-, Nd:YAG- und Excimer-Laser. Beim CO<sub>2</sub>-Laser kann man bei den erzielbaren Strukturgrößen i.A. nicht mehr von Mikro-technik sprechen, dennoch kann er innerhalb der Mikrosystemtechnik zum großflächigen Bohren, Schweißen oder Schneiden von Kunststoffen eingesetzt werden. Mit Nd:YAG-Lasern (1064 nm, 532 nm) sind Strukturabmessungen von 10-30 µm und Abtragtiefen im mm-Bereich möglich. Typischerweise werden Metalle und gesinterte Keramiken strukturiert. Den Nd:YAG-Laser kann man mit unterschiedlichen Wellenlängen betreiben: Man spricht dann von Frequenzverdopplung, -verdreifachung oder -vervierfachung. Verdreifachte und -vervierfachte Nd:YAG-Laser emittieren im UV-Bereich (355 nm, 266 nm) und eignen sich daher zur Strukturierung von nahezu allen Materialien (Polymere, Metalle, Keramiken). Bei der UV-Lasermaterialbearbeitung von Polymeren oder organischen Materialien spricht man vom „kalten“ Materialabtrag, da der wesentliche Anteil der Laserenergie dazu genutzt wird, um direkt Bindungen im Material aufzubrechen. Excimer-Laserstrahlquellen emittieren auch im UV-Wellenlängenbereich (248 nm, 193 nm) und ermöglichen sehr hohe Strukturgenauigkeiten mit einer im Idealfall schädigungsfreien Strukturierung mit Abmessungen im Submikrometerbereich. Aktuell ist in der Forschung und Entwicklung zur lasergestützten Materialbearbeitung ein Trend zu fs-Lasersystemen (Laserpuls-

dauer 1-200 fs) und zu Excimer-Wellenlängen von 157 nm zu erkennen [5,6]. Eine industrielle Nutzung dieser Systeme steht in den meisten Fällen jedoch noch aus, was unter anderem an erforderlichen Optikentwicklungen und an einer notwendigen deutlichen Effizienzsteigerung liegt.

### *Mikroformabtrag von Polymeren und Stählen*

#### **Polymere**

Der Formabtrag von Polymeren durch Laserstrahlung mit Strukturgenauigkeiten im µm-Bereich erfolgt durch UV-Laserstrahlung. Die Excimer-Laserstrukturierung ermöglicht die Herstellung von dreidimensionalen Formen: Beispiele dazu sind sphärisch gekrümmte Oberflächen, scharfkantige Kanalstrukturen oder Strukturen mit Hinterschneidungen. Hierbei sind Strukturauflösungen von 1 µm möglich. Die erreichbaren Aspektverhältnisse sind material- und strukturabhängig. Für gut strukturierbare Polymere (z.B. PEEK, PC, PI, PSU) werden Aspektverhältnisse von 3 bis 10 erzielt. Die Abtragraten betragen für gut strukturierbare Polymere zwischen 0,5 und 1 µm/Puls. Das Polymer PI ist einer der besten Absorber für eine Laserwellenlänge von 248 nm. Für dieses Material zeigt sich bereits ab einer Energiedichte von 4 J/cm<sup>2</sup> eine für Polymere generelle Eigenschaft: Die Abtragrate als Funktion der Energiedichte weist für hohe Energiedichten eine Sättigung auf. Dieser Sättigungsbereich ist vorteilhaft für die Lasermaterialbearbeitung, da Schwankungen in der Energiedichte, z.B. hervorgerufen durch lange Prozesszeiten oder

hohe Abtragtiefen, keine Änderung in der Abtragrate bewirken. Außerdem erzielt man Oberflächenrauwerte von 50-60 nm (R<sub>a</sub>). Die frequenzvervierfachte Nd:YAG-Laserstrahlung eignet sich zu Herstellung kleinster Bohrungen und Strukturen. Bei Pulsfrequenzen von 1 kHz können zum Beispiel in 500 µm dicken PC Durchgangsbohrungen mit einigen µm Durchmesser im Sekundentakt erzeugt werden. Aber auch Stege mit Wanddicken von 2-3 µm und Höhen von 100 µm wurden bereits hergestellt, was aufgrund der kurzen Pulslängen (400 ps) und dem sich daraus ergebenden geringen thermischen Eintrag in das Material möglich wird. Die Abtragrate für Excimer-Laserstrahlung beträgt ca. 10 µm/Sekunde bei maximalen lateralen Abmessungen von ca. 3 x 3 mm<sup>2</sup>, während die Abtragrate von Nd:YAG-Laserstrahlung bei ca. 500 µm/Sekunde bei einer lateralen Abmessung von ca. 0,05 x 0,05 mm<sup>2</sup> liegt. Eine großflächige Bearbeitung wird demnach mit Excimer-Laserstrahlung durchgeführt, während Strukturen mit mm-Abmessungen oder Bohrungen mit Nd:YAG-Laserstrahlung erzeugt werden. Ein wesentlicher Vorteil der Nd:YAG-Laserstrahlung liegt in der einfachen Übertragung von CAD/CAM-Daten in den Fertigungsprozess, während bei Excimer-Laserstrahlung aufgrund der kleinen Laserrepetitionraten auf Maskentechniken zurückgegriffen werden sollte. Der lasergestützte Formabtrag von Polymeren wurde erstmals für die Fertigung von polymeren Formeinsätzen entwickelt. Durch die enge Kooperation mit dem IMF-III

konnte dieses neue Konzept für die Abformung von Polymeren entwickelt und erfolgreich erprobt werden (Abb. 3). Als geeignetes Formeinsatzmaterial hat sich PI herausgestellt, das gegenüber dem verwendeten *Feedstock*-Material chemisch sehr stabil ist. Zudem werden in PI durch die Strukturierung mit UV-Laserstrahlung sehr hohe Oberflächenqualitäten ermöglicht. Bisher wurden mit PI-Formeinsätzen im UV-RIM und im Polymer-Mikrospritzguß bis zu 20 Formteile jeweils erfolgreich abgeformt. Es wird erwartet, dass polymere Formeinsätze wenigstens für eine Replikation von 50 Bauteilen geeignet sind. Somit steht für kleine Stückzahlen, so wie sie im Stadium der Bauteilentwicklung häufig anfallen, ein kostengünstiges und hochqualitatives Formeinsatzkonzept zur Verfügung. Zukünftige Untersuchungen werden im Hinblick auf Formeinsatzlebensdauer, Bauteilentwicklung und Einsatz von frequenzvervielfachter Nd:YAG-Laserstrahlung durchgeführt.

### Stähle

Die lasergestützte Strukturierung von Stählen ist von hohem Interesse, um kostengünstige und verschleißbeständige metallische Formeinsätze für die Replikationstechniken zu entwickeln und um eine flexible Technologie für den 3D-Mikroformenbau bereitzustellen. Die Lasertechnologie ermöglicht Strukturdetails im Bereich von 20 µm und Aspektverhältnisse von 10. Im Allgemeinen sind hohe Abtragraten und hohe Oberflächenqualitäten nicht miteinander vereinbar. Bei lasergestützten Sublimationsprozessen treten bei hohen Abtragraten verstärkte Debrisbildung sowie Schmelzbildung auf, die wiederum zu erhöhten Rauwerten am Strukturierungsgrund sowie an den Seitenwänden führen [7]. Eine Abformung ist in diesem Fall dann nicht mehr ohne weiteres möglich. Es musste daher eine Prozesstechnik gefunden werden, die hohe Abtragraten mit hohen Oberflächenqualitäten vereinbaren kann. Für den Bereich

der CO<sub>2</sub>-Lasermaterialbearbeitung ist das Laserspanen seit längerem bekannt [8]. Die Übertragung des Prozesses auf Nd:YAG-Laserstrahlung (Wellenlänge 1064 nm) im kontinuierlichen Betriebsmodus führte zu dem am Forschungszentrum entwickelten Lasermikrospanen für Stahlformeinsätze [9] mit dem für Mikrostrukturen sehr gute Oberflächenqualitäten erzielt werden ( $R_z=1\ \mu\text{m}$ ,  $R_a=200\ \text{nm}$ ). Die maximalen Abtragraten liegen bei  $10^7\ \mu\text{m}^3/\text{s}$  und konnten somit innerhalb der letzten zwei Jahre um zwei Größenordnungen gesteigert werden. Durch Nachbearbeitung mittels Elektropolieren lassen sich die Oberflächen weiter verbessern, und Rauwerte von 100-200 nm ( $R_a$ ) werden erzielt. Weiterführende Analysen in Bezug auf Abtragmechanismen und Reaktionsschichtbildung wurden durchgeführt [10]. Strukturen mit Aspektverhältnissen von bis zu 10 konnten erzielt werden und mittels UV-RIM in PMMA abgeformt werden. Kapillarelektropho-

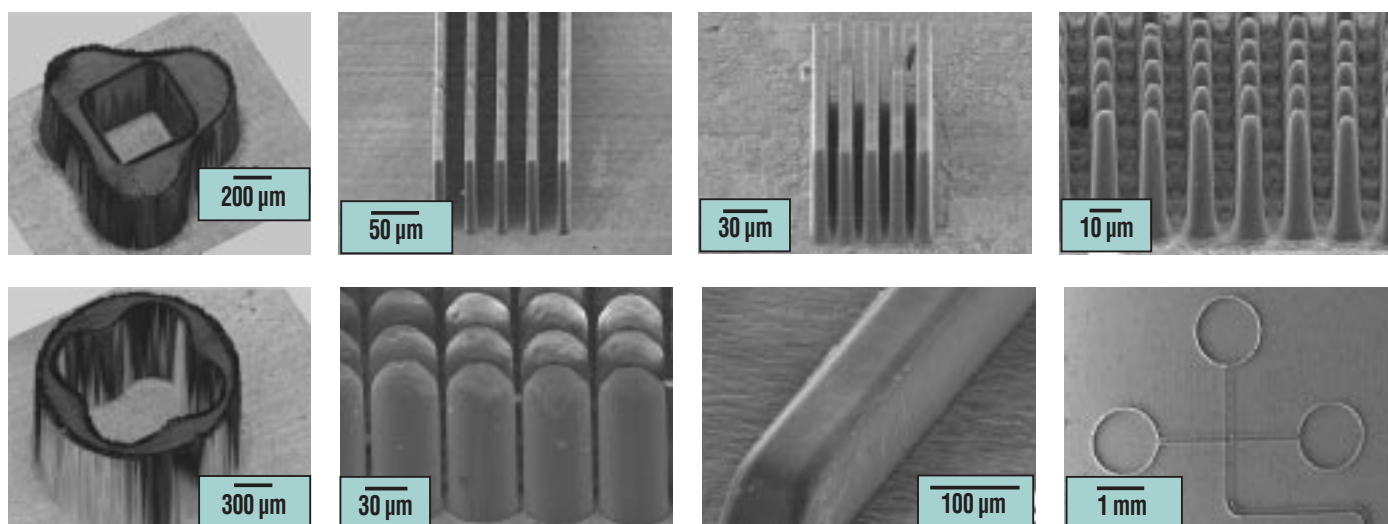


Abb. 3: PMMA-Abformungen, die mit laserstrukturierten PI-Formeinsätzen durchgeführt wurden (Abformtechnik: UV-RIM).

rese-Chips aus PMMA wurden abgeformt und hinsichtlich ihrer Funktionalität erfolgreich getestet [9]. Abb. 4 zeigt die einzelnen Schritte zur Fertigung von metallischen Formeinsätzen oder 3D-Formen. Zunächst wird im 3D-CAD eine 3D-Form entwickelt oder in das CAD-Modul importiert. Vom CAD-Modul wird die aufbereitete Form ins CAM-Modul übertragen. Dort wird das Modell in Schichten mit festgelegter oder individueller Dicke zerlegt. Jede einzelne Schicht wird mit einer geeigneten Füllstrategie belegt. Die für alle Schichten erzeugten NC-Daten werden dann auf die Lasermaschine für den Mikrospanprozess übertragen. Durch Replikationstechniken kann dann die Abformung des Formeinsatzes durchgeführt werden. Neben dem 3D-Formabtrag besteht in vielen Anwendungen der Bedarf an einer Fertigungs-

technologie zum Herstellen kleinster Bohrungen oder Sacklöcher mit hohem Aspektverhältnis (z.B. Entlüftungslöcher für Formeinsätze; gezielte Modifizierung tribologischer Oberflächen; Kalibrierungsnormale). Die „klassische“ Methode zur Fertigung kleinster Bohrungen verwendet Q-switch Nd:YAG-Laserstrahlung (Wellenlänge 1064 nm) mit Laserpulsbreiten von 100-200 ns. Mit dieser Strahlquelle lassen sich Löcher von 10-20 µm Durchmesser und hohem Aspektverhältnis (10-15) erzeugen. Eine weitere Verbesserung des Bohrergebnisses und eine weitere Verkleinerung des Bohrdurchmessers kann neuerdings durch Einsatz von frequenzvervierfacher Nd:YAG-Laserstrahlung mit kurzen Laserpulsbreiten von 400 ps ermöglicht werden. Lochdurchmesser betragen dann z.B. 5 µm bei einer Bohrlänge von 100 µm. Auf der

Laseraustrittsseite wird dann ein Durchmesser von ca. 2-3 µm erzielt. In 200 µm dickem Material wurden bereits Löcher mit 1 µm Durchmesser auf der Austrittsseite erzeugt. Erste Bohrungen mit frequenzvervierfacher Nd:YAG-Laserstrahlung zeigen sehr glatte Bohrwandungen, was bereits bei der Fertigung von Entlüftungslöchern (Durchmesser 20 µm) in metallischen Formeinsätzen in Industrieanfragen erfolgreich eingesetzt wurde.

### Schweißen von Stahl und Aluminium

Die Prozessparameter zum Laserschweißen dünner vorstrukturierten Edelstahlfolien wurden erfolgreich optimiert und für Mikrostrukturapparate angewendet. Neben heißrissgefährdeten Legierungen stellt Aluminium im Vergleich zu Edelstahl an Schweißverfahren jedoch besondere Anforderungen: Die hohe Wärmeleitfähigkeit bewirkt vergleichsweise hohe Leistungsverluste durch Wärmeleitung in das Umgebungsmaterial. Andererseits weist Aluminium eine hochschmelzende Oxid-Deckschicht auf, die für den Schweißprozess aufgebrochen oder zuvor entfernt werden sollte. Die Aluminiumschmelze neigt erheblich zu Oxidation mit dem Sauerstoff der Umgebungsluft. Die Festigkeit der Schweißnaht wird insbesondere beim Mikroschweißen durch die Oxidation der Schmelze bestimmt. Daher muss für die Reproduzierbarkeit des Fügeverfahrens sowohl die Reinheit des Schutzgases als auch die Anordnung der Prozessgasdüsen besonders beachtet werden. Der

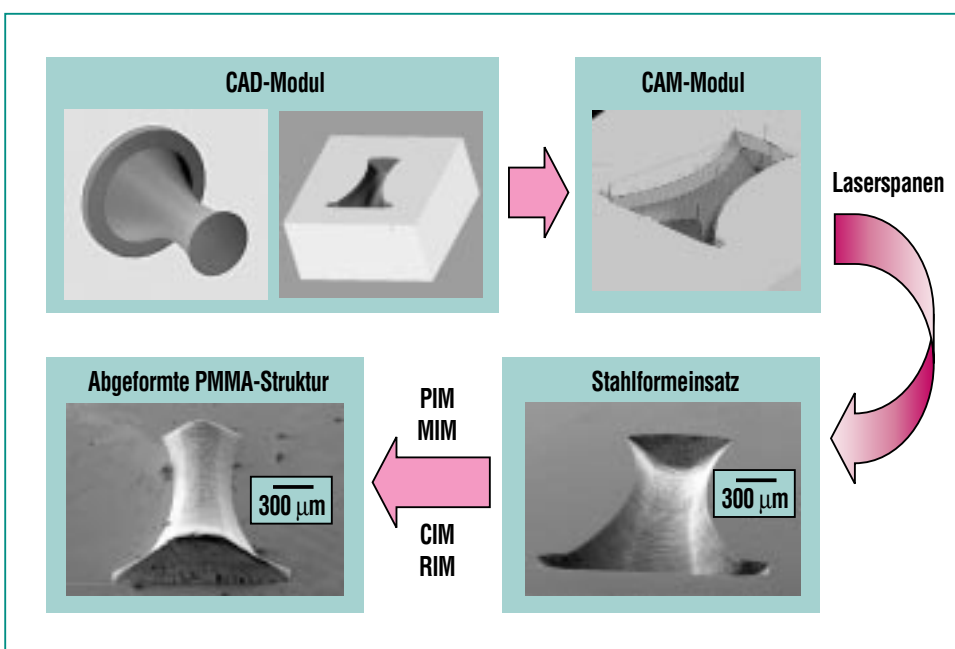


Abb. 4: Vom 3D-Modell zur 3D-Struktur für Anwendungen im 3D-Formenbau oder für Formeinsätze (Material: Stahl X16CrNiSi25-20).

Schweißprozess wird von der Pulsfrequenz, Laserpulsbreite und Schweißgeschwindigkeit bestimmt. Die zukünftigen Verfahrensentwicklungen zum Mikrofügen werden getragen durch die Einführung neuer Methoden der zeitlichen und räumlichen Laserpulsformung. Durch die Erweiterung der Laserprozesstechnik mit einem neuen technologischen Ansatz, dem sogenannten *pulse-shaping*, wird es möglich, die Einzelpulse gezielt zeitlich zu formen, um so eine optimierte Laserstrahleinkopplung für hochreflektierende oder heißrissgefährdeter Werkstoffe mit deutlicher Verbesserung der Schweißnahtqualitäten zu erhalten.

### Mikrosystemtechnische Zusammenhänge

Auf dem weltweiten Forschungsmarkt wetteifern Institute und Forschungseinrichtungen um kleinste Strukturen und andere technologische Höchstleistungen, und von den Leistungen der Industrieforschung erfährt man regelmäßig über die Einführung neuer Produkte. Das Forschungszentrum Karlsruhe ist mit seinen Mi-

krofertigungstechniken in dieser Forschungslandschaft gut positioniert, kann aber als Großforschungseinrichtung deutlich mehr erreichen, wenn es seine Arbeiten konsequent interdisziplinär und institutsübergreifend ausrichtet. Das Beispiel des Industrieforums FIF zeigt, dass diese Art der Zusammenarbeit seitens der Industrie als Mehrwert erkannt und das Forschungszentrum als kompetenter Technologie-Anbieter und Kooperationspartner geschätzt werden. Innerhalb der angebotenen Mikrofertigungstechniken erfahren die Zerspanung und die Laserbearbeitung eine besonders starke Nachfrage, wohl aufgrund ihrer bestehenden Nutzung in etablierten Produktionsprozessen. Im Folgenden werden exemplarisch einige Produkte der Mikrosystemtechnik vorgestellt, die mit den Fertigungstechnologien Mikrozerspanung und Laserbearbeitung gestaltet oder mitgestaltet wurden. Deutlich erkennbar wird der Trend der Einbindung dieser Technologien in Prozessketten der Mikrosystemtechnik, um speziell bei komplexen Funktionsstrukturen erfolgreich zu sein.

### Mikroverfahrenstechnik

Bei der Herstellung von metallischen Mikrostrukturapparaten (Mikrowärmeübertrager, Mikrovermischer, Mikroreaktoren) besteht ein deutlicher Bedarf an einer lasergestützten Verbindungstechnik für Aluminiumfolien und hochlegierte Stahlfolien. Die Prozessentwicklung am IMF-I bedeutet zum Fügen von Mikroreaktoren eine Übertragung des Laserschweiß-Verfahrens in die Mikrotechnik. Die Anwendungen in der Mikroverfahrenstechnik erfordern die Entwicklung des Laser-Mikroschweißens mit folgenden Zielen: Reduzierung der Prozessporen und der Heißrissbildung, Erzeugung einer gasdichten Schweißverbindung, Erzeugung möglichst hoher Schweißnahttiefen bei gleichzeitig schmalen Nahtbreiten von 100-200  $\mu\text{m}$ , Erzeugung von Schweißnähten mit hoher Festigkeit und Auswahl geeigneter Legierungen. Das Mikroschweißen von Stahlfolien ermöglicht derzeit vakuumdichte Verbindungen mit einer He-Leckrate von  $9 \cdot 10^{-10}$  mbar-l/s. Die Funktion der zuvor mechanisch eingebrachten Kanalstrukturen wird nicht beeinträchtigt (Abb. 5).

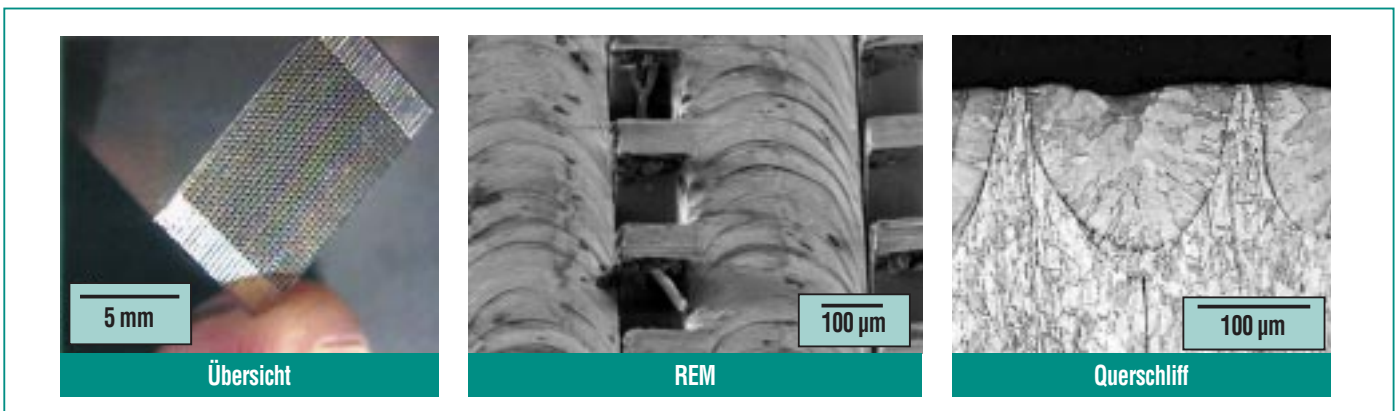


Abb. 5: Laserstrahlschweißen von Mikrowärmeübertragern aus Stahl (Abmessung 14 x 14 mm<sup>2</sup>).

Zusätzlich wurde das Lasermikrobohren von vorstrukturierten Metallfolien mit minimalen Lochdurchmessern von 10-20  $\mu\text{m}$  durchgeführt, um Zumschöffnungen für Mikroreaktoren zu realisieren.

### Life Sciences

Prototypen für Kapillar-Elektrophorese-Chips wurden durch direkte Laserstrukturierung von Kunststoffen ermöglicht [11] und auch für Industriepartner gefertigt. Bei Abtragraten von bis zu 1  $\mu\text{m}$ /Laserpuls und typischen Laserpulsfrequenzen von 5-100 Hz (Excimer) bzw. 100-2000 Hz (Nd:YAG) können Kanalstrukturen durch scannenden Abtrag

hergestellt werden. Die Excimer-Laserstrahlung kann durch komplexe Maskengeometrien bzw. variable motorisierte Masken über Makro- bzw. Mikroprojektionsoptiken großflächig auf die Kunststoffoberfläche abgebildet werden. Durch die Verwendung motorisierter Masken werden auch für die Kanallengpunkte scharfe Kanten erzielt. Die Kanalbreiten können in einem Bereich von 1-300  $\mu\text{m}$  kontinuierlich eingestellt werden. Für die Serienfertigung von Kapillar-Elektrophorese-Chips mittels Replikationstechniken wurden Stahlformmeinsätze durch mikromechanisches Fräsen [12] und Lasermikrospanen im Industrieauftrag gefertigt. Die Prozesszeit für das La-

sermikrospanen des gesamten Formeinsatzes in Abb. 6 beträgt derzeit noch vier Stunden bei einer Abtragtiefe von 150  $\mu\text{m}$ , bei der mechanischen Bearbeitung großflächiger Formeinsätze können die Bearbeitungszeiten sogar um den Faktor 10 größer sein.

### Tissue Engineering

Die Fertigung von Flachbettreaktoren für das Tissue Engineering ist ein Beispiel für erfolgreiche Synergieeffekte der Fertigungstechnologien am Forschungszentrum (Zusammenarbeit von IMB, IMF-I, IMF-III und IMVT). Die Prozesskette beinhaltet die Fertigung von metallischen Formeinsätzen durch Mikrofräsen, die Abformung

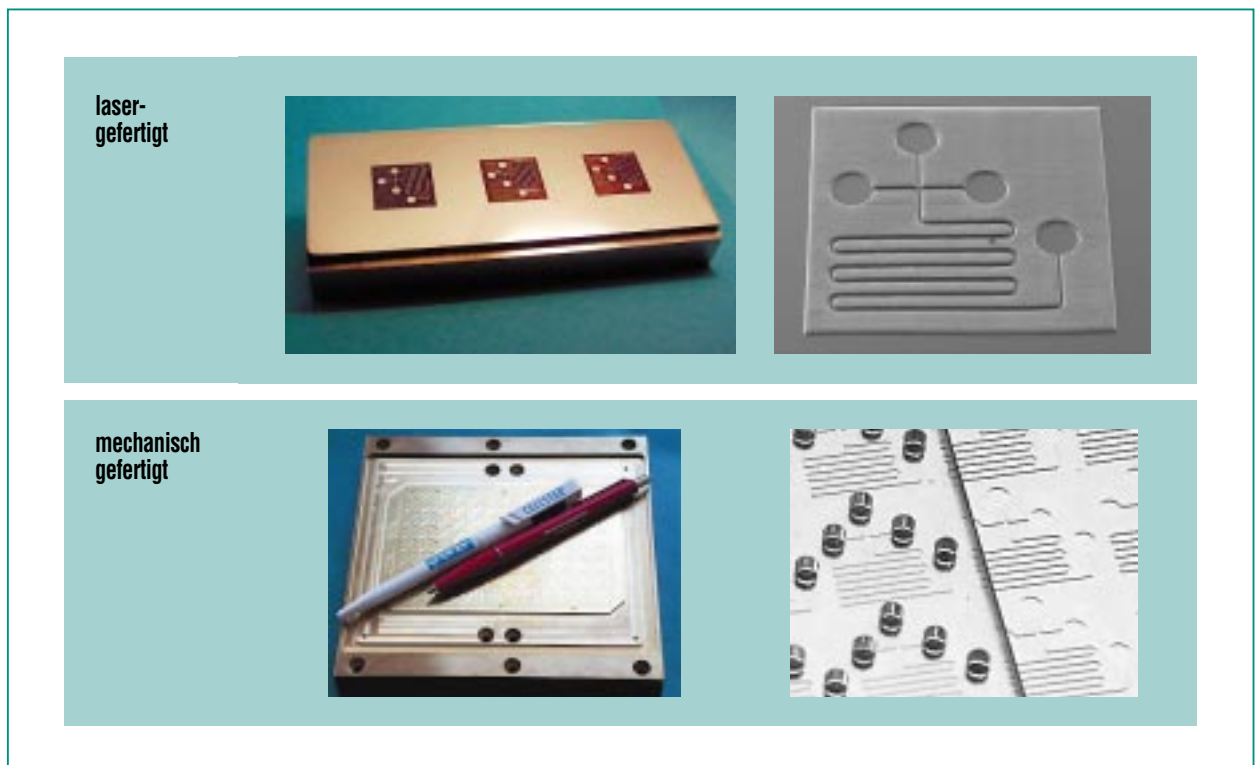


Abb. 6: Oben: Laserstrukturierter Stahlformmeinsatz mit CE-Chip-Struktur (links) und mit Heißprägen abgeformte Struktur in PMMA (rechts). Unten: Mechanisch gearbeiteter Formeinsatz für einen Kapillar-Elektrophorese-Chip im Mikrotiterplattenformat (links) und eine Abformung davon (teilweise gedeckelt, rechts). Das Design ist von der Greiner Bio-One GmbH.

von Komponenten aus Polycarbonat durch Mikrospritzgießen und das Laserstrahlbohren mit Excimer-Laserstrahlung. Die Flachbettreaktoren werden als Träger für dreidimensionale Zellkulturen verwendet [13]. Mit Hilfe der Excimer-Laserstrahlung werden Löcher mit einem Durchmesser von ca. 2-2,5 µm und einer Bohrlänge bis 100 µm in den Boden der spritzgegossenen Flachbettreaktoren eingebracht. Die Bohrungen dienen als Kanäle für die Nährstoffzufuhr zu den Zellkulturen. Die Lochdurchmesser müssen kleiner als 3 µm sein, um ein Zuwachsen durch die Zellen zu vermeiden. Die Strukturierung durch Excimer-Laserstrahlung ermöglicht die Herstellung von mehr als 10<sup>4</sup> Löchern pro Minute [14].

