

# **Beitrag zur Integration von thermomechanischen flüssigkristallinen Elastomeren als Aktoren in die Mikromechanik**

Dissertation  
zur Erlangung des akademischen Grades  
Doktoringenieur  
(Dr.-Ing.)

Vorgelegt der  
Fakultät für Maschinenbau der  
Technischen Universität Ilmenau  
von:

Dipl.-Ing. KRÓL József  
geboren am 13. September 1978 in Budapest, Ungarn

1. Gutachter: Prof. Dr.-Ing. habil. h. c. Helmut Wurmus
2. Gutachter: Prof. Dr.-Ing. Antal Huba
3. Gutachter: Dr. rer. nat. Burkhard E. Volland

Tag der Einreichung: 27. Februar 2012

Tag der wissenschaftlichen Aussprache: 13. November 2012

## Zusammenfassung

Die vorliegende Arbeit ist ein Beitrag zur monolithischen Integration von thermomechanischen flüssigkristallinen Elastomeren (FULCE) als Aktor in die Mikromechanik. Es wird dargestellt, welche üblichen Aktoren in der Mikromechanik verwendet werden und verdeutlicht, welche Vorteile eine neuartige Aktorfamilie, die funktionellen flüssigkristallinen Elastomere herstellt. Aus der Sicht der Anwendung wird der potentielle Aktorwerkstoff beschrieben und das mögliche Anwendungsgebiet in der Mikro-beziehungsweise Nanotechnologie eingeschränkt.

Die Randbedingungen der Mikromechanik, die für den Einsatz des Aktors notwendig sind, werden erarbeitet. Es werden Literaturangaben bezüglich der mechanischen Aktorspannung experimentell untersucht, und es wird ein möglicher Ablaufplan für die erfolgreiche nicht-hybride Integration des Werkstoffes dargestellt. Aus dem potentiellen Aktorwerkstoff wird durch Prozessierung der Aktor hergestellt. Bei den Demonstratoren wird die Funktionsfähigkeit des Aktors mittels optischer Polarisationsmikroskopie sowie mittels thermoelastische Experimente als Funktionstests nachgewiesen. Für die Weiterführung der Forschung werden Hinweise vorgeschlagen.

## Abstract

This work is a contribution to the monolithic integration of thermo-mechanical functional liquid-crystalline elastomers (FULCE) as actuators into microtechnology. Common actuator types used in MEMS and microtechnology are characterised and shown, which benefits emphasises the new actuator family of functional liquid-crystalline elastomers. From the point of view of the possible applications the unique properties of the novel, potential actuator material is described. Because of the characteristic of the actuator the application field is narrowed to microtechnology and nanotechnology, respectively.

Basic conditions and requirements of microtechnology, which are necessary for the application of the novel actuator are developed. Bibliographical references concerning mechanical actuator tension and stain are investigated experimentally. A possible workflow for the successful non-hybrid integration of the actuator material FULCE is presented. The pre-material of the actuator is processed to gain a functional liquid-crystalline elastomer actuator. On some sample items the functionality of the actuator is proven by optical polarisation microscopy and functional experiences, respectively. For further works and investigations ideas are given.

## Vorwort

Die vorliegende Arbeit fasst meine Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter an der TU Ilmenau, Fachgebiet Mikromechanische Systeme (früherer Name Mikrosystemtechnik), zusammen. Im Projekt Research Training Network Fulce (FUnctional Liquid Crystalline Elastomers) der Europäischen Kommission haben folgende Universitäten und universitären Forschungsinstitute zusammengearbeitet:

- Albert-Ludwigs Universität Freiburg,
- Université Louis Pasteur de Strasbourg,
- Universitat de Barcelona,
- Consorzio Interuniversitario Nazionale per la Scienza e la Tecnologia dei Materiali (Bologna),
- University of Exeter,
- Jozef Stefan Institute, Ljubljana,
- Technische Universität Ilmenau.

Ziel der Zusammenarbeit war die Erforschung funktioneller flüssigkristalliner Elastomere. In Barcelona wurden die flüssigkristallinen Bauteile synthetisiert und erforscht. Die Universitäten Freiburg, Strasbourg und Exeter haben sich mit den verschiedenen Wegen der Synthese beschäftigt. Die Gruppe aus Bologna hat durch aufwändige Simulationen die innere Struktur der Materialfamilie teils vorhergesagt teils die Messungen der Gruppe aus Ljubljana bestätigt. In Ilmenau wurden Materialeigenschaften ausgemessen und Demonstratoren gebaut, es wurden die Wege der Integration in die Mikrosystemtechnologie erforscht.

Ilmenau, den 5. Dezember 2012

Król József

## Danksagung

Die Arbeit wurde durch die „Human Potential Programme“ der Europäischen Gemeinschaft durch den Vertrag HPRN-CT-2002-00169, FULCE gefördert.

Besonderer Dank gilt all meinen Kollegen im Fachgebiet Mikromechanische Systeme, die jederzeit für ein fachliches Gespräch bereit waren. Prof. Dr.-Ing. habil. h. c. Helmut Wurmus und Prof. Dr.-Ing. habil. Martin Hoffmann haben wichtige Anregungen gegeben, Dr.-Ing. Matthias Kallenbach, Dipl.-Ing. Stefan Griebel, Susanne Schmeißer sowie Beate Hertel M. A. haben das Korrekturlesen akribisch genau und mit konstruktiver Kritik durchgeführt.

Ich bedanke mich für die Diskussionen mit Dr. rer. nat. Burkhard E. Volland vom Fachgebiet Mikro- und nanoelektronische Systeme.

Das Fachgebiet Fluidodynamik vom Prof. Dr. André Thess hat den Kryomagneten für Messreihen zur Verfügung gestellt. Ich danke auch seinen Kollegen Dr. rer. nat. Werner Ertel-Ingrisch, Dipl.-Ing. Klaus-Dieter Henschel und Dr.-Ing. Bernd Hamann, die mit mir zusammengearbeitet haben.

Die röntgendiffraktometrische Messung hat Dipl.-Ing. Jens Schawohl durchgeführt.

Für die Bereitstellung des Polarisationsmikroskops danke ich den Kollegen vom Fachgebiet Anorganisch-nichtmetallische Werkstoffe.

Dr. Antoni Sánchez-Ferrer von der Albert-Ludwigs-Universität Freiburg, Prof. Dr. Dr. h. c. Heino Finkelmann, und allen Projektpartner im Fulce-Netz gilt mein Dank.

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Stand der Technik</b>	<b>4</b>
2.1	Übliche Wirkprinzipie der Mikroaktorik . . . . .	5
2.1.1	Elektrostatischer Effekt . . . . .	6
2.1.2	Piezoelektrischer Effekt . . . . .	7
2.1.3	Elektrokinetische Wirkprinzipie . . . . .	8
2.1.4	Elektrochemische Wirkprinzipie . . . . .	9
2.1.5	Bimetall-Effekt . . . . .	10
2.1.6	Strömungsaktoren . . . . .	10
2.1.7	Aktoren mit Memory-Effekt . . . . .	11
2.2	Übliche thermomechanische Wandler . . . . .	11
2.3	Neuartige thermomechanische Wandler: funktionelle flüssigkristalline Elastomere (Fulce) . . . . .	12
2.4	Mikroaktorik . . . . .	12
2.5	Integrationsarten der Fulce in die Mikrotechnik . . . . .	15
2.5.1	Übliche hybride Integration flüssigkristalliner Elastomere in die Mikrotechnik . . . . .	15
2.5.2	Neuartige monolithische Integration von flüssigkristallinen Elastomeren . . . . .	15
<b>3</b>	<b>Fulce: eine neuartige thermomechanische Aktorfamilie</b>	<b>18</b>
3.1	Chemie der funktionellen flüssigkristallinen Elastomere . . .	18
3.1.1	Flüssigkristalle . . . . .	19
3.1.2	Charakterisierung der Flüssigkristalle . . . . .	20
3.1.3	Thermotrope Flüssigkristalle . . . . .	22
3.1.4	Polymere und flüssigkristalline Polymere . . . . .	23
3.1.5	Elastomere und flüssigkristalline Elastomere . . . . .	26
3.2	Aktoreigenschaften flüssigkristalliner Elastomere (Fulce) . . .	29
3.2.1	Thermo-Mechanischer Effekt des Fulce . . . . .	29
3.2.2	Opto-Mechanischer Effekt des Fulce . . . . .	32
3.2.3	Verwendete flüssigkristalline Elastomere . . . . .	34

## *Inhaltsverzeichnis*

3.3	Ausrichtung der flüssigkristallinen Elastomere (Fulce) . . . . .	36
3.3.1	Ausrichtung durch magnetische Felder . . . . .	36
3.3.2	Ausrichtung durch elektrische Felder sowie durch polarisierte Strahlung . . . . .	37
3.3.3	Ausrichtung durch Oberflächenbehandlung . . . . .	39
3.3.4	Ausrichtung durch Scherströmung . . . . .	40
3.3.5	Ausrichtung durch mechanische Dehnung . . . . .	40
3.3.6	Verwendete Ausrichtungsmethode . . . . .	41
3.4	Untersuchung und Beschreibung der Ausrichtung des Fulce .	42
3.4.1	Polarisationsmikroskopie . . . . .	42
3.4.2	Röntgendiffraktometrie . . . . .	43
3.4.3	Thermoelastische Experimente . . . . .	46
3.4.4	Doppelbrechung . . . . .	46
3.4.5	Verwendete Untersuchungsmethoden . . . . .	46
<b>4</b>	<b>Integration des Aktorwerkstoffes Fulce in die Mikromechanik – Planung, Herstellung</b>	<b>47</b>
4.1	Allgemeine Prinzipie der Fulce-Integration – Konzept . . . . .	47
4.2	Ablaufpläne und verwendete Technologien der Fulce-Integration – Herstellung . . . . .	52
4.3	Integration auf Waferebene . . . . .	52
4.3.1	Konzeptphase und Berechnungen . . . . .	53
4.3.2	Entwurf der Maskenzeichnung und Maskenherstellung	56
4.3.3	Hochtemperaturprozesse . . . . .	57
4.3.4	Lithographie . . . . .	58
4.3.5	Nasschemische Ätzprozesse . . . . .	59
4.3.6	Fügen, Ausrichten und Vernetzen von Fulce auf ganzen Wafern . . . . .	60
4.3.7	Magnetfeld mit Luftspule und magnetische Ausrichtung	60
4.3.8	Vernetzung des Fulce-Polymers zum Elastomer auf Waferebene . . . . .	63
4.3.9	Freilegung der beweglichen Strukturen . . . . .	64
4.3.10	Vereinzelung der Chips . . . . .	67
4.3.11	Versuche mit Opferschicht . . . . .	67
4.3.12	Erfahrungen aus den Integrationsversuchen . . . . .	70
4.4	Integration des Fulce auf Device-Ebene . . . . .	71
4.4.1	Konzeptphase . . . . .	71
4.4.2	Ermittlung der Kapillarbweite . . . . .	73
4.4.3	Berechnungen und Neuauslegung des Siliziumchips .	75

## *Inhaltsverzeichnis*

4.4.4	Auslegung des Siliziumchips . . . . .	76
4.4.5	Maskenentwurf, technologische Überlegungen und Herstellung . . . . .	79
4.4.6	Fügen von Fulce und Lösungsmitteltausch . . . . .	81
4.4.7	Magnetische Ausrichtung des Fulce . . . . .	82
4.4.8	Vernetzung mittels UV-Strahlung . . . . .	83
<b>5</b>	<b>Untersuchung der Chips und Ergebnisse</b>	<b>86</b>
5.1	Untersuchungen von Chips auf WaferEbene . . . . .	86
5.1.1	Polarisationsmikroskopie . . . . .	86
5.1.2	Röntgenmessungen . . . . .	87
5.1.3	Thermoelastisches Experiment – Wafer-Ebene . . . . .	88
5.2	Untersuchung mittels optischer Polarisationsmikroskopie . .	89
5.3	Thermoelastische Experimente – Device-Ebene . . . . .	90
5.3.1	Ablauf der thermoelastischen Experimente . . . . .	91
5.3.2	Bildauswertung . . . . .	93
5.3.3	Unausgerichtete Referenzprobe . . . . .	94
5.3.4	Proben mit ausgerichtetem Fulce aus Dichlormethan- lösung . . . . .	95
5.3.5	Proben mit ausgerichtetem Fulce aus Toluollösung . .	96
5.4	Berechnung der volumenbezogenen aktiven Kontraktion . . .	97
5.5	Zusammenfassung und Diskussion der Messergebnisse . . . .	99
<b>6</b>	<b>Zusammenfassung und Ausblick</b>	<b>101</b>
<b>A</b>	<b>Bestimmung der Temperaturverteilung der Heizplatte</b>	<b>104</b>
<b>B</b>	<b>Berechnung der Wärmedehnung des Siliziumchips</b>	<b>106</b>
<b>C</b>	<b>Röntgendiffraktometrie von Fulce – Auswertung und Aus- blick</b>	<b>108</b>
C.1	Bragg-Brentano-Verfahren . . . . .	108
C.2	„Streifender Einfall“-Verfahren . . . . .	109
C.3	Messung und Ergebnisse der Röntgendiffraktometrie . . . . .	109
<b>D</b>	<b>ICP-Prozessparameter</b>	<b>112</b>
<b>E</b>	<b>Synthese des Fulce</b>	<b>114</b>
E.1	Beschreibung der Synthese . . . . .	114

*Inhaltsverzeichnis*

<b>F</b>	<b>Liste der verwendeten Variablen</b>	<b>116</b>
<b>G</b>	<b>Abbildungsverzeichnis</b>	<b>120</b>
<b>H</b>	<b>Tabellenverzeichnis</b>	<b>122</b>
<b>I</b>	<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>123</b>
<b>J</b>	<b>Temporäre Quellen</b>	<b>132</b>
<b>K</b>	<b>Thesen</b>	<b>134</b>

# 1 Einleitung

## Motivation und Abgrenzung der Arbeit

Die vorliegende Arbeit ist ein Beitrag zu der monolithischen Integration von thermomechanischen flüssigkristallinen Elastomeren als Aktor in die Mikrotechnik. Die Entwicklung von miniaturisierten mechatronischen Systemen erfordert neue Aktoren. Seit Jahrzehnten werden verschiedene Ansätze wie künstliche Muskeln, piezoelektrische oder elektrostatische Antriebe, Fluidantriebe untersucht, die unterschiedliche Wirkprinzipien besitzen und sowohl in den Eigenschaften, als auch in der Anwendbarkeit Differenzen zeigen [Jen98, Gev00]. Die eingesetzten Aktoren wandeln die Eingangsenergie in mechanische Arbeit um.

Zu mechanischer Arbeitsverrichtung werden häufig Transportprozesse oder externe bzw. interne elektromagnetische Felder eingesetzt. Es werden bestehende Aktoren verbessert bzw. neue Aktoren entwickelt, um den Anwendern optimal angepassten Lösungen anzubieten [EKST08, KEST08]. Ein Trend ist die Miniaturisierung und die Funktionsintegration. Mit den kleiner werdenden Gesamtmaßen, Beschränkungen des umgebenden Mediums und anderen Restriktionen sind neue Aktoren und Technologien zu evaluieren.

Mit der Erfindung neuer Aktoren entstehen neue Anwendungsbereiche, die untersucht werden. Funktionelle flüssigkristalline Elastomere (Fulce) weisen Aktoreigenschaften auf, die auf elektromagnetische Strahlung wie Lichteinwirkung oder Wärmeeinprägung durch Strahlung oder Wärmeleitung bzw. Konvektion direkt mechanische Arbeit verrichten [WF01]. Sie besitzen einen großen Hub bei geringer Wirkkraft. Diese Eigenschaften sind die Alleinstellungsmerkmale des Aktorwerkstoffes. Wegen den Einschränkungen dieser thermomechanischer Aktoreigenschaft kommen nur miniatur-

## 1 Einleitung

risierte Anwendungen in Betrachtung, bei denen die verfügbaren geringen Kräfte und zugleich große Wege sinnvoll angewendet werden können.

Das Wirkprinzip des thermomechanischen Wandlers wird anhand der chemischen-physikalischen Grundlagen erklärt, wobei die vorliegende Arbeit keine Forschung auf dem Gebiet der Chemie ausübt, sie nutzt den entstandenen Werkstoff mit dem Aktoreigenschaft.

Die Herstellung miniaturisierter Bauteile ist eine seit 40 Jahren intensiv beforschte Wissenschaft der Mikromechanik, Mikrotechnik, Mikrosystemtechnik sowie in den letzten Jahren der Nanotechnologie [Büt91, GD97, VZ06]. Die Prozesse und Technologien und Produkte der Mikrotechnik werden auf neue Aktoren angewendet, somit geben sich Aktorik und Mikrotechnik einander die zu erarbeitenden Randbedingungen und Einschränkungen.

Gegeben ist ein neuer, potentieller Aktorwerkstoff mit einem bisher nicht verwendeten Wirkprinzip. Gesucht ist das Anwendungsfeld und Anwendungstechnologie. Ziel ist das Zusammenführen der Aktorik und der Mikrotechnik. Anders formuliert sollen Wege gesucht werden, welche einem potentiellen Aktorwerkstoff die Verfahren entwickelt, welche den Einsatz in der Mikrotechnik ermöglicht.

Diese Arbeit untersucht die Eignung der Fulce als Aktor in der Mikrotechnik. Folgende Ziele werden angestrebt:

- Grundlegendes Verständnis des Wirkprinzips des Aktors, Ableitung der Aktoreigenschaften,
- Einordnung des thermomechanischen Aktors in die Aktorik,
- Formulierung der Randbedingungen und Einschränkungen der Mikrotechnik,
- Bestimmung der Paßfähigkeit des Aktors unter den Randbedingungen,
- Herstellung eines geeigneten Demonstrators und
- monolithische Integration von Fulce, sowie,
- Nachweis der monolithischen Integration an einem Demonstrator mit Messungen.

In dieser Arbeit wird die Weiterentwicklung der einzelnen Komponenten des Fulce bzw. des Materialkomplexes nicht angestrebt. Die chemi-

## *1 Einleitung*

sche Synthese des Fulce wird als gegeben angenommen, die thermischen-mechanischen Materialkennwerte werden nicht untersucht. Die hybride Integration wird in einer anderen Arbeit [Fis09] untersucht, deren Aspekte hier nicht behandelt werden. Der Entwurf des Demonstrators dient keiner konkreten Produktentwicklung. Die beschriebenen Prozesse werden nicht für die wirtschaftliche, industrielle Herstellung optimiert.

## 2 Stand der Technik

Für die Auswahl eines Aktors für eine bestimmte Anwendung ist die Beschreibung der Bewegung (und/oder Kräfte und Momente) eine Grundvoraussetzung. Folgende Merkmale müssen beschrieben werden:

- Freiheitsgrad der Bewegung (von eins bis sechs, 3 Rotationen und Translationen sind möglich),
- Bewegungstyp (Translation oder Rotation),
- Grenzen der Bewegung (beschränkt oder nicht beschränkt),
- Bewegungsrichtung (in eine Richtung oder mehrere Richtungen),
- Bewegungssinn (ist die Bewegung einsinnig oder wechselsinnig),
- Bewegungsablauf (kontinuierlich arbeitende oder nur in diskreten Schritten einstellbare Bewegung),
- Selbsthaltevermögen (ist das Prinzip ohne Bremse zum Stillstand fähig).

Da die meisten Bewegungsabläufe der Mikrotechnik planare oder lineare, beschränkte, wechselsinnige Translationen kontinuierlichen Ablaufs sind, müssen die eingesetzten Aktoren dementsprechende Charakteristik aufweisen. Rotationen, nicht beschränkte einsinnige räumliche Bewegungen bilden die Sonderfälle, die in dieser Arbeit nicht weiter behandelt werden.

Gesucht sind mikrotechnisch eingesetzte Aktoren für einen typischen linearen Antriebsweg von höchstens einigen Millimeter mit einer Wegauflösung von einigen Nanometer bis Mikrometer. Die bewährten Aktoren sind die elektrostatischen Antriebe und vor allem in hybriden, separat hergestellten Systemen die Piezoantriebe [KB91, Büt91, GD97, Jen98, AH06]. Charakterisiert werden die Aktoren im Abschnitt 2.1.

Um eine Vielzahl spezieller Anwendungen ermöglichen zu können, wurde in den letzten Jahrzehnten intensive Forschung auf dem Gebiet der Aktoren bzw. Sonderaktoren betrieben. Dementsprechend wurden elektrokinetische,

elektrochemische Wirkprinzipie, Transportprozesse, wie Diffusion, sowie Eigenschaften der elektrorheologischen und magnetorheologischen Fluide als Aktoren erforscht [Jen98, Jen95, Gev00], sowie neuartige thermo- bzw. optomechanische Wirkprinzipie eingeführt, siehe dazu bspw. [WF01, KF91], [KWF05].

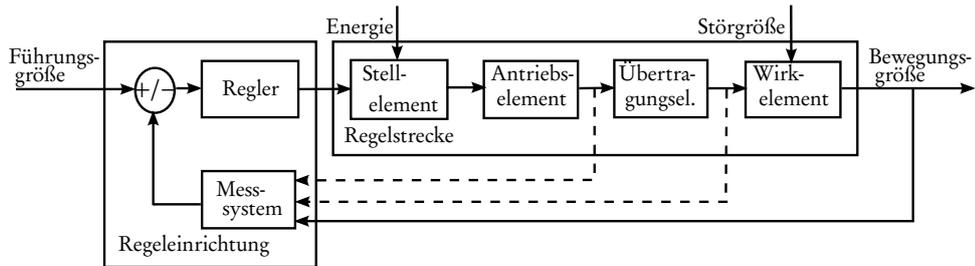
Im Fachgebiet Mikrosystemtechnik der Technischen Universität Ilmenau wurde die Aktorik für immer kleiner werdende Systeme erforscht. Es wurden beispielsweise die Sonderaktoren für den Einsatz in der minimalinvasiven Chirurgie systematisiert, um neuartige Greiferstrukturen zu betreiben, siehe dazu [Qia03]. Es wurden elektrochemische Polypyrolaktoren für den Einsatz in der Mikrotechnik eingehend untersucht, siehe dazu z. B. [SKH99].