## Zusammenfassung

Es wurden neue Prozesstechniken und Trends im Bereich der direkten Strukturierung von Prototypen und für die Formeinsatzfertigung vorgestellt im Hinblick auf die einmalige Verbundsituation der vorhandenen Fertigungstechnologien. Im Forschungszentrum Karlsruhe werden bei der Mikrosystementwicklung Synergieeffekte

zwischen den unterschiedlichen Fertigungstechnologien genutzt, wenn es um die Entwicklung komplexer Produkte für die Mikrosystemtechnik geht. Es werden metallische oder polymere Formeinsätze entwickelt, die durch Reaktionsgießen, Heißprägen oder Spritzgießen abgeformt werden können. Ebenso besteht eine enge Kooperation zwischen der Lasermaterialbearbeitung und der mikromechanischen Fertigung, wenn es um die Auswahl der geeigneteren Strukturierungstechnologie oder sogar um die Kombination beider Technologien geht. Die Stärke der Lasertechnologie ist hierbei die Einbringung von kleinsten Strukturen oder Bohrungen in Metalle mit Abmessungen zwischen 2-50 µm, die qualitativ hochwertige µm-Strukturierung von Kunststoffen und die gezielte Erzeugung von schmalen Fügeverbindungen in Metallen oder Polymeren. Die Stärken der spanenden Bearbeitung liegen in der hohen Oberflächenqualität und der enormen Strukturvielfalt bei der Fertigung von Prototypen und großflächigen Abformwerkzeugen mit Strukturabmessungen von 20 µm bis in den Millimeterbereich.

## Danksagung

Wir danken den Kollegen vom IMB, IMF-I, IMF-II, IMT, IMVT, ZWM und FIF sowie den Industriepartnern für die Zusammenarbeit. Besonderer Dank gilt M. Torge, W. Bernauer und H. Besser für die engagierte Durchführung und Auswertung der Lasermaterialbearbeitung sowie zahlreicher Diskussionsbeiträge; die mechanische Bearbeitung wäre nicht möglich ohne Rat und Tat von L. Eichhorn, D. Scherhauser, F. Messerschmidt und T. Wunsch.

## Literatur

- [1] E. Brinksmeier, W. Preuss, *Proceedings ASPE 1999 Spring Topical Meeting, Vol. 19 (1999) 9*
- [2] F. Klocke, W. Rübenach, *Industrie Diamanten Rundschau 34 2 (2000) 133-146*
- [3] T. Schaller, K. Schubert, *Proceedings ASPE 16th Annual Meeting, Crystal City, USA, Vol. 25 (2001) 469*
- [4] U. Wallrabe, H. Dittrich, G. Friedsam, T. Hanemann, J. Mohr, K. Müller, V. Piotter, P. Ruther, T. Schaller, W. Zißler, *RibCon®, HARMST'01, Baden-Baden, Book of Abstracts (2001) 231*
- [5] S. Nolte, G. Kamlage, F. Korte, T. Bauer, T. Wagner, A. Ostendorf, C. Fallnich, H. Welling, *Advanced Engineering Material 2 (2000) 23*
- [6] H. K. Tönshoff, F. von Alvensleben, M. Rinke, K. Körber, C. Kulik, *Proceedings MicroEngineering 1999, Stuttgart 29.09.99-01.10.99 (1999) 176*
- [7] A. Gillner, *Laser Micro Machining, Proceedings of the International Seminar on Precision Engineering and Micro Technology, euspen (2000) 105*



- 
- 
- [8] G. Eberl, P. Hildebrand, M- Kuhl, U. Sutor,  
*Laser und Optoelektronik* 25(3) (1993) 80
- [9] W. Pfleging, T. Hanemann, W. Bernauer, M. Torge,  
*Proc. of SPIE Vol. 4274* (2001) 331
- [10] W. Pfleging, A. Meier, T. Hanemann, H. Gruhn, K.-H. Zum Gahr,  
*Mat. Res. Soc. Symp. 617* (2000) J5.5.1
- [11] M. Torge, W. Pfleging,  
*4th Internat. Workshop on High-Aspect-Ratio Micro-Structure Technology HARMST'01, Baden-Baden, Book of Abstracts* (2001) 107
- [12] A. Guber, A. Gerlach, M. Hecke, D. Herrmann, G. Knebel, A. Muslija, T. Schaller,  
*IMRET 5, May 27-30, 2001, Strasbourg* (2001)
- [13] G. Knedlitschek, F. Schneider, E. Gottwald, T. Schaller, E. Eschbach, K. F. Weibezahn,  
*Journal of Biomechanical Engineering* 121 (1999) 35
- [14] W. Pfleging,  
*LaserOpto*, 31(5) (1999) 54-57

# Keramische Mikrostrukturen – vom Material zum Mikroteil

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

## Einleitung

Geht man von der Annahme aus, dass zukünftige Mikrosysteme hoch belastbare, hoch präzise Komponenten enthalten sollen, dann ergibt sich hieraus eine Reihe von Anforderungen an Material- und Bauteileigenschaften, die weder die Siliziumtechnologie noch die Kunststoff- oder Galvanoabformung erfüllen können. Dies bedeutet von der Materialseite her die Notwendigkeit, möglichst die gesamte Palette der im Makrobereich eingesetzten und bekannten Materialien – Metalle, Keramiken und Kunststoffe – auch für die Mikrotechnik nutzbar zu machen. Die Haupteinsatzgebiete keramischer Mikrokomponenten liegen hierbei in den Bereichen der Mikrooptik (z.B. mikrooptische Bänke), wo Materialien mit niedrigen thermischen Ausdehnungskoeffizienten benötigt werden, auf den Gebieten der Sensorik und Aktorik, wo Mikrokomponenten aus speziellen Funktionswerkstoffen (Ferroelektrika, Piezoelektrika) zum Einsatz kommen, sowie im Bereich mikromechanischer Funktionsteile.

Voraussetzungen für ein erfolgreiches Mikroteil sind jedoch das richtige Material und ein geeignetes Fertigungsverfahren. Dabei sind sowohl bei der Wahl des Anwendungsbereiches wie auch beim Design und bei der Fertigung einige Besonderheiten der Keramiken zu berücksichtigen. So ist die hohe Härte keramischer Materialien verbunden mit hoher Sprödigkeit und geringer Risszähigkeit. Sie zeigen einerseits hohe Druckfestigkeiten, an-

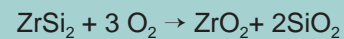
dererseits jedoch wesentlich geringere Belastbarkeiten durch Zug- oder Biegebeanspruchung.

Den genannten interessanten Vorteilen keramischer Werkstoffe steht jedoch, insbesondere hinsichtlich keramischer Mikrokomponenten, eine fertigungstechnische Schwierigkeit gegenüber. Beim Sintern des vorgeformten, porösen und nicht allzu festen Körpers (Grünling) zur dichten und festen Keramik tritt ein mehr oder weniger großer Schrumpfungsprozess auf. Typisch sind Werte mit bis zu 20% linearer Schwindung. Um nach dem Sintern die gewünschte Bauteilgröße zu erhalten, muss der Grünkörper entsprechend größer dimensioniert werden. Zwar sind bei Großserienproduktion die Berücksichtigung der Sinterschwindung und damit das Maßsintern heutzutage Stand der Technik, doch zur Einhaltung sehr enger Maßtoleranzen muss generell nach dem Sintern ein Schleifprozess nachgeschaltet werden. Bei keramischen Mikrokomponenten, deren minimale Detailabmessungen im Bereich von ca. 10 – 20 µm liegen können, ist eine Nacharbeit äußerst schwierig und aufwändig bis gänzlich ausgeschlossen.

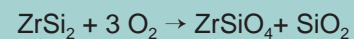
Eine Lösungsmöglichkeit für das genannte Problem bietet das so genannte Reaktionssinterverfahren. Hierbei kommen primär Vorläufermaterialien der gewünschten Keramik, sog. Precursoren, zur Anwendung, die während des Sinterprozesses durch eine zusätzlich ablaufende Reaktion in die gewünschte Keramik überführt werden. Wählt man die Precursoren so, dass das Reaktionsprodukt ein größeres Volumen

einnimmt als das Ausgangsprodukt, lässt sich die beim Sintern auftretende, unvermeidliche Schwindung des porösen Grünlings, durch die der gewünschte dichte Sinterkörper entsteht, kompensieren.

Interessante und technisch nutzbare Precursoren sind einige intermetallische Phasen, beispielsweise die Silicide des Titans und Zirconiums. So gilt z.B. nach einer summarischen Reaktionsgleichung für die Oxidation von Zirconiumdisilicid,  $ZrSi_2$ :



bzw.



Hierbei ergibt sich eine Volumenvergrößerung um 100% von 1 cm<sup>3</sup>  $ZrSi_2$  auf 2 cm<sup>3</sup> ( $ZrSiO_4 + SiO_2$ ). Die Volumenanteile dieser beiden Phasen betragen 62,7 %  $ZrSiO_4$  und 37,3%  $SiO_2$ . Die erforderliche Gründichte wiederum wäre in diesem Fall 50%. Wird statt des zweiphasigen keramischen Werkstoffes  $ZrSiO_4 + SiO_2$  ein einphasiges Material aus reinem  $ZrSiO_4$  angestrebt, lässt sich dies auf einfache Weise durch Änderung der Zusammensetzung der Ausgangsmaterialien erreichen. Durch eine Zugabe von 42,8 Vol.%  $ZrO_2$  zum  $ZrSi_2$  wird theoretisch nach der Oxidation reines  $ZrSiO_4$  gebildet. Durch die anfängliche Zugabe des „inerten“  $ZrO_2$  ist die durch die Reaktion sich ergebende Volumenzunahme nicht mehr so groß wie bei einem Edukt mit 100%  $ZrSi_2$ . 1 cm<sup>3</sup> Edukt resultiert jetzt in 1,5 cm<sup>3</sup>  $ZrSiO_4$ . Die erforderliche Grün-

dichte hat sich somit auf 66% erhöht. Anhand dieses Beispiels lässt sich zeigen, wie sich durch geeignete Abstimmung der Ausgangsstoffe die Zusammensetzung und damit auch die Eigenschaften der durch den Reaktionsinterprozess entstehenden Keramik einstellen lassen.

Generell sind organische Presshilfsmittel und Binder vor oder während des Sinterprozesses rückstandslos auszubrennen. Sie tragen zur Verdichtung beim Sintern nichts bei, sondern erzeugen im Gegenteil nach dem Ausbrennen neuen Porenraum, der zusätzlich durch den Sintervorgang entfernt werden muss. Etwas anders verhält es sich mit den so genannten „low-loss Bindern“, die selbst an der Reaktion teilnehmen und teilweise keramisieren. So weist ein bestimmtes Polysiloxan (Polymethylsilsesquioxan, PMSS) eine keramische Ausbeute von ca. 80% auf, d.h. dieses Polysiloxan resultiert nach der Oxidation zu ca. 80% in SiO<sub>2</sub>. Grundlegende Untersuchungen zur Entwicklung von maßgetreuen Keramikkomponenten auf ZrSiO<sub>4</sub>-Basis wurden von Hennige et al. durchgeführt [1, 2, 3, 4].

**Herstellung maßgetreuer (net-shape) Keramikkomponenten auf ZrSiO<sub>4</sub>-Basis**

*Keramiken auf ZrSiO<sub>4</sub>-Basis als Konstruktionswerkstoffe*

Zirconiumsilikat ZrSiO<sub>4</sub>, besser bekannt unter dem Namen des Minerals Zirkon, kristallisiert in einer tetragonalen Struktur mit den Gitterkonstanten a = 0,6604 nm

und c = 0,5979 nm. Die Dichte beträgt 4,70 g/cm<sup>3</sup>. ZrSiO<sub>4</sub> zersetzt sich bei 1676°C [5] und weist einen sehr niedrigen linearen thermischen Ausdehnungskoeffizienten von ca. 4 x 10<sup>-6</sup> K<sup>-1</sup> auf. Von Mori [6] wurden Biegebruchfestigkeiten von ca. 400 MPa und Risszähigkeiten im Bereich von 3,4 – 4 MPa √m gemessen, der E-Modul liegt nach Ullmann [7] bei 130 GPa, und die Vickers-Härte beträgt ca. 1300 HV [1]. Hierbei liegen die bisher an ZrSiO<sub>4</sub> gemessenen Festigkeitswerte deutlich unter denen der etablierten Hochleistungskeramiken. Neben der Reaktionssynthese war und ist deshalb eines der Entwicklungsziele die Erhöhung der Festigkeiten dieser Keramikklasse. Dies kann erreicht werden durch gezielte Änderung der Material- und damit der Phasenzusammensetzung im Dreistoffsystem Zr – Si – O, vorzugsweise in Richtung auf höhere Anteile von ZrO<sub>2</sub>. Jedoch führt auch generell die Erhöhung der Sinterdichte auf Werte oberhalb von 95% th.D. zu einer deutlichen Steigerung der Festigkeitswerte. So wurden, mit Hinblick auf die Phasenanteile im Endprodukt, Ausgangsmaterialien mit unter-

schiedlichen Zr/Si-Anteilen gewählt, wobei die Ausgangsprodukte ZrSi<sub>2</sub>, ZrO<sub>2</sub>, siliciumorganisches Polymer (PMSS) und weitere Additive waren. Hierbei wurde der Gehalt an ZrO<sub>2</sub> als inerte Komponente für jede Zusammensetzung separat berechnet und entsprechend des Zr/Si-Verhältnisses angepasst [8].

*Spanabhebende Bearbeitung vorverdichteter Rohlinge*

Aus den beiden Komponenten ZrSi<sub>2</sub> und ZrO<sub>2</sub> wurde zunächst durch Mischmahlen mit Isopropanol als Mahlflüssigkeit eine homogene Ausgangsmischung hergestellt. Anschließend wurde das PMSS in Propanol gelöst und mit dem vorgemahlten Pulver gemischt, so dass eine homogene Suspension erzielt wurde, die sich dann durch Sprühtrocknen granulieren ließ. Die Herstellung von Formkörpern erfolgte durch einen zweifachen Pressvorgang. Zuerst wurde das Granulat durch axiales Pressen zu zylinderförmigen Rohlingen vorgeformt. Die endgültige Formgebung auf die gewünschte Grunddichte, die jeweils von der Materialzusammensetzung ab-

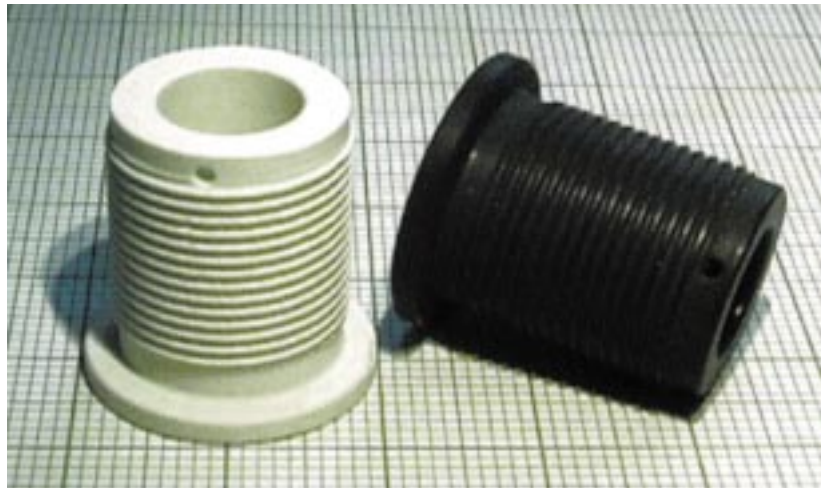
Zr/Si-Verhältnis der Proben	Volumenanteile [%]			
	ZrSi <sub>2</sub>	ZrO <sub>2</sub>	Binder	Zusätze
0,50	61,24	5,29	30,00	3,47
0,75	43,52	22,83	30,00	3,65
1,00	32,94	33,08	30,00	3,98
1,50	21,15	44,73	30,00	4,12
2,00	14,74	51,35	30,00	3,91

**Tab. 1: Ausgangszusammensetzungen der untersuchten Keramiken.**

hängt, und auf die ebenso notwendige homogene Dichteverteilung wurde in einem zweiten Schritt durch Isostatpressen in einer wet-bag Anlage bei Drücken zwischen 300 und 500 MPa durchgeführt. Die anschließende Formgebung kann durch Drehen, Bohren oder Fräsen auf Standard-Werkzeugmaschinen mit Werkzeugen aus Werkzeugstahl oder solchen mit Hartmetallschneiden durchgeführt werden. Abb. 1 zeigt als Beispiel einen durch Mikrofräsen strukturierten Grünkörper sowie das fertig gesinterte Bauteil.

### Abformung thermoplastischer Massen

Obwohl grundlegende Arbeiten zur Entwicklung und Herstellung von schwindungsfreien, mikrostrukturierten Keramikkomponenten auf  $ZrSiO_4$ -Basis durch Reaktionssintern von  $ZrSi_2$ -Precursoren [1, 2, 3, 4] gezeigt haben, dass durch Warmprägen auch eine gewisse thermoplastische Formgebung möglich ist, stellte sich im Laufe weitergehender Untersuchungen heraus, dass der „low-loss Binder“ PMSS als plastifizierender Binderbestandteil in einer Spritzgussmasse nicht ideal geeignet ist. Deshalb wurden Untersuchungen zur Entwicklung einer Masse angestellt, die sich durch Spritzgießen abformen lässt und schwindungsfrei sintert. Hierbei konnte insbesondere auf die Erfahrungen mit der Entwicklung von Niederdruck-Spritzgießmassen zurückgegriffen werden. Ein erfolgversprechender Ansatz bestand darin, das PMSS komplett durch ein Wachs zu ersetzen. Berechnungen ergaben, dass der Feststoffanteil bei min-

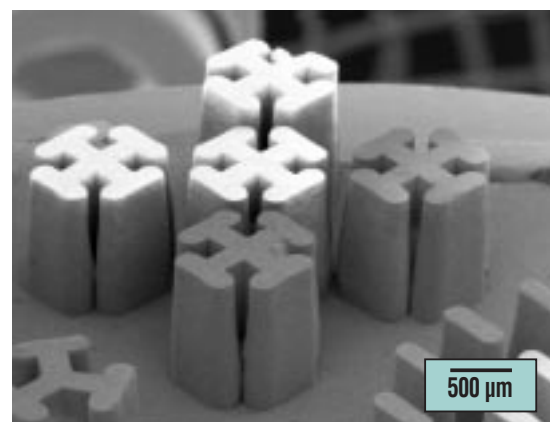
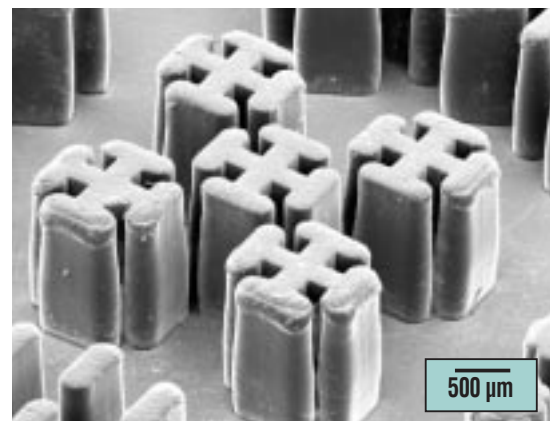


**Abb. 1:** Durch Mikrofräsen abgeformtes Keramikteil als Grünkörper (rechts) und als gesintertes Teil (links). (Die Formgebung durch Mikrofräsen wurde im Institut für Mikroverfahrenstechnik des FZK durchgeführt).

destens 65 Vol.% liegen muss, um schwindungsfreie Teile durch Niederdruck-Spritzgießen zu erhalten. Dieser hohe Füllgrad ließ sich durch intensives Mahlen der Konstituenten, einschließlich des Wachses, in einer Kryomühle erreichen [9]. Randbedingung hierbei war eine möglichst niedrige Viskosität, d.h. eine akzeptable Verarbeitbarkeit der Masse, entweder durch druckloses Heißgießen oder durch halbautomatisches Niederdruck-Spritzgießen auf Produktionsanlagen [10, 11, 12, 13]. Abb. 2 zeigt ein durch Heißgießen hergestelltes mikrostrukturiertes keramisches Teil nach der Abformung und nach dem Sintern.

### Thermische Prozessführung

Der wichtigste Prozessschritt bei der Herstellung von dimensionsstabilen Komponenten durch Reaktionssintern ist die thermische Prozessführung.



**Abb. 2:** Durch Heißgießen abgeformte keramische Mikrokomponenten: Grünkörper (oben) und Sinterkörper (unten), nach [9].

Hierbei müssen nicht nur die bei der Formgebung eingebrachten Hilfsstoffe wieder entfernt und der poröse Körper dichtgesintert werden, sondern es ist dafür zu sorgen, dass die gewünschte, die Sinterschwindung kompensierende, volumenvergrößernde Reaktion gezielt ablaufen kann. Dabei ist insbesondere zu gewährleisten, dass der gasförmige Reaktand, im vorliegenden Falle Luftsauerstoff, ungehindert die Precursorpartikel erreichen kann, die zur keramischen Phase reagieren sollen. Ausführliche Untersuchungen zur Reaktionskinetik von  $ZrSi_2$  mit Sauerstoff zu  $ZrO_2$ ,  $SiO_2$  und  $ZrSiO_4$  wurden am Institut für Mikrosystemtechnik der Universität Freiburg durchgeführt [14]. Aufgrund dieser Untersuchungen konnte die ursprünglich [1, 2, 3, 4] benötigte Prozesszeit

berechnet	RFA-Analyse		
Zr/Si Verhältnis	Zr/Si Verhältnis	$SiO_2$ [Mol-%]	$ZrO_2$ [Mol-%]
0,50	0,51	66,3	33,7
0,75	0,71	58,6	41,4
1,00	0,94	51,7	48,3
1,50	1,46	40,6	59,4
2,00	2,01	33,2	66,8

Tab. 2: Zusammensetzung der reaktionsgesinterten Keramiken.

von bis zu 120 h auf derzeit ca. 15h verkürzt werden.

### Ergebnisse

Nach dem Reaktionsinterprozess wurden die Proben hinsichtlich ihrer chemischen Zusammensetzung, der auftretenden Phasen, der Sinterdichte bzw. der resultierenden offenen Porosität sowie ihrer mechanischen Eigen-

schaften – Biegebruchfestigkeit und Risszähigkeit – untersucht. Vergleicht man die Ergebnisse der chemischen Analyse hinsichtlich des Zr/Si-Verhältnisses der reaktionsgesinterten Keramiken mit den gemäß der Auslegung berechneten Werten (s. Tab. 1), lässt sich die gute Übereinstimmung erkennen, s. Tab. 2. Ebenfalls in Tab. 2 dargestellt sind die theoretisch hieraus resultierenden Phasenanteile  $ZrO_2$  und  $SiO_2$ .

Das Gefüge der Keramiken wurde mit Hilfe der Rasterelektronenmikroskopie charakterisiert. Ein Beispiel hierzu zeigt Abb. 3. Hieraus ist ersichtlich, dass die Proben zum großen Teil aus einer dichten mittelgrauen Matrix aus  $ZrSiO_4$  bestehen. Die zu beobachtende helle Phase besteht aus  $ZrO_2$ , die dunklere Phase stellt  $SiO_2$  dar.

Die optimalen Sintertemperaturen zum Erreichen von Dichten von über 98% th.D. liegen zwischen 1550°C und 1580°C bei einer Haltezeit von ca. 90 min. Die gemessenen Biegebruchfestigkeiten wurden nach der Weibull-

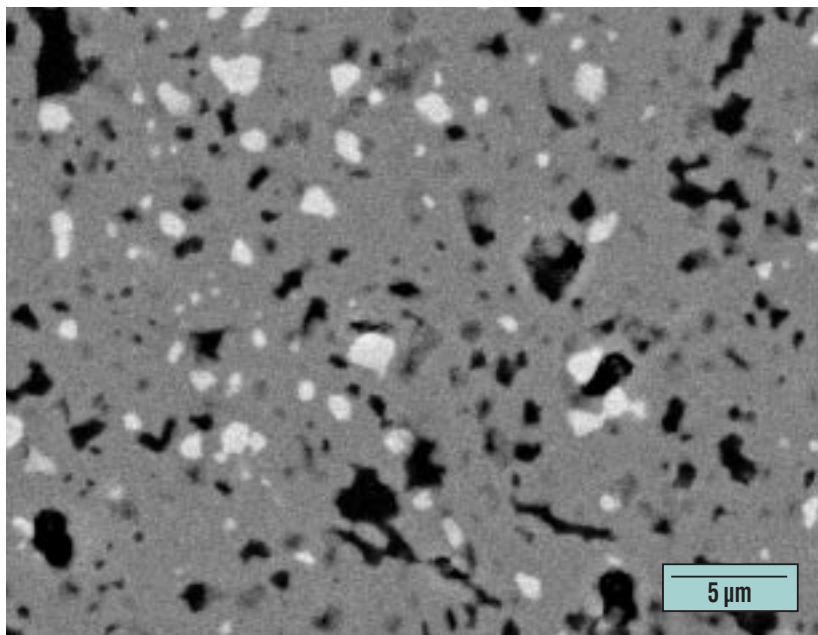


Abb. 3: REM-Aufnahme des Gefüges einer reaktionsgesinterten Zirkonkeramik (Materialkontrast). Gefügebestandteile: schwarz –  $SiO_2$ ; mittelgrau –  $ZrSiO_4$ ; hell –  $ZrO_2$ .

Zr/Si-Verhältnis	Sinterdichte [g/cm <sup>3</sup> ]	Sinterdichte [% TD]	Offene Porosität [Vol%]	Weibull-Festigkeit $\sigma_0$ [MPa]	Weibull-Modul m (-)	Risszähigkeitsbeiwert $K_{IC}$ [MPa $\sqrt{m}$ ]
0,50	3,52	95,9	<1	306,1	9,3	2,93
0,75	4,19	99,0	<1	311,1	8,4	3,30
1,00	4,55	97,2	<1	298,5	13,9	3,00
1,50	4,77	97,0	<2	382,8	13,3	3,92
2,00	4,97	96,9	<1	468,4	9,7	4,80

**Tab. 3: Dichte, Porosität und mechanische Eigenschaften der reaktionsgesinterten Keramiken.**

Statistik ausgewertet. Die Ergebnisse sind in Tab. 3 dargestellt.

Betrachtet man die in Tab. 3 dargestellten Ergebnisse der Biegebruchfestigkeit, fällt auf, dass mit steigendem Zr/Si-Verhältnis die Weibull-Festigkeit zunächst bis zu Zr/Si = 1,00 mit ca. 300 MPa etwa konstant bleibt, um dann auf Werte bis zu ca. 470 MPa anzuwachsen. Ebenfalls mit steigendem Zr/Si-Verhältnis nimmt die Risszähigkeit von ca. 3 MPa bei Zr/Si = 0,50 auf fast 5 bei

Zr/Si = 2,00 zu. Hier dürfte sich eine Zunahme des Anteils an ZrO<sub>2</sub> positiv bemerkbar machen. Weiterhin positiv anzumerken sind die teilweise hohen Weibull-Moduli von über 13. Diese garantieren eine hohe Zuverlässigkeit von Bauteilen aus diesen Materialien.

Die sehr gute spanabhebende Bearbeitbarkeit der Keramik im ungesinterten Zustand und die präzise Einhaltung der Fertigungsdimensionen zeigt Abb. 4.

Als Demonstratorsteile wurden mit Standardwerkzeugen Sechskantmutter der Größe M8 aus gepressten Grünkörpern hergestellt. Diese wurden anschließend dem beschriebenen Reaktions-sinterprozess unterworfen. Wie aus der Abbildung zu sehen ist, stimmen die Dimensionen nach dem Sintern so exakt, dass diese Teile ohne weiteres als keramische Sechskantmutter in Verbindung mit normalen Stahlschrauben einsetzbar wären.



**Abb. 4: Stahl-Sechskantschraube M8 x 20 DIN 933 mit passgenauen keramischen Sechskantmutter M8 DIN 934 aus schwindungsfreier Keramik, im Grünzustand spanabhebend gefertigt.**

## Anwendung

### *Festsitzender keramischer Zahnersatz*

In der Zahnmedizin gewinnen keramische Werkstoffe immer mehr an Bedeutung. Insbesondere ihre chemische Stabilität, ihre sehr gute Biokompatibilität und ihre Ästhetik bieten alle Voraussetzungen für die Anwendung keramischer Materialien als festsitzenden Zahnersatz. Die hier entwickelten, reaktionsgesinterten Keramiken auf ZrSiO<sub>4</sub>-Basis bieten neben diesen genannten allgemeinen Vorteilen keramischer

Werkstoffe gegenüber anderen Keramiken noch den Vorteil, dass durch die Reaktionssinter-technik sich die Sinterschwindung kompensieren lässt. Diese Tatsache erlaubt die Herstellung auch sehr komplizierter Teile mit Details in Mikrometerpräzision durch eine spanabhebende Formgebung des Grünkörpers durch Standardprozesse und -werkzeuge. Eine Voraussetzung hierfür ist neben den Festigkeits- und Risszähigkeitswerten der gesinterten Keramik auch die Festigkeit und Bearbeitbarkeit des Rohlings. Aufgrund seiner hohen Dichte von ca. 80% th.D. sind z.B. bei einer Fräsbearbeitung keine Ausbrüche durch eine unter der Oberfläche vorhandene Porosität zu erwarten. Weiterhin garantiert der hohe Anteil von über 25 Vol.% organischer Bestandteile im Rohling eine einfache Verarbeitbarkeit und, verglichen mit anderen spanenden Keramikbearbeitungsverfahren, deutlich geringere Werkzeuganforderungen. Die erzielbare Detailtreue wird vor allem bei der Gestaltung der Kauf- lächen deutlich (s. Abb. 5).



**Abb. 5: Fräsen einer Zahnkrone aus einem Strukturkeramik-Grünkörper mit dem KaVo-Everest-System, nach [15].**

Zudem wirkt sich die Grünkörperstabilität positiv auf die Kantenstabilität insbesondere im Kronenrandbereich aus. Das Material ist mit Hartmetallwerkzeugen ideal zu bearbeiten. Es werden weder Diamantwerkzeuge benötigt noch tritt ein signifikanter Werkzeugverschleiß auf [15]. Ein weiterer Vorteil des Materials ist,

dass auch eine manuelle Bearbeitung möglich ist. Dadurch kann der Zahntechniker die Arbeit im Artikulator überprüfen und bis zum Schluss Korrekturen vornehmen. Zahnkronen aus diesem Material vor und nach dem Sinterprozess zeigt Abb. 6.

Eine bei anderen Verfahren notwendige numerische Kompensa-



**Abb. 6: Gefräste, passgenaue Dentalkronen vor dem Reaktionssintern (links) und danach (rechts).**

tion der Sinterschwindung wird hier ohne Rechneinsatz durch den „intelligenten“ Werkstoff vorgegeben. Zum Transfer dieses Werkstoffes in die Dentaltechnik besteht eine Kooperation des Forschungszentrums Karlsruhe mit der Firma KaVo EWL GmbH. Die durchgeführten Entwicklungsarbeiten zielten insbesondere auf die Bearbeitung mit dem KaVo Everest System ab [16].

### Komponenten für die Mikrooptik

Neben der konkreten Anwendung als Dentalkomponenten, für die die industrielle Fertigung zu Beginn des Jahres 2003 anlaufen soll, bietet diese Materialklasse auch Anwendungsmöglichkeiten im Bereich der Mikrotechnik, für die sie ursprünglich entwickelt wurde. Denkt man an die präzise spanabhebende Grünbearbeitbarkeit, liegt mit diesem Material und dem hierfür entwickelten Formgebungsverfahren eine interessante Fertigungstechnik zur Herstellung keramischer Mikroteile vor. Dies ist umso interessanter, da mit Hilfe dieser Technik, wie sie das KaVo Everest System bietet, sowohl eine Einzelteilfertigung im Rahmen einer Entwicklung als auch – automatisiert – eine Serienproduktion

von Mikro-Keramikteilen möglich sind.

Mit Hilfe der noch im Entwicklungsstadium befindlichen thermoplastischen Formgebungsverfahren wird es möglich sein, mikrostrukturierte Keramikteile in größerer Zahl herzustellen. Hier bietet insbesondere der geringe thermische Ausdehnungskoeffizient interessante Aspekte. Allerdings liegen hier auch die Anforderungen an Präzision und Reproduzierbarkeit noch höher als bei Dentalanwendungen, so dass die Erfüllbarkeit dieser Anforderungen nicht einfach sein wird.

### Zusammenfassung und Ausblick

Durch geeignete Auswahl an präkeramischen Materialien, gekoppelt mit geeigneten Formgebungsverfahren und einer auf die Materialien abgestimmten thermischen Prozessführung lassen sich durch Reaktionssinterung maßgetreue (net-shape) Keramikteile herstellen. Es konnte gezeigt werden, dass die im Rahmen der F+E-Programme entwickelten Materialien und Verfahren vielseitig einsetzbar sind. Konkrete Anwendungsfelder eröffnen sich derzeit auf dem Gebiet des festsitzenden vollkeramischen Zahnersatzes, aber auch

auf dem Sektor der Mikrotechnik hinsichtlich der Herstellung verschleißfester keramischer Mikroteile.

Weiterentwicklungen werden mit hoher Priorität auf dem Dentalsektor durchgeführt werden, wo für die Herstellung vollkeramischer Brücken höhere Festigkeiten gefordert sind. Hier ist insbesondere an eine Material-Weiterentwicklung zu denken, d.h. an den Einsatz anderer Zusammensetzungen oder Precursoren. Auf dem Gebiet der Mikrotechnik ist geplant, die weiteren Arbeiten hauptsächlich auf die Etablierung geeigneter Mikroabformverfahren zu konzentrieren. Hier ist sowohl an die Adaptierung der spanabhebenden Formgebung, wie sie derzeit in der Dentaltechnik angewandt wird, gedacht, aber auch die Entwicklung der Spritzgießverfahren soll weiter bearbeitet werden. Selbstverständlich wird jedes dieser Arbeitsgebiete, Materialentwicklung und Entwicklung von thermoplastischen Formgebungsverfahren, vom anderen profitieren, so dass in absehbarer Zeit hochfeste, thermoplastisch formbare net-shape Keramiken zur Verfügung stehen werden.

## Literatur

- [1] V.D. Hennige  
*Verfahrens- und Werkstoffentwicklung zur Herstellung oxidkeramischer Mikroformteile mit minimiertem Sinterschrumpf*,  
Shaker-Verlag Aachen, 1998
- [2] V.D. Hennige, H.-J. Ritzhaupt-Kleissl, J. Haußelt,  
*Keram. Z. 50 (1998), 262-265*
- [3] J. Haußelt, V.D. Hennige, H.-J. Ritzhaupt-Kleissl,  
*NACHRICHTEN – Forschungszentrum Karlsruhe 30 (1998), 161-166*
- [4] V.D. Hennige, H.-J. Ritzhaupt-Kleissl, J. Haußelt,  
*Deutsches Patent DE 195 47 129, 1995, sowie Europäisches Patent EP 0779 259*
- [5] W.C. Buttermann, W.R. Foster,  
*The American Mineralogist 52 (1967), 880-885*



- 
- 
- [6] T. Mori, M. Hoshino, H. Yamamura, H. Kobayashi, T. Mitamura, *J. Ceram. Soc. Japan, Int.Ed.* 98 (1990), 1023-1028
- [7] *Ullmanns Enzyklopädie der Technischen Chemie, 4. Auflage, Band 24, S. 696, VCH Weinheim, 1984*
- [8] E. Klose, J. R. Binder, H.-J. Ritzhaupt-Kleissl, J. Haußelt, *Symposium D4: „Biomaterials: Mechanical Properties, Degradation and Interface to the Biosystem“, Materials Week 2001, München.*
- [9] S. Ray, J.R. Binder, *Symposium K2: Ceramic Foil Materials and Systems for the Microsystem-Technology, Materials Week 2001, München.*
- [10] R. Lenk, *cfi/Ber. DKG 72 (1995), 636-642*
- [11] W. Bauer, R. Knitter, *NACHRICHTEN – Forschungszentrum Karlsruhe 30 (1998), 243-250*
- [12] R. Knitter, D. Göhring, H.-J. Ritzhaupt-Kleissl, J. Haußelt, *Keram. Z. 51 (1999), 1064-1069*
- [13] H.-J. Ritzhaupt-Kleissl, W. Bauer, R. Knitter, V. Piötter, R. Ruprecht, J. Haußelt, *Tagungsband 4. Statuskolloquium Mikrosystemtechnik, FZKA-Bericht 6423, Forschungszentrum Karlsruhe 2000, 37-42*
- [14] K. Honnef, *Dissertation Universität Freiburg, 2002*
- [15] J.R. Binder, H.-J. Ritzhaupt-Kleissl, J. Haußelt, *dental dialogue 6 (2001), 684-686*
- [16] G. Hoffmann, *Quintessenz Zahntech. 27 (2001), 1050-1053*

# Pulverspritzgießen keramischer Mikrobauteile – Entwicklung von Prototypen- und Massenfertigungsverfahren

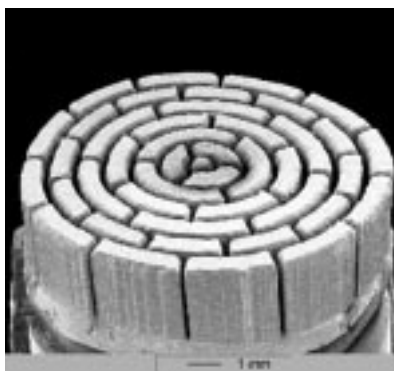
W. Bauer, R. Knitter, V. Plotter, R. Ruprecht, IMF

## Einleitung

Bei der Entwicklung von Mikrosystemen spielt die Nutzung von spezifischen Materialeigenschaften vielfach noch eine untergeordnete Rolle. Die in der Mikrotechnik verfügbare Werkstoffpalette wird daher wesentlich durch den Stand der Entwicklung der Formgebungsverfahren bestimmt. Hierbei werden zumeist Fertigungstechniken eingesetzt, bei denen bereits ein umfangreiches Know-how existiert (z.B. Ätzen von Silizium) oder die eine Anpassung konventioneller Formgebungsverfahren an Mikrodimensionen erlauben (z.B. Spritzgießen von Kunststoffen, galvanische Abscheidung von Metallen). Die Palette der eingesetzten Werkstoffe ist darin stark eingeschränkt. Sie umfasst im wesentlichen Silizium, die Materialklasse Kunststoff sowie einige ausgewählte Metalle.

Durch die Verwendung von keramischen Werkstoffen können sich den Mikrosystemen zahlreiche neue Einsatzmöglichkeiten eröffnen, die mit metallischen oder polymeren Materialien nicht oder nur unzureichend zu realisieren sind. Besonders dann, wenn gute mechanische und tribologische Eigenschaften, chemische und thermische Beständigkeit, geringe thermische Ausdehnung oder spezielle funktionelle Eigenschaften, z. B. piezoelektrisches Verhalten, gefordert werden, bietet sich der Einsatz von Keramiken an oder kann sogar unverzichtbar werden. Keramische Mikrobauteile können als passive Stütz- oder

Trägerelemente unter aggressiven thermischen oder korrosiven Bedingungen eingesetzt werden, bei denen Kunststoffe oder Metalle nach kürzester Zeit versagen würden. In der Mikromechanik ermöglichen sie erhöhte Standzeiten durch die gute Abrasionsbeständigkeit. In der Mikrooptik bieten sie sich aufgrund der niedrigen thermischen Ausdehnungskoeffizienten an, weil sie z. B. für eine ausreichende Betriebsstabilität optischer Bauelemente bei einem Einsatz im Outdoor-Bereich sorgen. In der Mikroreaktionstechnik eröffnen sie die Möglichkeit, Reaktionen mit aggressiven Medien oder bei sehr hohen Temperaturen durchführen zu können [1]. Weitere aktive Bauelemente, die für die Mikrosystemtechnik von großem Interesse sind, bestehen aus piezokeramischen Materialien, die als Aktoren oder Sensoren wichtige Wandlerfunktionen übernehmen können (Abb. 1).



**Abb. 1: Keramischer Grundkörper für einen Ultraschallwandler aus Blei-Zirkonat-Titanat (PZT-Keramik), realisiert durch Niederdruck-Keramik-Spritzgießen (LP-CIM).**

## Besonderheiten des Spritzgießens von keramischen Mikrobauteilen

Trotz zahlreicher Vorzüge steht einem stärkeren Einsatz von keramischen Werkstoffen eine aufwendige Prozesstechnik entgegen, die besonders bei der Mikrostrukturierung in Kauf genommen werden muss. In den vergangenen Jahren wurden bereits eine Reihe von Strukturierungsverfahren für keramische Mikrobauteile entwickelt [2, 3], die aber hinsichtlich Designfreiheit oder Automatisierbarkeit nur eingeschränkt einsetzbar sind.

Bei der Fertigung komplexer makroskopischer Bauteile hat sich das keramische Spritzgießen (Ceramic Injection Molding, CIM) als Standardverfahren etabliert. Um gegenüber dem Kunststoffspritzgießen durch Pulverspritzgießen Keramikteile zu erhalten, wird eine Formmasse verwendet, die zu mindestens 50 Vol.-% aus Keramikpulver besteht. Durch einen Binderanteil, der das restliche Volumen einnimmt, ist die Formmasse thermoplastisch verarbeitbar. Im Spritzgießvorgang erfolgt die Formgebung zum so genannten Grünling. Danach erfolgt zur Entfernung des Polymeranteils das Entbindern zum Braunling. Abschließend wird der Braunling im Ofen unter Schwindung zum dichten Mikrobauteil gesintert. Der Sinterschrumpfung wird durch Maßvorhalt im Werkzeug berücksichtigt.

Es ist daher naheliegend, diese Technik auch zur Herstellung von mikrostrukturierten keramischen

Bauteilen zu verwenden, wozu allerdings eine Reihe von Anpassungen und Erweiterungen hinsichtlich der Formmasseeigenschaften, der Werkzeuggestaltung und der Prozesstechnik erforderlich sind, die den speziellen Anforderungen von Mikrobauteilen Rechnung tragen müssen. Die Besonderheiten des Spritzgießens von Mikrobauteilen wurden zuerst an polymeren Werkstoffen entwickelt [4, 5]. In seinen Grundzügen ist die Abformung einer keramikgefüllten Formmasse, des sogenannten Feedstocks, mit dem Mikrospritzgießen von ungefüllten Kunststoffen vergleichbar [6]. Allerdings werden durch die Pulverbeladung die mechanischen und thermischen Eigenschaften des Feedstocks spürbar verändert. Aufgrund der erhöhten Wärmeleitfähigkeit des Feedstocks besteht z.B. bei den geringen Querschnitten von Mikrostrukturen leicht die Gefahr einer zu frühen Erstarrung der Formmasse. Für ein vollständig gefülltes Bauteil ist daher eine sehr exakte Temperierung des Werkzeuges erforderlich. Weitere Besonderheiten sind ein:

- Evakuieren des Werkzeuges, um eine vollständige Füllung von sacklochartigen Mikrostrukturen im Werkzeug zu erzielen und um Defekte zu verhindern, die durch Kompression und Erhitzung von Luft verbunden mit der Zerstörung von Kunststoffanteilen vergleichbar der Verbrennung in Dieselmotoren verursacht werden;
- Temperieren des Werkzeuges mit einem Variotherm-Zyklus, das heißt, zu Beginn des Zyklus eine hohe Werkzeugtemperatur einstellen, um entlang

des gesamten Fließweges der Formmasse eine niedrigere Formmasseviskosität und damit eine gute Formfüllung des Werkzeuges zu erhalten, und danach das Werkzeug solange kühlen, dass nach Erstarren der Formmasse eine ausreichende mechanische Festigkeit für eine sichere Entformung gewährleistet ist;

- Öffnen des Werkzeuges und Auswerfen der Mikrobauteile mit sehr niedriger und gleichförmiger Geschwindigkeit, um ein beschädigungsfreies Entformen der Mikrostrukturen sicherzustellen.

Als eine wesentliche Folge sind die Abformzeiten beim Mikrospritzgießen deutlich länger als beim konventionellen Spritzgießen. Da der Zykluszeit eine entscheidende wirtschaftliche Bedeutung zukommt, wurden in den letzten Jahren Anstrengungen unternommen, die zu einer signifikanten Reduzierung der anfänglichen Zeiten geführt haben. Aktuell ist von Zykluszeiten im Minutenbereich auszugehen. Zudem lassen sich durch gleichzeitige Formgebung von mehreren Mikroteilen in einem Zyklus hohe Ausstoßzahlen erzielen.

### Vergleich von Hochdruck- und Niederdruck-Keramik-Spritzgießen

Das Spritzgießen von keramischen Materialien kann in zwei Varianten durchgeführt werden, dem mit einem hohen industriellen Durchdringungsgrad gekennzeichneten Hochdruck- und dem weniger verbreiteten Niederdruck-Keramik-Spritzgießen. Die

grundlegende Gemeinsamkeit beider Verfahren besteht darin, dass ein keramisches Pulver mit einem thermoplastischen Binder vermischt und dadurch in einen fließfähigen Zustand gebracht wird. Die Unterschiede ergeben sich aus der Art der verwendeten Binder, die zu deutlich unterschiedlichen Einspritzdrücken und -temperaturen führen. Die Unterscheidungsmerkmale beschränken sich aber nicht nur auf die Abformbedingungen, sondern erfordern eine unterschiedliche Feedstock-Aufbereitung und voneinander abweichenden apparativen Aufwand. Dies führt letztlich dazu, dass beide Verfahren in unterschiedlichen Anwendungsfeldern zum Einsatz kommen. Während das Hochdruck-Spritzgießen die Möglichkeiten einer wirtschaftlichen Serienproduktion besitzt, ist das Niederdruck-Spritzgießen prädestiniert für die schnelle Fertigung von Prototypen und Kleinserien [7].

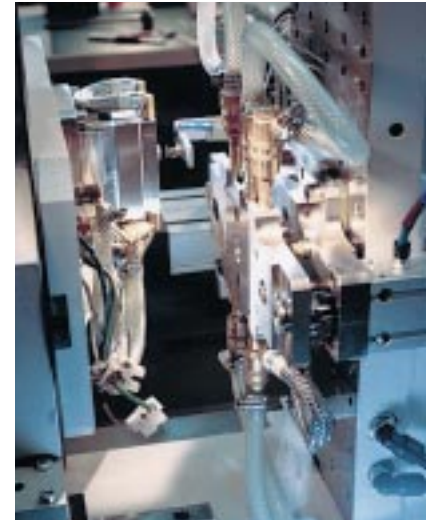
### Hochdruck-Keramik-Spritzgießen (HP-CIM)

Beim Hochdruck-Keramik-Spritzgießen (High Pressure Ceramic Injection Molding, HP-CIM), werden thermoplastische Kunststoffe als Bindermaterialien verwendet (Polyolefine, Polyacetale usw.) [7, 8]. Voraussetzung für die Abformung von Mikrobauteilen ist eine möglichst hohe Festigkeit und Steifigkeit der verwendeten Binder, um Probleme beim Entformen der Teile zu vermeiden. Kommerziell verfügbare Binder, die diese Kriterien am ehesten erfüllen, sind z.B. Hostamont Binder der Clariant GmbH (ehemals

Hoechst AG) oder Catamold Binder der BASF AG.

Maschinenseitig stützt sich das Mikrospritzgießen auf modifizierte Einheiten, die auch in der industriell weit verbreiteten konventionellen Spritzgießtechnik eingesetzt werden. Es stehen somit nicht nur die Spritzgießmaschinen sondern auch Peripheriegeräte und Handhabungseinrichtungen, die lediglich für die spezifischen Belange der Mikrofertigung modifiziert werden müssen, kostengünstig zur Verfügung (Abb. 2).

Um die sehr kleinen Formteilkavitäten befüllen zu können und um den Werkzeugverschleiß möglichst gering zu halten, werden während des Einspritzens relativ hohe Werkzeugtemperaturen eingestellt. Damit kann eine ausreichende Fließfähigkeit der Formmasse ohne die Gefahr von deren Überhitzung gewährleistet und eine Wiederverwendung von Angüssen oder Produktionsabfällen ermöglicht werden [8]. Außerdem liegen die Verarbeitungsfenster der Feedstocks oftmals niedriger als bei ungefüllten Kunststoffen, was die thermische Belastung der mikrostrukturierten Formeinsätze reduziert. So liegt die Formmasse-temperatur hier üblicherweise bei 100 – 200°C, gegenüber z.B. 230°C für PMMA. Die spezifischen Einspritzdrücke liegen beim Mikropulverspritzgießen in Bereichen, wie sie für die gesamte Spritzgießtechnik üblich sind, d.h. zwischen 500 und 1000 bar. Dies kann zu hohen Einspritzgeschwindigkeiten und somit kurzen Zykluszeiten führen, birgt aber die Gefahr der Entstehung von Entmischungen in den Formmassen in sich. Es ist



**Abb. 2:** Anlage für das Hochdruck-Keramik-Spritzgießen (HP-CIM): Spritzgießmaschine Battenfeld Microsystem 50 (links) mit Spritzgießwerkzeug (rechts): Standfläche ca. 2 m<sup>2</sup>, Schließkraft 50 kN.

deshalb besonders auf eine strömungsgerechte Auslegung des Werkzeugs zu achten. Wenn es das Design des Bauteils erlaubt, sollten scharfe Kanten und Ecken im Werkzeug bzw. Formeinsatz durch abgerundete Radien ersetzt werden. Verengungen im Bauteil, sogenannte Fließbremsen, führen zur Entmischung durch Freistrahlbildung und häufig zu vorzeitigem Einfrieren der Masse. Sie sollten daher ebenfalls durch eine Änderung der Bauteilgeometrie umgangen werden. Eine Auswahl typischer Mikrobauteile ist in den Abb. 3, 4 und 5 (links) dargestellt.

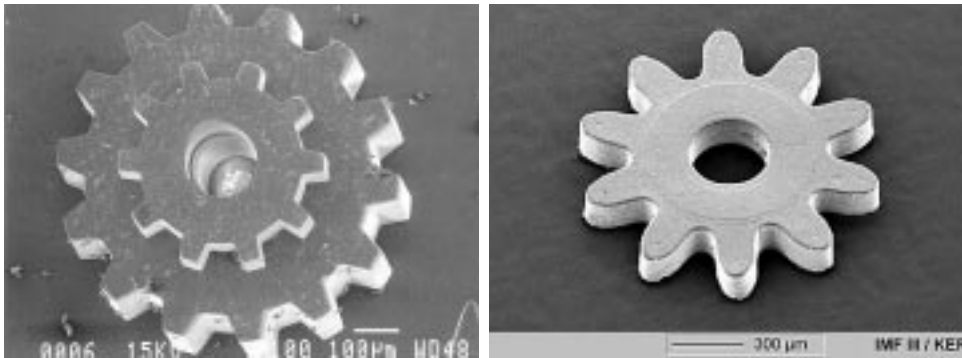
Die aufwendigere Formgestaltung und Temperierung beim Mikrospritzgießen erfordert eine sehr sorgfältige und daher kostenintensive Auslegung des Werkzeuges und des Formeinsatzes. Es ist deshalb sinnvoll, bereits die Planungsphase durch eine Finite-Element Simulation des Einspritz- und Formbildungs-



**Abb. 3:** Prüfkörper mit minimalem Querschnitt von 200 µm x 200 µm für Mikro-Zug- (links) und -Biege-Versuche (rechts), hergestellt durch Hochdruck-Keramik-Spritzgießen (HP-CIM) aus ZrO<sub>2</sub>-Keramik.



**Abb. 4:** Mikro-Zahnrad-Form aus ZrO<sub>2</sub>-Keramik, 500 µm hoch, hergestellt durch Hochdruck-Keramik-Spritzgießen (HP-CIM): der Zahnkopfdurchmesser beträgt 480 µm, die minimale Zahnbreite ca. 70 µm.



**Abb. 5: Spritzgegossene Labormuster von Mikro-Zahnradern: links aus  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (Hochdruck-Keramik-Spritzgießen (HP-CIM)); rechts aus  $\text{ZrO}_2$  (Niederdruck-Keramik-Spritzgießen (LP-CIM)).**

vorganges zu unterstützen, um Fehler möglichst frühzeitig vermeiden zu können. Heutige Softwaretools erlauben zwar eine Simulation der Formfüllung, die qualitativ mit dem Experiment recht gut übereinstimmt. Für eine quantitative Berechnung sind jedoch noch umfangreiche Entwicklungs- und Validierungsarbeiten für geeignete Simulationstools notwendig, um mikro-spezifische Effekte wie Oberflächenspannung zum Werkzeug oder die Pulver-Binder-Wechselwirkung im Feedstock zu berücksichtigen.

### *Niederdruck-Keramik-Spritzgießen (LP-CIM)*

Niederdruck-Keramik-Spritzgießen (Low Pressure Ceramic Injection Molding, LP-CIM), auch Niederdruck-Warmspritzen oder Heißgießen genannt, verwendet zur Plastifizierung der keramischen Pulver keine Thermoplaste, sondern niedrigschmelzende Paraffine und Wachse. Diese schmelzen üblicherweise bei 60 – 70°C und bilden Schmelzen, deren Viskosität nur etwas höher

ist, als die von Wasser. Mit Hilfe geeigneter oberflächenaktiver Substanzen lassen sich so fließfähige Feedstocks mit Feststoffgehalten von über 70 Volumenprozent herstellen. Dies hat zur Konsequenz, dass eine Formgebung in sehr kompakten Anlagen (Abb. 6) bereits bei sehr niedrigen Drücken und Temperaturen durchführbar ist. Übliche Verarbeitungsbedingungen lie-

gen bei 70 – 100°C und bei Einspritzdrücken deutlich unterhalb von 5 MPa. Im Vergleich zum Hochdruck-Spritzgießen lassen sich daraus einige interessante Aspekte ableiten:

- Die Anfertigung des Spritzgießwerkzeugs ist aufgrund der geringeren Anforderungen wesentlich einfacher und kostengünstiger, so dass Niederdruck-Spritzgießen bereits für kleine und mittlere Serien wirtschaftlich sein kann.
- Durch den geringen Einspritzdruck ergibt sich ein verringerter Verschleiß, und es können auch Werkzeuge aus weichen Werkstoffen für größere Serien verwendet werden, z. B. die gut zu mikrostrukturierenden Metalle Messing oder Nickel.
- Geringe Einspritzgeschwindigkeiten reduzieren die Gefahr von Entmischungen in den komplexen Designs und en-



**Abb. 6: Anlagen für das Niederdruck-Keramik-Spritzgießen (LP-CIM): links GOCERAM GC-MPIM-2-MA-X, rechts Peltzman MIGL-33.**

gen Fließwegen von Mikrobauteilen.

Diesen Vorzügen steht aber die geringe mechanische Festigkeit von Paraffin gegenüber. Sie führt speziell bei Mikrobauteilen dazu, dass kompliziert geformte Strukturen, die eine starke Verzahnung mit dem Werkzeug aufweisen, beim Entformen leicht abreißen können. Eine zuverlässige Abformung ist mit dem Verfahren daher üblicherweise nur bei geringer Komplexität der Mikrobauteile möglich.

### Fertigung von Mikrobauteilen durch eine Rapid-Prototyping-Prozesskette

Um das Potenzial des Niederdruck-Keramik-Spritzgießens bei der Herstellung von Prototypen und kleinen Serien besser nutzen zu können, wurde eine Rapid-Prototyping-Methode (schnelle Produktmusterfertigung) entwickelt, mit der sich auch komplex geformte Mikrobauteile schnell und kostengünstig fertigen lassen [1, 9, 10]. Erreicht wird dies, in-

dem die verwendete Spritzgieß-Hohlform nicht aus Metall, sondern aus Silikonkautschuk gefertigt wird. Der weiche Silikonkautschuk ermöglicht eine gute Entformbarkeit auch bei fragilen Details (Abb. 5 (rechts) und 7). Darüber hinaus lassen sich mit Silikonkautschuk Hinterschneidungen entformen, ohne das aufwendige Werkzeugkonstruktionen eingesetzt werden müssen. Mittels Niederdruck-Spritzgießen können Silikonkautschukformen verzerrungsfrei abgeformt werden, wenn der Einspritzdruck hinreichend gering, d.h. kleiner als 0,5 MPa ist. Ein derart niedriger Druck lässt sich mit zahlreichen kommerziell erhältlichen Pulvern erreichen, so dass die Methode für vielfältige keramische Materialien und Bauteile verwendet werden kann. Die Fertigung von umfangreicheren Losgrößen verliert allerdings an Wirtschaftlichkeit, da die Entformung nicht automatisch, sondern manuell erfolgt.

Die Herstellung der Silikonkautschukformen erfolgt durch Abgießen eines Urmodells. Dieses kann aus einem beliebigen Werk-

stoff bestehen, so dass auf leicht zu bearbeitende Materialien zurückgegriffen werden kann. Besonders vorteilhaft ist hierbei eine Rapid-Prototyping-Prozesskette, d.h. die Verwendung von Rapid-Prototyping-Bauteilen als Urmodelle. Diese sind schnell und einfach herzustellen, da sie unmittelbar aus den dreidimensionalen CAD-Daten gefertigt werden. Rapid-Prototyping-Verfahren sind kommerziell in vielfältigen Ausführungen erhältlich, wobei sich vor allem die Stereolithographie durch eine hohe Präzision auszeichnet (Abb. 8). Mit Hilfe der Mikro-Stereolithographie [11] lassen sich sogar Auflösungen im Mikrometerbereich erzielen, so dass auf diese Weise auch filigrane und stark miniaturisierte Bauteile gefertigt werden können. Die durch die Rapid-Prototyping-Prozesskette gefertigten Teile stellen im Gegensatz zu den Rapid-Prototyping-Modellen Funktionsmuster aus dem gleichen Werkstoff und mit den gleichen Eigenschaften wie das spätere Serienprodukt aus Keramik dar.

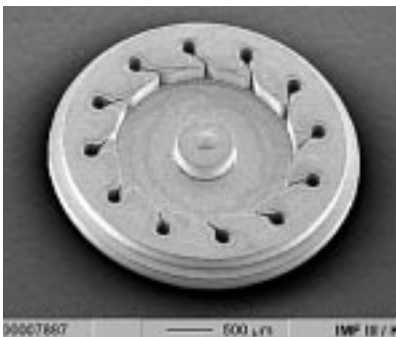


Abb. 7: Turbinengehäuse aus  $ZrO_2$ -Keramik, hergestellt durch Niederdruck-Keramik-Spritzgießen (LP-CIM).

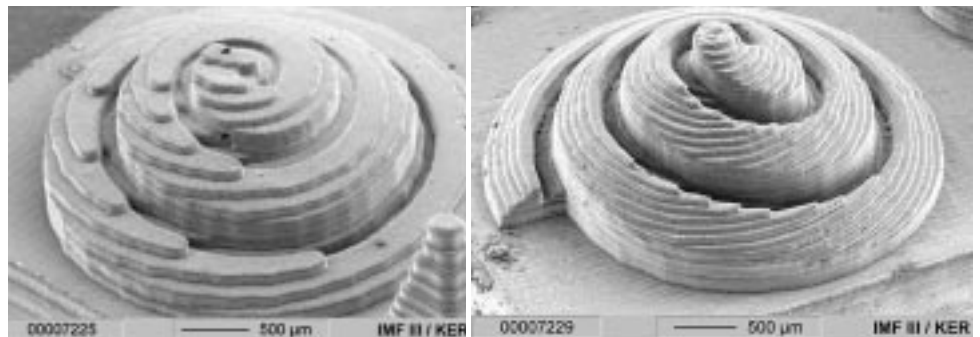


Abb. 8:  $ZrO_2$ -Keramik-Replikat, erzeugt durch Niederdruck-Keramik-Spritzgießen (LP-CIM) aus Stereolithographie-Modellen (Modelle aus kommerziellen Stereolithographie-Anlagen: links Standardauflösung; rechts: hohe Auflösung).