Gemäß dieses Forschungsprofils wurden die theoretischen und verwirklichten Aktoren systematisiert, siehe dazu [Jen98]. Obwohl die Wirkprinzipie der Aktoren unterschiedlich sind, benötigen die Meisten für die Funktionsfähigkeit elektrische Energie und/oder sie werden ausschließlich in Fluidsystemen Einsatz finden. Durch die Materialforschung entstandene neue Aktorklasse der thermomechanischen Wandler unterscheidet sich in diesem Aspekt grundlegend von den bisher erforschten Aktoren. Für die Funktion ist elektromagnetische Strahlung (Licht) oder Wärme notwendig. Somit wird bei erfolgreichem Einsatz neuartiger thermomechanischen Wandler in der Mikroaktorik ein neues, bisher nicht betretenes Wissenschaftsfeld eröffnet.

### 2.1 Übliche Wirkprinzipie der Mikroaktorik

Ein Aktor gibt bei Eingabe eines elektrischen, thermischen oder optischen Signals eine physikalische Größe wie Kraft, Drehmoment, Dimensions- oder Phasenänderung aus. Aktoren (engl. actuator) sind die Verbindungsglieder zwischen dem informationsverarbeitenden Teil von Steuerungen und einem Prozeß. Als Prozeß wird ein Vorgang verstanden, bei dem Energie- und/oder Materialströme auf bestimmte Ziele hin beeinflußt werden. Die Aktoren werden leistungsarm angesteuert und stellen an ihrem Ausgang meistens mechanisches Arbeitsvermögen zur Verfügung. Aktoren sind eine Reihenschal-

tung der Funktionsglieder Energiesteller (Stellelement), Energiewandler (Antriebs-element) und Getriebe (Übertragungselement) [Jen95, Jen98, MMP05]. Bild 2.1 stellt die Struktur eines geregelten Antriebs dar, wobei die Elemente eines Aktors gezeigt sind. Zur Auslenkung des beweglichen Strukturelementes werden unterschiedliche Wirkprinzipie genutzt. Gestrichelt sind mögliche zusätzliche Rückkopplungen des Informationsflusses gekennzeichnet.



**Bild 2.1:** Strukturdarstellung eines geregelten Antriebs

Die in der Mikroaktorik üblichen Wirkprinzipie werden im folgenden zusammengefaßt [Jen98].

- Elektrostatik,
- Piezoelektrischer Effekt,
- elektrokinetische Wirkprinzipie (Elektrophorese, Elektroosmose),
- elektrochemische Wirkprinzipie,
- Strömungsaktoren (elektro- und magnetorheologische Fluide),
- Prinzip der unterschiedlichen Längenausdehnungskoeffizienten (Bimetalle),
- Wandlung der Kristallgitterstruktur durch Änderung der Temperatur (Formgedächtnislegierungen),

### 2.1.1 Elektrostatistischer Effekt

Wenn die Platten eines Plattenkondensators parallel gegeneinander verschoben werden, wirkt eine Kraft parallel zu den Platten, die in entgegengesetzter Richtung der Verschiebung wirkt [Jen95] Wird auf dem Kondensator ein elektrisches Feld angelegt, wirkt umgekehrt eine Kraft. Die Kraftglei-

## 2 Stand der Technik

chung auf einen idealen planaren Plattenkondensator ist in Gleichung 2.1 angegeben, wenn in diesem Fall die Kondensatorplatten wie zwei Kämme ineinandergeschoben werden:

$$F_x = \frac{\varepsilon_0 \cdot \varepsilon_r \cdot U^2 \cdot b}{2 \cdot d} \quad (2.1)$$

Mit Verringerung des Abstandes  $d$  zwischen den Platten wird die Kraft  $F_x$  bei gleichbleibender Spannung  $U$  größer. Weiterhin kann der Effekt durch die Vergrößerung der Plattenfläche mit Vergrößerung der Kantenlänge  $b$  gesteigert werden. Zur Nutzung einer relativ großen Elektrodenfläche werden sie meistens kammartig ausgeführt. Der Bewegungsbereich beträgt etwa  $70 \text{ mm}$ , mit einer Auflösung von  $0,25 \mu\text{m}$  und Positionsunsicherheit von  $5 \mu\text{m}$ . Dabei werden Kräfte bis  $50 \text{ mN}$  erzeugt. Typische Anwendungen für elektrostatische Antriebe sind in der Mikrotechnik oder Objektpositionierung in der Mikroskopie .

Im stark nichtlinearen elektrischen Feld [Jen98] skaliert die Kraft  $F \sim l^2$ , die erreichbare Energiedichte beträgt  $5 \cdot 10^4 \frac{\text{J}}{\text{m}^3}$ . Die Energiedichte ist mit der Verkleinerung der Dimensionen 1000-fach größer, als im Makrobereich. Die Zeitkonstanten sind im Vergleich zu anderen Zeitkonstanten im System vernachlässigbar [Jen95].

### 2.1.2 Piezoelektrischer Effekt

Der piezoelektrische Effekt ist eine lineare, elektromechanische Wechselwirkung: falls ein entsprechendes Material elektrisch polarisiert wird, tritt in Abhängigkeit der elektrischen Feldstärke eine Formänderung auf. Werden piezoelektrische Kristalle mechanisch auf Zug oder auf Druck belastet, kommt es zu einer Ladungstrennung im Werkstoff.

Der inverse piezoelektrische Effekt tritt dann auf, wenn auf einem piezoelektrischen Kristall eine Spannung aufgelegt wird, die eine Dickenänderung des Kristalls hervorruft.

## 2 Stand der Technik

Die piezoelektrische Dehnung verläuft nahezu hysteresefrei, die dielektrischen Verluste sind sehr gering, und da keine andere Polarisation vorhanden ist, ist eine Kontraktion in Feldrichtung nicht möglich.

Der Piezoeffekt wird als Festkörperaktor benutzt. Die Energiewandlung erfolgt mit geringen bewegten Massen und ohne zusätzlichen bewegten Teilen, so ist eine sehr schnelle Reaktion zu realisieren. Für Feinstpositionierung (in der Atomkraftmikroskopie bspw.) werden Piezoaktoren verwendet. Die meistverwendeten Piezowerkstoffe sind die Blei-Zirkonat-Titanat-Keramiken (PZT) [Jen98, HSF07]. Piezoelektrische Polymeraktoren aus Polyvinylidenfluorid erbringen bei einer Schichtdicke von  $10\ \mu\text{m}$  mit  $300\ \text{V}$  Spannung  $0,1\%$  Dehnung [DDM97].

Piezokristalle sind auf einem breiten Feld sowohl als Aktor als auch als Sensor eingesetzt: Als Schallwandler, mechanisch-elektrische Wandler sowie elektrisch-mechanische Wandler [AH06]. Nachteilig ist die benötigte hohe elektrische Feldstärke von einigen  $k\text{V}/\text{mm}$  für typisch  $0,1\%$  relative Längenänderung [VZ06].

### 2.1.3 Elektrokinetische Wirkprinzipie

Die elektrokinetischen Prinzipie werden für Bewegungen in Fluiden vor allem in Mikrofluidsystemen verwendet. Diese sind die Elektrophorese [Jen98] – eine Bewegung von Ionen in einer Trägerflüssigkeit unter Einfluß eines äußeren elektrischen Feldes – und die Elektroosmose [Jen98]: durch Anlegen eines elektrischen Feldes längs einer flüssigkeitsgefüllten Kapillare entsteht eine resultierende Kraft, die auf der Oberflächenladung zwischen festem Dielektrika und der Flüssigkeit zurückzuführen ist. Durch die Elektroosmose wird die Flüssigkeit in der Kapillare bewegt [Jen98]. Die Herstellung einer elektroosmotischen mikrofluidischen Aktors beschreibt z. B. Piyasena [PNM<sup>+</sup>09].

### 2.1.4 Elektrochemische Wirkprinzipie

Bei den elektrochemischen Wirkprinzipien wird die reversible mechanische Arbeitsfähigkeit spezieller Werkstoffe auf chemische Veränderungen ausgenutzt. Es gibt folgende grobe Unterteilung der Wirkprinzipie [Jen98, SKH99, DRSOM05]:

- Ionen-Polymer-Aktoren: durch reversiblen Ionentausch wird die Länge oder das Volumen geändert. Die Vorgänge der Aktoren sind nicht vollständig erklärt. Die Aktoren reagieren auf die angelegte elektrische Spannung mit einer große Verbiegung. Beispielsweise beträgt die Aktorgröße  $24 \cdot 7 \cdot 0,2 \text{ mm}^3$ , die maximale Auslenkung beträgt bei einem Volt Spannungserhöhung  $500 \mu\text{m}$  [KL05, Sme08, YKK<sup>+</sup>04].
- Polyelektrolytgele oder Ketten mit ionisierbaren, oxidierbaren bzw. reduzierbaren oder fotoaktiven funktionellen Gruppen, z. B. Polypyrrole. [JSIL99] Die Änderung des entsprechenden Elektrolytzustandes löst eine chemische Reaktion aus, welche mit einer Volumenänderung einhergeht. Anwendungsansätze sind bspw. reversible, intelligente Katheter [KJ06, DMD96].
- Leitfähige Polymere: sie werden reversibel dotiert. Bsp: Dotierter Polypyrrol wird in Elektrolytlösung zwischen Elektroden elektrischer Spannung ausgesetzt (dadurch fließt Strom zwischen dem Polymer und der Elektrode). Dotierung geht mit einer Verlängerung, Verlust der Dotierung mit einer Verkürzung einher. Die Eigenschaften wie elektrische Leitfähigkeit, E-Modul werden ebenfalls verändert. Die relative Längenänderung beträgt 0,5 bis 10% [DDM97].
- Ordnung- Unordnung-Übergänge z. B. in Polypeptiden oder Collagen. Auf Änderung des pH-Werts wird der Zustand verändert. (Siehe dazu lyotrope Flüssigkristalle, 3.1.4).
- Semikristalline Polymere mit Zustandsänderung: Dehnstoffaktoren mit Volumenänderung beim Schmelzen und Rekristallisation [Jen98].

### 2.1.5 Bimetall-Effekt

Thermobimetalle (oder auch Bimorphe) sind Schichtwerkstoffe, die aus mindestens zwei Komponenten unterschiedlicher thermischer Längenausdehnungskoeffizienten bestehen. Bei der Erwärmung dehnt sich die eine Komponente stärker aus als die andere, daraus resultiert eine temperaturabhängige Krümmung des Thermobimetalls.

Der Stellweg ist linear von der Temperatur abhängig. Die Linearität besteht bis ca. 600°C, die Anwendungsgrenze liegt bei etwa 650°C. Der Formänderungseffekt ist bis ca. 20 Millionen Zyklen stabil. [Jen98]

Angewendet werden die herkömmlichen Thermobimetalle für temperaturabhängige Steuer-, Mess- sowie Regelaufgaben in der Elektrotechnik, Automobilindustrie und Heizungstechnik, mit Werkstoffpaarungen z. B. Mangan mit Kupfer- und Nickelzusätzen. [Jen98]

Für mikrotechnische Anwendungen kann z. B. eine dünne Polymerschicht mit einer Metallschicht kombiniert werden. Die ausgeübte Kraft variiert in Abhängigkeit der Aktorgeometrie und des E-Moduls stark. Mögliche Anwendungen können temperaturabhängige Schutzschalter, Temperaturschreiber oder mechanische Thermometer sein [VZ06].

### 2.1.6 Strömungsaktoren

Elektro- und magnetorheologische Fluide sind spezielle Strömungsaktoren. Sie sind Flüssigkeiten, die mit reversiblen Änderungen im Fließverhalten (Viskosität) auf die Einwirkung eines elektrischen bzw. magnetischen Feldes reagieren. Solche Materialien sind Suspensionen, die aus nichtmetallischen hydrophilen Teilchen mit adsorbiertem Wasser und elektrisch isolierenden Ölen bestehen. Der Volumenanteil von Partikeln beträgt 20 – 60%. Das äußere Feld bewirkt meistens eine Phasenumwandlung aus dem flüssigen in einen gelartigen Zustand. Das elektrische Feld induziert Dipole, die sich zu säulenartigen Strukturen verketteten. Auf ein magnetisches Feld reagieren die magnetischen Partikel mit magnetischen Momenten, die ebenfalls zur Säulenbildung führt. Feldstärken von  $1 - 4 \text{ kV/mm}$  bzw.  $0,2 \text{ T}$  sind für das

Auslösen der Phasenänderung notwendig. Elektrorheologische Fluide werden zur Schall- und Schwingungsdämpfung oder als hydraulische Ventile verwendet [Jen98, VZ06].

### 2.1.7 Aktoren mit Memory-Effekt

Bestimmte Legierungen (z. B. Ni-Ti-, Cu-Zn-Al- oder Cu-Al-Ni-Legierungssysteme) besitzen die Fähigkeit, sich bei Erwärmung wieder in eine frühere Form zurückzuverwandeln, die ihnen in ihrer Vorgeschichte aufgeprägt wurde. Das Material heißt auf Englisch *shape-memory-alloy* (SMA), Formgedächtnis-Legierung. Diese Formänderung tritt beim Überschreiten einer bestimmten Temperatur (zwischen  $-150^{\circ}\text{C}$  und  $+150^{\circ}\text{C}$ ) durch mechanischen und thermischen Veränderungen im Kristallgefüge von Metall auf. Oberhalb der kritischen Temperatur liegt austenitisches Gefüge vor, unterhalb martensitisches, welches weich und leicht formbar ist. Durch das breite Temperaturspektrum können viele Anwendungen auf SMA zurückgreifen [MMP05]. Mit Formgedächtnislegierungen wurden Verstellwege von maximal 8%-Dehnung beim Einweg-Memory-Effekt und höchstens 5% beim Zweiweg-Memory-Effekt [Gev00, MMP05, Jen98, Sch09] [Hal02] erreicht.

## 2.2 Übliche thermomechanische Wandler

Es existieren handelsübliche, makroskopische thermomechanische Wandler. Diese sind:

- Bimetalle, siehe dazu 2.1.5,
- Dehnstoffaktoren, bei dem eine Phasenumwandlung des Aktorstoffes (wie z. B. Wachs) eine Volumenänderung hervorruft, die zur Kafterzeugung verwendet wird.

Bimetalle können in mikrotechnischen Anwendungen eingesetzt werden, wobei die Technologie des Aktors an die Einschränkungen der Mikrotechnik angepasst werden muss. Die Übertragung des Prinzips des Dehnstoffaktors würde auch nicht ausschließlich die Verkleinerung der geometrischen Abma-

ße des Gesamtsystems bedeuten. Zu den Einschränkungen der Mikroaktorik siehe ausführlicher den Abschnitt 2.4.

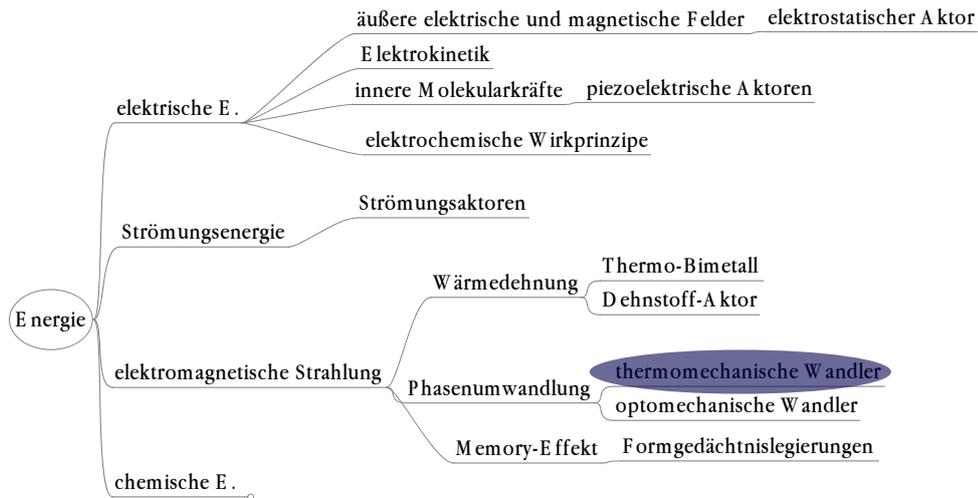
### **2.3 Neuartige thermomechanische Wandler: funktionelle flüssigkristalline Elastomere (Fulce)**

Es gibt eine neue Aktorfamilie der thermomechanischen bzw. der optomechanischen Wandler, deren Wandlereffekt auf dem Zustand bistabiler chemischer Verbindungen in einem Netzwerk beruht. Elektromagnetische Strahlung bzw. Erwärmung erregt die thermo- bzw. lichtempfindlichen Moleküle zu einem Phasenwechsel, die eine Längenänderung bewirkt. Diese Längenänderung der anisotropen Molekülketten wird makroskopisch ausgenutzt. Die thermo- bzw. optomechanischen Eigenschaften lassen sich in einem Aktorwerkstoff theoretisch kombinieren. Resultierend entsteht eine opto-thermomechanische Wandlung. Diese Wandler werden funktionelle flüssigkristalline Elastomere (Fulce) genannt. Charakteristisch für den Wandler sind kleine Kräfte, relativ große Verstellwege und Schaltfrequenzen über  $1\text{ Hz}$  [Fis09, Vortrag]. Mit den thermo- oder optomechanischen Aktoren sind auf die Originallänge bezogene 40% bis erwartete 400% aktive Stauchung möglich [DWF00, KF91]. Eine mögliche Einordnung des Aktorprinzips des thermomechanischen Wandlers ist als Ergänzung nach [Hal02] in Bild 2.2 dargestellt. Der neuartige Wandlertyp wird im Abschnitt 3.2 näher erläutert. Im experimentellen Teil dieser Arbeit wird der thermomechanische Wandler verwendet.

### **2.4 Mikroaktorik**

Die mechatronische Entwicklung der Mikromechanik und Mikroelektronik führt zu einer vergleichsweise neuen Aktorart, zu den sogenannten Mikroaktoren. Die typischen Abmessungen der Mikroaktoren sind in Mikrometer- bis Submillimeterbereich, die Ausgangsleistung beträgt üblicherweise einige Mikro- bis Milliwatt. Solche Aktoren stehen für bestimmte

## 2 Stand der Technik



**Bild 2.2:** Mögliche Einordnung des thermomechanischen Wandlers in Wirkprinzipie der Mikrotechnik, Idee nach [Hal02]

Anwendungen offen, wie Mikromanipulatoren oder miniaturisierte Robotersysteme.

Die Miniaturisierung zwingt den Entwickler, in der Aktorik neuartige Ideen einzusetzen, um kleinere, effizientere und innovativere Produkte auf den Markt zu bringen. Die neuen Anwendungen bedürfen Ansätze, die die bisherigen technologischen Grenzen der einzelnen Wissenschaften überschreiten und Wirkprinzipie anders darbieten. Die Wirkprinzipie lassen sich durch folgende Herangehensweisen in der Mikrowelt finden, nach [Kal05]:

- Klassische Makrobauelemente werden in die Mikrowelt übertragen. Eine Besonderheit ist die unterschiedliche Skalierung der physikalischen Effekte.
- Unübliche, bekannte Wirkprinzipie lassen sich einsetzen. Beispielsweise sind elektrostatische Aktoren in der Makrotechnik unüblich, werden aber in der Mikrotechnik oft eingesetzt (Projektoren, Gyroskope).
- Nutzung neuer Wirkprinzipie für die Aktorik, die in der Makrowelt nicht funktionieren.

Der Einsatz von Mikrosystemen und Mikroaktorik bietet folgende Hauptvorteile [Jen98]:

## 2 Stand der Technik

- **Werkstoffe:** Durch die Skalierung der Effekte sind die Materialkennwerte in vielen Fällen besser als die Kennwerte der Makrowelt, z. B. die makroskopischen Materialien sind durch Unterschiede in Mikrolegierungsanteilen verschieden, die Qualität von Substrat- oder Schichtwerkstoffen ist gleichbleibend hoch. Es stehen eine Vielzahl von Substrat-, Schicht- und Dünnschichtwerkstoffe und deren Kombinationen zur Verfügung.
- **Miniaturisierung:** Die verschiedenen Lithographieverfahren ermöglichen eine charakteristische Strukturweite von Submikrometer sowohl für die Elektrotechnik, als auch für mikrotechnische Anwendungen. Die Verkleinerung der geometrischen Größe verringert die Masse und das Volumen. Diese bewirken eine Änderung der Zeitkonstanten, erreichbaren Leistungen sowie thermischen und mechanischen Eigenschaften. Die Miniaturisierung setzt auch die Grenzen der anwendbaren physikalischen Wirk- und Antriebsprinzipie.
- **Komplexe Anordnungen:** Es können im bestimmten Bauraum nicht nur ein Sensor und ein Aktor, sondern mehrere Sensoren (oder Sensoren und Aktoren für diverse andere nötige Aufgaben) zusammengefaßt und integriert sein. Durch die Verkleinerung werden nicht nur die feinerwerktechnischen Baugruppen umgesetzt, sondern auch Synergieeffekte erzeugt: es entstehen hochintegrierte Systeme.
- **Mechatronische Integration:** Die meisten Herstellungsprozesse der Mikrotechnik entstammen aus den Prozessen der Mikroelektronik. So ist es naheliegend, neben der Aktorik und Sensorik auch die Steuerung und die mikroelektronischen Komponenten in die Systeme zu integrieren.

## 2.5 Integrationsarten der flüssigkristallinen Elastomere in die Mikrotechnik

Gegeben sind mit der Mikrotechnik eine Technologie, die die Herstellung von mikroskopisch kleinen Strukturen ermöglicht, und das Aktormaterial Fulce, das die Fähigkeit eines mikrotechnischen Aktors besitzt. Festgelegt sind drei Arten, wie das Material Fulce integriert werden kann:

1. Integration der Funktion: Es entsteht eine funktionelle Einheit aus der Aktorik und aus dem mechanischen Bauteil.
2. Integration der Technologie: Mit Hilfe der Technologie der Mikrotechnik werden die Aktoreigenschaften von flüssigkristallinen Elastomeren ausgenutzt.
3. Integration des Materials (wird nicht angestrebt): Fulce wird nicht an den Prozessen der Mikrotechnik angepaßt, chemische Zusammensetzung für die Abstimmung der Prozesse geändert oder z. B. funktionsrelevante Stellen werden nicht zusätzlich mit speziellem Material belegt.