### Eigenschaften von mikrostrukturierten Keramikbauteilen

Im Rahmen der Entwicklungen der CIM-Prozesstechnik wurden zahlreiche geometrische und mechanische Eigenschaften an Labormustern oder Demonstrator-komponenten bestimmt. Die in den nachfolgenden Tabellen 1 – 3 genannten Werte spiegeln den aktuellen Stand der Entwicklung wieder. Sie besitzen meist noch Verbesserungspotenzial, da aufgrund der Vielzahl von Prozessparametern und Bauteilgestaltungen eine umfassende Optimierung sehr zeitaufwendig ist.

### Zusammenfassung

Keramische Pulverspritzgießverfahren kommen in zwei unterschiedlichen Ausprägungen zur Anwendung, als Hochdruck-Keramik-Spritzgießen und als Niederdruck-Keramik-Spritzgießen. Die Verwendung von Thermoplasten mit hoher mechanischer Festigkeit als Binder in den Pulver-gefüllten Formmassen erfordert beim Hochdruck-Spritzgießen hohe Temperaturen und hohe Einspritzdrücke zur vollständigen Formfüllung. Hierzu ist eine belastbare und abrasionsbeständige Werkzeugtechnik erforderlich. Der Prozess bietet

aber die Möglichkeit zur Automatisierung, und ermöglicht somit eine preisgünstige Massenfertigung. Durch niedrugschmelzende Paraffine kann im Niederdruck-Spritzgießen bei deutlich niedrigeren Temperaturen und Drücken gearbeitet werden. Die Werkzeuge, die beim Niederdruck-Spritzgießen eingesetzt werden, lassen sich daher schnell und kostengünstig anfertigen. Die geringe Festigkeit der Paraffine erfordert aber eine manuelle Entformung. Das Verfahren ist aus diesen Gründen prädestiniert für die schnelle Fertigung von Produktmustern und Kleinserien.

Eigenschaft	Stückzahl	Werkzeug	Geometrie-freiheitsgrad	Automatisier-barkeit	Verfügbarkeit
<b>Hochdruck-Keramik-Spritzgießen (HP-PIM)</b>	serien-tauglich	Metall; Investition	2,5 D in Sonderfällen: 3 D	gut erreichbar Anlagentechnik verfügbar	abhängig von Lieferzeit für Werkzeug
<b>Niederdruck-Keramik-Spritzgießen (LP-PIM)</b>	Prototypen	Silikon-kautschuk;  low-cost	2,5 D auch Hinterschnitte möglich	beanspruchungs- arme Hand- entformung	schnelle Werkzeug- fertigung durch Rapid Prototyping

Tab. 1: Vergleich der Stärken der Varianten des Keramik-Spritzgießens bei der Fertigung von keramischen Mikroteilen

Geometrische Eigenschaft	min. Strukturbreite [µm]	min. Strukturdetails [µm]	Aspekt-verhältnis (Höhe/Breite)	max. Rauheit Rt oder Rz [µm]	Mittenrauheit Ra [nm]
<b>HP-PIM</b>	20	> 2	> 10 möglich	> 2	< 400
<b>LP-PIM</b>	30	> 2	> 10 möglich	> 2	< 500

Tab. 2: Vergleich der geometrischen Bauteileigenschaften von Mikroteilen zwischen Hochdruck- (HP-CIM) und Niederdruck-Keramikspritzgießen (LP-CIM)

Werkstoff-eigenschaften	Typische Dichte [th. D.]	Korngröße [ $\mu\text{m}$ ]	Biegefestigkeit [MPa]	Weibull-Koeffizient
HP-PIM	99 %	0,3 – 0,7	840 – 2100	3,5 – 10
LP-PIM	98 %	0,3 – 0,7	900 – 3000	5,6 – 11,1

Tab. 3: Vergleich von bauteilspezifischen Werkstoffeigenschaften zwischen Hochdruck- (HP-CIM) und Niederdruck-Keramikspritzgießen (LP-CIM), ermittelt an Mikroprobekörpern aus  $\text{ZrO}_2$  (1 mm x 0,2 mm x 0,2 mm).

Beide Pulverspritzgießverfahren wurden in den letzten Jahren am IMF III parallel für die Mikroformgebung weiterentwickelt, um die Materialpalette für die Mikrotechnik um Struktur- und Funktionskeramiken zu erweitern. Sie ergänzen sich in idealer Weise und erlauben eine wirtschaftliche Fertigung von Mikroteilen aus Keramik für Anwendungen z.B. in der Mikrooptik, Medizintechnik oder Mikroverfahrenstechnik vom einzelnen Prototypen bis zur Massenfertigung.

### Danksagung

Die Autoren danken allen Kolleginnen und Kollegen, insbesondere den Herren G. Bartelt, T. Gietzelt, T. Greiner, L. Merz, K. Plewa und S. Rath für ihre wertvollen Beiträge bei der Durchführung der Arbeiten, T. Fett, IMF II sowie M. Auhorn und T. Beck (iwk1, Universität Karlsruhe) für die Ermittlung und Bereitstellung der Mikrofestigkeitskennwerte. Die Arbeiten wurden dankenswerterweise unterstützt vom

BMBF im Rahmen des HGF-Strategiefondsprojekts MALVE und vor allem von der Deutschen Forschungsgemeinschaft, aktuell im Rahmen des Sonderforschungsbereichs SFB 499 in Kooperation mit der Universität Karlsruhe.

### Literatur

- [1] R. Knitter, D. Göhring, P. Risthaus, *Keramische Reaktoren für den Einsatz in der Mikroreaktionstechnik. FZKA-Nachrichten, diese Ausgabe.*
- [2] R. Knitter, E. Günther, U. Maciejewski, C. Odemer. *cfi/Ber. DKG 71 (1994) [9], S. 549-556.*
- [3] W. Bauer, H.-J. Ritzhaupt-Kleissl, *Keramische Zeitung 6 (1998) [50], S. 411-415.*
- [4] V. Piotter, T. Hanemann, R. Ruprecht, J. Haußelt, A. Thies, *SPIE Conference Micromachining and Microfabrication, Vol. 3223, Austin TX (1997), pp 91 ff.*
- [5] A. Spennemann, W. Michaeli, A. Rogalla, *Process Analysis of the Injection Molding of Microstructures; Proceedings of Micro System Technologies (1998), VDE-Verlag GmbH, pp. 331-337.*
- [6] G. Baumeister, M. Guttman, A. Haefele, N. Holstein, V. Piotter, R. Ruprecht, G. Schanz, F. Winkler, *Mikrospritzgießen von ungefüllten Kunststoffen. FZKA-Nachrichten, diese Ausgabe.*
- [7] V. Piotter, W. Bauer, T. Benzler, A. Emde, *Microsystem Technologies, 7 (2001), S. 99-102.*
- [8] V. Piotter, T. Gietzelt, K. Mueller, R. Ruprecht, J. Hausselt, *Proceedings of PM 2000 World Congress & Exhibition; Kyoto (2000), pp. 1652-1655.*
- [9] R. Knitter, W. Bauer, D. Göhring, J. Haußelt, *Advanced Engineering Materials, 3 (2001) [1-2], S. 49-54.*
- [10] W. Bauer, R. Knitter, G. Bartelt, P. Risthaus, *in: R. Meyer [Hrsg.] Rapid 2001: Internat. User's Conf. on Rapid Prototyping and Rapid Tooling and Rapid Manufacturing Proc. S.504-509 Fraunhofer Allianz Rapid Prototyping (2001).*
- [11] R. Götzen, *F&M, 106 (1998), [3], S. 134-136.*



# Materialforschung für die Mikrosystemtechnik

K.-H. Zum Gahr, IMF

## Einleitung

In dem Vorwort zu einer Gemeinschaftstagung der VDI/VDE-Gesellschaft Feinwerktechnik, VDI-Gesellschaft Werkstofftechnik, VDE/VDI-Gesellschaft Mikroelektronik und der Deutschen Gesellschaft für Metallkunde im Jahr 1989 findet man folgende Aussage „Für die Erschließung des Anwendungspotentials der Mikro-technik ist es von entscheidender Bedeutung, dass eine breite Palette von funktionspezifischen Werkstoffen zur Verfügung steht“ [1]. Dies unterstreicht die Wichtigkeit der Materialforschung in der Mikrosystemtechnik für die Realisierung visionärer Ideen, Entwicklung und Optimierung neuer Produkte, Miniaturisierung von Komponenten und Systemen sowie die Sicherstellung ihrer Zuverlässigkeit und hinreichenden Lebensdauer. Das hohe Potential der Mikrosystemtechnik in Bezug auf intelligente, mobile und miniaturisierte Produkte ist unstrittig [2]

und ebenso, dass seine volle Ausschöpfung nur durch die Nutzung der in den Basistechnologien (Halbleiter-, Material-, Mikrostrukturierungs-, Nano-, Biotechnologie etc.) erzielten Inventionen in Kombination mit einer intelligenten Systemintegration (Entwurfsmethodik, Simulationstechnik, Mikrofertigungstechnik, Aufbau- und Verbindungstechnik) möglich ist. An den bisher erreichten Erfolgen mikrotechnischer Systemlösungen hat die Materialforschung als eine wichtige Basistechnologie einen bedeutenden Anteil.

Mikrosysteme sind heute in vielen Schlüsselindustrien im Einsatz und erschließen sich ständig neue Anwendungsfelder u.a. in der Umwelt-, Sicherheits-, Medizin- und Bio-, Kommunikations-, Verkehrs-, Fertigungs-, Verfahrens-, Haushalts- und chemischen Mikroverfahrenstechnik. Die Verfügbarkeit fortschrittlicher, auf die Anforderungen der Mikro-

technik zugeschnittener Materialien und Prozesstechniken kann über einzelne spezifische Systeme hinaus ein weites Feld neuer Anwendungen eröffnen. Entsprechend der Breite des Einsatzpotenzials von Mikrosystemen sind die Anforderungen u.a. an funktionspezifische chemische, dielektrische, elektronische/elektrische, magnetische, mechanische, optische, thermophysikalische oder tribologische Eigenschaften der Materialien äußerst vielfältig. Hieraus und bei Berücksichtigung der strukturellen Abmessungen von Mikrokomponenten oder relevanten Wechselwirkungsmechanismen in Dimensionen von Mikro-, Submikro- bis zu Nanometern ergibt sich sowohl ein breiter grundlagenorientierter als auch systemspezifischer Forschungsbedarf. Dieser bezieht sich auf die Entwicklung und Prozesstechnik, Strukturierung und Modifizierung sowie Prüfung und Modellierung von Werkstoffen (Abb. 1).

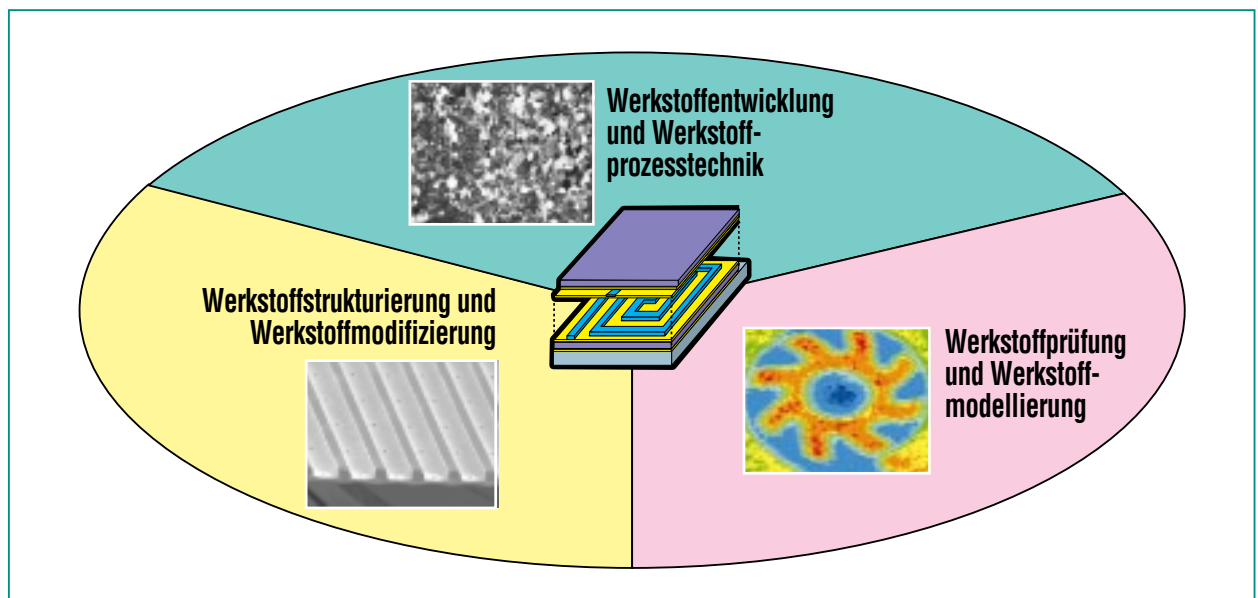


Abb. 1: Schwerpunkte der Materialforschung für Mikrosysteme.

Im folgenden werden einige Beiträge des Instituts für Materialforschung mit seinen Teilinstituten *Werkstoffphysik* (IMF I), *Werkstoffmechanik* (IMF II) und *Werkstoffprozesstechnik* (IMF III) zur Mikrosystemtechnik vorgestellt.

### Werkstoffentwicklung und -prozesstechnik

Die ersten mikrosystemtechnischen Produkte wurden auf der Grundlage der photolithographischen Technologien der Mikroelektronik mit entsprechenden Modifikationen realisiert. Dies bedeutete zugleich den Einsatz von Silizium als Basismaterial mit dem Vorteil der guten Kompatibilität zu mikroelektronischen Komponenten. Als wesentlicher Unterschied zu den zweidimensionalen Strukturen der Mikroelektronik sind in der Mikrosystemtechnik jedoch häufig dreidimensionale Strukturen erforderlich, wodurch die Fertigungsprozesse wesentlich komplizierter werden.

Obwohl die Silizium-Mikromechanik in zahlreichen Anwendungsfeldern erfolgreiche Produkte realisiert hat, kann die Materialbegrenzung auf Silizium eine deutliche Einschränkung für die Entwicklung neuer mikrosystemtechnischer Produkte oder die Erschließung neuer Einsatzbereiche darstellen. Durch die Verfügbarkeit anderer primärer Mikrostrukturierungstechniken wie das LIGA-Verfahren, die mechanische spanabhebende Mikrofertigung oder die Laser-Mikrostrukturierung und die nachfolgende sekundäre Strukturierung durch Replikationstechniken wie das

Mikro-Spritzgießen, Mikro-Prägen oder Mikro-Gießen wird die Materialpalette auf Metalle, Keramiken und Polymere erweitert.

Neben den systemspezifischen Anforderungen, z.B. an aktorische oder sensorische Fähigkeiten (Signalwandlung), Bioverträglichkeit oder Korrosionsbeständigkeit, müssen die einzusetzenden Materialien die mit den primären oder sekundären Strukturierungs-, Aufbau- und Verbindungstechniken verbundenen fertigungstechnischen Anforderungen erfüllen. Materialien für Bauteile mit Strukturabmessungen im Mikro- bzw. Submikrometerbereich müssen Korngrößen deutlich kleiner als die Strukturen aufweisen, um Anisotropieeffekte bei Annäherung der Strukturwandstärke an die mittlere Korngröße zu vermeiden. Ebenso muss in der Größe der Strukturabmessungen die Gefügehomoogenität und die Wirkung der Signalwandlerfähigkeit sowie die mechanische oder thermische Stabilität während der Strukturierungsprozesse oder im späteren Einsatz gewährleistet sein. Mit zunehmender Miniaturisierung und Strukturierungseinheit steigt das Verhältnis von Oberfläche zu Volumen der Mikroteile und damit der Umgebungs-, Oberflächentopographie- und Fertigungseinfluss, was zu extremen Eigenschaftsänderungen der Materialien führen kann. Schon diese wenigen Beispiele zeigen, dass in makroskopischen Abmessungen bewährte Materialien nicht oder nur sehr eingeschränkt in Mikrosystemen einsetzbar sind. Weiterhin geht die Trennung zwischen Halbzeug und Fertigteil

verloren, d.h. die Materialeigenschaften der Mikroteile werden vom Fertigungsprozess stark beeinflusst und sind damit Bauteileigenschaften. Kleiner, leichter, preisgünstiger und effektiver so formulieren Anwender ihre Wünsche an Mikrosysteme, was zu einer erheblichen Herausforderung für die Materialforschung führt.

Nachfolgend werden Beispiele zur aktuellen Materialforschung für Hochleistungsbauteile in mikrotechnischen Systemen mit elektronischen bzw. magnetischen, mechanischen, thermischen, tribologischen und chemischen Anforderungen vorgestellt.

### Materialien in Dünnschichttechnik

Dünnschichttechnologien, wie das Magnetronkathodenzerstäuben (PVD-Verfahren, physical vapour deposition), bieten vielfältige Möglichkeiten multifunktionale Sensoren oder Aktoren, u.a. auf der Basis magneto- oder elektrostrikativer, piezoelektrischer, Bimetall- oder Formgedächtniseffekte, zu realisieren. Hierbei lassen sich Funktions-, Hilfs- und Schutzschichten selektiv aufbringen und in komplexer Form kombinieren.

Die PVD-Dünnschichttechnologie bietet die Möglichkeit des nanoskaligen Designs von Gefüge und Schichtaufbau und damit einen hohen Freiheitsgrad in der Realisierung unterschiedlichster Schichtkonzepte im Submikrometer-Maßstab [3]. Die Entwicklungen beinhalten u.a. Viellagen-, Komposit-, Mischkristall-, Übergitter-Schichten mit modulierter Zusammensetzung und Struktur, superharte Multifunktions-, Gradi-

enten- und metastabile Schichtmaterialien. Innere Grenzflächen wie Phasen-, Korn- oder Subkorn Grenzen in kristallinen Einzelschichten und Grenzflächen zwischen amorphen und/oder kristallinen Einzelschichten beeinflussen stark die mechanischen Eigenschaften eines Schichtverbundes. Abb. 2 zeigt verschiedene Eigenschaften (Härte, Zähigkeit, Eigenspannungen und Verschleißwiderstand) von Viellagenschichten in Abhängigkeit von dem Volumen innerer Grenzflächen, d.h. Zahl der Schichtgrenzflächen, Korn- und Subkorn Grenzen multipliziert mit der Dicke des Übergangsbereichs, und das Bruchbild einer 100 lagigen Schicht mit einer Gesamtdicke von 5 µm. Der stufenförmige Bruchverlauf weist auf die Zähigkeitssteigerung durch die Grenzflächen zwischen den Einzelschichten in Folge energieverzehrender Mechanismen wie Rissab-

lenkung und Grenzflächendelamination hin. Zwei aktuelle Forschungsschwerpunkte in der Mikrosystemtechnik liegen auf Kohlenstoff-Stoffverbunden bzw. weichmagnetischen Materialien in Dünnschichttechnik.

Kohlenstoffschichten [4] wurden mit guter Haftfestigkeit auf Kohlenstoff- oder Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Substraten sowie Polymeren abgeschieden, wobei die Haftfestigkeit durch geeignete Zwischenschichten weiter erhöht werden kann. Harte, amorphe Kohlenstoffschichten bieten eine hohe chemische Resistenz sowie Bioverträglichkeit und sind elektrisch leitfähig. Hierdurch eröffnen sich interessante Anwendungsfelder zum Beispiel in der Bio- oder Medizintechnik. Untersuchungen in Hinblick auf den Einsatz in Systemen mit tribologischer Beanspruchung ergaben niedrige Werte der Gleitreibungszahl in Paarung mit Stahl. Durch

gezieltes Gefügedesign in Richtung von Nanokompositschichten lassen sich die tribologischen Eigenschaften weiter verbessern.

Hochfrequenztaugliche weichmagnetische Materialien werden in Dünnschichttechnik für Mikroinduktoren mit der Integrationsfähigkeit in Fertigungstechnologien der Mikroelektronik entwickelt. Mikroinduktoren als Induktionsspulen in elektrischen Hochfrequenzschaltkreisen sind von besonderem Interesse als Anpassungsnetzwerke im 1 bis 4 GHz-Bereich für die mobile Telekommunikation oder als Mikrotransformatoren. Heutige Mikroinduktoren werden als planare Luftspulen, ohne oder mit magnetischem Kern, in Dünnschichttechnik mit relativ kleinen Güten ( $Q < 20$ , wobei  $Q = 2\pi \cdot f \cdot L/R$  mit  $f$  = Frequenz,  $L$  = Induktivität und  $R$  = Induktorkwiderstand) hergestellt. Zukünftige Anforderungen, z. B. für Fre-

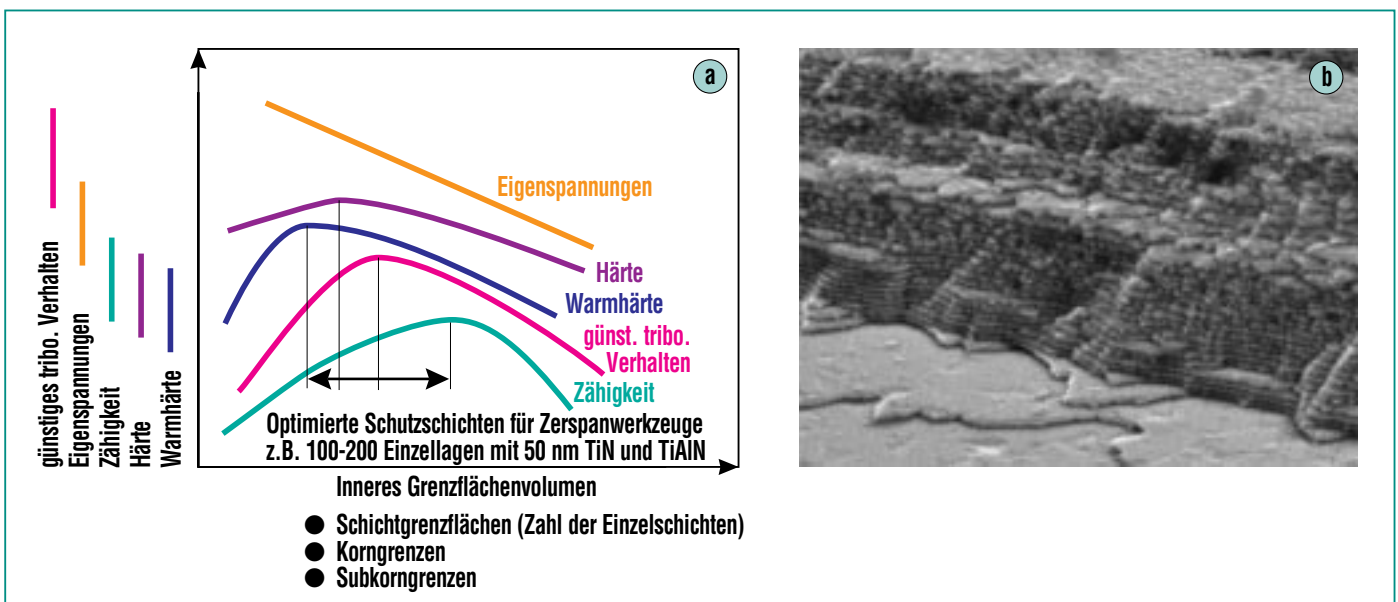


Abb. 2: Schematische Darstellung der Eigenschaften nanostrukturierter Viellagenschichten in Abhängigkeit vom Anteil an inneren Grenzflächen (a) sowie die Bruchfläche eines 100-lagigen TiC/SiC-Dünnschichtsystems mit einer Gesamtdicke von 5 µm (b).

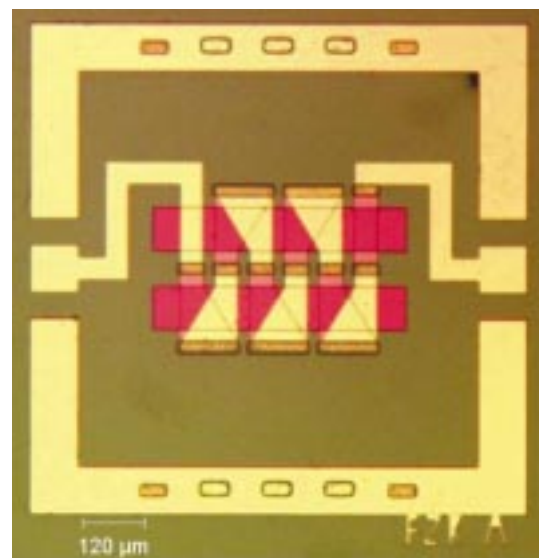
quenzfilter in Mobiltelefonen, die aufgrund der hohen Dichte des Mobilfunknetzes hohe Gütewerte aufweisen müssen, setzen hier wesentliche Leistungssteigerungen voraus. Für derartige Anwendungen werden ferromagnetische Dünnschichten [5] und gleichzeitig ein neuartiges Mikroinduktordesign [6] zur Verbesserung der Hochfrequenzeigenschaften, insbesondere in Hinblick auf hohe Güten und niedrige Verluste bis zu Frequenzen von 4 GHz, entwickelt. Abb. 3 zeigt einen Mikroinduktor mit zwei magnetischen Kernen. Die weichmagnetischen Schichten mit hoher Sättigungsmagnetisierung und Erhalt der Permeabilität bis zu hohen Grenzfrequenzen wurden auf Basis von Fe-Co oder Fe-Co-B-Si mit Hilfe des Magnetronspüterns auf oxidierten (100)-Siliziumsubstraten abgeschieden, wobei die Schichtkonzeption (Viellagen- oder Einlagenschicht bzw. die Art der ferromagnetischen Legierung) auf das Induktordesign abgestimmt wird. Durch FEM-Modellierung konnte das I-Induktordesign mit theoretischen Gütewerten von über 100 entwickelt werden. Die weiteren Arbeiten konzentrieren sich auf die Entwicklung temperaturstabiler weichmagnetischer Schichten in Hinblick auf die Fertigungsprozesse von Mikroinduktoren und die Anpassung des Induktordesigns an die entstehenden magnetischen Materialeigenschaften.

### *Mikro-Pulverspritzgießen mit Metall oder Keramik*

Die fortschreitende Miniaturisierung in vielen Produktbereichen führt zu steigenden Anforderun-

gen an mikromechanische Komponenten und die notwendigen Werkzeuge für ihre Herstellung. Zur Erzielung der Funktionssicherheit und ausreichenden Lebensdauer müssen Werkstoffe mit hinreichendem Verschleiß- und Korrosionswiderstand entwickelt werden. Derzeit eingesetzte Werkstoffe, wie Silizium, Polymere oder einige galvanisch abscheidbare Metalle (Ni oder Cu z.B. im LIGA-Verfahren) stoßen schnell an ihre Leistungsgrenzen. Keramische Werkstoffe oder härtere Stähle versprechen hier deutliche Verbesserungen. Während das Mikrospritzgießen oder andere Replikationstechniken von Polymeren schon Eingang in die Herstellung von Produkten gefunden haben, befindet sich der Fertigungsprozess für Metalle oder Keramiken noch im Entwicklungsstadium.

Aktuelle Forschungsarbeiten [7,8] beziehen sich daher auf die Entwicklung der Rohstoffe und Replikationstechnik für Mikroteile auf der Basis von Stählen (wie 1.4542, X5CrNiCuNb16-4) und Technischer Keramik ( $Al_2O_3$ ,  $ZrO_2$ ) oder Ingenieurkeramik genannt, wobei als Demonstratoren u.a. Komponenten einer Mikro-Zahnringpumpe und mikrostrukturierte Formeinsätze gewählt wurden. Das Herstellen von Bauteilen durch Mikropulverspritzgießen umfasst als Teilschritte das Einspritzen von Formmassen, bestehend aus Pulver plus organischem Binder, in Formeinsätze als strukturierte Negativform des abzuformenden Mikroteils, die anschließende Entformung und die Entfernung der Binderkomponente sowie das ab-



**Abb. 3: Lichtmikroskopische Aufnahme eines I-Induktors mit zwei magnetischen Kernen.**

schließende Sintern zum dichten Mikrobauteil. Ausgehend von der Entwicklung der spezifischen Pulveraufbereitung, dem Prozess des Mikropulverspritzgießens, numerischer Simulationstools und mikrotechnischer Prüfverfahren wurden Mikrobauteile und Formeinsätze erfolgreich realisiert. Abb. 4 zeigt beispielhaft keramische Teile für eine Mikro-Zahnringpumpe. Die damit verbundenen Anforderungen sind z.B. Stahlpulver mit einer Partikelgröße unter  $5 \mu m$ , um Strukturdetails von  $50 \mu m$  zu erreichen. Bei Keramiken stehen kommerzielle Formmassen mit mittleren Partikelgrößen der Pulver von ca.  $0,5 \mu m$  ( $Al_2O_3$ ) bzw.  $0,35 \mu m$  ( $ZrO_2$ ) auf Polyacetalbasis zur Verfügung, mit denen Strukturdetails durch Mikro-Pulverspritzgießen von  $20 \mu m$  und Wandstärken von ca.  $100 \mu m$  bei einem Aspektverhältnis von 10 abgeformt werden können.