Im konkreten Fall der funktionellen flüssigkristallinen Elastomere werden bei der technologischen Integration folgende zwei Wege unterschieden.

### 2.5.1 Übliche hybride Integration flüssigkristalliner Elastomere in die Mikrotechnik

Die eine Möglichkeit ist die hybride Integration, wobei die fertigen flüssigkristallinen Elastomerstreifen (LCE-Streifen) in Systeme eingebaut werden [Fis09].

### 2.5.2 Neuartige monolithische Integration von flüssigkristallinen Elastomeren

Die andere, neuartige Möglichkeit ist die monolithische Integration, bei welcher der Vorstoff integriert, ausgerichtet und zu LCE vernetzt wird.

## 2 Stand der Technik

Ziel dieser Arbeit ist durch die Integration des Aktors ein monolithisch und funktionell integriertes Bauteil (siehe Abschnitt 2.5) mit einfachen Kopplstellen zur Umwelt zu erstellen. Die Annahme wird durch die Untersuchung der technologischen Verträglichkeit des Fulcematerials in den einzelnen Prozessen erforscht. In dieser Arbeit wird die monolithische technologische Integration untersucht.

Das Kriterium für Mikroaktoren ist die monolithische Integration der Krafterzeugung ins System. Die Krafterzeugungsprinzipien können dabei unterschiedlich sein [Gev00]. D. h. der verwendete Aktor wird nicht separat hergestellt und als zusätzliche Baugruppe montiert, sondern er wird auf die Technologie abgestimmt auf der Waferebene hergestellt [GD97].

Die monolithische Integration des Fulce ist in kleinen Serien vermutlich nicht wirtschaftlich, nur in der Serienproduktion bei sehr großen Stückzahlen. Ziel ist jedoch die Untersuchung der prinzipiellen Eignung des Fulce-Aktormaterials als Aktor für mikrotechnische Bauteile. Bei der monolithischen technologischen Integration liegt in Lösungsmittel gelöstes flüssigkristallines Polymer (LCP) vor, das gefügt und prozessiert wird. Das entstandene flüssigkristalline Elastomer (LCE) weist Aktoreigenschaften auf, siehe dazu Abschnitt 3.2.

Ziel der experimentellen Arbeit ist ein funktionell integriertes Mikroaktorbauenteil, an dem die technologische Prozeßintegration erforscht wird. Es werden die Voraussetzungen für die Ausnutzung der Aktoreigenschaften von Fulce geschaffen. Dazu werden folgende Schritte durchgeführt: Der Aktorvorstoff (LCP) wird gefügt, ausgerichtet und vernetzt, so entsteht der Aktor. Die zur Ausrichtung und Vernetzung des Vorstoffes nötigen Parameter werden ermittelt und die Annahme der technologischen Kompatibilität von Fulce in der Mikromechanik erforscht bzw. bestätigt. Das Fulce-Elastomer wird dabei als Aktor in die Mikromechanik integriert.

Der grundlegend andere Weg der Integration des Fulce in die Mikrotechnik ist die hybride Integration. Die Grundlage der hybriden Integration ist von Duffy et al. [DMSW98] beschrieben worden. Es wurde Polydimethylsiloxan (PDMS) an verschiedene Unterlagen wie Glas, Siliziumwafer, oxidierte Wafer

## *2 Stand der Technik*

oder oxidierte Polystirole gebunden. Die Materialoberflächen werden im Sauerstoffplasma angeregt und darauf folgend zusammengepreßt. So entsteht eine gasdichte Verbindung [Fis09]. Maskierte, geätzte Hybridstrukturen aus PMDS und Substrat lassen sich dadurch herstellen [BPS09].

### **3 Fulce: eine neuartige thermomechanische Aktorfamilie**

1888 entdeckte der österreichische Botaniker Friedrich Reinitzer unbekannte Eigenschaften beim Schmelzen von Cholesterinestern. Die Ester verwandeln sich beim Schmelzen zunächst in eine trübe Flüssigkeit, welche sich beim weiteren Erhitzen in eine klare Flüssigkeit verwandelt. Die trübe Schmelze weist die Eigenschaft der Doppelbrechung auf, die bislang nur in Kristallen bekannt gewesen ist [SDS04]. Dieser Übergangszustand wurde flüssigkristallin genannt.

#### **3.1 Chemie der funktionellen flüssigkristallinen Elastomere**

Kristalle sind Feststoffe mit wohlgeordneter innerer Struktur. Die Beschreibung der Kristallstruktur erfolgt durch die Gitterbeschreibung und die Charakterisierung der Fernordnung. Über der Schmelztemperatur  $T_S$  entsteht eine isotrope Flüssigkeit, in der die Massenschwerpunkte der Teilchen statistisch gleichmäßig verteilt sind. Sind die Bauelemente (Atome oder Moleküle) nicht kugelförmig, entsteht aus Packungsgründen eine Orientierung der Bauelemente [DGG<sup>+</sup>98a].

Die klassischen Kristalle sind durch eine Positionsfernordnung und eine Orientierungsfernordnung gekennzeichnet. Aus diesen beiden Eigenschaften resultieren die mechanische Festigkeit und in den meisten Fällen die anisotropen Eigenschaften der Kristalle, wie die Doppelbrechung bei optischer Transparenz. Als Ausnahme sei hier NaCl, das Kochsalz erwähnt, das weder doppelbrechend, noch anisotrop, jedoch kristallin ist [SBFW94].

### 3 Fulce: eine neuartige thermomechanische Aktorfamilie

Die klassischen isotropen Flüssigkeiten weisen eine vollständige Unordnung in der Position und Orientierung auf. Die klassischen Flüssigkeiten sind frei beweglich und nicht doppelbrechend.

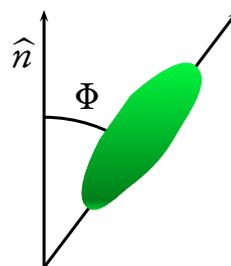
Die beiden Fernordnungen der Position bzw. der Orientierung sind voneinander unabhängig. Somit können folgende gemischte, thermodynamisch stabile Ordnungen existieren:

- Positionsfernordnung ohne Orientierungsfernordnung: Die Kristallgitter existieren mit statistisch orientierten Molekülen, sogenannte plastische Kristalle entstehen. Die aufbauenden Moleküle müssen kugelförmig sein (bspw. Tetrachlorkohlenstoff, Tetramethylmethan).
- Orientierungsfernordnung ohne Positionsfernordnung: Es gibt eine einheitliche Vorzugsorientierung der Strukturbausteine und somit eine Anisotropie der physikalischen Eigenschaften.

Durch diese Klassifikation ist der Begriff flüssiger Kristall für diese Stoffgruppe eingeführt [SBFW94].

#### 3.1.1 Flüssigkristalle

Die flüssigen Kristalle werden auch Mesophasen genannt, da sie zwischen den Aggregatzuständen fest und flüssig auftreten können (aber nicht müssen). Mesogene sind Struktureinheiten der Mesophasen, die keine Kugelform aufweisen und dadurch zwangsmäßig Anisotropie (ungleiche Abmaße in unterschiedlichen Molekülrichtungen) verursachen. Sie können z. B. scheiben- oder stabförmig sein [DGG<sup>+</sup>98a].



**Bild 3.1:** Orientierung eines Mesogens, nach [RG03]

### 3 Fulce: eine neuartige thermomechanische Aktorfamilie

Der Zustand der flüssigen Kristalle ist also ein Zwitterzustand zwischen anisotropen, festen Kristallen und isotropen, fluiden Flüssigkeiten. Um den Zustand der flüssigkristallinen Phase bei Abwesenheit äußerer Störeinflüsse zu beschreiben, wird der Begriff des Direktors  $\hat{n}$  als die einheitliche Vorzugsorientierung eingeführt. Flüssige Kristalle sind thermodynamisch aktive Systeme, die Bausteine schwanken mit der thermischen Bewegung um ihre Vorzugsrichtungen. Diese werden im einfachsten Fall der Einachsigkeit mit dem Ordnungsparameter  $S$  quantifiziert [DGG<sup>+</sup>98a]:

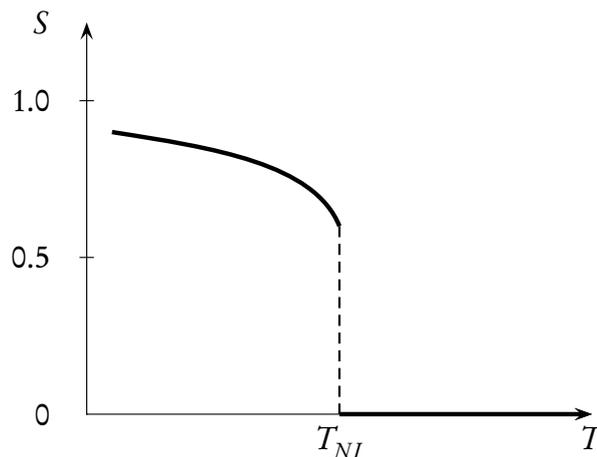
$$S = \frac{1}{2} \langle 3 \cos^2 \Phi - 1 \rangle. \quad (3.1)$$

$\Phi$  ist dabei der Winkel zwischen  $\hat{n}$  und der Vorzugsachse des Phasenbausteins. Die Werte von  $\Phi$  liegen zwischen 0 und  $\pi/2$ . Dabei sind die spitzen Klammern gleichbedeutend einer Mittelung über eine statistische Gruppe der Strukturbausteine (siehe dazu Bild 3.1).  $S$  nimmt theoretisch Werte zwischen  $-0,5$  und  $1$  an.  $S = 0$  zeigt eine fehlende Vorzugsorientierung an (entsprechend einer isotropen Phase),  $S = 1$  bedeutet eine vollständig parallele Ausrichtung aller Moleküle (ein Idealzustand).  $S = -0,5$  entspricht einer Orientierungsverteilung der Moleküle ähnlich den Borsten einer Flaschenbürste. Negative Werte des Ordnungsgrades wurden allerdings experimentell noch nicht nachgewiesen.  $S$  weist eine starke Temperaturabhängigkeit auf, die bei Annäherung an den Klärpunkt (Temperatur des Übergangs einer Mesophase in die isotrope Phase) rasch gegen Null geht. (S. Bild 3.2)

#### 3.1.2 Charakterisierung der Flüssigkristalle

Die flüssigen Kristalle besitzen im Zustand mittlerer Ordnung ( $0,5 < S < 1$ ) sowohl Eigenschaften des kristallinen Zustandes (z. B. Anisotropie der mechanischen und/oder optischer Eigenschaften, Elastizität) als auch typische Eigenschaften von Flüssigkeiten (z. B. teilweise geringe Viskosität, Formunbeständigkeit).

### 3 Fulce: eine neuartige thermomechanische Aktorfamilie



**Bild 3.2:** Temperaturabhängigkeit des Ordnungsgrades  $S$ , nach [RG03]

Folgende Gruppen der Flüssigkristalle existieren bei bestimmten thermodynamischen Verhältnissen von Druck, Temperatur und Konzentration [KJ01]:

- Thermotrope Flüssigkristalle: die Phasenumwandlung kommt durch Temperaturerhöhung zustande.
- Lyotrope Flüssigkristalle: Sie sind hoch flexible Molekülaggregate, die sich dynamisch nur in Lösung bilden. Form und Größe der Aggregate unterliegen Verteilungen, die von Druck, Temperatur und Konzentration abhängen. Die physikalischen Bindungen sind im Vergleich zu den chemischen Bindungen schwach [Ste99a, DGG<sup>+</sup>98b, KJ01].
- Amphotrope Flüssigkristalle: Systeme mit ausgeprägten thermotropen und lyotropen Eigenschaften.

Die für die Arbeit nicht relevanten lyotropen und amphotropen Flüssigkristalle werden nicht weiter behandelt.

Die Zahl der bekannten flüssigkristallinen Phasen hat enorm zugenommen. 1959 waren ca. 1400 Verbindungen bekannt, 1992 bereits 50000 [SBFW94]. Die Mesogene können folgende molekulare Form aufweisen [DGG<sup>+</sup>98b]: Die säulenförmige Molekularstruktur der Mesogene wird kalamitisch genannt. Scheibchen- oder blattförmige, relativ flache Mesogene sind diskotisch.

### 3 Fulce: eine neuartige thermomechanische Aktorfamilie

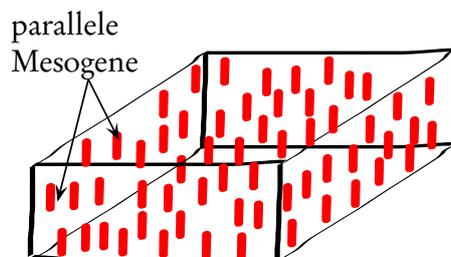
Um einen halbstarren, konischen Kern angeordnet ausgebildeten Mesogene werden pyramidenförmig genannt.

Die Molekülform und -anordnung bewirkt eine Anisotropie vieler physikalischer Eigenschaften bei den Flüssigkristallen. Diese sind z. B. Anisotropie der elektrischen Leitfähigkeit, der optischen Eigenschaften, die zur Doppelbrechung führt und Anisotropie der dielektrischen und diamagnetischen Eigenschaften.

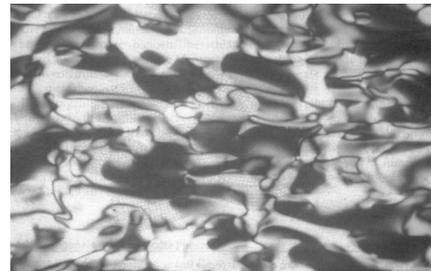
#### 3.1.3 Thermotrope Flüssigkristalle

Die Phasenbausteine der thermotropen Flüssigkristalle bestehen aus relativ kleinen Molekülen. Diese Moleküle werden dadurch gekennzeichnet, dass sie in allen Phasen form- und größenstabil sind. Sie weisen auch eine intramolekulare Flexibilität auf. Die elektrooptischen Eigenschaften der thermotropen Flüssigkristalle wird in digitalen Displays ausgenutzt. Die thermotropen Flüssigkristalle weisen mannigfaltige Erscheinungsformen auf, beispielsweise nematische, cholesterische, smektische sowie kalamitische Phasen. Für die Arbeit nicht relevanten cholesterischen, smektischen sowie kalamitischen Phasen werden nicht weiter behandelt [DGG<sup>+</sup>98b].

#### Nematische Phasen



**Bild 3.3:** Schema der nematischen Phase



**Bild 3.4:** Schlierentextur einer nematischen Phase [Ste99a]

Bei einer nematischen Phase gibt es eine Orientierungsfernordnung ohne jegliche Positionsfernordnung, wie in Bild 3.3 schematisch dargestellt ist. Eine

### *3 Fulce: eine neuartige thermomechanische Aktorfamilie*

nematische Phase zeigt im polarisationsmikroskopischen Erscheinungsbild sogenannte Schlierentextur: unregelmäßig geformte, helle/dunkle Kontraste sowie fadenartige schwarze Linien auf hellem Grund (S. Bild 3.4). Der Grund dafür ist die Verdrillung der Molekülketten an Punkt- oder Liniendefekten [Nak11].

Durch die diamagnetische Anisotropie, was durch die Molekülform entsteht, lassen sich nematische Flüssigkristalle parallel zu magnetischen Felder orientieren. Diese Orientierung wird z. B. durch Magnetresonanz-, oder Spektroskopieuntersuchungen nachgewiesen.

In elektrischen Feldern ist die Orientierung der Mesogene vom Vorzeichen des Feldes abhängig. Die Vorzugsrichtung der Mesogene und damit der Direktor der dielektrischen Anisotropie stellt sich parallel oder senkrecht zur Feldrichtung. Homogen orientierte Flüssigkristalle können in elektrischen Feldern reversibel umorientiert und so zur Herstellung optoelektronischer Bauelemente benutzt werden. Solche Flüssigkristallanzeigen haben einen niedrigen Energieverbrauch.

In dieser Arbeit werden nematische flüssigkristallinen Phasen in den funktionellen flüssigkristallinen Elastomeren verwendet.

#### **3.1.4 Polymere und flüssigkristalline Polymere**

„Polymer ist eine Bezeichnung für alle Makromoleküle, deren relative Molekülmassen bei gleicher prozentualer atomarer Zusammensetzung in einem ganzzahligen Verhältnis zueinander stehen und ... gleichen inneren Aufbau aufweisen“ [KJ01].

Polymere werden aus Monomeren durch Polymerisation, Polykondensation bzw. Polyaddition hergestellt. Polymere können durch Depolymerisation gespalten werden. Im Polymer heisst die monomere Einheit Grundmolekül. Wie viele Monomere im polymeren Molekül vereinigt sind, wird mit dem Polymerisationsgrad beschrieben. Bestehen Polymere aus zwei Monomeren, werden sie Dimere bezeichnet, aus drei Monomeren bestehend werden sie Trimere genannt. Ein Polymer über dem Polymerisationsgrad 50 wird Hoch-

### *3 Fulce: eine neuartige thermomechanische Aktorfamilie*

polymer genannt, welche mit niedrigem Polymerisationsgrad Oligomere bzw. Oligopolymere. Wenn die einzelnen Moleküle eines Polymers unterschiedliche Größe aufweisen, wird der Stoff als polymolekular bezeichnet. Zahlreiche Naturstoffe gehören zu den Biopolymeren.

Polymere werden nach Gestalt unterschieden: sie können linear, verzweigt oder vernetzt sein. Wenn zwei lineare Polymere durch Brückenverbindungen, die wie Leitersprossen angeordnet sind, miteinander verbunden werden, werden sie als Leiterpolymere bezeichnet. Falls die Polymere aus verschiedenen Grundbausteinen zusammengesetzt sind, werden sie als Copolymere (Mischpolymere) bezeichnet, wobei noch zwischen Bi- (zwei), Ter- (drei), Quarter- (vier) oder Multipolymeren unterschieden wird. Die physikalischen Mischungen verschiedener Polymere werden als Compounds oder Polyblends genannt [KJ01].

In der folgenden Arbeit wird das nicht vernetzte Fulce-Material als Polymer bezeichnet, erst nach der UV-Behandlung entsteht das lineare (funktionelle) flüssigkristalline Elastomer [Fin04].

Abgeleitet aus der Definition der Polymere können flüssigkristalline Polymere als Mischpolymere bestehend aus langkettigen netzwerkbildenden Molekülen, Flüssigkristallen und Verbindungselementen (Crosslinker) aufgefaßt werden.

Wie bei den Flüssigkristallen gibt es bei den flüssigkristallinen Polymeren (Liquid Crystalline Polymers, LCP) die beiden Hauptgruppen: lyotrope bzw. thermotrope flüssigkristalline Polymere.

#### **Lyotrope flüssigkristalline Polymere**

In Lösungen von Polymeren mit starren Ketten kann bei bestimmten Temperaturen und Konzentrationen eine spontane Entmischung in isotrope und anisotrope, das heißt flüssigkristalline Phasen erfolgen. Solche Systeme können unter anderem cholesterische, kubische, hexagonale sowie lamellare Strukturen aufweisen. In den Biowissenschaften ist die Funktion der lyotropen flüssigkristallinen Phasen seit langem bekannt. Die Lipide (meistens

### 3 Fulce: eine neuartige thermomechanische Aktorfamilie

wasserunlösliche Naturstoffe) organisieren sich selbst zu orientierten Doppelschichten in den Zellmembranen, was eine Voraussetzung für die Entstehung der Zellen bzw. des Lebens ist [Ste99a].

Gelingt bei der Verarbeitung synthetischer Polymere die Ausbildung flüssigkristalliner Phasen, so liefert das Verspinnen solcher Lösungen orientierte Fasern mit wesentlich höherer Festigkeit, als die aus isotroper Lösung gewonnenen Fasern. Der bekannteste Vertreter dieser Gruppe ist die Kevlar-Faser, die in ihrer spezifischen Festigkeit sogar Stahl übertrifft. Dazu erfolgt die Verarbeitung der Polymere wegen ihrer hohen Schmelztemperaturen in Lösung [KJ01, Ste99b].

Im weiteren Verlauf der Arbeit werden die lyotropen Flüssigkristalle nicht behandelt.

#### **Thermotrope flüssigkristalline Polymere**

Mesogene können auf zwei verschiedene Arten mit Polymerketten kombiniert werden:

- **Hauptketten-LCPs:** Polymere mit mesogenen Gruppen in der Hauptkette entstehen aus verschiedenen bifunktionellen Verbindungen, die aus sowohl biegsamen als auch starren mesogenen Gruppen aufgebaut sind. Solche halbstarren Polymere bilden beim Auftreten einer thermotropen flüssigkristallinen Phase günstige Voraussetzungen zur Herstellung besonders zugfester Fasern.
- **Seitenketten-LCPs:** Polymere mit mesogenen Seitenketten bestehen aus einem Polymerrückgrat in der Hauptkette, aus den Mesogenen und aus den als Spacer bezeichneten Verbindungselementen. Eine direkte Anbindung der Mesogene ohne Spacer an die Hauptkette führt zu thermodynamisch nicht stabilen flüssigkristallinen Phasen. Die Spacer gewährleisten einen bestimmten Abstand und eine Flexibilität der Mesogene [Kom03]. Die Hauptketten bestehen z. B. aus Polyethylen, Polyacrylaten oder Polysiloxanen. Bevorzugt werden die Polysiloxane, wie Terentjev in seinem zusammenfassenden Artikel beschreibt

### 3 Fulce: eine neuartige thermomechanische Aktorfamilie

[Ter99], an die das Mesogen durch Platinkatalyse angebunden wird. Der Hauptvorteil gegenüber Polyakrylaten ist die niedrigere Glasübergangstemperatur  $T_g$ . Die Polymerisation der Hauptkette kann dabei vor und nach der Anbindung der Mesogene stattfinden. Da die beiden Komponenten unabhängig voneinander hergestellt werden können, ist der Produktionsprozeß von Seitenketten-LCPs besser zu kontrollieren als der von Hauptketten-LCPs.

- Kombinierte LCPs: Bei kombinierten flüssigkristallinen Polymeren enthalten sowohl die Haupt- als auch die Seitenketten Mesogene. Dabei sind die Mesogene nicht ungeordnet, sondern sie behalten die für die Mesophase charakteristische Ordnung. Durch die Polymerkettenbildung sind die Übergangstemperaturen erhöht im Vergleich zu den niedermolekularen Flüssigkristallen.

Wird ein LCP unter die Glasübergangstemperatur  $T_g$  abgekühlt, bleibt die flüssigkristalline Ordnung erhalten. Die eingeprägte Ausrichtung wird im Glaszustand „eingefroren“.

Das Molekulargewicht von flüssigkristallinen Polymeren ist wesentlich größer als das von Flüssigkristallen. Somit reagieren sie auf äußere magnetische Felder langsamer (die Reaktionen sind bis zu drei Größenordnungen langsamer als bei den Flüssigkristallen). Aus diesem Grund sind sie in Flüssigkristallanzeigen nicht einzusetzen, das aber das Hauptanwendungsgebiet der „normalen“ Flüssigkristalle ist [Ter99].

In der Arbeit wird ein thermotropes Material verwendet. Das Fulce-Polymer liegt als gequollene Polymerlösung in einer Dichlormethan- bzw. Toluollösung vor. Das gequollene Polymer besitzt keine makroskopische Aktoreigenschaften.

#### 3.1.5 Elastomere und flüssigkristalline Elastomere

Nach der Definition des Lexikon der Chemie [KJ01] sind Elastomere Polymere, die kautschukelastisches Verhalten zeigen. Bei relativ geringen äußeren Zugkräften ist bei den kautschukartigen Stoffen eine starke Dehnung von

### *3 Fulce: eine neuartige thermomechanische Aktorfamilie*

etwa 800 bis 1000 % zu verzeichnen. Wird das Material im gedehnten Zustand für längere Zeit gehalten, nimmt die anliegende Endspannung nicht ab. Es tritt eine 10- bis 100-fache Verfestigung ein. Bei der Entlastung springt der Körper in Bruchteilen einer Sekunde fast vollständig in seinen Ausgangszustand zurück [KJ01].

Elastomere zeigen im Allgemeinen Merkmale, mit denen sie zwischen Festkörpern und Flüssigkeiten eingeordnet werden können. Die Eigenschaften, mit denen sie den Festkörpern ähneln sind: sie haben im nicht beanspruchten Zustand eine definierte Gestalt und einen relativ scharfen Schmelzpunkt. Die definierte Gestalt wird – bis auf den Formänderungsrest, einer bleibenden Verformung – nach einer sehr großen Beanspruchung im kautschukelastischen Bereich erneut angenommen. Bei der Dehnung können Kristallisationserscheinungen auftreten. Die aufgeführten Eigenschaften gelten für Block-Kopolymere, die bei hohen Temperaturen fließen oder schmelzen können. Spezielle Elastomere werden am Schmelzen oder Fließen durch die Vernetzung gehindert [KJ01].

Die chemischen und physikalischen Bindungen zwischen den Kettenmolekülen ermöglichen bei vielen Elastomeren das festkörperähnliche Verhalten: sie begrenzen die Dehnung der Ketten. Die Dehnung erfolgt durch das Vorbeigleiten einzelner Ketten aneinander. Die chemischen Bindungen der makromolekularen Ketten werden in erster Linie durch vernetzende Verbindungen während der Polymerisation sowie durch Vulkanisation des fertigen Polymerisates erreicht [KJ01].

Die flüssigkeitsähnlichen Eigenschaften von Elastomeren werden mit folgenden Eigenschaften charakterisiert: Durch kleine äußere Kräfte werden bedeutende Formänderungen hervorgerufen. Sie sind im ungedehnten Zustand amorph. Sie sind so kompressibel wie Flüssigkeiten sowie sie können niedermolekulare Stoffe in sich diffundieren lassen oder in sich auflösen. Das flüssigkeitsähnliche Verhalten setzt leicht bewegliche Molekülteile wie in einer Flüssigkeit voraus [KJ01].

Desweiteren erfüllen die Elastomere folgende Eigenschaften: Aufnahmefähigkeit verstärkender Füllstoffe wie Siliziumdioxid, Aluminiumoxid, Zink-

### 3 Fulce: eine neuartige thermomechanische Aktorfamilie

oxid oder Ruß. Hitze- und Lichtbeständigkeit in Gegenwart von Sauerstoff und Feuchtigkeit, der Stoff darf in Wasser und organischen Lösungsmitteln wenig quellen, sowie sie müssen mit Vulkanisationsmitteln und mit deren Beschleunigern reagieren können [KJ01].

Zur Gruppe der Elastomere gehören alle natürlichen und synthetischen Kautschuksorten und viele Polymere mit kautschukähnlichen Eigenschaften. In der Arbeit wird das vernetzte Polymer als Elastomer betrachtet.

Die Glasübergangstemperatur ( bei  $-80^{\circ}\text{C}$ ) der Elastomere liegt wegen der Kettenbeweglichkeit weit unterhalb der Gebrauchstemperatur.

Die Definition der flüssigkristallinen Elastomere lautet: „Die flüssigkristallinen Elastomere sind deformierbare Festkörper, die in einem oder zwei Reaktionsschritten aus Monomeren mit einer reaktiven Gruppe und aus einer kleinen Menge bireaktiven Crosslinker und flüssigkristallinen Mesogenen bestehen“ [Kel98].

Die flüssigkristallinen Elastomere sind im Gegensatz zu den flüssigkristallinen Polymeren nicht mehr im Lösungsmittel des Polymers löslich. Die flüssigkristalline Ordnung wird durch die Vernetzung nicht beeinflusst [o.V03].

Zu physikalischen Eigenschaften, Vernetzungsverhalten und mathematischen Modellen sind Übersichtsartikel in Fachzeitschriften und Büchern veröffentlicht worden, vgl. [Ter99, Dav93, ZM02, Kel98, DGG<sup>+</sup>98c]. Die Darstellung hier ist deshalb auf die wesentlichen Aspekte der Integration in die Mikrosystemtechnologie beschränkt.

Davis faßt die prinzipiellen Möglichkeiten der Vernetzung flüssigkristalliner Polymere zu Elastomeren zusammen [Dav93]:

- Gleichzeitig beginnende Polymerisation und Vernetzung: Die Mesogene und die Netzwerkbildner reagieren unter den gleichen Prozessbedingungen, somit müssen Polymerisation und Vernetzung gleichzeitig beginnen. Ein Spezialfall dieser Methode wird die Finkelmann-Methode genannt. Dabei wird durch die geeignete Wahl des Netzwerkbildners die Vernetzung verlangsamt. So wird das vollständig polymerisierte Material durch mechanische Dehnung ausgerichtet, während die Ver-

### 3 Fulce: eine neuartige thermomechanische Aktorfamilie

netzung noch nicht beendet ist [WF01, DWF00]. Aspekte der Ausrichtung der Ketten sind im Abschnitt 3.3 aufgeführt.

- Vernetzung der vollständig polymerisierten Molekülketten: Die Vernetzung kann durch Strahlung (Wärme, wie z. B. bei der Vulkanisation von Naturkautschuk, Lichtwellen) und chemische Einflüsse erfolgen.

Für die mikrotechnische Anwendung von Fulce eignet sich die Vernetzung der vollständig polymerisierten Ketten, da dadurch Materialherstellung und Integration in die Mikrosysteme zeitlich und örtlich getrennt ausgeführt werden können.

## 3.2 Aktoreigenschaften flüssigkristalliner Elastomere (Fulce)

Ausgerichtete flüssigkristalline Elastomere sind zur reversiblen Formänderung durch Energiezufuhr fähig. Wird die Energiezufuhr kontrolliert, kann das Elastomer als Aktor verwendet werden. Da die auftretenden Kräfte gering sind, nimmt die Bedeutung des Elastomers vor allem als Aktor in der Mikrosystemtechnik zu [FNPW01, WF01].

Der Wandlereffekt ist ein molekularer Übergangsvorgang, bei dem die stabförmigen Mesogene knicken. Die Knickung wird durch Moleküle mit zwei stabilen Zuständen, *trans* und *cis*, erreicht [HTT02]. Dies ist die chemische Grundlage des makroskopischen physikalischen Vorgangs. Durch die Art der Energiewandlung werden zwei Effekte unterschieden: die thermo-mechanische und die opto-mechanische Wandlung [FNPW01].

### 3.2.1 Thermo-Mechanischer Effekt des Fulce

Beim thermo-mechanischen Effekt wird Energie in Form von Wärme ins Elastomer eingeleitet. Die Reaktion ist die reversible Verkürzung beim Phasenübergang vom nematischen in den isotropen Zustand.

Um die theoretischen Aktoreigenschaften der anisotropen flüssigkristallinen Phase beim Elastomer auszunutzen, müssen die Mesogene im Netzwerk

### 3 Fulce: eine neuartige thermomechanische Aktorfamilie

möglichst einheitlich ausgerichtet sein. An der Albert-Ludwigs-Universität Freiburg wurden Elastomere mit makroskopisch einheitlicher Ausrichtung (Liquid Single Crystal Elastomers - LSCEs) durch uniaxiale mechanische Dehnung des Materials hergestellt [DWF00, KF91].

An diesen makroskopisch homogen ausgerichteten Materialien wurde eine reversible Längenänderung der Probe um bis zu 400% in Richtung des Direktors nachgewiesen [Fin04]. Die Längenänderung tritt beim Phasenübergang zwischen der nematischen und der isotropen Phase auf. Beim Übergang des Materials von der nematischen in die isotrope Phase geht die Ordnung der Mesogene verloren. Da das Netzwerk elastisch ist, wird bei der Rückkehr in die nematische Phase der Ordnungszustand wieder hergestellt. Die von den Elastomeren beim Phasenübergang aufgebrauchten Kräfte wurden gemessen [WF01]. Die Kräfte wurden mittels Aktorquerschnittsfläche in Materialspannungswerte umgerechnet. Die erreichten mechanischen Spannungen betragen bis zu  $27,1 \text{ kPa}$ , was in der Größenordnung der Spannungen von natürlichen Muskelfasern liegt [SLK02, DR SOM05]. Die Ausrichtungsmöglichkeiten werden im Abschnitt 3.3 ausführlicher behandelt.

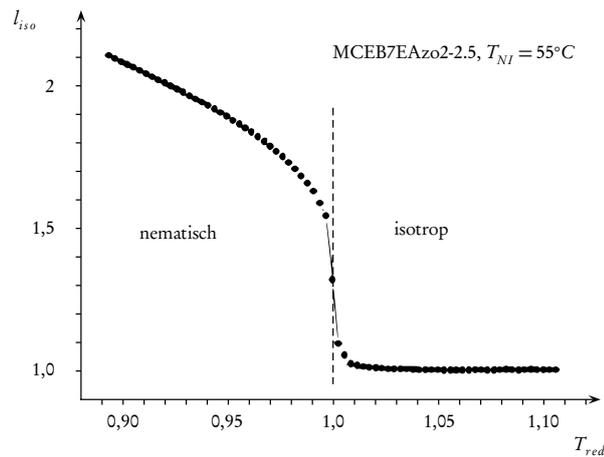
Der im Bild 3.5 dargestellte Phasenübergang ist auf die Länge  $l_{iso}$  im isotropen Zustand bzw. auf der Phasenübergangstemperatur  $T_{red}$  nach den Gleichungen 3.2-3.3 normiert, wobei  $L(T)$  die aktuelle Länge und  $L_{iso}$  die verkürzte Länge im isotropen Zustand ist. Analog ist die aktuelle Temperatur auf der Temperatur des nematisch-isotropen Überganges  $T_{ni}$  normiert.

$$L_{red} = \frac{L(T)}{L_{iso}} \quad \text{bzw.} \quad (3.2)$$

$$T_{red} = \frac{T}{T_{ni}} \quad (3.3)$$

Nach der Finkelmann-Methode hergestellten Elastomere wurden von Tajbakhsh und Terentjev in Cambridge auf die mechanischen Eigenschaften untersucht [TT01]. Die durch die weiterentwickelte Methode produzierten Materialien zeigten im Experiment mechanische Spannungen bis  $100 \text{ kPa}$

### 3 Fulce: eine neuartige thermomechanische Aktorfamilie



**Bild 3.5:** Phasenübergang eines flüssigkristallinen Elastomers: nematisch zu isotrop [SF06a]

und Verformungen bis zu 300%. In allen Versuchen wurden Hauptkettenelastomere verwendet. Bei der Verwendung von Seitenkettenelastomeren ist anzunehmen, dass die erreichbaren Kräfte unter den von Tajbakhsh und Terentjev beobachteten liegen. Die Abweichung kann wegen der geringen Kopplung der Flüssigkristalle an das Netzwerk bis zu zwei Größenordnungen betragen [DWF00].

In einem Artikel von Ratna et al. [RTIK<sup>+</sup>01] werden nematische flüssigkristalline Elastomere mit muskelartigen Eigenschaften vorgestellt. Die Spannungen betragen ca.  $210\text{ kPa}$  bei einer Längenänderung von 35 bis 45%, wobei die Elastomere nicht nach der Finkelmann-Methode hergestellt wurden. Ratna und seine Kollegen verwenden Oberflächenbehandlung für die Ausrichtung.

Bei flüssigkristallinen Elastomeren ist die Längenänderungsgeschwindigkeit von der Wärmeleitfähigkeit und Wärmekapazität abhängig. Somit spielen die Diffusionsvorgänge, die die Geschwindigkeit von Transportprozessen bei volumenändernden Gels (wie z. B. Responsive Gels [SLK02]) bestimmen, keine Rolle. Für die Erhöhung der Wärmeaufnahmefähigkeit schlagen Shenoy et. al. [STIS<sup>+</sup>02] folgendes vor: Eine Kohlenstoffbeschichtung der Elastomeroberfläche verbessert die Absorption von Wärme. Als Wärmequel-

le wird in seinem Experiment ein Infrarot-Laser verwendet, mit dem die Proben bestrahlt werden. Mit der Beschichtung werden Schaltzeiten von 1 s bei der Kontraktion und 2 s bei der Entspannung erreicht. Der Prozeß läuft drei bis viermal schneller ab als mit unbeschichteten Proben.

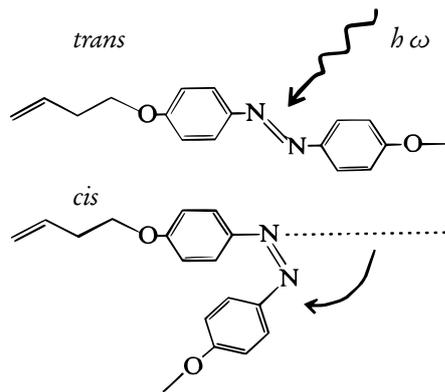
#### 3.2.2 Opto-Mechanischer Effekt des Fulce

Wenn die Mesogene nicht nur auf die Erregung mit langwelliger Energiestrahlung, sondern auch auf kurzwellige Strahlung in den isotropen Zustand schalten sollen, werden fotoempfindliche Monomere ins Netzwerk eingebaut. Eine Freiburger Wissenschaftlergruppe bei Finkelmann hat hiervon erstmals berichtet [FNPW01]. Forscher an der Universität Cambridge haben den opto-mechanischen Effekt nachgewiesen [HTT02, CTT02].

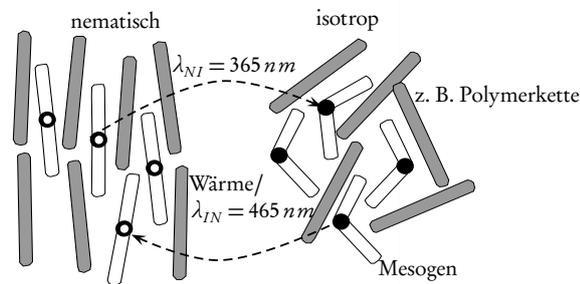
Die Längenänderungen des Materials von 20 % wurden in den ersten Versuchen durch opto-mechanische Wandlung erreicht [FNPW01]. Da der opto-mechanische Effekt dem der thermo-mechanischen Wandlung ähnlich ist, wird erwartet, dass Längenänderungen ebenfalls bis zu 400% erreicht werden können [Fin04]. Die Schaltzeiten der fotoempfindlichen flüssigkristallinen Elastomere liegen allerdings noch weit über denen der thermo-mechanischen Wandler. 40 bis 60 Minuten dauert die Kontraktion und bis zu 250 Minuten die Entspannung [SF05b].

Ein Beispiel für die opto-mechanische Wandlung ist das Azobenzol-Molekül [RG03]. In dessen *trans*-Zustand ist die Doppelbindung des Moleküls gestreckt. Durch ultraviolette Strahlung der Wellenlänge 365 nm geht das Molekül in den metastabilen *cis*-Zustand über. Die Doppelbindung knickt ab, das Molekül ist damit nicht mehr stäbchenförmig (Siehe Bild 3.6). Diese Knickung (siehe Bild 3.7) zerstört die Ordnung des nematischen Netzwerkes. Der Phasenumgang ist reversibel, nach dem Abschalten der Strahlung kehrt das Material in den stabilen Zustand zurück. Beschleunigen lässt sich diese Umkehrung durch Bestrahlung mit Strahlen der Wellenlänge 465 nm [CTT02].

### 3 Fulce: eine neuartige thermomechanische Aktorfamilie



**Bild 3.6:** Strukturwandlung des Azobenzens auf Einstrahlung [CTT02]



**Bild 3.7:** Trans-cis-Übergang des nematischen Netzwerkes mit fotoempfindlichen Monomeren [HTT02]

Eine Forschergruppe an der Universität Cambridge hat die mechanischen Eigenschaften des opto-mechanischen Elastomers ausführlich untersucht. Die Artikel [CTT02] und [HTT02] gehen auf die Temperaturabhängigkeit des Schaltverhaltens, erreichbare Spannungen und Langzeitstabilität des Materials ein. Die Reproduzierbarkeit des Effektes wurde nachgewiesen, eine mechanische Spannung von 1,5 bis 3,5  $kPa$  wurde gemessen. Bei mehrmaligem Phasenübergang wurde eine Abschwächung des Effektes beobachtet, die auf die Zerstörung einiger fotoempfindlicher Gruppen zurückzuführen ist. Das Schaltverhalten hängt weiterhin stark von der Eindringtiefe der Strahlung in das Material ab.

### 3.2.3 Verwendete flüssigkristalline Elastomere

Es wurden zwei unterschiedliche Polymerlösungen verwendet, beide werden in der Arbeit als Fulce bezeichnet. Fulce mit Bezeichnung SCP02 ist eine Polymerlösung für ein an der Albert-Ludwigs-Universität Freiburg hergestelltes thermo-mechanisches Elastomer, SCP07 bezeichnet ein optomechanisches Elastomer. Beide Stoffe sind Seitenkettenpolymere in Lösungen. Im experimentellen Teil, wenn nicht anders gekennzeichnet, wird SCP02 als Fulce genannt. Die Beschränkung auf einen Werkstoff ist durch die unterschiedliche Verfügbarkeit bzw. unterschiedlichen Eigenschaften beim (gleichen) Handling zurückzuführen.

Die Phasenübergangstemperatur  $T_{ni}$  von SCP02 wurde mittels dynamischer Differenzkalorimetrie von Sánchez-Ferrer ermittelt [SF04].  $T_{ni}$  liegt bei  $52,6^{\circ}\text{C}$  (Anfang) und  $59,8^{\circ}\text{C}$  (Scheitelpunkt) beim Heizen,  $59,9^{\circ}\text{C}$  (Anfang) und  $57,0^{\circ}\text{C}$  (Scheitelpunkt) beim Kühlen. Mittels optischer Polarisationsmikroskopie wurde  $T_{ni}$  bei  $57 - 61^{\circ}\text{C}$  beobachtet [SF04].

Die Voraussetzungen für die Ausübung der Aktoreigenschaft sind: Ein schwach vernetztes Elastomer mit wandlungsfähigen Teilen (Mesogene oder fotoempfindliche Monomere) und gerichtete Ordnung, Anisotropie der Wandlerteile, sowie entsprechende Temperatur. Daraus resultierend muß für Fulce etwa Raumtemperatur herrschen und die Mesogene des Elastomers müssen ausgerichtet sein.

Tabelle 3.1 gibt einen beispielhaften Überblick über die Kennwerte der aktiven Elastomere, die Aktoreigenschaften aufweisen.

Während der Bearbeitung des Projektes waren die Literaturangaben in Tabelle 3.1 sowie Handlingvorschriften und Temperaturangaben über  $T_{ni}$  bekannt. Die genauen stofflichen Eigenschaften, wie in der Synthesebeschreibung im Anhang E beschrieben, wurde erst nach Ende der Projektlaufzeit zugänglich. Für die praktische Arbeit wurde Material von der Forschergruppe Finkelmann von der Albert-Ludwigs Universität Freiburg bereitgestellt, es wurden jedoch keine genauen Kontraktions- oder Spannungswerte angegeben.

### 3 Fulce: eine neuartige thermomechanische Aktorfamilie

Elastomertyp	aktive Kontraktion	Materialspannung	Quelle
Nebenkette, thermo- mechanisch, Freiburg	400%	27,1 <i>kPa</i>	[WF01]
Nebenkette, thermo- mechanisch, Stras- bourg	-	1 <i>kPa</i>	[DWF00]
Hauptkette, thermo- mechanisch, Cam- bridge	300%	100 <i>kPa</i>	[TT01]
Nebenkette, thermo- mechanisch, Washing- ton	35 bis 45 %	210 <i>kPa</i>	[RTIK <sup>+</sup> 01]
Nebenkette, opto- mechanisch, Freiburg	20%	-	[FNPW01]
Nebenkette, opto- mechanisch, Cam- bridge	-	1,5 bis 3,5 <i>kPa</i>	[CTT02, HTT02]

**Tabelle 3.1:** Kennwerte aktiver Elastomere

### 3.3 Ausrichtung der flüssigkristallinen Elastomere (Fulce)

Die Ausrichtung der Mesogene bewirkt die Anisotropie des Materials, die in der Technik ausgenutzt wird. Nach wie vor ist ein Forschungsschwerpunkt die Entwicklung von Flachbildschirmen und Anzeigen. Wie in Anzeigen oder Bildschirmen ist bei der Herstellung von funktionellen flüssigkristallinen Elastomeren ein hoher Ordnungsgrad die Grundvoraussetzung. Hier werden mit der Ausrichtung die makroskopische Aktoreigenschaften verwendet. Die Mesogene können durch

- magnetische Felder,
- elektrische Felder,
- polarisiertes Licht (Photo-Alignment),
- Oberflächenbehandlung (Surface-Alignment),
- Scherströmung (Shear-Flow-Alignment) oder
- mechanische Dehnung

ausgerichtet werden [DGG<sup>+</sup>98c].