**Abb. 4: Komponenten einer Mikro-Zahnringpumpe aus Oxidkeramik mit minimalen Wandstärken von 100 µm und einer Strukturhöhe von 300 µm.**

### *Schwindungsfreie Oxidkeramik*

Keramische Mikrostrukturen lassen sich über eine Prozesskette mit Synthese-, Formgebungs- und Verdichtungsverfahren herstellen [9]. Hierbei erzeugt man ausgehend von keramischen Pulvern durch Zumischen von Additiven stabile Suspensionen, die durch Formgebungsverfahren wie Foliengießen und Prägen oder durch Schlickerpressen zu mikrostrukturierten Rohlingen (Grünlinge) verarbeitet werden. Anschließend wird der poröse Rohling durch Sintern bei hohen Temperaturen verdichtet und erhält damit die notwendige Festigkeit und Steifigkeit. Die Abnahme der Porosität des Formkörpers während des Sinterns ist verbunden mit einem Schrumpfen von ca. 15 bis 20 Vol.%. Dieses Schrumpfen in den geometrischen Abmessungen des Formkörpers wird bei der Herstellung der Ausgangsformen (Modelle) berücksichtigt. Häufig erfolgt je-

doch die Schwindung nicht gleichmäßig, wodurch eine kostenintensive Nachbearbeitung notwendig wird, sofern sie überhaupt in den Mikrodimensionen und bei komplizierten Geometrien möglich ist. Hier setzt die Material- und Prozessentwicklung zur schrumpfungsfreien Herstellung keramischer Mikroteile ein. Mit der Zugabe von metallischen Verbindungen wie Zirkoniumdisilicid ( $ZrSi_2$ ) zu Zirkoniumdioxid ( $ZrO_2$ ) als Ausgangspulver lassen sich durch ein Reaktionssintern bei etwa 1600 °C dichte  $ZrSiO_4$ -Keramiken schwindungsfrei fertigen [10]. Während des reaktiven Sinterns kommt es durch die Oxidation des  $ZrSi_2$  zu einer Volumenzunahme, die bei exakter Abstimmung von Art und Menge der reaktiven Verbindung sowie der Porosität von Grünling und Keramik die durch das Sintern bedingte Schwindung kompensiert. Für diese keramischen Werkstoffe ergeben sich interessante Anwendungen u.a. in der Dentaltechnik.

## Werkstoffstrukturierung und -modifizierung

### *Laser-Mikrostrukturieren von Metallen, Keramiken und Polymeren*

Die dreidimensionale Lasermaterialbearbeitung [11-13] ermöglicht sowohl die primäre Strukturierung von mikrotechnischen Bauteilen, u.a. für mikrofluidische, medizin- oder biotechnische Anwendungen, als auch die Fertigung von metallischen, keramischen oder polymeren Formeinsätzen als Werkzeuge für die Abformung größerer Stückzahlen von Mikroteilen durch Replikationstechniken wie das Mikrospritzgießen. Alternative Verfahren der Herstellung von Formeinsätzen wie das LIGA-Verfahren, die Ultrapräzisionszerspanung oder das Mikrofunkenerodieren sind jeweils auf bestimmte Werkstoffgruppen beschränkt. LIGA-Formeinsätze werden aus galvanisch abscheidbaren Metallen, z.B. Nickel, mit Strukturabmessungen von ca. 0,2 µm und Rautiefen  $R_a = 0,04$  µm, hohen Aspektverhältnissen und hoher Formtreue im Mikrobereich mit einem allerdings relativ großen Zeitaufwand hergestellt. Ultrapräzisionszerspanen ist auf weiche bis mittelharte Werkstoffe und Mikrofunkenerodieren auf elektrisch leitfähige Materialien begrenzt, wobei in beiden Fällen die minimal erreichbaren Strukturen und Oberflächenqualitäten deutlich gröber als beim LIGA-Verfahren sind.

Das Laserstrukturieren lässt sich mit minimalen Strukturabmessungen von derzeit ca. 20 µm

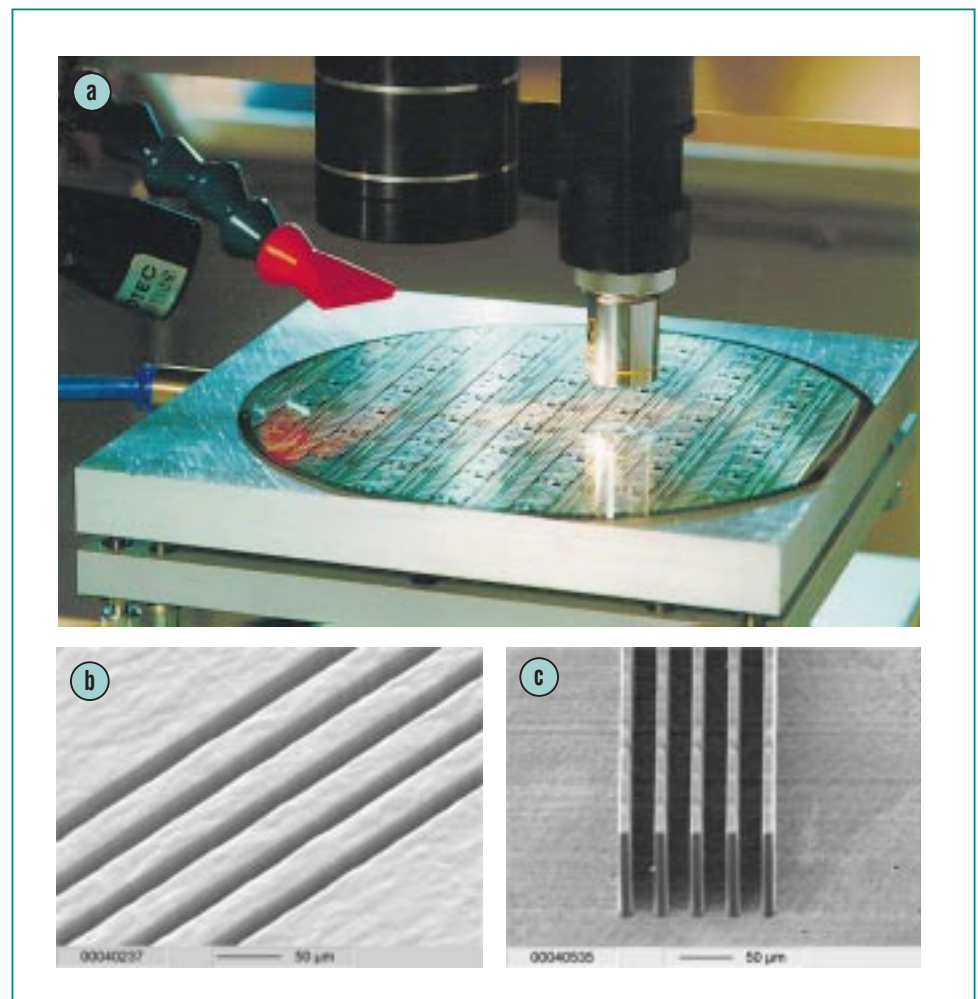
und Rautiefen  $R_a$  von  $0,2 \mu\text{m}$  (bei gehärteten Stählen) sowohl für weiche als auch harte, für elektrisch leitfähige und nicht leitfähige Metalle, Keramiken oder Polymere einsetzen. Besonders durch die prozesstechnische Entwicklung des Lasermikrospanens [12, 13] konnte die Oberflächengüte stark verbessert werden. Bei der Anwendung des Verfahrens zur Herstellung von Stahl-Formeinsätzen reagiert das durch Laserstrahlung (Nd:YAG-Laser im kontinuierlichen Mode mit  $\lambda = 1064 \text{ nm}$  Wellenlänge) erzeugte lokale Schmelzbad mit Sauerstoff als Reaktivgas und erzeugt einen Oxidschicht, der sich beim Erstarren aufgrund induzierter Spannungen vom Grundmaterial ablöst und auf diese Weise zum lokalen Formabtrag bzw. zur Strukturierung führt.

Je nach Bearbeitungsziel und Material werden unterschiedliche Laserstrahlquellen (KrF-Excimer mit  $\lambda = 193 \text{ nm}$  bis frequenzvervielfachte Nd:YAG-Kurzpuls-Laser mit einer Pulsdauer im Picosekundenbereich bei  $\lambda = 266 \text{ nm}$ ) eingesetzt. Wichtige Polymerwerkstoffe wie Polypropylen (PP), Polyetheretherketon (PEEK), Polysulfon (PS) oder Polyimid (PI) absorbieren die Laserstrahlung im Spektralbereich  $\lambda = 157 \text{ bis } 353 \text{ nm}$  stark. Die photochemische Dekomposition, bei der molekulare Bindungen im Bereich der optischen Eindringtiefe aufgebrochen werden und es durch den entstehenden Dampfdruck zu Ablation kommt, ist hierbei der dominierende Abtragsmechanismus. Zur Erzielung einer Strukturierung mit guter Formtreue und geringer Redeposition

des verdampften oder aufgeschmolzenen Materials sollten die thermischen Effekte möglichst klein sein. Abb. 5 zeigt die Strukturierung mit dem Excimer-Laser, den aus Polyimid strukturierten Formeinsatz sowie die durch UV-Reaktions-Mikrospritzgießen (UV-RIM, UV-light-induced reaction injection molding) in Polymethylmetacrylat (PMMA) abgeformte Struktur mit einer Stegbreite von  $10 \mu\text{m}$  und einem Aspektverhältnis (Höhe zur Breite der Struktur) von etwa 10 [13].

### Lokale lasergestützte Randschichtmodifizierung für Leitpfade

Die feinskalige lasergestützte Strukturierung elektrischer und thermischer Eigenschaften auf der Oberfläche von Funktionskeramiken stellt auf Grund ihrer hohen Flexibilität, durch Verzicht auf die aufwendige Maskentechnik, eine interessante Alternative zu Verfahren der Dickschichttechnik dar. Hierbei werden Leiterbahnen durch lokales Umschmelzen der



**Abb. 5:** Mikrostrukturierung mit (a) Excimer-Laserstrahlung eines (b) Formeinsatzes und (c) die damit durch UV-RIM in PMMA abgeformte Struktur mit einem Aspektverhältnis von ca. 10.

Randschicht mit Hilfe von CO<sub>2</sub>- oder Nd:YAG-Laserstrahlung unter gleichzeitigem Einbringen von Zusatzstoffen auf der Oberfläche oxidkeramischer Substrate erzeugt [14]. Durch das Lasereindispersieren von Wolfram in die Randschicht von Cordierit konnte in den Leitpfaden die Wärmeleit-

fähigkeit um den Faktor 10 verglichen zum Substrat erhöht und spezifisch elektrische Widerstände von 10<sup>-5</sup> bis 10<sup>-6</sup> Ωm erreicht werden. Ein Beispiel einer Heizleiterstruktur hergestellt durch die lokale lasergestützte Randschichtmodifizierung ist in der Abb. 6 wiedergegeben. Als mini-

male Breite des einzelnen Leitpfades werden derzeit je nach Wellenlänge  $\lambda$  der Laserstrahlung ca. 50 µm oder 200 µm bei  $\lambda = 1,06$  µm bzw. 10,6 µm erreicht.

### Rapid Prototyping für keramische Mikrostrukturen

Die Mikroreaktionstechnik stellt in der chemischen Verfahrenstechnik ein sich schnell entwickelndes Gebiet dar, weil sie durch Systeme, wie Mikromischer, Mikrowärmeübertrager oder Mikroreaktor mit inneren Strukturen im Millibis Mikrometerbereich, einen schnellen Masse- und Wärmetransport aufgrund des großen Verhältnisses von Oberfläche zu Volumen sowie definierte Verweilzeiten der Prozessgase erlaubt und dadurch eine Steigerung von Umsatz und Selektivität verspricht. Derzeitig werden Materialien wie Gläser, Metalle, Silizium oder Polymere verwendet, deren innere Strukturen bei metallischen Mikroreaktoren [15] durch spanabhebende Bearbeitung mit hochgenau profilierten Werkzeugen erzeugt werden.

Durch Technische Keramik, insbesondere auf Basis von Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, lassen sich die Einsatzmöglichkeiten von Kompaktreaktoren auch auf Anwendungen mit hoher korrosiver und thermischer Beanspruchung erweitern. Erstmalig wurde ein vollkeramischer, modular aufgebauter Mikroreaktor für Prozesstemperaturen bis 1100 °C und sehr korrosiven Einsatzbedingungen entwickelt [16-18]. Durch den modularen Aufbau der Reaktionszone, dem möglichen schnellen Austausch von

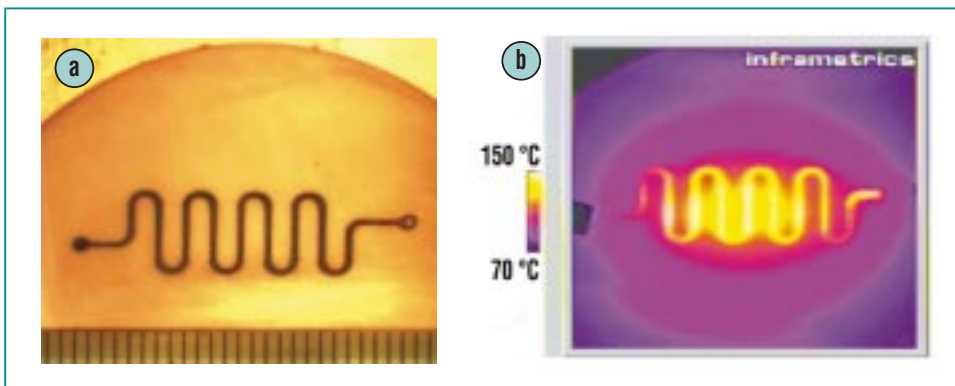


Abb. 6: Heizleiter hergestellt durch lokale lasergestützte Randschichtmodifizierung (a) lichtmikroskopische Aufnahme des Wolfram-Leitpfades auf Cordierit und (b) Wärmebild des Heizleiters.

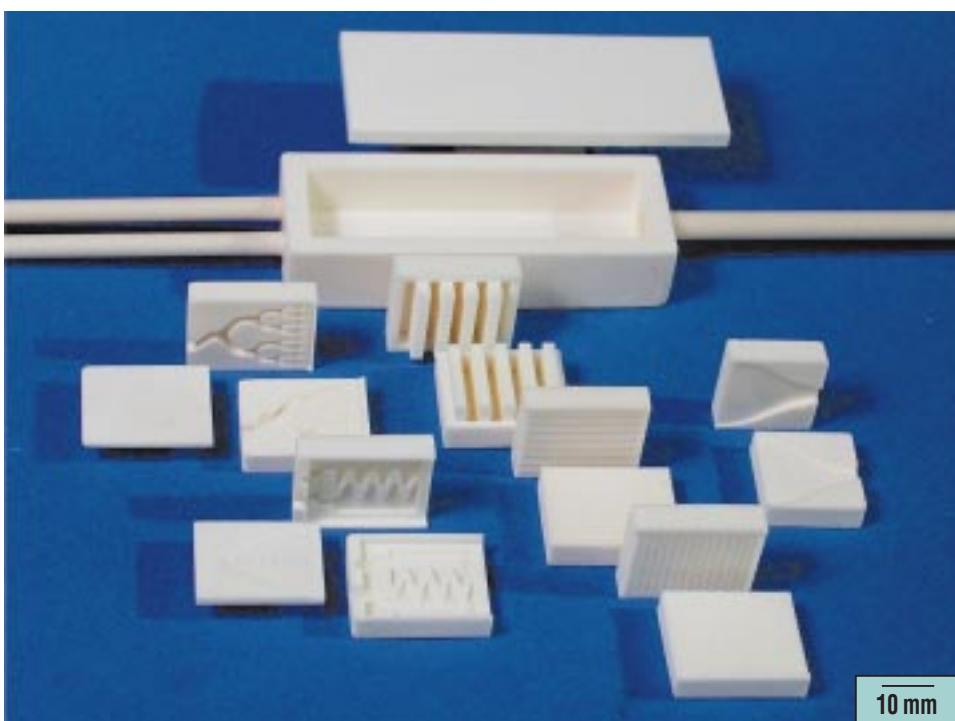


Abb. 7: Mikrostrukturierte Einlegeteile eines modular aufgebauten Kompaktreaktors aus Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Keramik.

Katalysatorträger und anderen Funktionselementen sowie der schnellen Anpassung an spezielle Reaktionsbedingungen bieten sich Anwendungen u.a. für das Katalysatorscreening oder für Hochtemperatur-Gasphasenreaktionen an. Ein wichtiger materialspezifischer Forschungsschwerpunkt lag hierbei in der Entwicklung einer keramikgerechten Mikrostrukturierungstechnik sowie in der Aufbau- und Verbindungstechnik. Die präzise Fertigung mikrostrukturierter Komponenten erfolgte über eine Rapid Prototyping Prozesskette [17]. Hierbei geht man von einem dreidimensionalen CAD-Modell aus, das in ein stereolithographisch erzeugtes Urmodell umgesetzt und danach in Silikonformen umkopiert wird. Diese werden als Abformwerkzeuge im Niederdruck-Spritzguss zur Herstellung der keramischen Mikrokomponente verwendet.

### Werkstoffprüfung und -modellierung

Eine auf die Dimensionen und Materialien der Mikrosystemtechnik zugeschnittene Prüftechnik und geeignete Simulationstools sind wesentliche Elemente in der Auslegungs- und Herstellungskette sowie in der Qualitätssicherung von Mikroteilen und Systemen [19, 20]. Sie liefern Eigenschaftskennwerte auf der Größenskala von Mikro- oder Submikrometer, charakterisieren die für die Funktionssicherheit relevanten Einflussfaktoren und Wechselwirkungsmechanismen bei der Systemintegration, zeigen Strategien für die Bauteil- oder

Systemoptimierung auf, analysieren Schädigungsmechanismen und schätzen die Lebensdauer sowie die Zuverlässigkeit von Mikroteilen und Systemen ab. Die eingesetzten Prüfmethoden ermitteln z.B. mikroanalytische, physikalische (elektrische, elektronische, dielektrische, magnetische, optische), mechanische, thermische, tribologische und korrosive Eigenschaftsmerkmale. Die Forschungsarbeiten sind sowohl grundlagen- als auch anwendungsorientiert und werden daher an Modellsystemen, Mikrobauteilen und/oder Mikrosystemen durchgeführt. Sie beinhalten weiterhin die Entwicklung von neuen anwendungsspezifischen Prüfmethoden, Prüfeinrichtungen und Simulationstools.

### Mikrotribologische Charakterisierung

Die Untersuchung tribologischer Eigenschaften, insbesondere Reibung und Verschleiß, von Mikrokomponenten bzw. Mikrosystemen muss die Systemabhängigkeit und damit eine Fülle von Einflussfaktoren berücksichtigen [21]. Reibung führt zu Energieverlusten und Verschleiß zu Oberflächenveränderungen und Materialverlusten, deren Folge der Ausfall von Mikrosystemen sein kann. In der Fertigungskette von Mikrokomponenten spielen die Replikationstechniken wie das Mikropulverspritzgießen oder Prägetechniken zur Abformung eine wichtige Rolle. Hierbei wird von den Abformwerkzeugen eine hohe Standzeit erwartet, die durch die tribologischen Wechselwirkungen mit den Formmassen bestimmt wird. Mit fortschrei-

tender Miniaturisierung und zunehmenden Anforderungen an die mechanische, thermische, tribologische oder korrosive Belastbarkeit von Mikrokomponenten müssen verschleißbeständigere Materialien verwendet werden. Der dadurch bedingte Einsatz verschleißfördernder Formmassen beim Pulverspritzgießen von Mikroteilen auf Basis von gefüllten Polymeren, Metallen oder Keramiken führt zu einer deutlich höheren tribologischen Beanspruchung der Formeinsätze im Vergleich zur Fertigung mit ungefüllten Polymeren.

Die Funktionsfähigkeit und Lebensdauer von Systemen wie Mikromotoren, Mikroturbinen oder Mikrozahnrumpfen, in denen Komponenten miteinander im mechanischen Gleit- oder Wälzkontakt stehen, werden von den tribologischen Eigenschaften entscheidend bestimmt. Abb. 8 zeigt schematisch einen mikrotribologischen Modellprüfstand mit dem Reibungs- und Verschleißmessungen unter den für mikromechanische Systeme relevanten Beanspruchungen mit Kräften im Milli-Newton-Bereich durchgeführt werden. Untersuchungen an einer superelastischen Formgedächtnislegierung NiTi sowie an hochreinem Nickel und Titan ergaben Grenzbelastungen, oberhalb derer durch die Zerstörung oxidischer Oberflächenschichten schwerer Verschleiß und hohe Reibungszahlen auftraten [22].

Abhängig von den Systembedingungen können Schutzschichten, aufgebracht durch PVD-Dünnschichttechnik, sehr effektiv sowohl die Reibung als auch den Verschleiß in Mikrosystemen re-



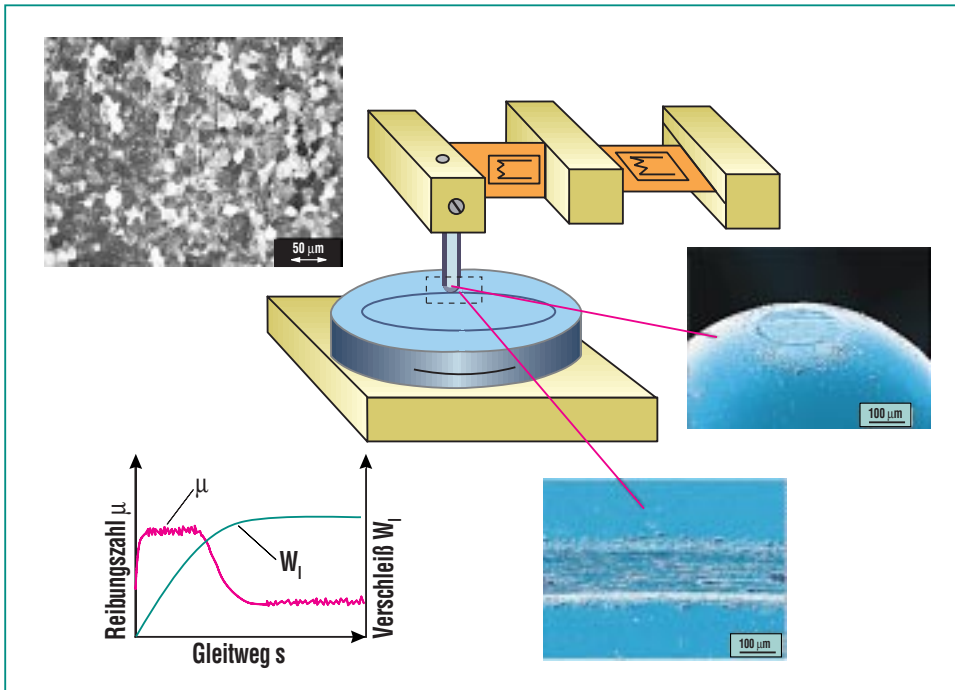


Abb. 8: Mikrotribometer zur Reibungs- und Verschleißmessung, Gefüge und Verschleißerscheinungsformen einer NiTi-Formgedächtnislegierung sowie die schematische Darstellung der Reibungszahl und des linearen Verschleißbetrages als Funktion des Gleitweges.

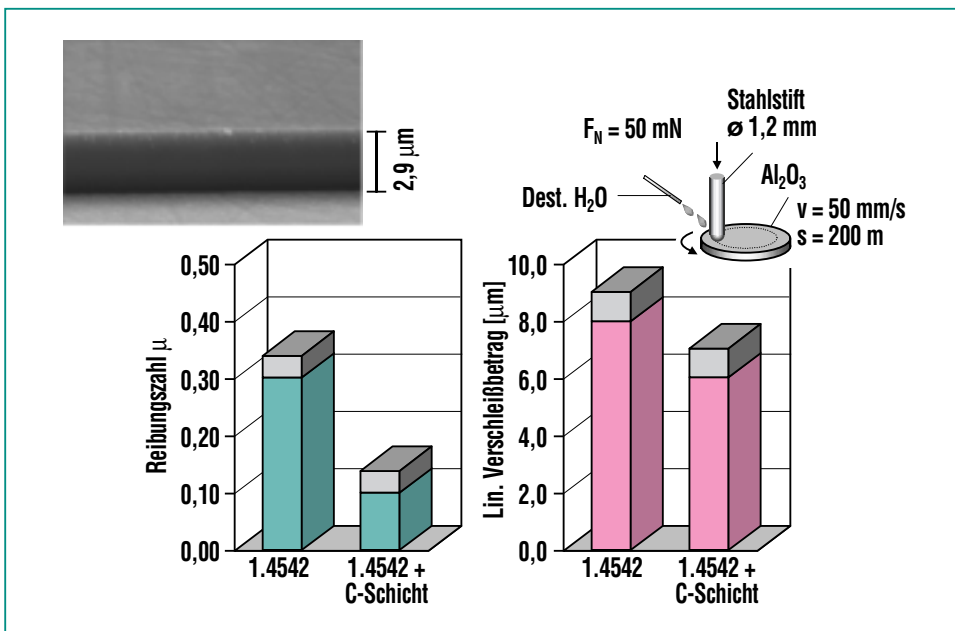


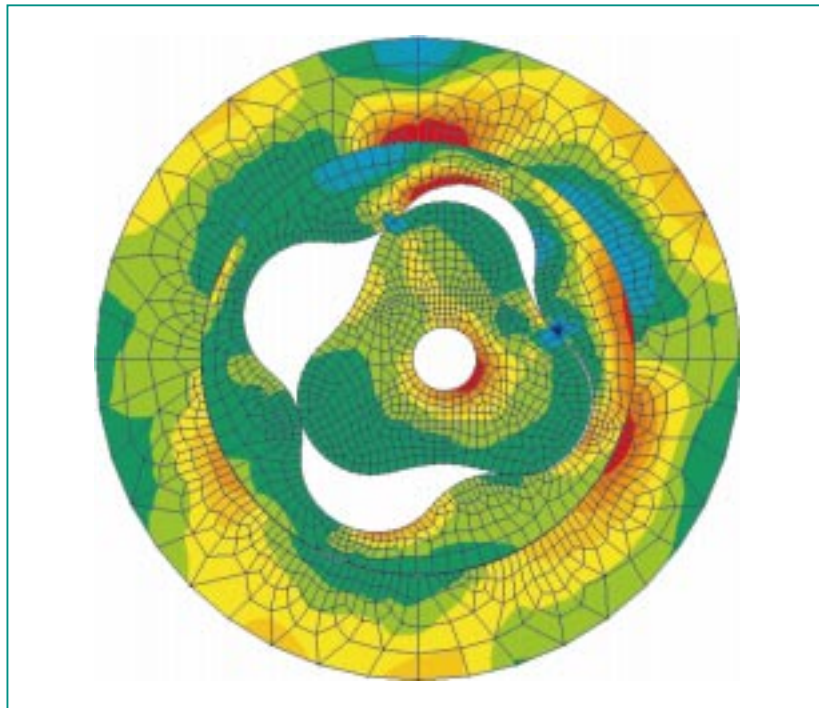
Abb. 9: Amorphe Kohlenstoff-Dünnschicht (PVD) auf dem Stahl X5CrNiCuNb 16 4 (1.4542) sowie der Vergleich von Reibungszahl und linearem Verschleißbetrag des unbeschichteten mit dem mit Kohlenstoff (C) beschichtetem Stahl in Gleitpaarung mit  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Keramik unter Wassersmierung.

duzieren. In Hinblick auf biomedizinische Anwendungen werden zum Beispiel spezielle Dünnschichten auf Kohlenstoffbasis [4], die eine hohe Biokompatibilität aufweisen, auf Substratmaterialien wie Polymere, Oxidkeramik oder Glaskohlenstoff abgeschieden. Abb. 9 zeigt den Einfluss einer  $2,9 \mu\text{m}$  dicken amorphen Kohlenstoffschicht, mit einer Vickershärte von  $900 \text{ HV } 0,05$  abgeschieden durch Magnetronspütern (PVD-Verfahren) auf dem Stahl X5CrNiCuNb 16-4 (Härte von  $450 \text{ HV } 0,5$ ), auf die Reibungszahl und den Verschleißbetrag in Gleitpaarung gegen  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Keramik und unter Schmierung durch destilliertes Wasser [23]. Im Vergleich zum unbeschichteten Stahl wurde sowohl die Reibung als auch der Verschleiß wesentlich reduziert.

### Struktur- und Belastungsanalysen

Simulationsrechnungen sind wichtige Werkzeuge sowohl zur Optimierung der Auslegung, des Designs und der Fertigungsstrategie als auch der Abschätzung von Zuverlässigkeit und Lebensdauer von Mikrobauteilen. Mikrozahlringpumpen [24] sind Verdrängerpumpen mit einem außenverzahnten Innenrotor und einem innenverzahnten Außenrotor, die leicht exzentrisch zueinander gelagert sind. Mit Hilfe von Finite-Elemente-Simulationen mit dem Programm ABAQUS-Explicit wurden Kontaktkräfte, Kontaktspannungen sowie die Zug- und Druckspannungsbereiche für Rotoren aus Keramik ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Zr}_2\text{O}_3$ ) ermittelt [25]. Die bei einer Drehzahl von  $20000 \text{ min}^{-1}$  mit hoher

Geschwindigkeit aufeinander abgleitenden keramischen Zahnringe unterliegen der bremsenden und dämpfenden Wirkung des Fördermediums. Modelliert wurde die Kinematik der ineinander greifenden Teile unter Berücksichtigung dynamischer Effekte und der Fluidwirkung während der Rotation. Abb. 10 zeigt die Finite-Elemente-Netze von Außen- und Innenrotor einer Mikrozahlringpumpe zur Förderung von Fluiden und die Bereiche größter Zug- bzw. Druckspannung. Die ermittelten maximalen Zugspannungen liegen um den Faktor 1,5 unter der Dauerfestigkeit der Keramik, so dass sowohl eine Sicherheit gegen das Auftreten eines Gewalt- als auch Ermüdungsbruches gegeben ist.