#### 3.3.1 Ausrichtung durch magnetische Felder

Die meisten nematischen Flüssigkristalle sind anisotrope Diamagnete. Ein angelegter äußerer Magnetfeld induziert magnetische Dipolmomente, die die Mesogene verdrehen. Die diamagnetische Anisotropie  $\Delta\chi$  wird in Analogie zur elektrischen Anisotropie definiert [DGG<sup>+</sup>98d]:

$$\Delta\chi = \chi_{\parallel} - \chi_{\perp} \quad (3.4)$$

Die diamagnetische Anisotropie  $\Delta\chi$  besteht aus der Differenz der diamagnetischen Konstanten  $\chi$ :  $\chi_{\parallel}$  ist die zum magnetischen Feld parallele und  $\chi_{\perp}$  zum Feld normale Komponente. Paramagnetische Flüssigkristalle sind selten, ferromagnetische Flüssigkristalle werden zur Zeit intensiv erforscht [DGG<sup>+</sup>98d].

Stäbchenförmige nematische Mesogene lassen sich parallel zum magnetischen Feld orientieren. Die magnetischen Dipole sind im Vergleich zu den elektrischen Dipolen schwach, für eine homogene Ausrichtung sind starke Magnetfelder mit der magnetischen Induktion von  $B \geq 0,7 T$  erforderlich [Fin04]. Flüssigkristalline Polymere lassen sich mit magnetischen Flußdichten von  $1,1 T$  ( $S = 0,8$ ) bis  $5,7 T$  ( $S = 0,97$ ) ausrichten [DWC<sup>+</sup>92]. Um die Beweglichkeit der Mesogene zu erhöhen und die Ausrichtung zu beschleunigen, soll die magnetische Ausrichtung nahe  $T_{ni}$  in der nematischen Phase der Flüssigkristalle erfolgen [SF04].

#### 3.3.2 Ausrichtung durch elektrische Felder sowie durch polarisierte Strahlung

Die dielektrische Anisotropie flüssigkristalliner Elastomere resultiert aus der geometrischen Asymmetrie des Mesogens. Demnach stellt sich die Vorzugsrichtung je nach dem Vorzeichen der dielektrischen Anisotropie parallel oder senkrecht zur Feldrichtung ein. Dieser Effekt ist am größten bei Flüssigkristallen mit stabförmigen Mesogenen. Homogen ausgerichtete Flüssigkristalle lassen sich durch den Wechsel der Feldrichtung umorientieren. Diese Eigenschaft wird vor allem bei Flüssigkristallanzeigen genutzt [Oes96].

Da die Mesogene anisotrop sind, werden sie in Richtung des Direktors bzw. normal dazu unterschiedlich stark polarisiert. Diese Anisotropie der Dielektrizitätskonstante  $\Delta e$  ist definiert als:

$$\Delta e = e_{\parallel} - e_{\perp} \quad (3.5)$$

wobei hier die Differenz der Dielektrizitätskonstanten  $e$  in Feldrichtung  $e_{\parallel}$  und zum Normalen  $e_{\perp}$  betrachtet werden. Positive Anisotropie ( $\Delta e > 0$ ) bedeutet eine Ausrichtung des Mesogens parallel zum Feld, negative Anisotropie ( $\Delta e < 0$ ) führt zu einer Ausrichtung senkrecht dazu. Das elektrische Feld induziert Dipolmomente bei den Mesogenen, die die Ausrichtung beeinflussen. Die Wirkung permanenter und induzierter Dipole überlagern sich. Bei stäbchenförmigen, nematischen flüssigkristallinen Mesogenen liegt der

### 3 Fulce: eine neuartige thermomechanische Aktorfamilie

induzierte Dipol in der Längsachse des Mesogens, somit ist die Überlagerung positiv [SBFW94, Col90].

Wird Gleichspannung zur Ausrichtung verwendet, treten oft ungewollte Stofftransportvorgänge auf, die die Ausrichtung stören [DWC<sup>+</sup>92]. Aus diesem Grund wird Wechselfeld zur Ausrichtung verwendet. Da die Mesogene eine Masse haben, durch die sie träge sind, und das Material eine Viskosität hat, können die Dipole die Änderungen des Feldes bis zu einer Grenzfrequenz  $f_c$  folgen. Oberhalb der Grenzfrequenz nimmt die Dielektrizität des Materials ab.

Lokale Aufladungen können bei zu hohen Frequenzen die Bindungen der Mesogene beeinflussen oder zerstören. Einige nematische Flüssigkristalle haben eine positive dielektrische Anisotropie unterhalb und eine negative dielektrische Anisotropie oberhalb der Grenzfrequenz [SBFW94], das heißt, die Ausrichtung der Mesogene schlägt beim Übergang der Grenzfrequenz  $f_c$  um.

Flüssigkristalline Seitenkettenpolymere wurden unter dem Einfluss elektrischer Felder untersucht [RFN79]. Dabei wurde von Ringsdorf und seinen Kollegen festgestellt, dass die Länge des elastischen Verbindungselements sowie des Polymerrückgrates für die Ausrichtung von Bedeutung sind. Die Mesogene verhalten sich in flüssigkristallinen Polymeren und im niedermolekularen Zustand nach den selben Gesetzmäßigkeiten, jedoch ist die Viskosität in den flüssigkristallinen Polymeren um drei bis vier Größenordnungen erhöht. Die Zeitkonstante für die Ausrichtung bei der Einwirkung eines äußeren elektrischen Feldes ist direkt proportional zur Viskosität des Materials. Entsprechend erhöht sich die Ausrichtungszeit für die flüssigkristallinen Polymere. Die Viskosität wird in der isotropen Phase zwar herabgesetzt, aber die anisotropen Eigenschaften der Mesogene werden ebenfalls zerstört. Dadurch ist eine permanente Ausrichtung im isotropen Zustand nicht möglich.

Polarisiertes Licht ist eine elektromagnetische Strahlung. Moleküle mit starkem elektrischen Dipol lassen sich durch polarisierte Strahlung (Licht) ausrichten. Diesen Vorgang beschreibt unter anderem Nunzi und Kawanishi [NCF93, KTS<sup>+</sup>92]. Kawanishi et al. berichtet, dass die resultierende, ho-

mogene Orientierung der Azobenzene-Schicht normal zur ausrichtenden, polarisierten UV-Strahlung ist.

Zhao und Chénard [ZC00] haben anisotrope Netzwerke mittels polarisierter Strahlung hergestellt. Optisch polarisierbare Monomere wurden zu flüssigkristallinen Monomeren zugegeben und anschließend unter Bestrahlung mit polarisiertem Licht ausgerichtet.

### 3.3.3 Ausrichtung durch Oberflächenbehandlung des Substrates

Die Beschaffenheit der Oberflächen, mit denen flüssigkristalline Phasen in Kontakt kommen, lassen die Mesogene beeinflussen. Denkbar sind Ausrichtungen parallel (planar alignment), senkrecht (homeotropic alignment) oder geneigt (inclined alignment) zur Oberfläche des Substrates [SBFW94]. Meistens wird die Oberflächenbehandlung für die Ausrichtung niedermolekularer Flüssigkristalle für die Herstellung von Flüssigkristallanzeigen verwendet. Die Oberflächen lassen sich durch mechanische oder chemische Prozesse für die Ausrichtung vorbereiten. Nach der Beschichtung mit langkettigen Polymeren (z. B. Polyimid) wird eine Rillenstruktur eingeritzt. In der weicheren Polymerschicht wird durch Wischen mit einem Tuch und die dadurch erzeugte Reibung die Rillenstruktur erzeugt [Col90]. Der Abstand der Rillen beträgt zehn bis hundert Mikrometer. Eine feinere Rillenstruktur lässt sich durch Materialabscheidung auf der Oberfläche (Bedampfen bzw. Aufspütern von Oxiden oder Metallen) herstellen. Die erzeugbare Breite der Rillen liegt bei diesem Verfahren unter  $10\text{ nm}$ . Die Längsachse der Mesogene verläuft in der Richtung der Vertiefungen. Durch Sekundärkräfte wird die Orientierung im weiteren Bereich des Flüssigkristalls homogen ausgebildet. Die Oberflächenausrichtung wird bis höchstens  $10\text{ }\mu\text{m}$  Schichtdicke erfolgreich angewandt [XWP<sup>+</sup>00].

Eine Ausrichtung von flüssigkristallinen Polymeren durch Oberflächenbehandlung ist schwieriger zu erreichen [DWC<sup>+</sup>92]. Die Mesogene sind in der Polymerkette gebunden und nicht frei beweglich, damit ist eine vollständig

### 3 Fulce: eine neuartige thermomechanische Aktorfamilie

homogene Ausrichtung nicht möglich, denn die Mesogene können die Ordnung der Oberfläche unzureichend aufnehmen, somit ist die Anwendung der nicht angepassten Technologie für flüssigkristalline Polymere nicht möglich.

#### 3.3.4 Ausrichtung durch Scherströmung

Die Theorie der Ausrichtung von Flüssigkristallen durch Scherströmung ist wegen der Anisotropie des Materials sehr komplex. Vereinfachend gilt: unter Einfluß einer Scherströmung werden stäbchenförmige Mesogene in Richtung der Strömung ausgerichtet [Rey95].

Da die Viskosität der flüssigkristallinen Polymere höher ist als die der niedermolekularen Flüssigkristalle, sind sie mit Scherströmung entsprechend schwerer auszurichten. Sobald die Fließeigenschaft des flüssigkristallinen Polymers bekannt ist, kann die Ausrichtung durch Scherströmung ermöglicht werden. Die Ausrichtverfahren sind Abkömmlinge der Verfahren, die zur LCD-Herstellung benutzt werden, gibt Kannan et al. in seinem Artikel an [KKSB93].

Wilberg berichtet ebenfalls über eine erfolgreiche Ausrichtung durch Scherströmung von einer 30–40  $\mu\text{m}$  dünnen smektischen Probe. Die Herman'sche Ausrichtungsfunktion in der Form von Gedde beschreibt diese Ausrichtung [WSG98]:

$$\phi = \frac{R - 1}{R + 2} \quad (3.6)$$

wobei angenommen wird, dass die Mesogene uniaxial sind.  $R$  gibt das dichroische Verhältnis (das Verhältnis der optischen Doppelbrechung) von parallelen und normalen Werten der Mesogene an. Werte bis  $\phi = -0,35$  erreichen Wilberg und seine Kollegen,  $\phi = -0,5$  wäre die perfekte normale Ausrichtung zur Untersuchungsrichtung [WSG98].

#### 3.3.5 Ausrichtung durch mechanische Dehnung

Falls Polymerisation und Vernetzung der Mesogene gleichzeitig beginnt, aber die Polymerisation früher beendet ist als die Vernetzung (vgl. Abschnitt

### 3 Fulce: eine neuartige thermomechanische Aktorfamilie

3.1.5) und falls Zugkräfte ins Polymer eingeleitet werden, wachsen die in Vorzugsrichtung liegenden Domänen im Idealfall zu einem monokristallinen flüssigkristallinen Elastomer [Fin04].

Mechanische Dehnung ist einer der effektivsten Wege zur Herstellung ausgerichteter Strukturen sowohl in Elastomeren als auch in Polymeren. Der erreichte Ordnungsgrad ist dabei direkt proportional zur mechanischen Spannung ( $S \sim \sigma$ ). Der Effekt elektrischer oder magnetischer Felder ist wesentlich schwächer. Durch die auftretenden Kräfte werden nicht nur die Mesogene sondern auch die Polymerketten ausgerichtet [Fin04].

#### 3.3.6 Verwendete Ausrichtungsmethode

Da die Auswahl der Ausrichtungsmethode von der übergeordneten Bedingungen abhängt, kommen Faktoren wie die geplanten Maße des Demonstrators (auch als Chip- oder Strukturgeometrie genannt), Wirkstelle und Wirkrichtung der Aktorkraft, die technologische Realisierbarkeit, die anvisierte Verkleinerung der Maße sowie eine Möglichkeit der Batch-Prozessierung zur Geltung.

Die Ausrichtung durch Scherströmung wurde nicht betrachtet, da die Oberflächen – durch die Strukturgeometrie bedingt – zu klein und nicht zugänglich sind. Die Oberflächenbehandlung ist für die erzielten Fulce-Schichtdicken nicht realisierbar.

Die gelösten Polymere sind sehr schwache elektrische Dipole, eine Ausrichtung im elektrischen Feld erfordert somit sehr hohe Feldstärken (mehrere  $10 \frac{kV}{mm}$ ), und unverhältnismäßig viel Zeit (Wochen) [Fin04].

Wegen technologischen Beschränkungen im Aufbau- und Verbindungstechnik des Fulce in der Mikrotechnik kann keine mechanische Ausrichtung verwendet werden: in der Herstellung und beim Handling sind starre, unbewegliche Komponenten gefordert. Diese unbewegliche Siliziumstruktur läßt keine mechanische Dehnung des Fulce zu, siehe dazu z. B. den Maskenentwurf in Abschnitt 4.3.2.

### 3 Fulce: eine neuartige thermomechanische Aktorfamilie

Deswegen wird in dieser Arbeit die magnetische Ausrichtung verwendet, da die Vorteile der Methode überwiegen und starke Magnetfelder zur Ausrichtung zur Verfügung stehen. Die Anwendung der Magnetfelder werden in den Abschnitten 4.3.7 auf Seite 60 und 4.4.7 auf Seite 82 ausführlich betrachtet.

## 3.4 Untersuchung und Beschreibung der Ausrichtung des Fulce

Es gibt folgende angewandte Methoden, um die erfolgte Ausrichtung in einem flüssigkristallinen Elastomer zu bestimmen:

- optische Polarisationsmikroskopie,
- Röntgendiffraktometrie,
- thermoelastische Experimente als Funktionstest sowie
- Untersuchung der Doppelbrechung (dichroisches Verhältnis)

### 3.4.1 Polarisationsmikroskopie

Wie bei der Beschreibung nematischer Flüssigkristalle auf S. 22 im Abschnitt 3.1.3 erwähnt, können flüssigkristalline Phasen mittels optischer Polarisationsmikroskopie betrachtet werden [Str02]. Wird die lokale Ordnung (homogene Orientierung) durch Defekte gestört, entstehen die charakteristischen Schlierenmuster. Wird diese Ordnung durch gezielte Ausrichtung erweitert, kann eine homogene Ausrichtung erzielt und beobachtet werden [Fin04].

Um die Ausrichtung zu beobachten, werden beim Polarisationsmikroskop Analysator und Polarisator  $90^\circ$  zueinander gebracht. Bei der Rotation der Probe ab der Nullstellung mit maximaler Intensität wird eine homogene Helligkeitsabnahme festgestellt [SF05b]. Dementsprechend wird der größten Helligkeit der Probenwinkel  $0^\circ$  zugeordnet. Die geringste Intensität tritt bei der untersuchten Probe bei  $45^\circ$  bzw.  $-45^\circ$  auf. Somit ist eine optische Prüfung der Richtung und der Homogenität der Ausrichtung möglich (s. Bild 3.8).

### 3 Fulce: eine neuartige thermomechanische Aktorfamilie



**Bild 3.8:** Polarisationsmikroskopie an einer mechanisch ausgerichteten Fulce-Probefläche [SF05b] bei unterschiedlichen Probenwinkeln für die Prüfung der Homogenität und Richtung der Ausrichtung

#### 3.4.2 Röntgendiffraktometrie

Die Röntgendiffraktometrie oder Röntgenbeugung ist eine Messmethode zur Untersuchung von Kristallstrukturen, semikristallinen bzw. amorphen Objekten. Flüssigkristalline Stoffe (LC) können mittels Röntgendiffraktometer untersucht werden, da sie weder kristallin noch amorph bzw. sowohl kristallin als auch amorph sind, d. h. sie besitzen widersprüchlichen Eigenschaften. Die Untersuchungsmethoden mittels Röntgenstrahlung, mit denen Pulver charakterisiert werden, können auf LC angewendet werden [KF91].

#### Laue-Bragg-Verfahren

Beim Laue-Bragg-Verfahren (Einkristallverfahren) (s. Bild 3.9) wird fokussierte Röntgenstrahlung direkt auf der monokristallinen Probe abgelenkt und das entstehende Beugungsmuster wird durch geeignete Detektoren bzw. geeignetes Fotomaterial erfasst. Gleichung 3.7 beschreibt die Bragg'sche Interferenz [PZ05], Bild 3.10 stellt die Winkel und Abstände dar:

$$n * \lambda = 2 * d_{hkl} \sin(\Theta) \quad \text{mit} \quad (n = 1, 2, 3, \dots) \quad \text{und} \quad (3.7)$$

### 3 Fulce: eine neuartige thermomechanische Aktorfamilie

$n$  als Beugungsordnung, eine ganze Zahl, als Gangunterschied von einzelnen Bündeln ein Vielfaches der Wellenlänge der Röntgenstrahlung [Gre00],  $\lambda$  als Wellenlänge der Röntgenquelle,  $\Theta$  als Braggwinkel (Winkel zwischen Röntgenstrahl und Gitterebene),  $d_{hkl}$  als Gitterebenenabstand. „Das Verfahren bietet eine einfache und rasche Bestimmung der Kristallsymmetrie. Die Laue-Bragg-Methode wird auch bei der Bestimmung von makromolekularen Strukturen (Proteinen)... angewendet“ [Gre00].

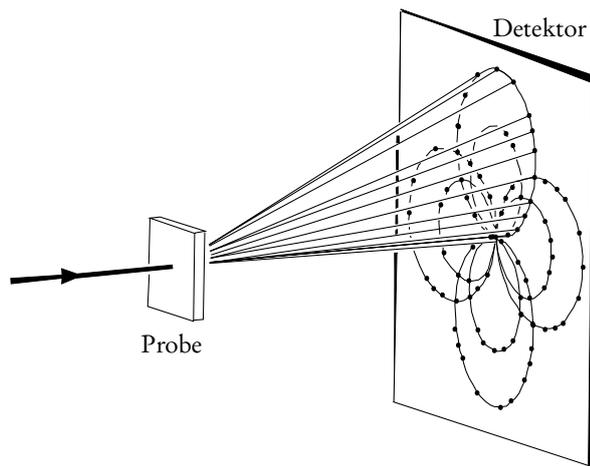


Bild 3.9: Messprinzip des Laue-Bragg-Verfahrens [Dan03]

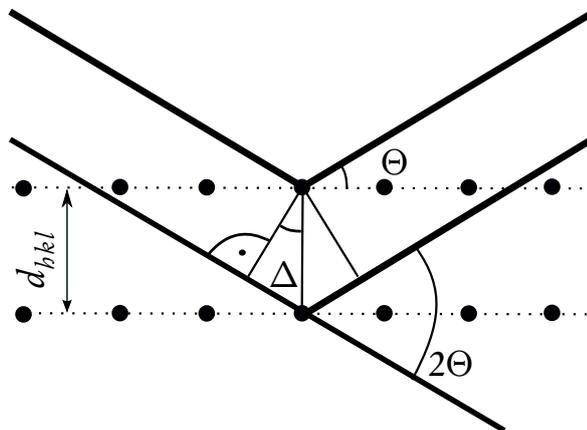
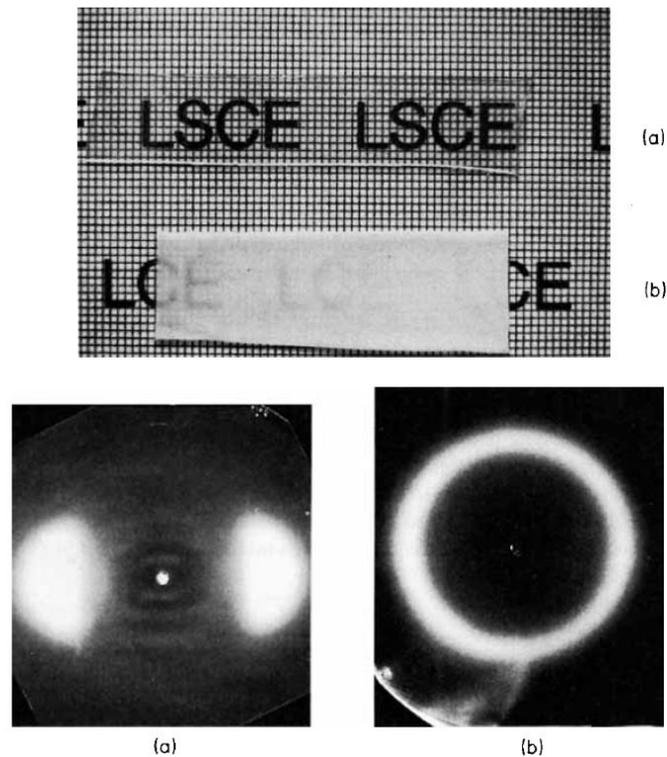


Bild 3.10: Strahlenverlauf des Laue-Bragg-Verfahrens, nach [PZ05]

### Röntgenmessung an LSCE

Funktionelle flüssigkristalline Elastomere können in die Materialgruppe der LSCE (Liquid Single Crystal Elastomer) gehören, wenn die Ausrichtung vollkommen und homogen ist. Ein LSCE wird in Bild 3.11 gezeigt, entnommen aus der Publikation von Küpfer und Finkelmann [KF91]. Sie berichten unter anderem darüber, dass die homogen und einheitlich ausgerichteten Proben optisch durchsichtig sind und als Röntgenaufnahmen die typische gerichtete, breite Struktur der nematischen Phase zeigen (3.11/a). Die Anisotropie normal zur Ausrichtung ist an den breiten Schatten sichtbar. Die isotrop vernetzten Proben sind hingegen optisch trüb, weisen eine Zufallsverteilung auf, die als Kreisschatten in der Röntgenaufnahme sichtbar ist (3.11/b).



**Bild 3.11:** Ausgerichtete (a) und nicht ausgerichtete (b) Proben im Bild und Röntgenbild [KF91]

### 3.4.3 Thermoelastische Experimente

Die ausgerichteten, frei stehenden funktionellen flüssigkristallinen Elastomere reagieren auf Energiezufuhr in Form von Lichtstrahlung oder Wärme mit einem Phasenübergang vom nematischen in den isotropen Zustand. Der Phasenübergang bewirkt eine makroskopische Verkürzung des Materials, wie im Bild 3.5, S. 31 dargestellt ist. Mit einer entsprechenden Heizplatte ist somit ein einfacher, qualitativer Funktionstest gewährleistet. Werden die Wege und die Temperaturen erfasst, kann so eine qualitative Beschreibung des jeweiligen Elastomers erfolgen. Dazu kann ein Aufbau ähnlich eines Kalorimeters mit Wegerfassung verwendet werden.

### 3.4.4 Doppelbrechung

Die Doppelbrechung ist eine Eigenschaft durchsichtiger kristalliner Phasen. Falls bei optisch durchsichtigen Polymer- bzw. Elastomerproben Doppelbrechung auftritt, existiert darin eine Phase mit Orientierungsfernordnung sowie eine Positionsfernordnung. Somit ist die Doppelbrechung von flüssigkristallinen Elastomeren abhängig von dessen Ausrichtungszustand. Wird die Doppelbrechung der flüssigkristallinen Elastomere bestimmt, kann dadurch auf den Ausrichtungszustand geschlossen werden.

### 3.4.5 Verwendete Untersuchungsmethoden

Die Ausrichtung der Mesogene wurde in dieser Arbeit mittels Röntgenmessungen, Polarisationsmikroskopie sowie mit thermoelastischen Experimenten überprüft, wobei bei der Röntgenanalyse das Ziel der Eignungsfeststellung der Anlage an erster Stelle stand. Die Ergebnisse der Röntgenmessungen werden diskutiert und Ursachen gegeben, warum die Röntgenstrahlung nicht für die Messung der Ausrichtung verwendet wird, siehe dazu S. 108, Abschnitt C. Erfolgreich werden die optische Polarisationsmikroskopie sowie die thermoelastischen Experimente durchgeführt, siehe dazu Kapitel C ab Seite 108.

## **4 Integration des Aktorwerkstoffes Fulce in die Mikromechanik – Planung, Herstellung**

### **4.1 Allgemeine Prinzipie der Fulce-Integration – Konzept**

In diesem Kapitel werden die Untersuchungen und die technologischen Überlegungen dargestellt, die einen erfolgreichen Demonstratorbau ermöglichen. Die Randbedingungen und Besonderheiten der Chipherstellung der Mikromechanik bzw. Mikrotechnik werden erläutert und anhand des allgemeinen technologischen Ablaufplanes der Chipherstellung werden die verwendeten Technologien gezeigt und auf die Technologieabstimmung mit dem Aktormaterials bewertet. Die mikrotechnischen Teile dieses Kapitels wurden mit Hilfe der Quellen [Büt91, MMP05, VZ06, HSF07] verfasst. Ausnahmen und zusätzliche Quellen werden gesondert gekennzeichnet.

Die Entwicklung der Elektronik und die Mikroelektronik mit den angewandten Technologien der Lithographie, Ätztechnik und Schichtabscheidung führte zur Herausbildung neuer Wissenschaftszweige der Mikromechanik, Mikrostrukturierungstechnik und Mikrosystemtechnik. Die Merkmale, wie minimale Strukturgrößen, Integrationsgrad oder Senkung der Kosten pro Funktionseinheit zeigen eine enorme Entwicklung auf dem Gebiet.

Für die Elektrotechnik werden mittels Silizium-Planartechnologie auf einkristallinem Silizium komplexe Folgen dünner Schichten mit unterschiedlichen Eigenschaften aufgetragen und durch Lithographie und Ätzprozesse strukturiert. Die Substrateigenschaften können durch Dotierung (Einbringen fremder Atome oder Ione ins Atomgitter zur Modifizierung der Eigenschaften) oder Oxidation verändert werden. Die Möglichkeit, Siliziumdioxid auf

#### 4 Integration des Aktorwerkstoffes Fulce in die Mikromechanik – Planung, Herstellung

der Substratoberfläche als Isolationsmaterial und auch als Maskenwerkstoff zu verwenden, ist ein Hauptargument für die führende Rolle des Silizium-Einkristalls in der Technologie. Silizium liegt in einkristalliner Form, höchster Reinheit und als Rohstoff in unauschöpflichen Mengen zur Verfügung. Das Silizium hat gute mechanische Eigenschaften und zeigt keine Ermüdungserscheinungen. Tabelle 4.1 führt einen Vergleich der Eigenschaften der Substratwerkstoffe monokristallines Silizium bzw. Quarz zu den Werkstoffen des Maschinenbaus – eine Aluminiumlegierung und Baustahl – auf.

	Si	SiO <sub>2</sub>	Al (AlMg <sub>3</sub> )	Stahl
E-Modul in $\frac{N}{m^2}$	1,3–1,8 · 10 <sup>11</sup>	0,07 – 10,72 · 10 <sup>11</sup>	75 · 10 <sup>11</sup>	210 · 10 <sup>11</sup>
Dichte in $\frac{kg}{m^3}$	2,329 · 10 <sup>3</sup>	2,65 · 10 <sup>3</sup>	2,7 · 10 <sup>3</sup>	7,85 · 10 <sup>3</sup>
Wärmeleitfähigkeit in $\frac{W}{mK}$	156	12	220	50
therm. Ausdehnungskoeffizient in $\frac{10^{-6}}{K}$	2,54	7,5 – 13,7	24	12

**Tabelle 4.1:** Vergleich der Substratwerkstoffe und Werkstoffe des Maschinenbaus nach [Büt91, Fis05]

Die Mikromechanik greift auf die Technologien der Mikroelektronik zurück, entwickelt sie jedoch weiter, da hier dreidimensionale und/oder bewegliche Strukturen herzustellen sind. Die Änderungen und Modifikationen der Technologie beinhalten folgende Punkte:

- Lithographie: Die zweidimensionale Maskenzeichnung wird in einen Photoresist belichtet, entwickelt und schließlich eine dreidimensionale Struktur erzeugt. Zum „Schreiben“ der Strukturen wird energiereiche Strahlung (UV bis Synchrotronstrahlung) verwendet [Büt91].

#### 4 *Integration des Aktorwerkstoffes Fulce in die Mikromechanik – Planung, Herstellung*

- Ätztechnik: In der Mikrosystemtechnik sind selektive<sup>4.1</sup>, anisotrope<sup>4.2</sup> Tiefenätztechniken für Einkristalle und anisotrope Trockenätzverfahren bekannt, welche zur Herstellung dreidimensionaler, beweglicher Strukturen verwendet werden können.
- Ionen- und Laserstrahlen, Elektronenstrahlen: Sie werden zur direkten Strukturierung der Masken, Bearbeiten von Isolatoren oder direkter Bearbeitung eingesetzt.

Die Mikrosystemtechnik verwendet den mechatronischen Ansatz der Integration der Komponenten der Mechanik, Elektronik sowie Informationsverarbeitung in Mikrosystemen. Zusammenfassend ist Mikrotechnik die Weiterentwicklung und Anwendung der Technologien der Mikroelektronik auf nichtelektrischen Komponenten.

Die nötigen Aspekte des Systementwurfs mit den Einschränkungen und Spezialitäten der Mikrotechnologie werden im Folgenden zusammengefaßt. Die Einschränkungen ergeben sich aus:

- den verwendeten Werkstoffen,
- den unterschiedlichen Wirkungen der physikalischen Gesetze, die mit den Ähnlichkeitsgesetzen beschrieben werden,
- den Besonderheiten der Herstellungsverfahren, aus denen die Konstruktionsregeln abgeleitet werden und
- den Strukturierungs- und Formgebungsverfahren.

Die Besonderheiten der Mikrowelt werden nach Kallenbach wie folgt umrissen [Kal05]:

- Mechanisch hoch beanspruchte Bauteile erfordern den Einsatz monokristalliner Werkstoffe.
- Einkristalline Werkstoffe sind ideal elastisch (Hooke'sches Gesetz), die plastische Verformung zerstört das Bauteil.
- Die Bruchlinien verlaufen ungehindert entlang der Kristallebenen.

---

<sup>4.1</sup>Die Selektivität ist die Grundlage der chemischen Abtragung: ein Verhältnis der Ätzraten unterschiedlicher Materialien, z. B. Wafer (Silizium) und Maskierungsschicht (Siliziumoxid).

<sup>4.2</sup>anisotropes Ätzen: unterschiedliche Kristallorientierungsebenen werden mit unterschiedlicher Geschwindigkeit geätzt

#### 4 *Integration des Aktorwerkstoffes Fulce in die Mikromechanik – Planung, Herstellung*

- Die Oberflächenqualität bestimmt durch z. B. Mikrorisse maßgeblich die mechanische Festigkeit.
- Die Materialkennwerte wie z. B. das Elastizitätsmodul können sich verändern, somit können die resultierenden Spannungswerte für sehr dünnes Material um ein Vielfaches höher als der gewöhnliche Wert liegen. (Dies kann die Wirkung der nahezu ideellen Reinheit des Materials sein.)
- Mikrobauteile sind nicht mit klassischen Herstellungsverfahren zu bearbeiten.
- Der Anteil der Reibungseffekte bei der Miniaturisierung nimmt zu. Sowohl mechanische als auch thermische Trägheitseffekte nehmen ab.
- Transport<sup>4,3</sup> und Wandlung von Energie fordert ein minimales Volumen der Aktoren.
- Thermische und mechanische Zeitkonstanten sind extrem klein (Masse bzw. Volumen skaliert mit der dritten Potenz der Länge), ein Vergleich der thermischen Eigenschaften ist z. B. mittels der Nusselt-Zahl möglich.
- Wärmeleitung ist effizient, die Bauteile können unter Umständen Erhitzung überstehen.

Aus den aufgelisteten Besonderheiten lassen sich die Einschränkungen der Mikrotechnik ableiten.

- Technologische Einschränkungen: sie leiten sich aus den Besonderheiten der eingesetzten Technologien, die in der Gestaltung und Herstellung der Bauteile angewandt werden, ab. Diese sind bspw:
  - Prozeßkompatibilität: Möglichkeit der Abstimmbarkeit der einzelnen Prozesse aufeinander,
  - Störschichten: dünne Oxidschichten verhindern die Ätzung, Wasserfilme auf Oberflächen senken die Haftung von anderen Schichten,
  - Maskierungsverhalten von verschiedenen Materialien,

---

<sup>4,3</sup>Wärme-, Stoff- und Impulsübertragung

#### 4 Integration des Aktorwerkstoffes Fulce in die Mikromechanik – Planung, Herstellung

- Spezielle Prozeßeigenschaften, z. B. Vakuumkompatibilität, sowie
  - Selektivität der Standardätzer.
- Stoffliche Einschränkungen sind aus den Materialkennwerten (Festigkeit, Temperatur- und Wärmeleitfähigkeit, usw.) und aus den Reaktionen auf Umwelteinflüsse, wie z. B. innere Spannungen, Schichthaftung, Löslichkeit der Materialien ineinander, Korrosion, Oxidation, galvanische Kontaktierung usw. abgeleitet.
- Geometrische Einschränkungen: In der Mikrotechnik ist eine dreidimensionale Konstruktion schwierig, die Bauteile sind als projizierte Schichten herstellbar. In Abhängigkeit von der Technologie werden bspw. LIGA-Verfahren oder Freilegung durch Unterätzung angewendet. Der Platzbedarf für die gleiche Funktion mit unterschiedlichen Ätzverfahren unterschiedlich fällt aus.
- strukturelle Einschränkungen resultieren aus der Festigkeit der Bauelemente:
  - anisotrope Eigenschaften der einkristallinen Werkstoffe,
  - Rissausbreitung erfordert eine Abrundung der Kanten,
  - Oberflächenrauheiten und Risse reduzieren die Festigkeit,
  - Knick- und Bruchgefahr bei Belastung der dünnen Strukturen parallel zur Waferoberfläche sowie
  - mechanische Festigkeit der dünnen Schichten ist reduziert.
- konstruktive Einschränkungen sind Begrenzungen der konstruktiven Freiheit:
  - zweidimensionale Schichten werden projiziert, dadurch vorrangig geschichteter zweidimensionaler Aufbau,
  - Strukturen sind auf oder im Substrat erzeugt: Strukturen werden hauptsächlich durch Materialwegnahme erzeugt bzw. Schichten werden durch Beschichtungsverfahren aufgetragen,
  - Dickenunterschiede bei den Strukturen sind sehr aufwendig herzustellen,

#### *4 Integration des Aktorwerkstoffes Fulce in die Mikromechanik – Planung, Herstellung*

- Anordnung der Strukturen auf dem Wafer soll symmetrisch erfolgen wegen der Anisotropie asymmetrischer Konstruktionen,
- Schnittstellen zur Makrowelt sind erforderlich,
- Reparaturen sind nicht möglich, das ganze Bauteil muß ersetzt werden.

### **4.2 Ablaufpläne und verwendete Technologien der Fulce-Integration – Herstellung**

Gegeben ist ein potentieller Aktorwerkstoff, ein funktioneller flüssigkristalliner Elastomer als Vorstoff, als Polymerlösung. Es sind einige Handhabungshinweise bekannt, es liegen aber keinerlei praktische Erfahrungen über Eigenschaften, Verarbeitbarkeit usw. vor. Weiterhin sind die Technologien der Mikrochipherstellung gegeben. Diese ermöglichen aus monokristallinem Silizium bewegliche mikromechanische Bauteile herzustellen. Gesucht sind die Rahmenbedingungen: Die verwendbaren Prozesse der Mikrosystemtechnik, der Nachweis der Adaptierbarkeit der Technologie der Aktorherstellung beziehungsweise ein Nachweis der gelungenen Integration des Aktorwerkstoffes.

Es werden Integrationswege mittels Ablaufplänen beschrieben: die Integration auf Waferebene bzw. die Integration auf Device-Ebene. Alle Ablaufpläne integrieren den Aktorwerkstoff in die Chipherstellungstechnologie. Somit werden zu den üblichen Herstellungsschritten der Siliziumtechnologie zusätzliche (Wafer)handlungsschritte eingeführt, mit denen der Aktorwerkstoff gefügt, ausgerichtet und vernetzt wird.

### **4.3 Integration auf Waferebene**

Die Integration auf Waferebene strebt eine monolithische Integration an. Für den angestrebten Demonstrator sind die Punkte auf folgender Liste notwendig. Für die Erarbeitung wurden Erfahrungen des Laborleiters bei der Planung berücksichtigt (siehe Bild 4.1).

#### *4 Integration des Aktorwerkstoffes Fulce in die Mikromechanik – Planung, Herstellung*

1. Konzeptphase
2. Berechnungen
3. Entwurf der Maskenzeichnung
4. Übertragung der Zeichnung auf die Maske
5. thermische Oxidation des Wafers (Hochtemperaturprozesse) (a)
6. Lithographie (Übertragung der Maskenzeichnung von der Maske auf den Wafer) (b)
7. Oxidätzen (naßchemisch bzw. trockenchemisch) (c)
8. Fügen der Fulce-Polymer-Lösung mittels Kanüle und Spritze, (d)
9. Ausrichtung des Fulce im externen magnetischen Feld, (e)
10. Vernetzung zu Fulce Elastomer mittels UV-Strahlung (f),
11. Freilegung der beweglichen Strukturen mit Tiefenätzprozessen (g),
12. eventuelle Entfernung des restlichen Oxids (h), sowie
13. Vereinzelung der Chips (i).

Bild 4.1 zeigt den schematischen Ablauf der Technologie, beschrieben als Teil der Liste der Demonstratorkonzeption, Berechnungen und Herstellung.

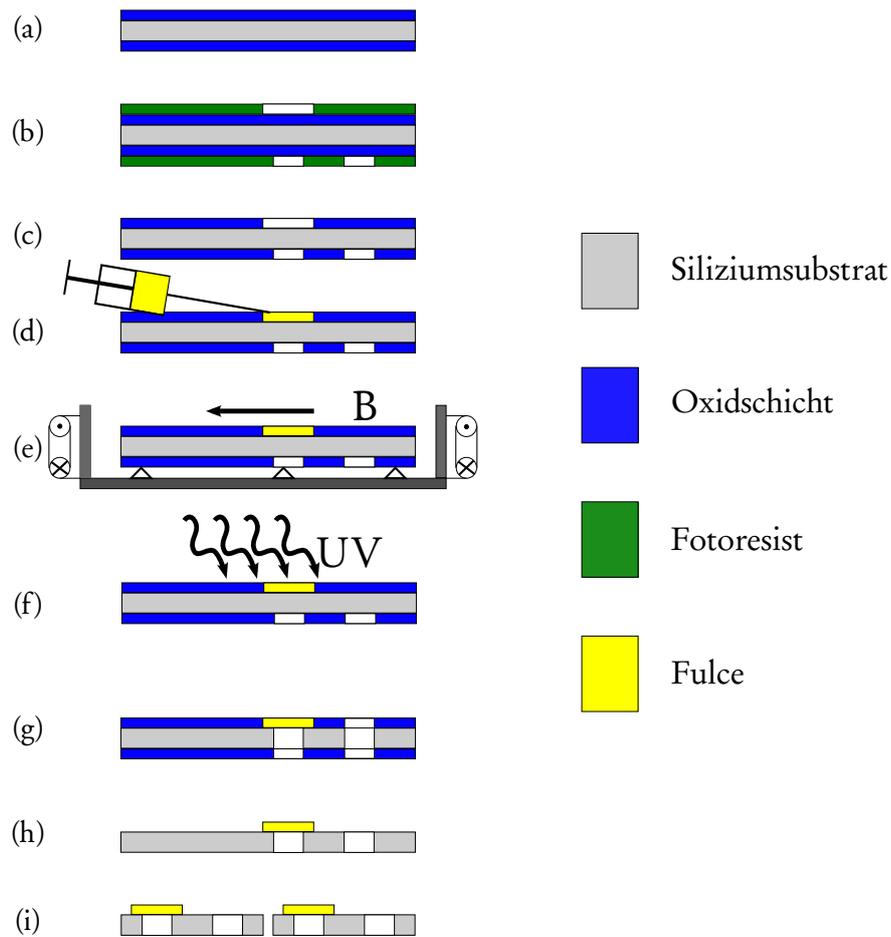
Fischl beschreibt einen ähnlichen Ablaufplan in seiner Arbeit, er verwendet jedoch fertige Siliziumchips und fügt mittels hybriden Integration Fulce als fertigen Aktor hinzu [Fis09]. In dieser Arbeit hingegen wird Fulce als gelöster Polymer gefügt und weiterprozessiert.

Die geschilderten Wege der Integration sind Ergebnisse mancher Diskussionen mit dem Laborleiter des Zentrum für Mikro- und Nanotechnologien der TU Ilmenau (ZMN) entstanden, wodurch laborspezifische Erfahrungswerte verwendet werden konnten.

##### **4.3.1 Konzeptphase und Berechnungen**

Nach der Festlegung der Gesamtfunktion des Demonstrators wurde der Strukturentwurf vorgenommen: Der Demonstrator ist ein planarer, in der horizontalen Ebene liegender einseitig fest eingespannter Balken. Am freien Ende wird der Balken durch die Aktorkraft ausgelenkt. In der Gestaltung wurde für die Aktoraufnahme das freie Balkenende fahnenartig gestaltet.

#### 4 Integration des Aktorstoffes Fulce in die Mikromechanik – Planung, Herstellung

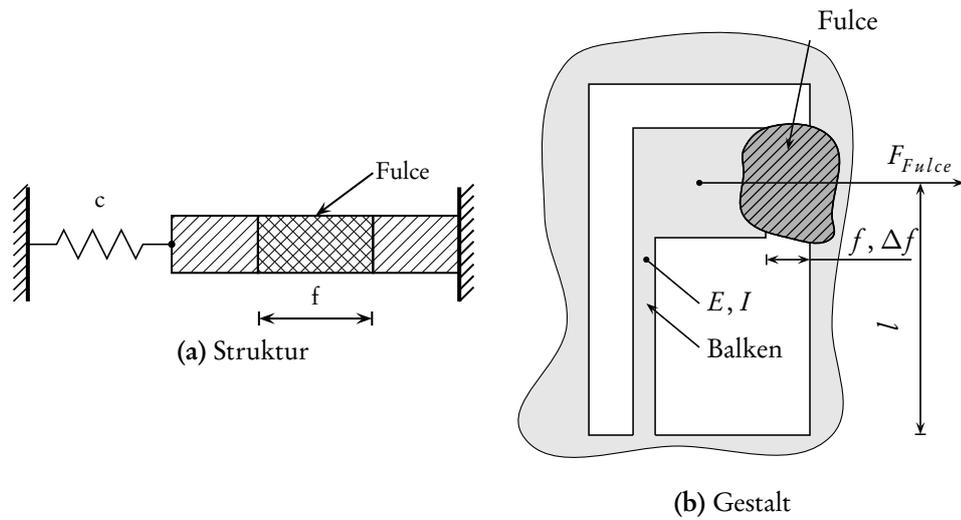


**Bild 4.1:** Schematischer technologischer Ablaufplan für die Fulce-Integration auf Waferebene

Bild 4.2 zeigt eine Prinzipskizze des Demonstratorbalkens mit der Materialeigenschaft E-Modul  $E$  und mit den geometrischen Angaben. Die sind die angenommene aktive Federlänge  $l$ , Fügespaltbreite des Siliziumchips  $f$ , Auslenkung  $\Delta f$ , Flächenträgheitsmoment  $I$  und angreifender Aktorkraft  $F_{Fulce}$ .

Fürs Berechnungsmodell werden senkrechte Wände des Siliziumsubstrates angenommen, der Fehler zwischen nasschemisch anisotrop geätzten schrägen bzw. senkrechten Wänden wurden nach Beratungen mit dem Laborleiter als marginal betrachtet und vernachlässigt.