**Abb. 10: Finite-Elemente-Analyse der Beanspruchungen zwischen Innen- und Außenrotor einer Mikrozahlringpumpe mit den höchsten Zug- (rot) bzw. Druckspannungen (blau).**

## Zusammenfassung

Exemplarisch wurden einige Forschungsthemen aus den verschiedenen Arbeitsfeldern der Werkstoffforschung für die Mikrosystemtechnik vorgestellt, die am Institut für Materialforschung in den drei Teilinstituten Werkstoffphysik (IMF I), Werkstoffmechanik (IMF II) und Werkstoffprozesstechnik (IMF III) bearbeitet werden. Die Forschungsarbeiten

sind zum einen grundlagenorientiert und mittelfristig angelegt und schaffen damit die unverzichtbare Basis für die Materialien bzw. Komponenten zukünftiger Mikrosysteme. Zum anderen sind sie direkt auf die Entwicklung derzeit aktueller Mikrosysteme ausgerichtet und dadurch eng verknüpft mit den gemeinsamen Forschungszielen aller kooperieren-

den Institute des Forschungszentrums Karlsruhe auf dem Gebiet der Mikrosystemtechnik. Darüber hinaus werden zahlreiche Forschungsarbeiten in Kooperation mit Industriefirmen und universitären oder nichtuniversitären Instituten durchgeführt.

## Literatur

- [1] N.N., *Werkstoffe der Mikrotechnik-Basis für neue Produkte. VDI-Berichte 796, Düsseldorf 1989.*
- [2] A. Botthof, W. Claußen, A. Schütze, H. Sturm, *Innovation durch Mikrointegration-Intelligente Produkte über Systemintegration von Mikro-, Bio- und Nanotechniken. VDI/VDE-Technologiezentrum, Teltow 1998.*
- [3] H. Holleck, H. Leiste, M. Stüber, S. Ulrich, *FZK-Nachrichten 31 (1) (1999) 13-20.*
- [4] M. Stüber, S. Ulrich, H. Leiste, A. Kratzsch, H. Holleck, *Surface and Coatings Technology 116-119 (1999) 591-598.*
- [5] K. Seemann, *Wissenschaftliche Berichte FZKA 6662, Karlsruhe 2001, S.7-17.*
- [6] A. von der Weth, J. Aktaa, *Wissenschaftliche Berichte FZKA 6662, Karlsruhe 2001, S.25-34.*
- [7] R. Ruprecht, Th. Gietzelt, J. Haußelt, *Wissenschaftliche Berichte FZKA 6662, Karlsruhe 2001, S.47-54.*
- [8] V. Piötter, T. Gietzelt, K. Müller, R. Ruprecht, *Keramische Zeitschrift 5 (2001) 394-398*

- [9] H.-J. Ritzhaupt-Kleissl, J. Haußelt, *Cfi/Ber. DKG 76 (9) (1999) D 16-D 20.*
- [10] J. Haußelt, V.D. Hennige, H.-J. Ritzhaupt-Kleissl, *Spektrum der Wissenschaft 4 (1999) 95-97.*
- [11] W. Pfleging, *LaserOpto 31(5) (1999) 54-57.*
- [12] T. Hanemann, W. Pfleging, J. Haußelt, K.-H. Zum Gahr, *Microsystem Technologies 7 (2001) 209-214.*
- [13] W. Pfleging, T. Hanemann, W. Bernauer, M. Torge, *in: Laser Applications in Microelectronic and Optoelectronic Manufacturing VI, M.C. Gower, H. Helvajian, K. Sugijoka, J. J. Dubowski, (eds.) Proc. of SPIE Vol. 4274 (2001) 331-345.*
- [14] S. Rüdiger, H. Gruhn, R. Heidinger, M. Rohde, J. Schneider, K.-H. Zum Gahr, *Laser induced surface modification of cordierite. Euromat 99, Vol. 11, Surface Engineering, H. Dimigen (ed.), Wiley-VCH Verlag, Weinheim 2000, pp. 510-515.*
- [15] K. Schubert, W. Bier, J. Brandner, M. Fichtner, C. Franz, G. Lindner, *Realization and testing of microstructure reactors, micro heat exchangers and micromixers for industrial applications in chemical engineering. IMRET 2, New Orleans 1998, Topical Conference Preprints (1998) pp.88-95.*
- [16] R. Knitter, W. Bauer, B. Linner-Krcmar, E. Hansjosten, *Rapid manufacturing of ceramic microcomponents, in Ceramics-Processing, Reliability, Tribology and Wear, G. Müller (ed.), EUROMAT 99, Vol.12, Wiley-VCH, Weinheim 2000, S. 75-80.*
- [17] R. Knitter, D. Göhring, P. Risthaus, J. Haußelt, *Microsystem Technologies 7 (2001) 85-90.*
- [18] R. Knitter, *Wissenschaftliche Berichte FZKA 6662, Karlsruhe 2001, S.101-107.*
- [19] C. Adelhelm, J. Aktaa, M. Rohde, H. Zimmermann, K.-H. Zum Gahr, K. Feit, *FZK Nachrichten 30 (3-4) (1998) 215-222.*
- [20] C. Adelhelm, J. Aktaa, K. Feit, M. Rohde, H. Zimmermann, K.-H. Zum Gahr, *Galvanotechnik 91 (1) (2000) 192-199.*
- [21] K.-H. Zum Gahr, *Tribological aspects of microsystems, in Micro Mechanical Systems – Principles and Technology, T. Fukuda, W. Menz (eds.), Elsevier, Amsterdam 1998, pp. 83-113.*
- [22] G. Kolbe, K.-H. Zum Gahr, *Z. Metallkunde 89, 5 (1998) 343-350.*
- [23] H. Leiste, M. Rohde, J. Schneider, T. Fett, *Wissenschaftliche Berichte FZKA 6662, Karlsruhe 2001, S.69-78.*
- [24] Th. Weisener, G. Vögele, H. Christmann, *Wissenschaftliche Berichte FZKA 6528, Karlsruhe 2000, S.49-50.*
- [25] N. Huber, J. Aktaa, *Wissenschaftliche Berichte FZKA 6662, Karlsruhe 2001, S.89-92.*

# Von der Aufbau- und Verbindungstechnik zum Mikrosystem

T. Blank, H. Gemmeke, IPE

## Einleitung

Mikrosysteme bestehen im Allgemeinen aus mikromechanischen, mikrooptischen oder mikrochemischen Komponenten und einer Ansteuer- und Auswerteelektronik. Die Steuer- und Regelelektronik ist zusammen mit der Mikrokomponente zumeist Bestandteil eines größeren Systems (eines Fahrzeugs beispielsweise) und wird als eingebettetes System (Embedded System) bezeichnet. Eingebettete Systeme beinhalten zumeist programmierbare elektronische Bausteine, welche einerseits Mikro-Sensoren auslesen, deren Informationen bewerten und andererseits auch Mikro-Aktoren ansteuern, siehe Abb. 1.

Die Aufbau- und Verbindungstechnik (AVT) spielt für Mikrosysteme eine signifikante Rolle. Dabei sind zwei Bereiche der AVT zu unterscheiden: Zum einen sind Technologien zum Aufbau des Mikrosystems (Sensor, Aktor) selbst zu entwickeln, zum anderen müssen neuartige Verfahren erarbeitet werden, um das Mikrosystem zu häusen. Die Vielfalt der Arten von Mikrosystemen erfordert oft einen hybriden Aufbau (Einsatz unterschiedlicher Werkstoffe), der sehr kostenintensiv und aufwendig ist. Die Gehäusetechnologien, die für das Packaging von Siliziumchips entwickelt wurden, sind nur bedingt tauglich, um Mikrosysteme zu verpacken. Besonders effizient bezüglich Ökonomie, Funktion und weiterer

Miniaturisierung werden diese Mikrosysteme, wenn Aufbau- und Verbindungstechnik und Funktion eine Synergie eingehen. Wir werden im Folgenden einige Beispiele kennen lernen, an denen das sehr gut demonstriert wird.

## Bedeutung der Aufbau- und Verbindungstechnik für Mikrosysteme am Beispiel eines Mikro-vibrationsschalters

Ein im Institut für Prozessdatenverarbeitung und Elektronik (IPE) entwickelter Mikro-vibrationsschalter, der zur automatischen Ein- bzw. Abschaltung von Fahrradrücklichtern dient, soll einige Aspekte der Aufbau- und Verbindungstechnik für Mikrosysteme

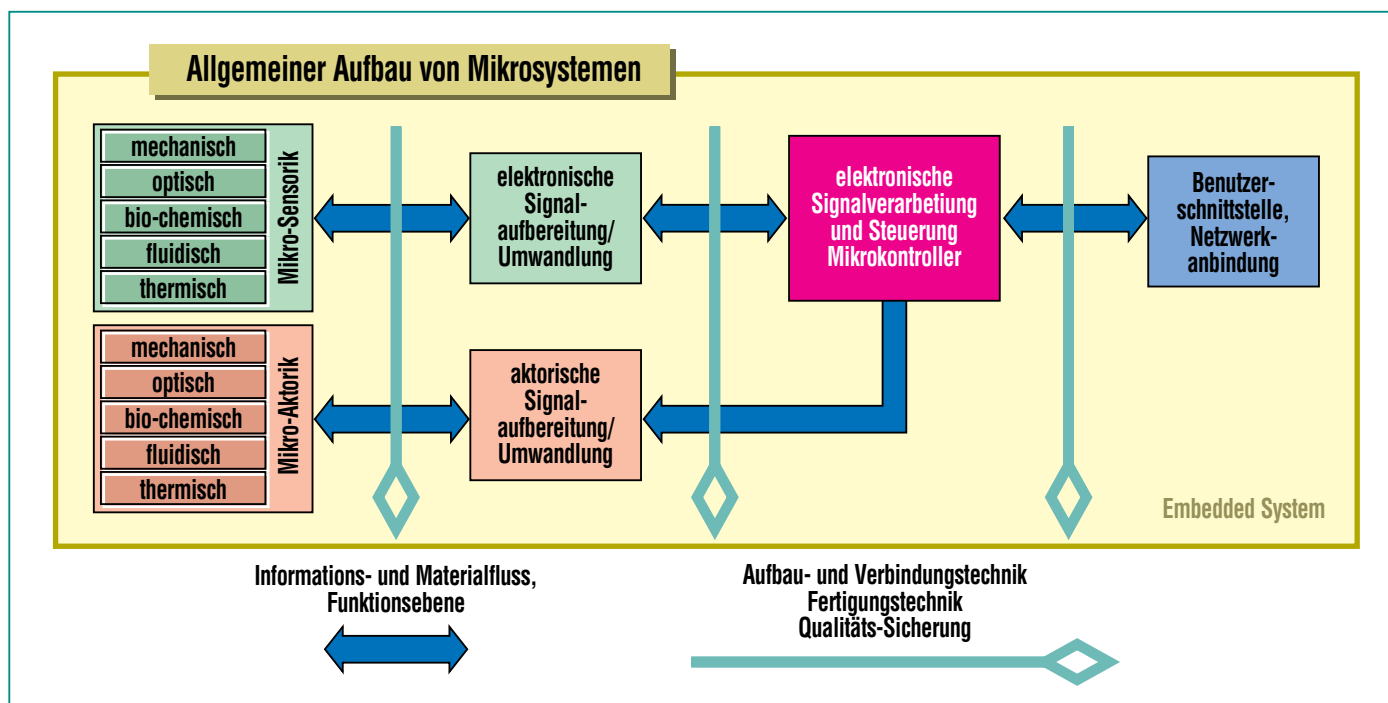


Abb. 1: Genereller Aufbau von Mikrosystemen – der horizontale Zweig bestimmt die Funktion (Mikrosensortyp, Art der elektronischen Auswertung und Steuerung). Der vertikale Zweig bestimmt, in welcher Art die einzelnen Funktionsbausteine fertigungstechnisch miteinander verbunden (Kleben, Drahtbonden, Lötten, Schrauben, optische Ankopplung) und welche Techniken zum Schutz der z.T. sehr empfindlichen Systeme verwendet werden (Häusen, „Packaging“).

beleuchten. Hintergrund der Entwicklung von Mikrovibrationsschaltern für Fahrradrückleuchten (Abb. 2) war die Anfrage eines Kleinunternehmers, der nach einer preiswerten Alternative für Quecksilberschalter suchte. Die Quecksilberschalter geben Schaltimpulse ab, solange das



**Abb. 2: vollautomatisches Fahrradrücklicht mit FZK-Mikrovibrationsschalter.**

Fahrrad bewegt wird. Kommt das Fahrrad zum Stillstand, bleiben die Impulse aus, und nach einer kurzen zeitlichen Verzögerung von ca. einer Minute wird das Rücklicht durch eine Elektronik ausgeschaltet. Der Kostendruck durch Billiganbieter aus Fernost, aber auch eine EU-Richtlinie, nach der Quecksilber in elektronischen Systemen ab dem Jahr 2007 nicht mehr verwendet werden darf, veranlasste das Unternehmen, eine spezielle Auswerteschaltung in ein ASIC (Chip) zu integrieren und den vom FZK entwickelten Vibrationsschalter in Rücklichter einzubauen.

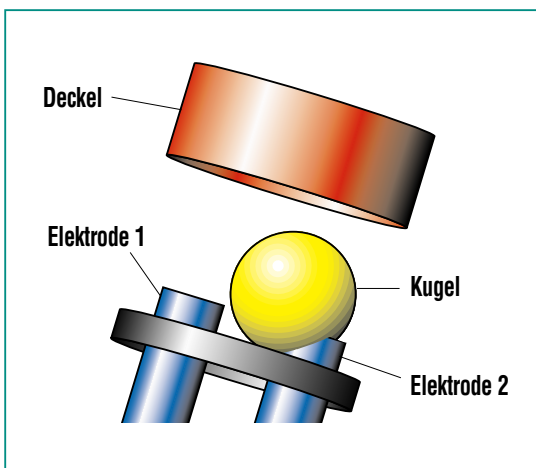
Die Funktion des Mikro-Vibrationsschalters besteht wie bei dem Quecksilberschalter in der Detektion von Bewegungen. Der Schalter ist durch die nachgeschaltete Elektronik in der Lage, eine Leuchtdiode ein- oder auszuschalten. Die Funktion von Bewegungsschaltern beruht auf einer beweglichen Quecksilberper-

le oder Kugel, die zwei feststehende, normalerweise elektrisch isolierte Elektroden, leitfähig miteinander verbindet, siehe Abb. 3.

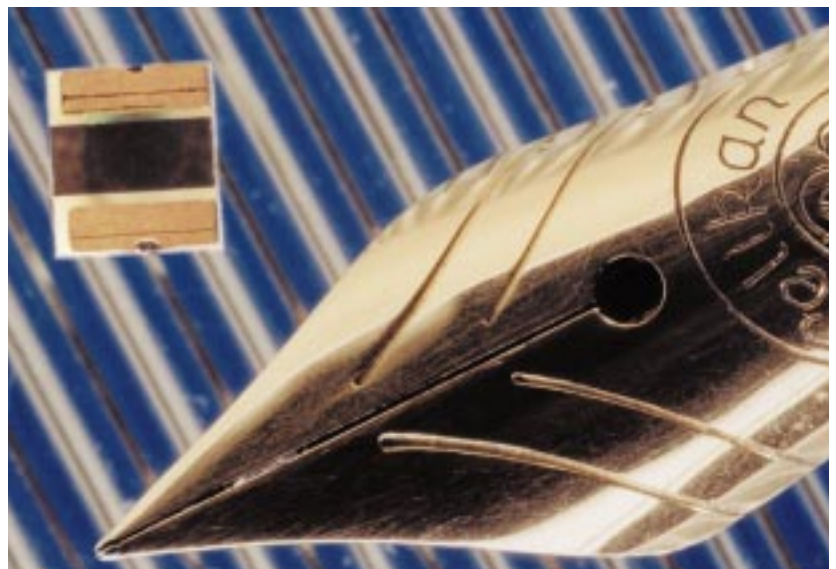
Der im Institut für Prozessdatenverarbeitung und Elektronik entwickelte Schalter benutzt eine Mikrokugel, die in einer Leiterplatte vollständig eingekapselt ist und bei Bewegung zwei Elektroden leitfähig miteinander verbindet.

Bei der Entwicklung standen bereits in der ersten Projektphase fertigungstechnische Belange im Mittelpunkt der Arbeiten und beeinflussten das spätere Layout maßgeblich. Darüber hinaus waren die kommerziellen Vorgaben des Auftraggebers unbedingt einzuhalten. Der Schalter, siehe Abb. 4, sollte auf industrieüblichen Bestückungsautomaten verarbeitbar sowie wesentlich preisgünstiger als der Quecksilberschalter sein.

Der technische Aufbau des Sensors wurde zunächst mit kerami-



**Abb. 3: Prinzipieller Aufbau von Bewegungsschaltern. Wenn die Kugel beide Elektroden berührt, ist der Übergang von der Elektrode 1 zur Elektrode 2 niederohmig, elektrischer Strom kann fließen.**



**Abb. 4: FZK-Schalter neben einer Füllfederhalterspitze. Die Schaltfunktion wird hier durch eine Metallkugel realisiert.**

schen und metallischen, strukturierten Platten als Träger für den Kugelschalter evaluiert. Aus ökonomischen Gründen wählte man zur Produktion glasfaserverstärktes Epoxydharz mit Kupferbahnen (Leiterplatten der elektronischen Schaltungstechnik) aus. Die Verwendung derartiger Werkstoffe erleichterte die Verlagerung eines Teils der Fertigung vom Forschungszentrum zu einem Dienstleister der Leiterplattenbranche. Die anfänglichen Schwierigkeiten mit der Fertigung der Schaltergruppen mit den strengen Anforderungen an Oberflächenreinheit, Dichte der Einkapselung und Sauberkeit der Klebung konnten mit Hilfe eines engagierten Leiterplattenherstellers in Norddeutschland und der im FIF [1] organisierten Institute im FZK gelöst werden. Die Schalter werden gegenwärtig industriell im Leiterplattenverbund von 1000 Schaltern gefertigt und im FZK/IPE auf einem eigens für diesen Zweck entwickelten Test-

platz gleichzeitig getestet und qualifiziert, siehe Abb. 5. Auf dem Testplatz wird das Schaltverhalten der bewegten Mikroschalter gemessen und auf einem Rechner abgespeichert.

Nach dem Test wird die Leiterplatte durch Sägen mit einer Präzisionssäge in die Mikro-Vibrationschalter vereinzelt. Dieser Fertigungsschritt zog erhebliche Entwicklungsarbeiten nach sich. Die Säge und die Klebefolie, welche die Leiterplatte und die bereits vereinzelt Sensoren während des Sägens fixiert, sind für das Sägen von Siliziumwafern optimiert. Für das hier gewählte Leiterplattenmaterial musste eine geeignete Sägeblatt-Folien-Kombination für eine hinreichend große Standzeit der Sägeblätter gefunden werden.

Das Datenfile des automatischen Tests dient nach der Vereinzelung der Leiterplatte zur Steuerung des Roboters, der die einzelnen Schalter von der Leiter-

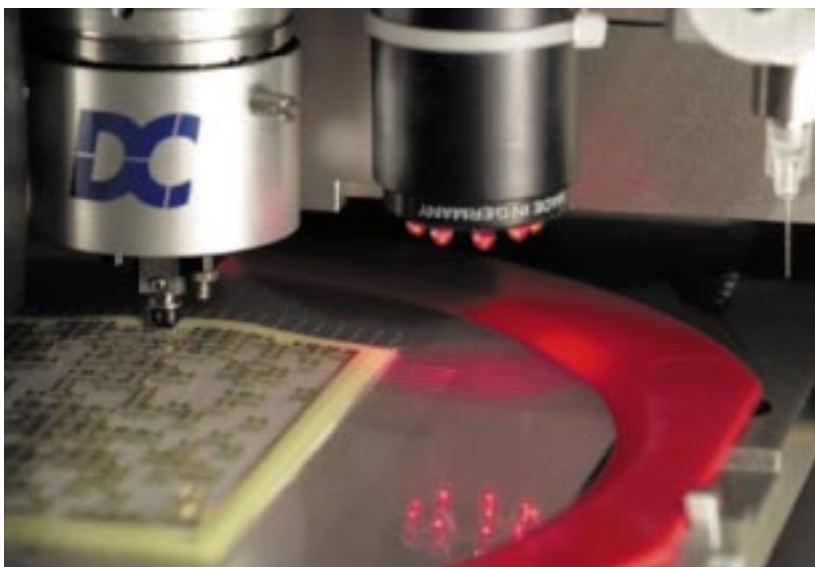


**Abb. 5: Schematischer Aufbau des Testplatzes.**

platte in die eigens für die Vibrationschalter entwickelten Bauteilträger umfüllt, falls sie einer bestimmten Güteklasse entsprechen, siehe Abb. 6.

Inzwischen sind schon mehr als 100000 Sensoren erfolgreich gefertigt worden. Der Schalter befindet sich in der Qualifizierung und der Vermessung der Langzeit-Sensitivität. Hierfür wird das im Rahmen des BMBF-Verbundprojekt KOMET im IPE entwickelte Inertialsensorsystem als Referenz zur Erfassung dreidimensionaler Beschleunigungs- und Drehwerte eingesetzt [2].

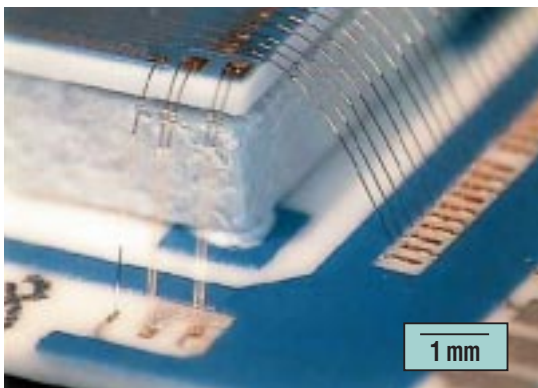
Der Erfolg des Vibrationssensors beruht auf fünf wichtigen Grundlagen: 1. der Weiterentwicklung einer gut bekannten Standardtechnik für Leiterplatten hin zu höherer Präzision, 2. der hinreichenden Erfahrung mit Klebetechniken aus der Mikrosystemtechnik, 3. des guten „Know-how“



**Abb. 6: Umsortieren der vereinzelt Schalter von der Leiterplatte in den Transportbehälter.**

in Oberflächentechnologien in der Materialforschung im FZK, 4. der Synthese von funktionellen und elektrischen Verbindungstechniken und 5. der frühzeitigen Qualitätskontrolle – schon in der Entwicklungsphase – mit einem vollautomatischen Testmessplatz.

Der Erfolg des automatischen Rücklichts als Ganzes beruht neben der Verwendung des Mikro-Vibrationsschalters auf der Entwicklung eines ASICs (Application Specific Integrated Circuit). In dem ASIC werden viele diskrete elektronische Komponenten auf einer deutlich reduzierten Fläche in einem Chip zusammengeführt. Dadurch konnten die Energieaufnahme, die Kosten und die Systemgröße deutlich reduziert werden. Die Verwendung von ASICs ist ein Weg, elektronische Systeme zu verkleinern. Eine andere Möglichkeit zur Reduzierung der Systemgröße besteht in der Integration ungehäuster Chips direkt auf der Leiterplatte (Chip On Board – COB).



**Abb. 7: Prototyp eines mit Golddraht gebondeten keramischen Metalloxid-Gas-Sensor-Chips für die Karlsruher Mikro Nase (KAMINA).**

### Weitere Miniaturisierung der AVT durch Chip On Board (COB)

Viele Forschungsvorhaben in der Mikrosystemtechnik lassen sich nur dann realisieren, wenn das Gesamtsystem äußerst klein ist. Ein Beispiel dafür ist die Durchführung gassensorischer Messungen mit der KAMINA (Karlsruher Mikro Nase) beim Bohren von Löchern in kontaminierten Böden, wofür die Größe des Gesamtsystems um ca. 75% reduziert werden muss. Dazu werden im IPE Gehäuse für Chips entwickelt, die den besonderen Anforderungen der Kleinserie und der Wartungsfreundlichkeit entgegenkommen. Selbst spezielle, extrem kleine Gehäusevarianten für den Gas-Sensor-Chip (siehe Abb. 7) sowie der Einsatz modernster elektronischer Bausteine, deren Gehäuseabmessungen unwesentlich größer als der Chip sind, sind nicht ausreichend, um die geforderten Größenvorgaben einhalten zu können. In die Auswerteelektronik müssen ungehäuste Chips direkt auf das Board (Chip on Board) integriert werden. Im IPE stehen zur Herstellung derartiger Systeme alle technische Fertigungs- und Prüfsysteme zur Verfügung.

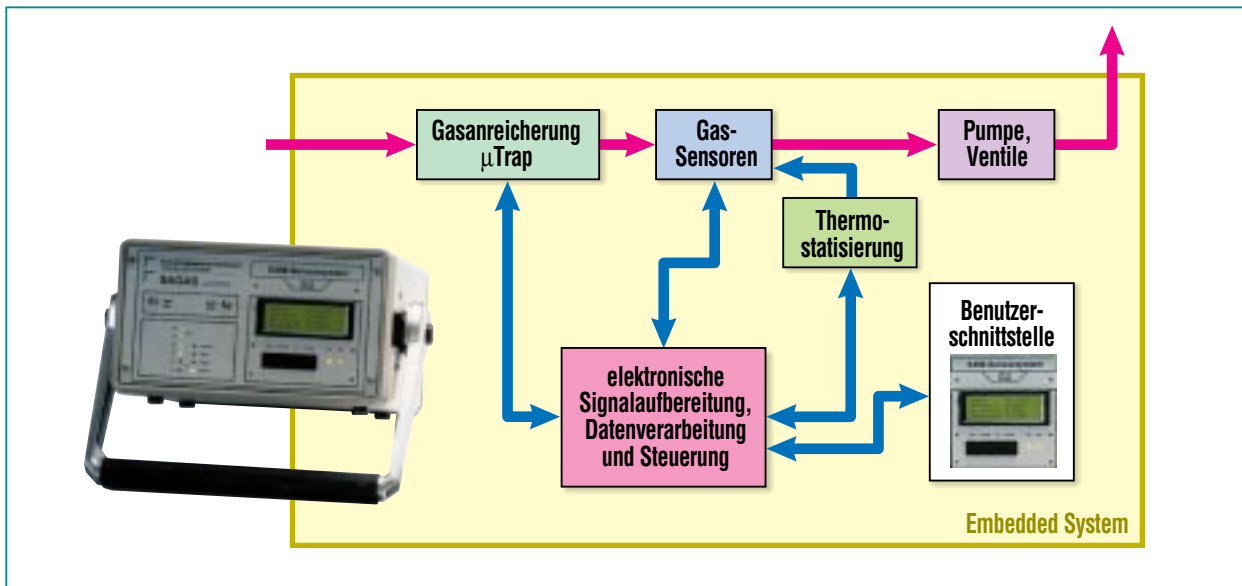
Das Know-How in der Verarbeitung ungehäuster Chips, in der Miniaturisierung elektronischer Systeme und der Entwicklung neuartiger Gehäusevarianten für Mikrosysteme eröffnet überaus positive Perspektiven für deren Weiterentwicklung. Ein Beispiel hierfür ist das SAW-(Surface Acoustic Wave) basierte Gasanalyse-System (SAGAS), das aus

der Zusammenarbeit zwischen dem Institut für Instrumentelle Analytik (IFIA) und dem IPE entstanden ist.

### Neue Perspektiven durch die AVT für das Gasanalyzesystem SAGAS

Das SAGAS-System ist ein exemplarischer Vertreter eines komplexen Mikrosystems mit Mikro-Sensorik und -Aktorik, unterschiedlichen fluidischen und thermischen Komponenten, intelligenter Steuer- und Regelelektronik sowie einer Bedienerschnittstelle. Das Gasanalyzesystem SAGAS besteht aus einem Feld von 8 Sensoren und kann die unterschiedlichsten Gerüche unterscheiden, siehe Ergebnisse in [3].

Die Aufgaben der Elektronik bestehen in der Steuerung und Regelung der sensorischen und aktorischen Komponenten, der Datenerfassung, der Datenauswertung sowie in der Auswertung der Bediener-Informationen, siehe Abb. 8. Die Schnittstelle zum Benutzer wird mittels einer Tastatur und einem LCD-Display hergestellt. Das SAGAS System stellt somit eine intelligente Einheit dar, die vollständig autark arbeiten kann. Neben dem Betrieb als einzelne Messstation kann das Gas-Sensorsystem auch in einem Netzwerk mit anderen SAGAS-Einheiten zusammen betrieben werden, so dass eine flächige Überwachung von Produktionsstätten oder Räumen in einfacher Weise durchgeführt werden kann. Die ganze SAGAS-Elektronik ist damit ein typisches eingebettetes System.