4 Integration des Aktorwerkstoffes Fulce in die Mikromechanik – Planung,  
Herstellung



**Bild 4.2:** Strukturskizze und Gestalt des Demonstratorbalkens

Mit Hilfe der aus der Literatur [TT01] entnommenen Aktorspannung von  $0,1 \text{ MPa}$  – für thermomechanische Aktoren – des Fulce wurde eine Aktorkraft  $F_{Fulce}$  mit der angenommenen Geometrie des Aktorwerkstoffes abgeschätzt.

Zum Zeitpunkt der Berechnungen lagen keine Messwerte über die erzeugbare mechanische Spannung des konkret einzusetzenden Materials vor. Wegen der Ähnlichkeit der Materialfamilie wird ein Wert aus der Literatur genutzt. Als zusätzliche Unsicherheit gilt die erzielbare Ausrichtung, es wurde eine ideale Ausrichtung angenommen.

Dazu wird die Spannungsgleichung 4.1 mit Aktorspannung  $\sigma$ , die zu berechnende Aktorkraft  $F_{Fulce}$  und die Aktorquerschnittsfläche  $A$  umgeformt:

$$\sigma = \frac{F_{Fulce}}{A} \left[ \frac{N}{mm^2} \equiv MPa \right] \quad (4.1)$$

$$\text{Mit } A = m \cdot n \text{ [mm}^2\text{]} \quad (4.2)$$

$$F_{Fulce} = 0,150 \text{ N} \quad (4.3)$$

#### 4 Integration des Aktorwerkstoffes Fulce in die Mikromechanik – Planung, Herstellung

Aus der angenommenen Aktorkraft wurde die Kraft des Silizium-Demonstrators berechnet und die geometrischen Abmaße des Demonstratorbalkens dimensioniert. Als Ausgangsmaterial werden  $300\ \mu\text{m}$  dicke, beidseitig polierte  $< 100 >$ -Standardwafer verwendet. Die Zusammenfassung der berechneten und angenommenen Zahlenwerte sind in Tabelle 4.2 aufgeführt.

Die freie Strukturbreite – der Fügspalt  $f$  für Fulce – beträgt  $5\ \text{mm}$ . Die Siliziumwaferdicke ergibt die Höhe  $b$  des rechteckigen Biegebalkenprofils. Die Geometrie des Rechteckprofils ergibt den Flächenträgheitsmoment  $I_m$ . Die Rückstellkraft  $F_a$  des Balkens wird mit der Kraft  $F_{Fulce}$  gleichgesetzt. Die aktive Federlänge  $l$  wird als  $20\ \text{mm}$  festgelegt. Sei  $\Delta f$  die erwartete größte Auslenkung der Biegebalkenstruktur:

$$I_m = \frac{b \cdot b^3}{12} = 4,5 \cdot 10^{-16}\ \text{m}^4 \quad \text{eingesetzt} \quad (4.4)$$

$$\Delta f = \frac{F_a \cdot l^3}{E_{Si} \cdot I_m} = 1,58 \cdot 10^{-4}\ \text{m} \quad (4.5)$$

$\Delta f$  ist also mit vorhandener Apparatur messbar, die zur Herstellung der Maskenlayout nötigen geometrischen Parameter sind festgelegt.

#### 4.3.2 Entwurf der Maskenzeichnung und Maskenherstellung

Der Entwurf wurde von dem Rechner auf ein Maskenlayout übertragen [Brü03]. Für Strukturbreiten kleiner als  $50\ \mu\text{m}$  werden auf einem für die Strahlung durchsichtigen Träger, meistens Quarzglas, eine für die Strahlung undurchlässige Schicht aufgebracht (aufgedampft, aufgesputtert). Die Maske wird mittels Elektronenstrahl oder Laserstrahl gezielt abgearbeitet.

In dieser Arbeit wurden Folienmasken verwendet, die für den Lithographieprozess von elektronischen Leiterplatten ebenfalls verwendet werden. Gedruckte Folienmasken werden für Anwendungen mit geringen Anforderungen von ca.  $50\ \mu\text{m}$  an die Maßhaltigkeit eingesetzt.

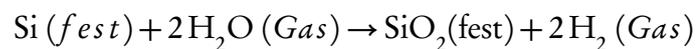
#### 4 Integration des Aktorwerkstoffes Fulce in die Mikromechanik – Planung, Herstellung

$\sigma$	[MPa]	Höchste Spannung im Fulce	0,1 MPa
$m$	[mm]	Breite des Fulce	5 mm
$n$	[mm]	Schichtdicke des Fulce	0,3 mm
$A$	[mm <sup>2</sup> ]	Querschnittfläche des Fulce	
$F_{Fulce}$	[N]	Kraft des Fulce-Aktors	
$h$	[m]	Höhe des Si-Rechteckprofils	$200 \cdot 10^{-6} m$
$b$	[m]	Breite des Si-Rechteckprofils	$300 \cdot 10^{-6} m$
$E_{Si}$	[Pa]	Elastizitätsmodul (Si)	$169 \cdot 10^9 Pa$
$I_m$	[m <sup>4</sup> ]	Flächenträgheitsmoment siehe Gl. 4.4	
$F_a$	[N]	Aktorkraft	
$l$	[m]	aktive Balkenfederlänge	$20 \cdot 10^{-3} m$
$f$	[m]	Fügespaltbreite, höchste mögliche Auslenkung	$5 \cdot 10^{-3} m$
$\Delta f$	[m]	zu ermittelnde Auslenkung	

Tabelle 4.2: Vorarbeiten: Festgelegte und berechnete Maße des Fulce-Elastomers und der Silizium-Balkenstruktur

#### 4.3.3 Hochtemperaturprozesse

Die thermische Oxidation als Dünnschichttechnologie dient dazu, auf dem Siliziumwafer eine Oxidschicht als Isolationsmaterial und als Ätzmaske herzustellen. Die natürliche Oxidschicht eines Siliziumsubstrates wird in oxidierender Atmosphäre (mit Wasserdampf angereicherte Sauerstoffumgebung) erhitzt, so entsteht in einer chemischen Reaktion eine geschlossene, mikrometerdicke SiO<sub>2</sub>-Schicht. Die thermische Oxidationsreaktion läuft bei Temperaturen zwischen 700°C und 1200°C ab. Typische Schichtdicken betragen bis zu einem Mikrometer [Büt91]



Das Zentrum für Mikro- und Nanotechnologien der Technischen Universität Ilmenau (ZMN) stellt für den eigenen Laborbedarf nass oxidierte Wafer her. Vorliegende Arbeit benutzt Wafer, die als Werkstandard für die weitere Technologieschritte und Anlagen optimiert sind.

#### *4 Integration des Aktorwerkstoffes Fulce in die Mikromechanik – Planung, Herstellung*

Die thermische Oxidation oder Gasphasenabcheidungen überschreiten die Zersetzungstemperatur des Fulce [Fin04]. Somit sind sie nach dem Fügen des Fulce nicht zulässig. Solche Herstellungsschritte müssen daher vor dem Fügen durchfahren werden.

##### **4.3.4 Lithographie**

Die Prozessschritte der Lithographie sind gemäß Werkstandard im ZMN wie folgt:

- Reinigung des Substrates
- Auftrag eines Haftvermittlers
- Belackung und Nachbehandlung mit Softbake (zur vollständigen Aushärtung),
- Belichtung
- Fixierung des Resistes mit Hardbake
- Entwicklung (Ablösen des Resistes an den gewünschten Stellen),
- sowie die Ätzprozesse.

Die Belichtung kann im Kontaktmodus, im sog. Proximity-Verfahren oder als Projektionsbelichtung erfolgen. Vorteil der Kontaktbelichtung ist eine hohe Auflösung, da die Maske direkt auf dem Resist aufliegt. Dieses Aufliegen kann zur Kontamination und Beschädigung der Maske führen. Die Proximity-Belichtung erfolgt mit parallelisiertem Strahlungsbandel. Eine Schattenkopie mit Beugungserscheinungen wird auf das Substrat übertragen. Die Maske wird in 10 – 30  $\mu\text{m}$ -Abstand zum Substrat gebracht, somit ist das Kontaminationsrisiko gesenkt. Die Projektionsbelichtung stellt sehr hohe Anforderungen an die Optik. Es werden geringe Strukturabmessungen, meistens Teilbereiche eines Substrates durch eine Fotomaske belichtet. Die Maske enthält üblicherweise eine vergrößerte Ansicht der zu übertragenden Schicht. Es ist eine Justierung an Hand von Justiermarken der Schichten erforderlich [MMP05]. Der Wafer wird mit einem strahlungsempfindlichen Lack (Photoresist) überzogen und belichtet. Beim Positivlack erhöhen die photochemischen Reaktionen die Löslichkeit des Resistes, beim Negativlack

#### *4 Integration des Aktorwerkstoffes Fulce in die Mikromechanik – Planung, Herstellung*

wird sie herabgesetzt. Im nachfolgenden Schritt werden die leichter löslichen Bereiche entfernt. Die Resist maskiert das Substrat für die nächsten Prozeßschritte [Büt91].

Für die Herstellung der Siliziumstrukturen wurden die Standardprozesse der Lithographie mit Folienmasken im ZMN verwendet.

#### **4.3.5 Nasschemische Ätzprozesse**

Ätzprozesse dienen dazu, Maskierungs- oder Substratmaterial chemisch abzutragen. Durch die Selektivität des Ätzmediums HF (in wässriger Lösung) wird die Maskierungsschicht an den vom Fotolack nicht bedeckten Stellen abgeätzt, somit kann die darunterliegende Si-Schicht in einem anderen, isotrop wirkenden oder anisotrop wirkenden Ätzmedium (KOH bzw.  $\text{HNO}_3$  (in wässriger Lösung)) auch strukturiert werden [VZ06].

Da die Ätzraten bei höheren Temperaturen größer sind, sind die nasschemischen Prozesse nicht nur in der Zusammensetzung des Ätzmediums, sondern auch bezüglich der Reaktionstemperatur optimiert. Die nasschemischen Prozesse, die in dieser Arbeit zur Chipherstellung benötigt werden, sind Standardprozesse für das ZMN, optimiert auf die jeweiligen Anlagen [Fri04b]. Die umfassen hier das

- Oxidätzen und
- das Tiefenätzen (Erzeugung beweglicher Teile).

#### **Erfahrungen aus den Ätzprozessen der Fulce-Integration auf Wafer ebene**

Die optimierten nasschemischen Prozesse erfolgen bei Temperaturen, die über der Schalttemperatur des Fulce, etwa 60 °C, liegen. Das ausgerichtete Elastomer zieht sich prinzipbedingt bei den höheren Temperaturen zusammen. Der feste Unterboden des Wafers ließe diese Bewegung des Phasenübergangs nicht zu und die inneren Bindungen in den Molekülketten würden reißen [Fin04]. Das Material wird funktionsunfähig. Desweiteren darf das Elastomer den verschiedenen in der Nasschemie verwendeten Säuren und

#### 4 Integration des Aktorwerkstoffes Fulce in die Mikromechanik – Planung, Herstellung

Laugen nicht ausgesetzt werden. Die aggressiven Medien beschädigen bzw. zerstören das Aktormaterial im Extremfall. Aus diesem Grund werden die nasschemischen Prozesse nicht weiter untersucht [Brü03]. Fulce wird nach den nasschemischen Prozessen gefügt.

##### 4.3.6 Fügen, Ausrichten und Vernetzen von Fulce auf ganzen Wafern

Das Fügen, die Ausrichtung und Vernetzung von Fulce gliedert sich in folgende Arbeitsschritte:

**Vorbereitung:** es wurden  $300\ \mu\text{m}$  dicke, beidseitig polierte Siliziumscheiben vorbereitet (ein Referenzwafer mit nicht ausgerichtetem Material und vier vollständig zu prozessierende), siehe dazu die Abschnitte 4.3.2 bis 4.3.5.

**Tiefenätzung:** Sie wurden mit der ICP-Anlage<sup>4.4</sup> trockenchemisch mit einem Gasgemisch mit  $\text{SF}_6$   $260\ \mu\text{m}$  tief geätzt, damit durch die Tiefenätzung entstandenen geraden Seitenwände besser mit den berechneten Werten des Rechteckquerschnitts korrelieren, als nasschemisch durch anisotropes Ätzen herstellbare (geneigte) Seitenwände.

**Materialauftrag:** Fulce (SCP02 bzw. SCP07) in Dichlormethanolösung wurde aufgetragen und ausgehärtet.

**Magnetische Ausrichtung** Im Magnetfeld mit Luftspule wurden die Wafer positioniert, um Fulce auszurichten. Siehe dazu detailliert die Abschnitte 4.3.7 bzw. 4.4.7.

**UV-Vernetzung** Das Polymer wurde mit UV-Strahlung zum Elastomer umgewandelt, vernetzt, siehe dazu den Abschnitt 4.4.8.

##### 4.3.7 Magnetfeld mit Luftspule und magnetische Ausrichtung

Zur Ausrichtung der Mesogene ist ein homogenes Magnetfeld ab der magnetischen Flußdichte  $B \geq 1\ \text{T}$  nötig [Fin04]. Das magnetische Feld wurde bei der Integration auf Waferenebene mit einem Luftspulensystem erzeugt. Zu

---

<sup>4.4</sup>STS Inductive Coupled Plasma Etcher

#### 4 Integration des Aktorwerkstoffes Fulce in die Mikromechanik – Planung, Herstellung

einer Experimentreihe wurde der Magnet mit Luftspule des Fachgebietes Fluidodynamik der TU Ilmenau verwendet. Um die Viskosität des Fulce-Polymers herabzusetzen, wurde eine dafür hergestellte und angebrachte mikrotechnische Heizplatte für 4 Wafer verwendet. Die Temperaturverteilung der Heizplatte ist im Anhang A angegeben.

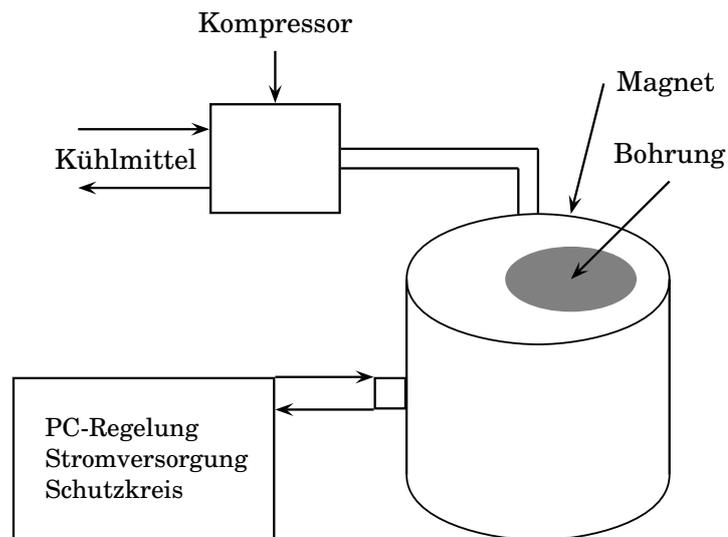
Der Magnet mit Luftspule ist als supraleitender Magnet aufgebaut. Er hat den folgenden schematischen Aufbau, vgl. Bilder 4.3a und 4.3b mit folgenden Kennwerten:

- Bohrungsdurchmesser:  $300\text{ mm}$ ,
- nominelle höchste magnetische Induktion (Flußdichte):  $5\text{ T [Cry]}$ .

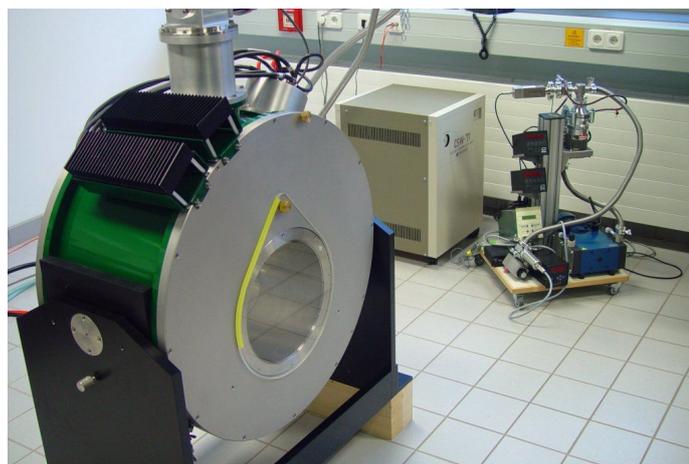
Für das Experiment wurde die höchste Induktion des Gerätes von  $5\text{ T}$  eingestellt und konstant gehalten. Der Wert bezieht sich auf die Flussdichte in der Bohrungsmitte, bei der Wandung existiert eine gemessene Flussdichte über  $6,5\text{ T}$ . Die Handlingsvorschrift gibt vor, dass das Fulce-Polymer mit herabgesetzter Viskosität (also beheizte Probe) in der nematischen Phase im Magnetfeld ausgerichtet werden soll. Wird das ausgerichtete Polymer im Magnetfeld auf Zimmertemperatur abgekühlt, ordnen sich die Mesogene nach etwa einer Woche in einen zufällig orientierten Zustand zurück [Fin04]. Dementsprechend ist eine zeitnahe Ausrichtung funktionsrelevant, da eine schnelle Vernetzung des Polymers bei ausgerichtetem Zustand den Rückstellvorgang in einen nicht geordneten Zustand verhindert.

Die Vernetzungsdosis der UV-Strahlung soll bei  $2\frac{\text{J}}{\text{cm}^2}$  liegen [Fin04]. Die unausgerichtete Referenzprobe des Polymers hat ein milchig-trübes Aussehen. Die ausgerichteten Polymerproben sehen gelblich-durchsichtig aus. Tabelle 4.3 führt die magnetischen Ausrichtungszeiten auf. Probe Nr. 1 und Nr. 2 waren nach der Ausrichtung und Abkühlung für 24 bzw. 48 Stunden in den Transportbehälter gelegt, um die UV-Vernetzung bei allen Proben in einem Prozessierungsschritt durchführen zu können. Bei der Sichtprüfung, welche nach der Entnahme aus dem Transportbehälter, jedoch vor der UV-Vernetzung durchgeführt wurde, wurde eine Trübung festgestellt, dass es keinen Unterschied zur unausgerichteten, trüben und undurchsichtigen

4 Integration des Aktorwerkstoffes Fulce in die Mikromechanik – Planung,  
Herstellung



(a) Schematischer Aufbau [Cry]



(b) Ansicht

**Bild 4.3:** Magnet mit Luftspule

Referenz gab. So wurden die ersten beiden Proben nochmals entsprechend der Handlungsvorschrift ausgerichtet. S. dazu Tabelle 4.3 mit den Werten.

#### 4 Integration des Aktorwerkstoffes Fulce in die Mikromechanik – Planung, Herstellung

Probenr.	1.	2.	3.	4.
Dauer der Ausrichtung [h]	2 + 1	4 + 4	8	71

Tabelle 4.3: Magnetische Ausrichtungszeiten im 5 *Tesla*-Feld

#### 4.3.8 Vernetzung des Fulce-Polymers zum Elastomer auf Waferebene

Es wurden zwei Geräte zur Vernetzung des Polymers in den Elastomerzustand verwendet. Bei den Versuchen auf Waferebene wurde der Mask-Aligner AL 6-2, die Photolithographieanlage des ZMN benutzt. Er erbringt  $35 \frac{mW}{cm^2}$  UV-Leistungsdichte bei der signifikanten Wellenlänge von  $350 nm$  auf einer Fläche von ca.  $730 cm^2$  [Fri04a]. Die Anlage ist für die Bestrahlung von ganzen Wafern konzipiert.

Die Referenzprobe Nr. 0 wurde mit Hilfe des Mask-Aligners AL 6-2 zu Elastomer vernetzt.

Wegen Verfügbarkeitsengpässen der Mask-Aligner und um das Kontaminationsrisiko der Anlage mit dem Polymer zu vermeiden wurden die Proben Nr. 1 bis Nr. 4 nach der Ausrichtung mit UV-Strahlung aus einer Waferinspektionslampe<sup>4.5</sup> zum Elastomer vernetzt. Die Waferinspektionslampe hat eine charakteristische Wellenlänge von  $350 nm$ , die Intensität beträgt  $35 \frac{mW}{cm^2}$  aus  $200 mm$  Abstand. So haben die Proben mit 10 Minuten Bestrahlung eine Energiedosis von  $2,1 \frac{J}{cm^2}$  erhalten.

Da beide UV-Quellen mit der gleichen charakteristischen Wellenlänge strahlen, ist der Tausch ohne Auswirkung auf die Vernetzungsqualität.

Zur Intensitätsmessung wurde das Intensitätsmessgerät für den Maskaligner AL6-2 verwendet.

<sup>4.5</sup>Spectroline SB-100 PY/F semiconductor wafer inspection lamp, SerNo: 1255560

#### 4.3.9 Freilegung der beweglichen Strukturen

Um frei bewegliche Strukturen zu erhalten, muß die restliche tragende Siliziumschicht von der Rückseite weggeätzt werden. Die verschiedenen Ätzgeschwindigkeiten von Siliziumdioxid und Silizium ermöglichen die Tiefenätzung der Strukturen. Die Ätzraten sind für die einzelnen Prozesse bekannt. Nach Vorarbeiten wurde angenommen, dass die Ätzprozesse, welche im ZMN der TU Ilmenau als Standardprozesse für Trockenätzen verwendet werden, das Fulce-Polymer nicht beeinflussen [Brü03]. Siehe dazu noch Anhang D.

Das Ätzen wurde in der RIE-Anlage<sup>4.6</sup> – auch als Test für das Zusammenspiel der Anlage und des Fulce-Elastomers – des ZMN durchgeführt. Die Waferkühlung in der Anlage ist mit einer Bodenplatte mit konstanter Temperatur von 20 °C realisiert. Damit bestand theoretisch keine Überhitzungsgefahr für Fulce. Für das Ätzen wurden die Wafer umgedreht, sodass sich das Elastomer in der Reaktionskammer mit der Bodenplatte in Berührung gekommen wäre. Um Verklebungen und Kontamination der Anlage zu vermeiden, wurde auf die Bodenplatte ein Opferwafer<sup>4.7</sup> gelegt, erst darauf wurde der Wafer mit Fulce aufgelegt. Die tragende, etwa 40  $\mu m$  dünne Siliziumschicht wurde weggeätzt. Die Bearbeitungszeiten- und Parameter sind in Tabelle 4.4 aufgeführt.