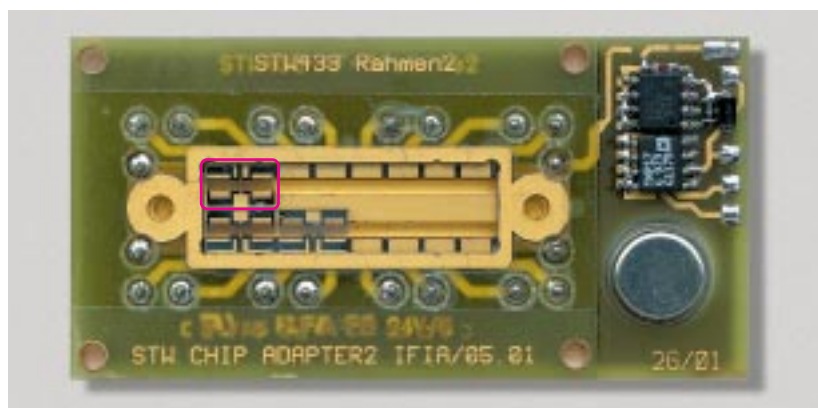


**Abb. 8: Mikrokontrollergesteuertes SAGAS-System mit Fluidik, Sensorkopf, Thermostatisierung, Bediener-schnittstelle und Steuer- und Regelelektronik.**

Die gewachsene Komplexität eingebetteter Systeme erfordert nicht nur Arbeiten auf dem Gebiet der Aufbau- und Verbindungstechnik, in besonderem Maße müssen auch die Techniken zur Entwicklung des Gesamtsystems vorangetrieben werden. Zur Unterstützung der Systementwicklung wird im IPE eine spezielle Komponentensoftware unter JAVA entworfen. Einzelne Komponenten ergänzen eine universelle Softwareplattform, die Grundfunktionen wie Datenvisualisierung, Datenarchivierung, Benutzerschnittstelle und Netzanbindung zur Verfügung stellt. Die Komponenten bestehen vornehmlich aus Steuer- und Auswertemodule, die für unterschiedliche Anwendungen verwendet werden können. Bisher wurden Komponenten für die Bildverarbeitung, die Datenauswertung mit neuronalen Netzen sowie zur Signalkonditionierung und Merkmalsextraktion entwickelt.

Parallel mit der Erweiterung des eingebetteten Systems hin zu komplexen Anwendungen und Internetanbindung wurden die sensorischen Eigenschaften mit Hilfe der Aufbau- und Verbindungstechnik verbessert. Wichtigste Ziele bei der Weiterentwicklung des Sensorkopfes waren die Verkleinerung des Probevolumens, die Vermeidung von gasabsorbierenden Substanzen im Probevo-

lumen sowie die Vereinfachung der Fertigungstechnik. Damit konnten sowohl wirtschaftliche als auch funktionale Aspekte verbessert werden. Gelöst wurden alle diese Aufgaben durch eine speziell entwickelte keramische und inzwischen Epoxydharz-Leiterplatte (Abb. 9), die sowohl Träger für die elektrischen Signale ist als auch chemisch inert das Gas zu den Sensoren führt.



**Abb. 9: 3 Einzelresonatoren sind als Flip Chip in die Leiterplatte integriert. Die Leiterplatte übernimmt sowohl den Gastransport als auch die Verteilung elektrischer Signale.**



Während in konventionellen elektronischen Systemen die Aufbau- und Verbindungstechnik bzw. die Fertigungstechnik lediglich die Aufgabe hatte, elektrische Signale von einer Stelle zur nächsten zu leiten, übernehmen in modernen Systemen die klassischen mechanischen Komponenten immer stärker funktionale Aufgaben, wie am Beispiel des SAGAS-Sensorkopfes deutlich zu erkennen ist. Den letzten Stand der Entwicklung stellen dreidimensionale spritzgegossene Schaltungsträger (Moulded Interconnected Devices) dar, bei denen die Kunststoffgehäuse elektronischer Systeme Leiterplattenfunktionalität übernehmen.

### Zusammenfassung

Schon ganz am Anfang der Entwicklung von Mikrosystemen spielt die Aufbau- und Verbindungstechnik eine entscheidende Rolle. Welche Baugröße darf das Gesamtsystem haben, welchen Umweltbedingungen wird das System ausgesetzt, wie hoch ist die maximale Leistungsaufnahme –

dies sind einige Fragen, welche die AVT beantworten muss. Die Ziele der hier geschilderten AVT im IPE sind eine Symbiose von elektrischer und stofflicher, bzw. funktioneller Verbindungstechnik. Darüber hinaus ergeben sich neue sehr kompakte und effiziente Sensorlösungen, die einerseits ökonomisch interessant sind und zum anderen auch die technischen Grenzen derartiger Sensoren erheblich verbessern, wie die Beispiele Vibrationssensor und elektronische Nase zeigen.

Die Systemtechnik, d.h. die Signalverarbeitung, Steuerung und das graphische und elektrische User-Interface ist das komplexeste, kostenträchtigste und voluminöseste am Mikrosystem. Die Begrenzung liegt hier in den Hard- und Software-Werkzeugen und der damit verbundenen mangelnden Wiederverwendbarkeit von verschiedenen Soft- und Hardware-Lösungen. Aber auch hieran wird im IPE, wie am Beispiel der elektronischen Nasen, intensiv mit der sog. Komponenten-Software gearbeitet.

Die Entwicklung standardisierter Materialien und Verarbeitungstechniken für den Aufbau von Mikrosensoren sowie der Einsatz wiederverwendbarer Werkzeuge zur Systementwicklung werden auch in den nächsten Jahren die Forschungs- und Entwicklungsarbeiten auf dem Gebiet der Mikrosystemtechnik prägen.

### Literatur

- [1] Forschungszentrum Karlsruhe GmbH  
Industrieforum Mikrofertigungstechnik  
für Fragen der Fertigung von  
Mikrosystemen  
<http://fifserver.iaj.fzk.de/fif/>
- [2] Beschreibung von KOMET:  
[http://www.hpe.fzk.de/projekt/mikro/komet/d\\_index.html](http://www.hpe.fzk.de/projekt/mikro/komet/d_index.html)
- [3] M. Rapp, A. Voigt,  
V. Hartmann,  
in diesem Heft

# Simulation, Wissensmanagement, Digitale Bildverarbeitung und Montagetechnologien – wichtige Werkzeuge für die flexible Produktion von Mikrosystemen

M. Dickerhof, U. Gengenbach, B. Köhler, I. Sieber, IAI

## Einleitung

Die zeitnahe und wirtschaftliche Umsetzung mikrosystemtechnischer Entwicklungen in Produkte erfordert besonders bei kleinen und mittleren Stückzahlen flexible Werkzeuge auf allen Ebenen der Produktentwicklung und Fertigung.

Bereits im frühen Stadium der Produktentwicklung können rechnerunterstützte Entwurfs- und Simulationswerkzeuge sehr effizient eingesetzt werden. So können schon bei der Modellierung von Mikrosystemen leistungsmindernde Einflüsse wie z.B. Systemtoleranzen berücksichtigt werden. Dem Systementwickler wird somit bereits im Planungsstadium die Simulation der Leistungsmerkmale des Systems in Abhängigkeit von Störeinflüssen und eine anschließende Optimierung der Systemparameter ermöglicht.

Zur Erfassung und Strukturierung der während des Entwicklungs- und Fertigungsprozesses anfallenden Informationen und zur Bereitstellung von interdisziplinärem Wissen auf allen Ebenen dienen Workflow- und Wissensdatenbanken. In der Planung und Fertigung komplexer Mikrosysteme können diese Werkzeuge wesentlich zur Prozesssicherheit beitragen.

Während Prozesse zur Fertigung von Mikrokomponenten weitgehend etabliert sind existieren in der Montage komplexer modularer Mikrosysteme noch Lücken. Handlungsbedarf besteht u.a. im Aufbau von flexiblen Greif- und Zuführsystemen für die Mikro-

Digitale Bildverarbeitung ist ein Standardwerkzeug in der konventionellen industriellen Fertigung. Dafür stehen am Markt leistungsfähige Hard- und Softwaresysteme zur Verfügung. Auf dem Gebiet der Mikrosystemtechnik sind aber speziell angepasste Bild erfassungs- und Auswertesysteme erforderlich.

Diese komplette Werkzeugpalette sowie ihre Anwendung in verschiedenen Forschungs- und Industrieprojekten werden in diesem Beitrag vorgestellt.

## Entwurfs- und Simulationswerkzeuge

Der Entwurf von Mikrosystemen ist trotz großer Fortschritte in den letzten Jahren geprägt durch Intuition und Erfahrung der Designer sowie gekennzeichnet durch langwierige und kostenintensive Experimente mit Testaufbauten. Dieser Aufwand muss durch verstärkten, entwurfsbegleitenden Rechnereinsatz drastisch reduziert werden [1]. Simulation und Modellbildung auf unterschiedlichen Abstraktionsebenen sind notwendige Etappen im Entwicklungsprozess hinsichtlich der Erzielung eines optimalen Systemverhaltens, kurzer Entwicklungszeiten und der Vermeidung und Eliminierung von Fehlern bereits im frühen Entwicklungsstadium. Die Aktivitäten des Forschungszentrums im Bereich Modellbildung, Simulation und Optimierung erstrecken sich sowohl auf den Einsatz kommerzieller Entwurfs- und Simulationswerkzeuge als auch auf die Entwicklung anwendungsspezifischer Simulationssoftware.

Ein Konstruktionsaspekt ist die Gewährleistung einer bestimmten Funktionalität des Gesamtsystems, welche eng mit der Strukturgeometrie und den Einsatzbedingungen verknüpft ist. Damit die Gesamtfunktion des Mikrosystems unter den gegebenen Fertigungsbedingungen und in den zu erwartenden Einsatzumgebungen bestmöglichst erhalten bleibt, muss der Systementwurf auf Wechselwirkungen überprüft und abgestimmt werden. Der Simulation der Mikrosysteme in Abhängigkeit leistungsmindernder Einflüsse kommt somit eine zentrale Bedeutung zu. Im Hinblick auf eine Massenfertigung beschreibt nicht notwendig die ideale Anordnung der Einzelkomponenten auch das effektivste System. Vielmehr müssen hier schon bei der Modellbildung leistungsmindernde Einflüsse, wie z.B. Einfügetoleranzen oder umgebungsinduzierte Einflüsse wie z.B. Temperaturänderungen berücksichtigt werden, damit der Entwurf mit dem Ziel einen robusten, stabilen Funktionsaufbau zu erreichen optimiert werden kann. Unter dem Begriff robust ist in diesem Zusammenhang ein System zu verstehen, das unter realen Einsatzbedingungen durch definierte Leistungsmerkmale charakterisiert ist. Die Berücksichtigung von Herstellungs- und Fertigungstoleranzen sowie von umgebungsinduzierten Einflüssen bereits im Stadium der Modellbildung erlaubt die Simulation des Entwurfs unter realen Einsatzbedingungen. Diese Vorgehensweise ermöglicht eine Designoptimierung mit dem Ziel eines robusten Systementwurfs.

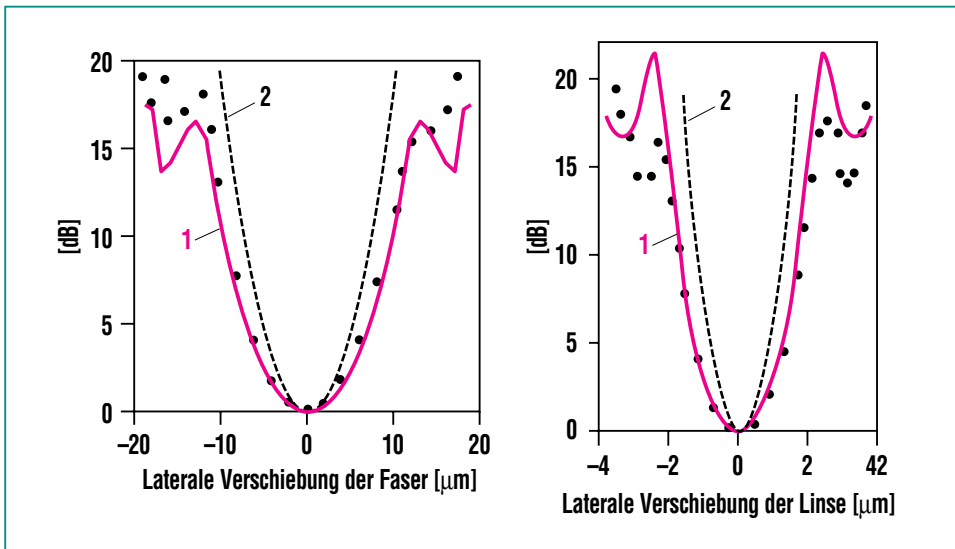


Abb. 1: Koppeldämpfung verursacht durch eine Verschiebung der Faser (links) bzw. der Kugellinse (rechts). Die schwarzen Punkte markieren die Messergebnisse [2], die rote Linie stellt die von der Simulation vorausgesagte Koppeldämpfung dar.

Die Auswirkungen von Positionstoleranzen auf die Leistungsfähigkeit eines optischen Systems wird am Beispiel eines Laser-Faser-Kopplers deutlich. Bei diesem mikrooptischen System modifiziert eine Linse (hier eine Kugellinse) die Laserabstrahlung so, dass eine möglichst effektive Einkopplung des Laserstrahls in

eine Faser gelingt. Anhand dieses Versuchsaufbaus kann die Einkoppeldämpfung in Abhängigkeit der Positionierung von Kugellinse und Single-Mode-Faser gemessen und mit den Simulationsergebnissen verglichen werden. Der Vergleich zwischen Messergebnissen und Simulationsergebnissen ist in Abb. 1 dargestellt. Diese Untersuchungen berücksichtigen nur den Koppelverlust, der durch die Lateralverschiebung auftritt. Die von der Simulation berechneten Ergebnisse (rote Linien) stimmen sehr gut mit den Messwerten überein (schwarze Punkte). Mit Hilfe solcher Simulationsrechnungen kann im Vorfeld der Entwurfsplanung bereits das mikrooptische System charakterisiert werden, indem die Abhängigkeit der Leistungsmerkmale des Systems von den Positionstoleranzen der einzelnen optischen Komponenten bestimmt wird. Ausgehend von einer be-

stimmten Fertigungstechnologie der Halte- und Positionsstrukturen und der damit verbundenen Toleranzen kann nun die Leistungsfähigkeit des optischen Systems bestimmt werden. Andersherum kann aus der Vorgabe der Leistungsfähigkeit des optischen Systems auf die maximal zulässigen Positionstoleranzen der einzelnen Komponenten geschlossen werden. Mit diesem Ergebnis kann nun die Fertigungstechnologie gesucht werden, die die erwünschte Güte garantiert.

Die Relevanz der Berücksichtigung von Systemtoleranzen wird auch am Beispiel des Infrarot-Gassensors (s. Abb. 2) deutlich [3]. Hierbei handelt es sich um eine Anwendung aus dem BMBF-Verbundprojekt OMID (Optimierung von Mikrosystemen für Diagnose- und Überwachungsanwendungen). Als Quelle dient ein breitbandig abstrahlendes Glühlämpchen, dessen Strahlung von einem Reflektor fokussiert wird. Die Analyse kammer besteht im wesentlichen aus zwei gegenüberliegenden fokussierenden Spiegeln, von denen der eine paraboloidisch und der andere sphärisch strukturiert ist. Messungen der Bestrahlungsstärkeverteilung am Detektorabgang ergaben für unterschiedliche Glühlämpchen als Quelle stark unterschiedliche Ergebnisse (siehe Abb. 3). Untersuchungen der Quellen ergaben, dass die Wendelpositionen stark variieren. Diese Abweichungen spielen sich im Bereich von  $\pm 0,5\text{mm}$  ab. Da es sich bei dem vorgestellten Sensorsystem um eine Anwendung im Niedrigpreissegment handelt, möchte der Hersteller an der tole-

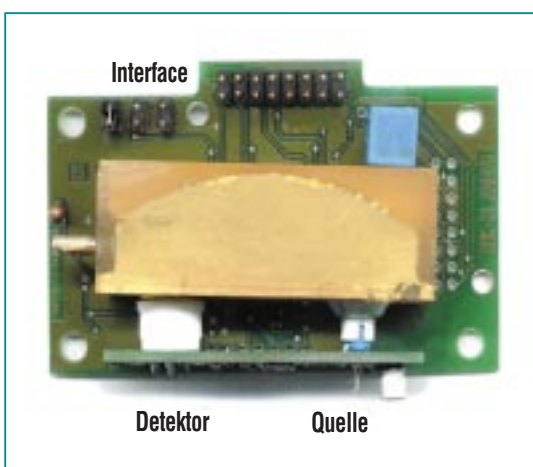
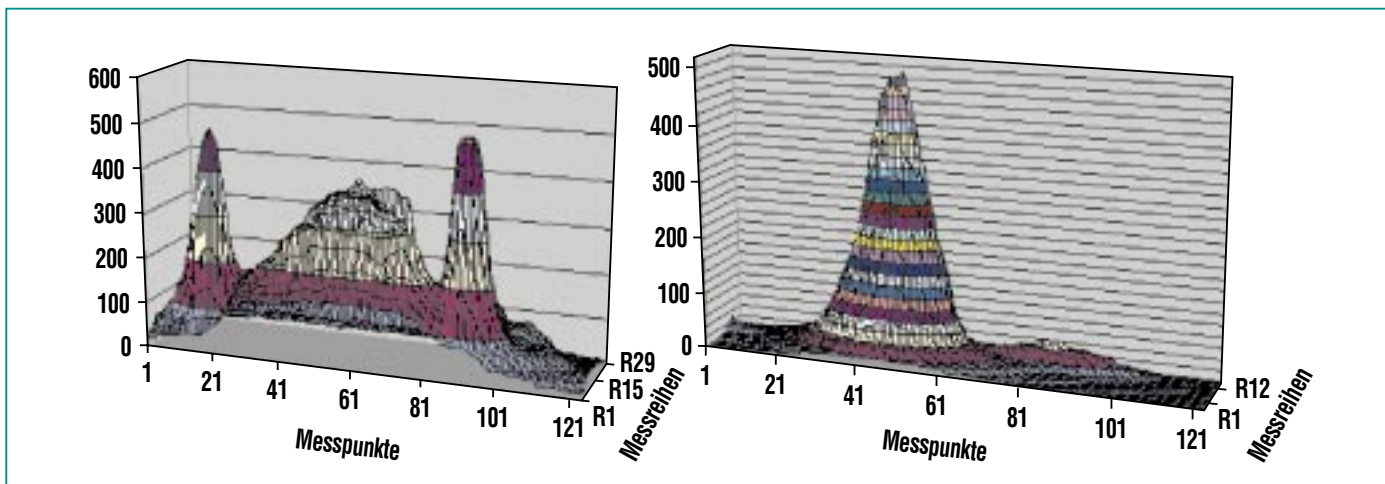


Abb. 2: Infrarot-Gassensor mit Controller-Interface.



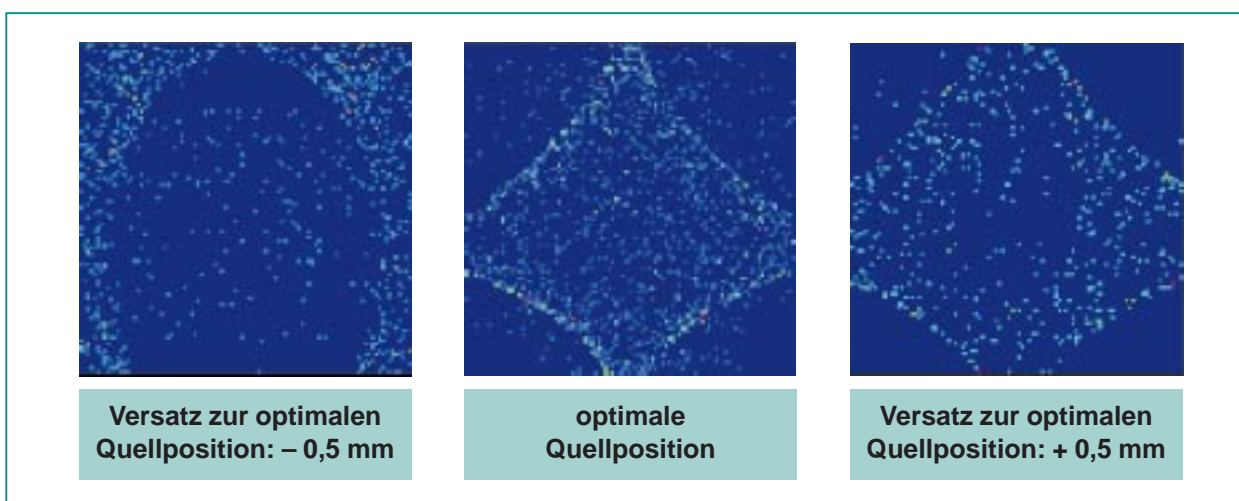
**Abb. 3: Bestrahlungstärke-Verteilungen am Detektorabgang für zwei verschiedene Glühlämpchen derselben Herstellungserie.**

ranzbehafteten Quelle festhalten, und es ist auch zu aufwendig, jedes einzelne Teil mit einer Leistungsmessung zu justieren.

Die Fragestellung für das Re-Design der Analyse kammer ist nun das Auffinden eines hinsichtlich der Positionstoleranz der Quelle robusten Entwurfs. Dazu wurden Strahlverfolgungsuntersuchungen durchgeführt. Für den Entwurf des Sensors als Einzelgasdetektor ist nur die Strahlung rele-

vant, die auf das Detektorelement trifft. Im Falle des ursprünglichen Designs liegt die Ausbeute der Strahlen, die tatsächlich das Detektorelement treffen, lediglich bei ca. 2,7%. Ein Re-Design der Analyse kammer unter Berücksichtigung der relevanten Parameter wie Strahlweg in der Kammer und Strahlverlauf ermöglicht für das ideale, toleranzfreie System eine Ausbeute von 65%. Ausgehend von diesem Re-Design wird nun der Entwurf gesucht, der über

den gesamten Toleranzbereich die besten Leistungsmerkmale bietet. Die Verteilung der Strahlauftreffpunkte auf dem Detektor für das optimierte Design sind für drei Quellpositionen im Toleranzbereich in Abb. 4 dargestellt. Der Strahlanteil, der auf die Detektorfläche trifft, liegt im Falle des modifizierten Entwurfs mindestens bei 12,2%. Dieser Wert wurde für die Wendelposition gefunden, die + 0,5 mm von der optimalen Position liegt (Abb. 4 rechts). Bei einer



**Abb. 4: Strahlauftreffpunkte am Detektor für eine Toleranzbereich von  $\pm 0.5$  mm.**

Wendelposition, die  $-0,5$  mm von der optimalen Position liegt, erhält man eine Strahlausbeute von ca. 18,3%. Für die optimale Position ist die Strahlausbeute 31,4%, und entspricht somit ungefähr der Hälfte des Wertes, der vom idealen Design erreicht würde. Diese verminderte Leistung muss akzeptiert werden, wenn man einen Entwurf möchte, der über diesen gesamten Toleranzbereich robust ist. Gegenüber dem ursprünglichen Entwurf konnte mit dem Re-Design eine Verbesserung der Strahlauftreffquote um den Faktor 4,7 erreicht werden.

### Workflow- und Wissensdatenbanken

Die hohe Fertigungskomplexität mikrosystemtechnischer Prozesse erfordert entlang des Produktentstehungsprozesses ein hohes Maß an Wissen über die fertigungsschrittübergreifenden Zusammenhänge. Spezielle, auf die Anforderungen der Produktion angepasste, prozess- oder fertigungsorientierte Workflow- und Wissensmanagementsysteme bieten dem Mitarbeiter in Entwicklung und Produktion die Möglichkeit, prozessrelevante Informationen zu erfassen und auf bisherige Erkenntnisse zugreifen zu können.

### Auftrags- und Prozessdatenerfassung mit AdHoc-Workflowsystemen

Workflowsysteme werden heute immer noch vor allem für starr strukturierte Abläufe, wie sie zum Beispiel in der Verwaltung vorkommen, eingesetzt. Entwicklungsprozesse – insbesondere in

der Mikrosystemtechnik – weisen einen wesentlich geringeren Grad an Standardisierung auf. Hier hat man es in der Regel mit Kleinserien- oder Einzelfertigungsprozessen zu tun, für die sich der Aufwand einer kompletten Standardisierung nicht lohnt, bzw. aufgrund der noch nicht vollständigen Kenntnis der konkreten Prozessparameter und ihrer Abhängigkeiten, nicht möglich ist.

Eine Möglichkeit, solche Abläufe dennoch zu unterstützen stellen sog. „AdHoc“ Workflowmechanismen dar, welche die einfache Planung von Abläufen, die Behandlung von Ausnahmen und Abbrüchen, das Einfügen von neuen Prozessschritten zur Laufzeit, etc. unterstützen. Zusammen mit dem IMT wurde hieraus aufbauend für die dortige Mikrofertigung das Softwaresystem InfoFlow entwickelt [4], das der Klasse der Projektverfolgungssysteme zugeordnet werden kann. Kommerzielle Softwaresysteme in diesem Bereich orientieren sich primär an der Planung, Verfolgung und Dokumentation von Abläufen, die auf standardisierten Prozessen beruhen. InfoFlow unterstützt ebenfalls diese Funktionen, orientiert sich aber primär an den Anforderungen der Entwicklung oder Vorseerienfertigung. Die Mitarbeiter in der Planung und der Fertigung werden durch eine flexible, einfache und fertigungstypbezogene Definition von Prozessen, sowie eine umfassende automatisierte Dokumentation und Strukturierung der Informationen unterstützt. Entscheidungen der Prozessverantwortlichen, wie sie bei Defekten, oder Abweichungen von den Vorgaben notwendig

sind, werden durch kontextabhängige Funktionen unterstützt. Entlang der Fertigung erfolgt dabei zusätzlich die Erfassung der Messdaten, die dabei zur Verbesserung der Wiederverwendbarkeit in auftrags-, prozess- und prozessschrittspezifische Parameter aufgetrennt werden.

Sind die Roh-Informationen in der voranstehend beschriebenen Art und Weise vorstrukturiert ist eine weitgehend projektunabhängige Analyse der Messdaten möglich, was neben der schon erwähnten Fertigungsdokumentation Rückschlüsse auf die Qualität der Vorgaben oder auch auf die Qualität der Fertigungsschritte (z.B. Maschinendrift) zulässt.

### Strukturierung von Prozesswissen

Im Rahmen eines Unterauftrags für das vom BMBF geförderte Projekt „Kompetenzzentrum Trockenbearbeitung“ wurden der Infoflow-Ansatz zur auftrags- und prozessunabhängigen Erfassung von Parametern weiter verfeinert. Gegenstand des Projekts ist es unter anderem, eine Wissensdatenbank für Zerspanungsverfahren zur Verfügung zu stellen [5]. Experten, die verteilt in unterschiedlichsten Kompetenzzentren an den verschiedenen Bearbeitungsschritten arbeiten, können so ihr Wissen zentral ablegen.

Die zugrundeliegende Methode kann dabei folgendermaßen beschrieben werden: Bei einem Entwicklungs- und Fertigungsprozess wird der Gesamtprozess im Vorfeld in einzelne Prozessschritte aufgelöst, so dass die Abfolge bzw. Kombination der Einzelpro-

zessschritte den Entwicklungsauftrag genau charakterisiert (Workflow). Dennoch sind die Prozessschritte gerade bei komplexen Prozessen in diesem Zustand oft noch so prozess- und auftragspezifisch, dass der Prozessschritt nicht ohne weiteres in andere Prozessketten eingebettet werden kann.

Um diese Prozessabhängigkeit zu überwinden, wird der Prozessschritt selbst weiter untersucht. So stellt sich im konkreten Fall eine starke auftragspezifische Abhängigkeit vom Werkstoff heraus. Der Implementierungsansatz basiert daher auf der Erfassung eines bestimmten Prozessschritts unter mehreren Aspekten, im konkreten Fall der Erfassung der Fertigungsverfahren und der Werkstoffe. Allerdings ergibt sich bei einer hinreichend großen Zahl von Fertigungsverfahren und Werkstoffen eine sehr große Anzahl möglicher Kombinationen, so dass die Möglichkeiten der Wiederverwendbarkeit nicht sehr hoch sind. Dieses Problem wurde durch sogenannte Generalisierungshierarchien gelöst, die eine Zusammenfassung von Technologien und den damit verknüpften Eigenschaften erlauben. So werden beispielsweise die Verfahren *Stirn-Planfräsen*, *Stirn-Umfangs-Planfräsen* und *Umfangs-Planfräsen* auf der nächst höheren Generalisierungsebene zu *Planfräsen* zusammengefasst, das dann auf der nächst höheren Ebene, zusammen mit *Profil-*, *Wälz-* und *Schraubfräsen*, zu *Fräsen* abstrahiert wird. Die höchste Abstraktionsebene stellt die Wurzel des Baumes dar, die alle Verfahren zusammenfasst.

Innerhalb des Generalisierungsbaums wird auf dem „umgekehrten Weg“ den einzelnen Knoten (Verfahren) eine beliebige Anzahl von Attributen zugeordnet (z.B. Durchmesser, Vorschub), die sich innerhalb des Hierarchiebaums vererben. So besitzt dann ein konkretes Verfahren alle Attribute, die ausgehend vom konkreten Verfahren über alle Generalisierungsstufen bis zur Wurzel hinweg zugeordnet werden. Innerhalb einer Projektanfrage werden den Attributen der verschiedenen Prozesse im Rahmen der Materialbearbeitung auf der untersten Ebene (Blätter) konkrete Werte zugeordnet (z.B. Durchmesser: 12 mm, oder der Vorschub beim Fräsen: 22 mm/sec). Die Kombination von Blättern mehrerer Generalisierungsbäumen, zusammen mit den zugeordneten Attributen, ergibt dann „automatisch“, d.h. ohne Pflegeaufwand für den konkreten Prozess das Prozessdatenblatt zur Erfassung der Prozessparameter, das abhängig von Verfahren bzw. Werkstoffen unterschiedliche Attribute (Datenfelder) aufweist. Aufgrund der damit strukturiert vorliegenden Messwerte lässt sich analysieren, wo und wie stark die Abhängigkeit der Verfahren von den eingesetzten Werkstoffen ist und daraus Gestaltungsregeln (Design Rules) ableiten die für die Entwicklungsplanung notwendig sind.

Das weiterführende Ziel der Arbeiten auf diesem Gebiet ist die Erweiterung des Ansatzes auf die speziell in der Mikrosystemtechnik äußerst wichtigen prozessschrittübergreifenden Aspekte.

## Mikromontage

Ein Großteil der am Markt verfügbaren Mikrosysteme wird aus Silizium mit Prozessen der Halbleitertechnik produziert. Dies gilt insbesondere für Beschleunigungs- und Drehratensensoren, die in großen Stückzahlen in der Automobilindustrie eingesetzt werden. Die Stärke der Nicht-Siliziumtechniken, wie Laserstrukturierung, mechanische Mikrofertigung, Abformtechniken und LIGA liegt in der Materialvielfalt, die zum Aufbau von Mikrosystemen zur Verfügung steht. Dieser Vorteil wird zunehmend in der Bioanalytik und optischen Telekommunikation genutzt. Der „Preis“ für diese Materialvielfalt und die damit einhergehende Flexibilität beim Design ist die Abkehr vom monolithischen Aufbau; es entsteht nun ein erheblicher Aufwand für die Montage der Mikrosysteme.

### Modulares Mikromontagesystem

Da viele dieser hybriden Mikrosysteme immer noch nur in kleineren und mittleren Stückzahlen produziert werden, ist von den Fertigungsgeräten große Flexibilität und leichte Umrüstbarkeit gefordert. Unter diesem Gesichtspunkt entwickelte das IAI zusammen mit Fa. IEF-Werner ein Konzept für eine modulare Montagemaschine und realisierte dieses Konzept für die Montage von mikrofluidischen Analysesystemen. Wesentliche Entwicklungsgesichtspunkte waren dabei:

- der Einsatz von neuentwickelten direktangetriebenen Linearachssystemen des Partners IEF-Werner,

- der Einsatz von Zuführsystemen, die mit dem Werkstückträgerstandard DIN 32561 kompatibel sind,
- der Einsatz von mehreren preiswerten z-Linearachssystemen anstatt eines aufwendigen und fehleranfälligen automatischen Werkzeugwechselsystems und
- ein modularer Aufbau der Steuerungssoftware.

Für die Montage mikrofluidischer Analysesysteme eines Industriepartners wurde eine Montagemaschine nach diesem Konzept realisiert (s. Abb. 5). Diese Maschine muss drei unterschiedliche Mon-

tageaufgaben durchführen und muss daher hinsichtlich Teilebereitstellung und Montagewerkzeugen flexibel umrüstbar sein. Da die zu montierenden Teile auf maximal drei Werkstückträgern zugeführt und maximal vier Werkzeuge benötigt werden, wurde eine Maschine mit folgenden technischen Daten aufgebaut:

- eine x-Achse mit 600 mm Weg, darauf eine Vakuumspannvorrichtung für drei Werkstückträger nach DIN 32561,
- eine y-Achse mit 450 mm Weg, darauf montiert
- vier z-Achsen mit je 35 mm Weg und 3N Traglast

Jede z-Achse wurde zur Erleichterung des Umrüstens mit einer Werkzeugwechselschnittstelle für manuellen Wechsel ausgerüstet. Die grafische Bedienoberfläche der Maschine wurde in LabView programmiert. Sie kommuniziert mit der Maschinensteuerung und erlaubt es, Achsen zu verfahren, Greifwerkzeuge zu betätigen, Positionen zu teachen und Montageprogramme auszuwählen und ablaufen zu lassen. Aufbauend auf diesem modularen Konzept, ist die Entwicklung einer Montagemaschine für eine mikrooptische Komponente in einem gemeinsamen BMBF-Verbundprojekt mit dem IMT geplant.

### *Greiferbaukasten für die Mikromontage*

Die Flexibilität einer Montagemaschine hängt u.a. auch von der Flexibilität der Teilezuführung und der Greifwerkzeuge ab. Während auf dem Gebiet der Teilezuführung ein Standard für die Gestaltung von Werkstückträgern für die Mikrosystemtechnik geschaffen wurde (DIN 32561), besteht auf dem Gebiet der Montagewerkzeuge noch Handlungsbedarf. Daher erarbeitet das IAI zusammen mit vier Industriepartnern und einem weiteren Forschungsinstitut Grundlagen und erste Prototypen von modularen Greifsystemen im BMBF-Verbundprojekt „Greiferbaukasten“.

Ziel ist es, Greifersysteme für die Mikromontage systematisch in eigenständige Funktionselemente zu untergliedern und daraus Module mit standardisierten Schnittstellen zu definieren. Zur Lösung einer bestimmten Greifaufgabe soll der dafür passende Greifer



**Abb. 5: Realisierte Maschine zur Montage von mikrofluidischen Analysesystemen.**

aus Modulen des Baukastens zusammengesetzt werden. Die Definition dieses Modulschemas ist abgeschlossen; derzeit werden Schnittstellen spezifiziert und erste Module gebaut.

Das IAI entwickelt im Rahmen des Projektes sowohl einen modularen Mikrogreifer als auch in Mikrogreifsysteme integrierbare Bilderfassungsmodule. Neben diesen eigenständigen Entwicklungsarbeiten besteht eine enge Zusammenarbeit mit der Fa. Schunk zur Entwicklung einer automatischen Greiferwechselschnittstelle und mit der Fa. Piezosysteme Jena zur Realisierung einer Feinpositioniereinheit.

Eine automatische Greiferwechselschnittstelle ist für Montagesysteme, die während eines Montageprozesses Werkzeuge wechseln müssen, von großer Bedeutung. Der Projektpartner Fa. Schunk bedient den Markt der makroskopischen Montageroboter mit automatischen Werkzeugwechselsystemen mit Flanschdurchmessern bis herunter zu 50 mm. Aus einer Umfrage ergaben sich für die Mikromontage Bedarf an Wechselsystemen bis herunter zu 10 mm Flanschdurchmesser. Daher wird im Verbundprojekt eine Wechselschnittstelle mit den Flanschdurchmessern 30 mm, 20 mm und 10 mm entwickelt. Da vielfach die Anforderung besteht den Montageprozess durch die Werkzeugachse per Kamera zu beobachten, sind diese Schnittstellen mit einer Mitlenbohrung ausgestattet. Je nach Ausführung stellen diese Schnittstellen bis zu 12 elektrische bzw.

fluidische Verbindungen zur Verfügung.

Die Flexibilität des eigentlichen Greifsystems hängt im Falle von Sauggreifern und mechanischen Greifern wesentlich von der einfachen Austauschbarkeit des eigentlichen Greiforgans, des sogenannten Wirksystems, ab. Bei makroskopischen Greifern können oft die Backen einzeln manuell gewechselt werden, während bei Greifern für die Mikromontage diese Schnittstelle bisher wenig beachtet wird. In vielen Fällen werden Mikrogreifer sogar monolithisch ausgeführt, so dass bei einer Änderung der Greifaufgabe das komplette Greifsystem auszutauschen ist. Der am IAI entwickelte Mikrogreifer (s. Abb. 6) trennt Greifeinheit und Aktoreinheit [6]. Die Greifeinheit ist als monolithisches Kunststoffteil mit Festkörpergelenken ausgeführt, das mit Abformverfahren preiswert hergestellt werden kann. Über eine automatisch zu betätigende Clipverbindung wird die Greifeinheit mit der Aktoreinheit verbunden. Die Aktoreinheit besteht aus einem Piezostapelaktor, dessen maximale Dehnung von 15  $\mu\text{m}$  über ein Übersetzungsgetriebe auf 300  $\mu\text{m}$  vergrößert wird. Die resultierende Bewegung wird über einen Stift auf die Greifeinheit übertragen und führt zu einem Greifweg von 1 mm zwischen den Backen. Beim Prototyp in Abb. 6 ist die Greifeinheit noch mit Passstiften und einer Schraube fixiert. Der automatisch zu betätigende Clipmechanismus befindet sich noch in der Entwicklung.



**Abb. 6: Mikrogreifer mit monolithischer, wechselbarer Greifeinheit.**

### Digitale Bildverarbeitung

Für den Einsatz digitaler Bildverarbeitungstechniken bei Mikrostrukturen wird am IAI das Bildverarbeitungssystem DIPLOM (Digital Image Processing Library for Microstructures) entwickelt [7] [8]. Die DIPLOM-Software ist in C++ implementiert und kann als Bibliothek in Anwenderprogramme integriert werden. Durch den Einsatz des DIPLOM-Systems können Mikromontage-, Prüf- und Vermessungsvorgänge an Mikrostrukturen automatisiert werden.

Neben Standardfunktionen (Muster suchen, Markenzentren berechnen, etc) enthält das DIPLOM-System besondere Funktionen zur Lösung von Problemen beim Einsatz digitaler Bildverar-



beitungstechniken an Mikrobauteilen. Die dafür speziell implementierten Funktionen Autofokus, Kontrastoptimierung, Bildrekonstruktion aus Fokuserien und Bildrekonstruktion aus Beleuchtungsseerien sollen in den folgenden Abschnitten vorgestellt werden.

### Autofokus

Physikalisch bedingt reduziert sich die Schärfentiefe bei optischen Systemen mit zunehmender Vergrößerung. Zur Erzeugung hochauflöster Bilder ist deshalb bei Mikroskopaufnahmen eine exakte Fokuseinstellung erforderlich. Zur rechnergesteuerten automatischen Fokussierung wurde im DIPLOM-System eine Autofokusfunktion mit digitaler Bildverarbeitung implementiert. Die Funktion berechnet in Echtzeit (40 ms) einen relativen Schärfewert für das aktuelle Bild; dieser berechnete Schärfewert wird bei optimaler Fokussierung maximal (s. Abb. 7). Basierend

auf diesen errechneten Schärfewert kann der Fokusantrieb automatisch geregelt werden.

Durch Auswahl eines Bildausschnittes kann die Fokussierung nur auf eine Detail ausgerichtet werden; die übrigen Bildbereiche werden dann bei der Berechnung des Schärfewertes und somit bei der Fokussierung nicht berücksichtigt. Mit der Autofokusfunktion des DIPLOM-Systems ist es auch möglich, gezielt auf eine Ebene unterhalb einer transparenten Deckschicht zu fokussieren.

### Kontrastoptimierung

Damit bei hohen Vergrößerungen und schwach reflektierenden Oberflächen noch ausreichend Kontrast erzielt werden kann, sind Lichtmikroskope mit leistungsfähigen Beleuchtungssystemen ausgestattet. Ist die verfügbare Beleuchtungseinrichtung für eine kontrastreiche Aufnahme nicht ausreichend, so kann mit der

Kontrastoptimierungsfunktion des DIPLOM-Systems der Bildkontrast erheblich gesteigert werden (s. Abb. 8).

Durch eine reine Histogrammdehnung (Standardfunktion in den meisten Bildbearbeitungsprogrammen) werden die Strukturen für das menschliche Auge besser erkennbar (s. Abb. 8b). Es wird dadurch aber auch das vorhandene Rauschen mit verstärkt. Der Informationsgehalt in den Bildern 8a und 8b ist identisch; in Abb. 8b werden einige Strukturen lediglich für das menschliche Auge erkennbar. Mehr Informationsgehalt kann erreicht werden, wenn durch Mittelwertbildung aus mehreren kontrastarmen Einzelaufnahmen ein neues Bild berechnet wird. Dadurch erhält man ein wesentlich kontrastreicheres Bild (s. Abb. 8c) bei dem deutlich mehr Konturdetails erkennbar sind als bei der alleinigen Histogrammdehnung in Abb. 8b.

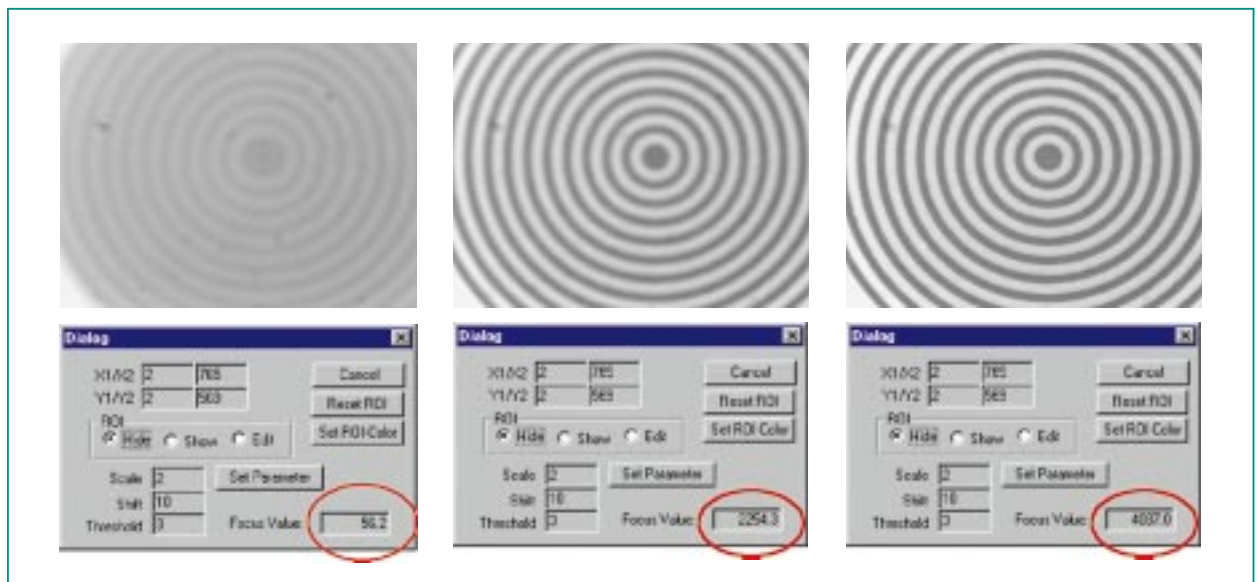


Abb. 7: Fokuswertberechnung für drei unterschiedliche Fokusstellungen.

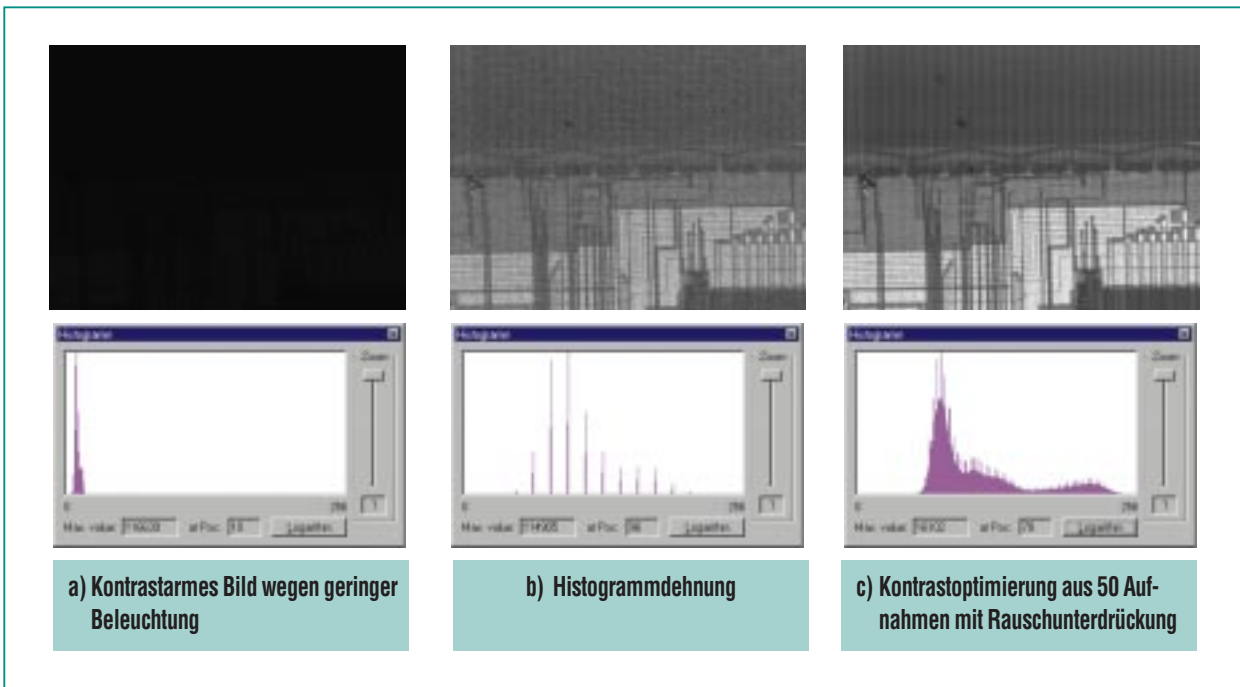


Abb. 8: Beispiel für eine Kontrastoptimierung mit dem DIPLOM-Bildverarbeitungssystem; unter den Bildern ist die zugehörige Grauwertverteilung (Histogramm) grafisch dargestellt.

### Bildrekonstruktion aus Fokussereien

Ist die Höhenstruktur eines zu untersuchenden Bauteils höher als die Schärfentiefe, so kann das Objekt nicht mehr in einer Fokussierung als Einzelbild komplett erfasst werden. Abhängig von der Fokussierung sind jeweils unterschiedliche Objektbereiche fokussiert. Damit Bauteile, deren Höhenstruktur größer ist als die Schärfentiefe, auch mit Lichtmikroskopen komplett dargestellt werden können, wurde ein geeignetes Verfahren zur Bildrekonstruktion aus Fokussereien entwickelt (s. Abb. 9).

Grundlage für die Bildrekonstruktion ist die Aufnahme einer Fokusserie. Der zu analysierende Fokussierbereich ist abhängig von der Strukturhöhe. Die Serie wird gestartet mit einer Fokussierung

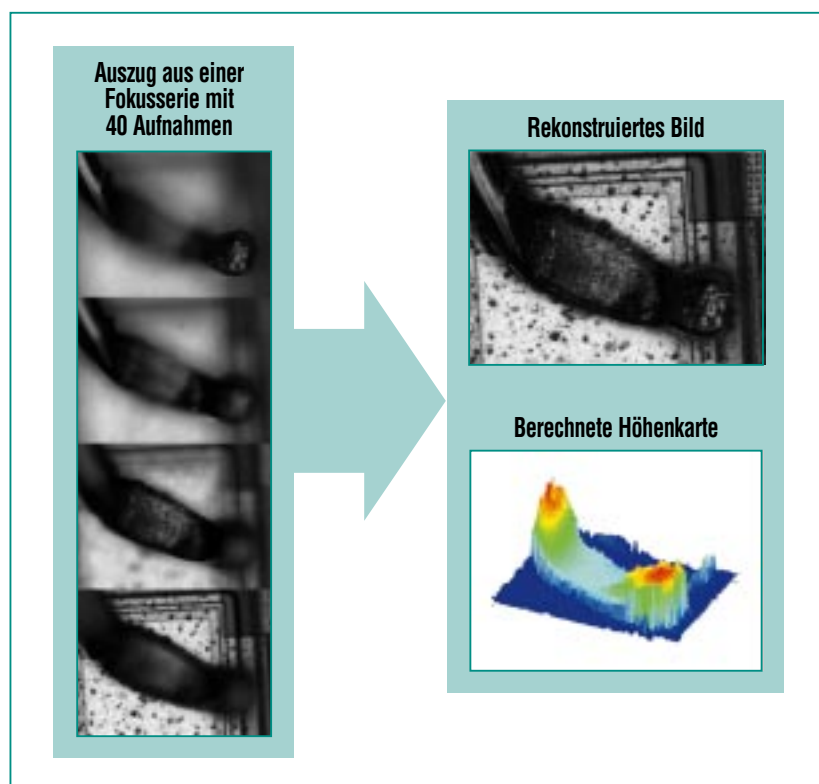


Abb. 9: Bildrekonstruktion eines Drahtbonds aus einer Fokusserie.

auf den tiefsten Bereich der Struktur. Der Fokusantrieb wird dann jeweils um ein Inkrement  $\Delta z$  geändert, bis auch die höchsten Strukturbereiche gut fokussiert erfasst sind. Dabei ist zu beachten, dass das  $\Delta z$  zwischen den einzelnen Bildaufnahmen nicht größer sein darf als die Schärfentiefe des Objektivs.

Nach Aufnahme der Fokussiererei werden die gut fokussierten Bildbereiche aus den einzelnen Bildern separiert und zu einem Bild zusammengesetzt, das in allen Bereichen gut fokussiert ist (s. Abb. 9). Zusätzlich zu diesem rekonstruierten Bild liefert das DIPLOM-System auch eine daraus berechnete Höhenkarte.

### Bildrekonstruktion aus Beleuchtungsserien

Bei der Bildaufnahme von Strukturen, die stark unterschiedliches Reflexionsverhalten zeigen, kann in der Regel keine optimale Beleuchtungsintensität für das komplette Bild eingestellt werden. Wird z.B. die Beleuchtungsstärke so gewählt, dass die stark reflektierenden Bereiche nicht überstrahlt werden, so sind die schwach reflektierenden Bereiche noch sehr dunkel und kontrastarm (vgl. Bild 1 in Abb. 10). Wird die Beleuchtungsintensität erhöht, so dass die schwach reflektierenden Bildbereiche kontrastreich dargestellt werden, so sind die stärker reflektierenden

Bildbereiche deutlich überstrahlt (vgl. Bild 4 in Abb. 10). Zur Erzeugung eines kontrastreichen Komplettbildes wurde ein Algorithmus entwickelt, der aus einer Bildserie, aufgenommen mit unterschiedlichen Beleuchtungsintensitäten, ein optimiertes Bild generiert (s. Abb. 10).

### Ausblick

In den vorhergehenden Abschnitten sind Werkzeuge beschrieben, die auf verschiedenen Ebenen der Mikrofertigung eingesetzt werden. Im allgemeinen wurden sie in Industrie- und Forschungsprojekten entwickelt, um ein bestimmtes Problem in einem abgegrenzten Bereich des Mikrofertigungsprozesses zu lösen. Mit dieser Vorgehensweise werden bereits lokal Verbesserungen erzielt. Um in Zukunft ein weit größere Effektivität zu erreichen, wird ein ganzheitlicher Ansatz entwickelt, der das Produkt vom Systementwurf über den Prototyp bis zur Serienproduktion begleitet.

Der ganzheitliche Ansatz besteht darin, dass der Entwurf nicht nur im Hinblick auf die Umsetzung des zur Funktionserfüllung notwendigen physikalischen Prinzips, sondern auch im Hinblick auf die Serienfertigung des Mikrosystems durchgeführt wird. Eine Voraussetzung dafür ist, dass ähnlich wie bei elektronischen Schaltkreisen, das Mikrosystem aus Grundelementen, sogenannten Elementarzellen entworfen wird. Diese Vorgehensweise soll am Beispiel von mikrooptischen Systemen illustriert werden. Eine mikrooptische Elementarzelle be-

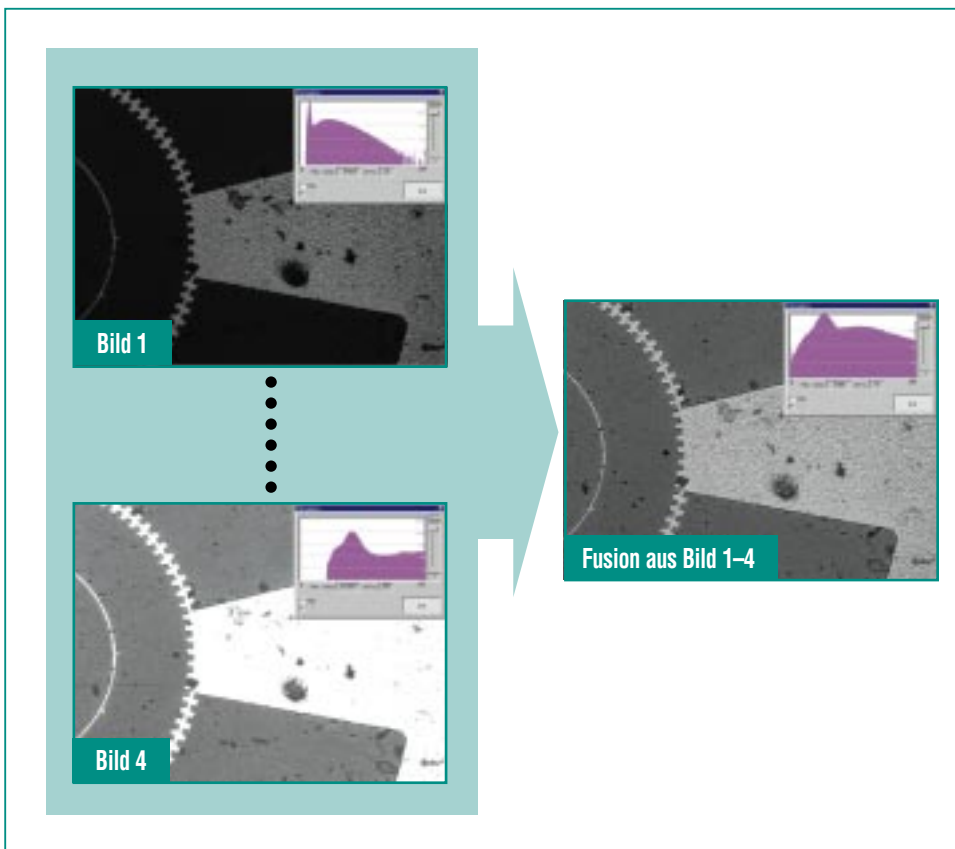


Abb. 10: Bildrekonstruktion aus einer Beleuchtungsserie mit insgesamt vier Bildern.

steht z.B. aus einer einfachen Haltestruktur, bestückt mit maximal einer passiven bzw. aktiven optischen Komponente. Zu jeder Elementarzelle existiert das CAD-Modell, ein physikalisches Modell mit allen relevanten physikalischen Eigenschaften und eine Wissensbasis mit allen für die Fertigung relevanten Design Rules und Prozessparametern. Diese Design Rules und Prozessparameter werden für die gesamte Prozesskette ausgehend von den Masken-, Lithografie, Galvanik- und Abformprozessen für die Herstellung der Einzelteile bis zu den Handhabungs- und Fügeprozessen bei der Montage erstellt.

Durch Zusammenfügen dieser Elementarzellen mit wohldefinierten Ein-/Ausgabebeziehungen

lassen sich komplexe mikrooptische Systeme aufbauen. Dabei sind noch die Wechselwirkungen der Elementarzellen untereinander auf physikalischer Ebene und auf Prozessebene zu bestimmen. Der Einsatz einer solchen bausteinorientierten Bibliothek erlaubt es, bereits dem Systemdesigner den Konstruktionsaufwand beim Entwurf und den Berechnungsaufwand bei der Simulation zu begrenzen.

Zur durchgehenden systematischen Erfassung und Verwaltung dieser Prozessparameter und Design Rules werden prozessorientierte Workflowsysteme und Wissensdatenbanken eingesetzt. In der Fertigung wird auf dieses Wissen zurückgegriffen, um weitgehend automatisch die Ferti-

gungsprozessparameter und Fertigungsmittel, z.B. Greifwerkzeuge für die Montage und Bildverarbeitungsmakros für die Qualitätssicherung abzuleiten. Durch den Einsatz dieser vorab standardisierten Werkzeuge können schnell Montagelösungen für neue hybride mikrooptische Systeme realisiert werden. Damit ist auch auf dieser Ebene eine wesentliche Voraussetzung für die schnelle Umsetzung in eine Serienproduktion gegeben.

## Literatur

- [1] H. Eggert,  
*Statusseminar zum Verbundprojekt OMID, Seiten 1-8, 9.-10.10.2001, Bremen*
- [2] M. Sumida, K. Takemoto,  
*J. Lightw. Techn., Seiten 305-311, 1984*
- [3] I. Sieber, H. Eggert, H. Guth, K.-H. Suphan,  
*Symposium on Design, Test, Integration, and Packaging of MEMS/MOEMS, Seiten 272-282, 25.-27.4.2001, Cannes*
- [4] M. Dickerhof, A. Schmidt, P. Jakobs,  
*HICSS 35, Waikoloa, USA, 07.-10. Januar 2002, published on CD-ROM (2002)*
- [5] M. Dickerhof, P. Kohlhepp, P. Jakobs, A. Schmidt,  
*SSGRR 6, L'Aquila, I, August 6-12, 2001 Proc. on CD ROM (2001)*
- [6] U. Gengenbach, A. Hofmann, F. Engelhardt, R. Scharnowell, B. Köhler,  
*SPIE Photonics Boston*
- [7] <http://www.iai.fzk.de/diplom>
- [8] B. Köhler, F. Eberle,  
*Proc. of International Conference Micro.tec 2000, September 25 – 27, 2000, Hannover, VDE-Verlag*