Die gemessene Oxidschicht der Wafer von 405  $nm$  war bei der Herstellung des Chips der Berechnungen nach ausreichend, um die tragende Siliziumschicht zu entfernen. Die Oxidschicht wurde jedoch schneller weggeätzt als die ca. 20  $\mu m$  dünne Siliziummembrane. Fulce hat sich am Opferwafer untrennbar verklebt, bzw. Teile der Fulce-Membrane wurden weggeätzt, es entstanden zentrische Löcher in der Membrane. Da der Wafer nicht mit der Kühlung in Berührung war, war die Kühlung des Wafers nicht gewährleistet. Um Schäden an Anlage bzw. Wafer zu vermeiden wurde der Versuch abgebrochen.

---

<sup>4.6</sup>Reactive Ion Etcher

<sup>4.7</sup>Opferwafer: Ein Wafer, welche als Schutz für die Anlage eventuelle Verklebungen aufnimmt.

4 Integration des Aktorwerkstoffes Fulce in die Mikromechanik – Planung,  
Herstellung

Ätzdurchgang	1	2	3
Leistung [W]	110	80	100
Druck [mTorr]	56	50	50
Prozeßgase [sccm]	SF <sub>6</sub> : 80, O <sub>2</sub> : 20	SF <sub>6</sub> : 19,5, CHF <sub>3</sub> : 7,5	SF <sub>6</sub> : 19,5, CHF <sub>3</sub> : 7,5
Prozeßzeit [min]	7+5+8=20	5+5=10	5

Tabelle 4.4: RIE-Ätzen des Wafers Nr. 3

Deswegen wurden für die weiteren Trockenätzvorgänge die andere Trockenätzanlage, die ICP-Anlage<sup>4.8</sup> des ZMN verwendet. Für die Prozessierung wurden Standardätzprozesse des Labors verwendet, welche im Anhang D aufgeführt werden. Die Tabelle 4.5 zeigt die verwendeten Parameter für die Technologie.

Wafernr.	0	1	2	3	4
Folie	Al <sup>a</sup>	T <sup>b</sup>	Al	Al	Al
Programm	seqA70, specb2	specb2	specb2	specb2	specb2
Prozeßzeit [min]	70, 10	3· 5=15	17+3,5=20,5	2· 5=10	5+3=8
Tiefkühlung	X <sup>c</sup>	- <sup>d</sup>	X	X <sup>e</sup>	X

Tabelle 4.5: ASE-Ätzen

<sup>a</sup>Aluminium

<sup>b</sup>Teflon

<sup>c</sup>der vorher 10 µm vorbearbeiteter Wafer in die Tiefe geätzt, dann durchgeätzt

<sup>d</sup>Balken sind während des Ätzens weggebrochen, Fulce weggeätzt

<sup>e</sup>vollständig durchgeätzt

Der Ablaufplan der Integration auf Waferebene auf Seite 54, Bild 4.1 wurde zwischen den Punkten (f) und (g) mit folgenden Handlungsschritten erweitert:

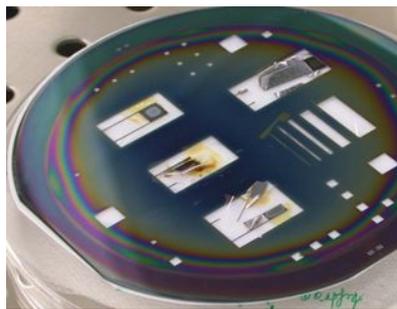
<sup>4.8</sup>Inductive Coupled Plasma Etcher

#### 4 Integration des Aktorwerkstoffes Fulce in die Mikromechanik – Planung, Herstellung

Damit die Verklebung des Fulce in der ICP-Anlage vermieden wird, wurde erst eine Teflonfolie als Zwischenschicht genommen. Die Folien wurden wellig, daraus resultierte eine unzureichende Kühlung, die Siliziumstruktur ist an mehreren Stellen gebrochen. Teilweise wurde die Fulce-Membran weggeätzt.

Wegen der thermischen Isolierung der Teflonfolie und unerwünschten Verklebungserscheinungen wurde die Teflonfolie gegen eine Aluminiumfolie ausgetauscht. Der Wafer wurde auf  $-18\text{ °C}$  abgekühlt<sup>4,9</sup>, um die Aluminiumfolie vom Elastomer leichter entfernen zu können. Mehr als 70% aller Proben wurden bei der Entfernung der Folien teilweise oder komplett zerstört, da die Haftkräfte zur Folienoberfläche größer waren, als die Festigkeit des Elastomers.

Die Bilder 4.4a, 4.4b zeigen bei der Freilegung beweglicher Strukturen zerstörte Proben.



(a) Wegen unzureichender Kühlung in der ICP-Anlage zerstörter Wafer



(b) In der RIE-Anlage zerstörte Fulce-Membran

**Bild 4.4:** Bei der Freilegung beweglicher Strukturen zerstörte Proben

Wegen den aufgeführten technologiebedingten Problemen an beiden Trockenätzanlagen – am reaktiven Ionenätz (RIE) bzw. an der ICP-Anlage (Inductive Coupled Plasma Etcher) – wurden die Trockenätzprozesse aus

<sup>4,9</sup>Zur Abkühlung wurde ein handelsüblicher Laborkühlschrank mit Gefrierfach verwendet.

#### *4 Integration des Aktorwerkstoffes Fulce in die Mikromechanik – Planung, Herstellung*

den für die flüssigkristallinen Elastomeren kompatiblen Technologien ausgeschlossen.

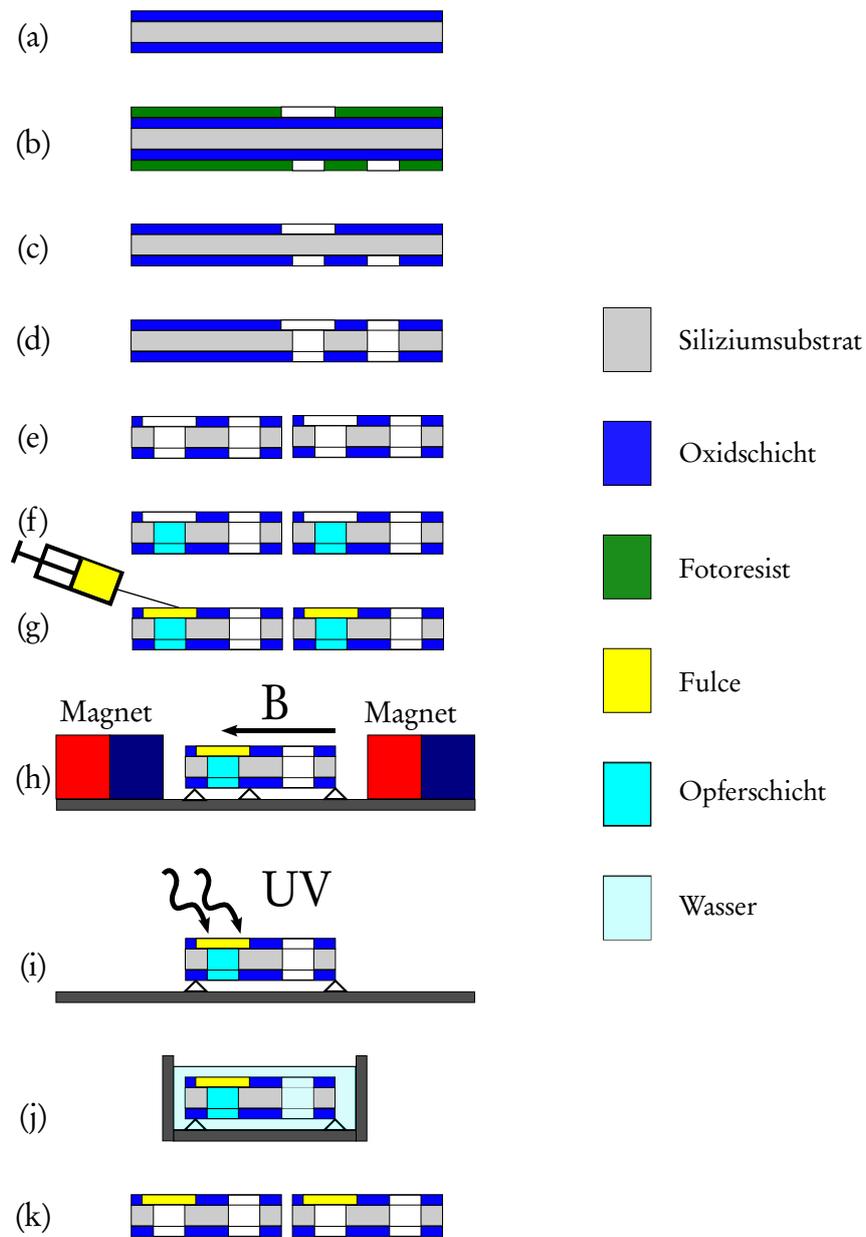
##### **4.3.10 Vereinzeln der Chips**

Zur Vereinzeln werden die Wafer gesägt. Normalerweise werden sie von beiden Seiten mit einer Kunststoff-Sägefolie verklebt damit z. B. Sägeschlamm nicht die Systeme verschmutzt. Obwohl jene, mit Fulce gefügte Seite des Wafers nicht mit der Sägefolie verklebt wurde, da die Hafteigenschaften von Fulce zur Sägefolie nicht untersucht sind, war der Fügspalt von 5 mm zu groß, der Elastomerfilm hing durch und hat sich an der Folie untrennbar verklebt. Das zerstörungsfreie Abnehmen war nicht möglich. Fulce ist mit der üblichen Technologie des Wafersägens im ZMN technologisch nicht kompatibel.

##### **4.3.11 Versuche mit Opferschicht**

Um die in den früheren Abschnitten behandelten technologischen Probleme zu umgehen, die eine Technologieintegration auf Waferebene nicht ermöglichen, wurde der Einsatz einer Opferschicht erprobt. Dazu wurde ein modifizierter Ablaufplan entworfen, der in Bild 4.5 als Technologieplan dargestellt ist.

4 Integration des Aktorwerkstoffes Fulce in die Mikromechanik – Planung, Herstellung



**Bild 4.5:** Schematischer technologischer Ablaufplan für die Fulce-Integration mit Opferschicht

Nach erneuter Planung, Berechnung und Maskenlayout wurden die Wafer mittels üblicher siliziumbearbeitender Technologien fertiggestellt, analog zu den Herstellungsverfahren, die in diesem Kapitel bereits diskutiert wurden. Die Prozesse, die das Fulce-Polymer betreffen, wie Fügen, Ausrichten und Vernetzen werden verschoben und zusätzliche Prozesse für eine Opferschicht eingeführt.

1. thermische Oxidation des Wafers (Hochtemperaturprozesse) (a)
2. Lithographie (Übertragung der Maskenzeichnung von der Maske auf den Wafer) (b)
3. Oxidätzen (naßchemisch bzw. trockenchemisch) (c)
4. Freilegung der beweglichen Strukturen mit Tiefenätzprozessen (d),
5. Vereinzelung der Chips (e),
6. Fügen der wasserlöslichen Opferschicht Peox (f),
7. Fügen der Fulce-Polymer-Lösung (g),
8. Ausrichtung des Fulce im externen magnetischen Feld (h),
9. Vernetzung zu Fulce Elastomer mittels UV-Strahlung (i),
10. Entfernung der Opferschicht im Wasserbad (j),
11. Trocknung der Chips (k).

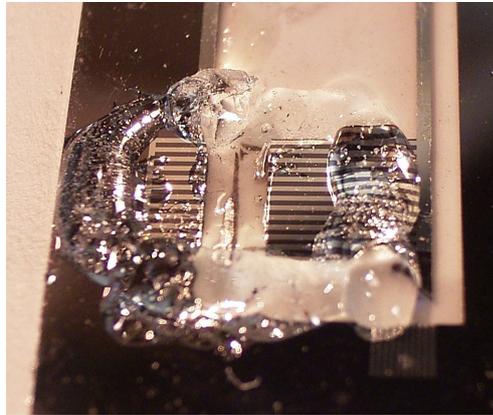
Die Opferschicht wurde eingeführt, denn kein fester, unbeweglicher Untergrund mehr für die Polymerlösung vorhanden war, da die Tiefenätzprozesse vorgezogen wurden. Eine wasserlösliche Opferschicht „Peox<sup>4.10</sup>“ wurde für die Prozessierung von Fulce angewandt [KWF05]. Peox liegt als grobkristallines Material vor. Die Erweichungstemperatur des Stoffes liegt bei 110 – 120°C. Entsprechend des Handlungsvorschriftes [KWF05] wurde die Siliziumstruktur auf einen keramischen Träger auf eine Heizplatte gelegt. Mit angeschmolzenem Peox wurden die beweglichen Teile des Chips temporär befestigt und die Kavitäten aufgefüllt, um Fulce nur auf der Oberfläche fügen zu können bzw. das Verkleben zu vermeiden, siehe dazu Bild 4.6. Danach wurde der Ablaufplan weiter mit Ausrichtung des Polymers und Vernetzung

---

<sup>4.10</sup>Aldrich 37.284-6, Poly-(2-ethyl-2-oxazolin)

#### 4 Integration des Aktorwerkstoffes Fulce in die Mikromechanik – Planung, Herstellung

zum Elastomer weitergeführt. Als abschließender Schritt konnten die Chips im Wasserbad vom Träger abgelöst werden.



**Bild 4.6:** Eingeschmolzenes Opfermaterial auf dem Chip

Es wurden thermomechanische Experimente durchgeführt<sup>4.11</sup> (siehe dazu den folgenden Kapitel) und es wurde keine Bewegung detektiert. Aus diesem Grund wurde ein neuer Ablaufplan entwickelt und das Design verändert, welche in Bild 4.7 auf S. 72 dargestellt ist. In diesem neuen Ablauf wurde auf den Einsatz der Opferschicht verzichtet.

#### 4.3.12 Erfahrungen aus den Integrationsversuchen

Aus den Integrationsversuchen lassen sich folgende Thesen ableiten:

- Die Prozessierung von Fulce vom gelösten Polymer zum Elastomer ist nicht in den monolithischen technologischen Ablaufplan der siliziumbearbeitenden Mikrosystemtechnik als zusätzliche, eingefügte Technologieschritte zu integrieren. Wegen Verklebungen am Träger und Anlagen bzw. Sägefolien sowie weggeätzten monolithischen Fulce-Schichten wurde Fulce aus den Herstellprozessen auf Wafer-Ebene ausgeschlossen.

---

<sup>4.11</sup>Auf die Aufführung der Ergebnisse wird deswegen verzichtet.

#### *4 Integration des Aktorwerkstoffes Fulce in die Mikromechanik – Planung, Herstellung*

- Großflächige Proben lassen sich nicht ohne Oberflächenfehler herstellen. Durch Verkleinerung der Abmessungen des Fulce ist ein homogener Werkstoff zu erwarten.
- Aus den thermoelastischen Experimenten (s. Abschnitt 4.3.11) resultierend ist die Aktorspannung geringer, als aus der Literatur angenommen. Die Aktorkraft von Fulce wird eine Größenordnung kleiner angenommen und ein neues Design entworfen.

### **4.4 Integration des Fulce auf Device-Ebene**

Aus den Versuchen der Integration auf Wafer-Ebene gewonnenen Erkenntnissen wurde der Entwurf und die Technologieplanung erneut vorgenommen, da Fulce mit den üblichen siliziumbearbeitenden Technologien wegen der großen Unterschiede in der Verarbeitung und wegen der Empfindlichkeit des Stoffes mit den einzelnen Prozessen nicht kompatibel ist.

Mit Hilfe der Erfahrungen wird ein neuer Ablaufplan zur Integration auf der Device-Ebene erstellt. Dieser Ablaufplan ist in Bild 4.7 dargestellt.

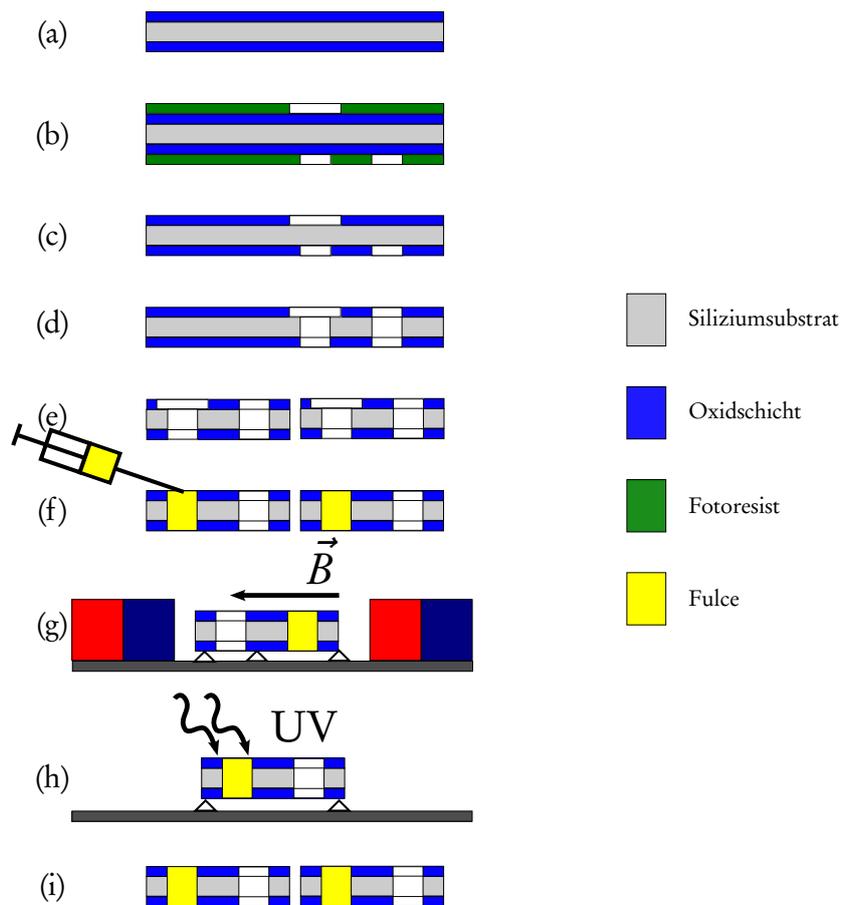
Der Ablaufplan für die Integration auf der Device-Ebene besteht aus den folgenden Punkten:

- Konzeptphase,
- Vorversuch zum neuen Konzept,
- Berechnungen, Neuauslegung des Strukturentwurfes,
- Herstellung des Siliziumdemonstrators,
- Integration des Aktormaterials (Fügen, Ausrichten, Vernetzen)

#### **4.4.1 Konzeptphase**

Damit die technologischen Probleme bei der Handhabung des Aktormaterials umgangen werden, werden die Wafer prozessiert, vereinzelt und dann wird das Aktormaterial integriert. Bei der Neuauslegung der Siliziumstrukturen wurde das Verkleben des gelösten Elastomers an allen Oberflächen beseitigt: Fulce wird als gelöster Vorstoff in einen kapillaren Spalt des fer-

#### 4 Integration des Aktorstoffes Fulce in die Mikromechanik – Planung, Herstellung

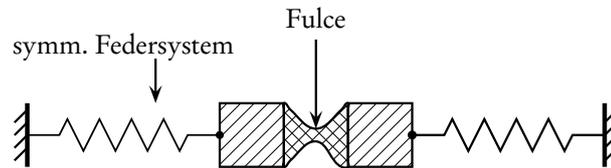


**Bild 4.7:** Schematischer technologischer Ablaufplan für die Fulce-Integration auf Device-Ebene

tigen, waagrecht auf Abstandhalter aufgestellten Chip getropft und dort von den Kapillarkräften als Tropfen gehalten, bis der Lösungsmittelgehalt abgegeben wird und das Elastomer selbsttragend wird. Dadurch ist eine Verklebung an unerwünschten Stellen verhindert. Durch die Neuauslegung der Struktur sowie durch die neue Gestalt sollen die ausgeübten Kräfte sowie die geometrischen Abmaße des Siliziumchips reduziert werden, denn Fulce bringt wesentlich geringere Kräfte hervor, als bisher an Hand verfügbaren Literaturangaben angenommen wurde.

#### 4 Integration des Aktorstoffes Fulce in die Mikromechanik – Planung, Herstellung

Die neue Strukturskizze ist in Bild 4.8 dargestellt. Im Sinne des konstruktiven Entwicklungsprozesses ist in diesem Stadium des Entwurfs nicht sinnvoll, konkrete Form oder geometrische Maße festzulegen. Ein funktionswichtiges Maß, die Kapillarbweite wird im Experiment ermittelt.



**Bild 4.8:** Prinzipskizze der Struktur mit „hängendem“ Fulce

#### 4.4.2 Ermittlung der Kapillarbweite

Ziel des Vorversuches ist, die Breite eines kapillaren Spaltes zu bestimmen, in dem Fulce von den Kapillarkräften gehalten wird, während der Lösungsmittelanteil abgegeben wird.

Fulce liegt als eine dünnflüssige Lösung in Dichlormethan mit 10 massenprozentigem Elastomer-Anteil vor. In erster Näherung wurde angenommen, dass sich die dynamische Viskosität des reinen Lösungsmittels vernachlässigbar gering vom gequollenen Elastomer unterscheidet. Weiterhin gilt, daß die ausgesuchten Stoffe ebenfalls oberflächenbenetzend sind.

Unter diesen Annahmen wurden Lösungsmittel ausgesucht, bei welchen bei geringen abgesetzten Mengen z. B. wegen erhöhter Krebsrisiko keine besondere Arbeitsschutzmaßnahme wie eine Absaugung nötig ist. So wurden die Vorversuche für die Bestimmung der Kapillarbweite mit den Vergleichslösungsmitteln Aceton bzw. Isooktan durchgeführt. Die Viskositäten [Mer06] sind in der Tabelle 4.6 zusammengefaßt.

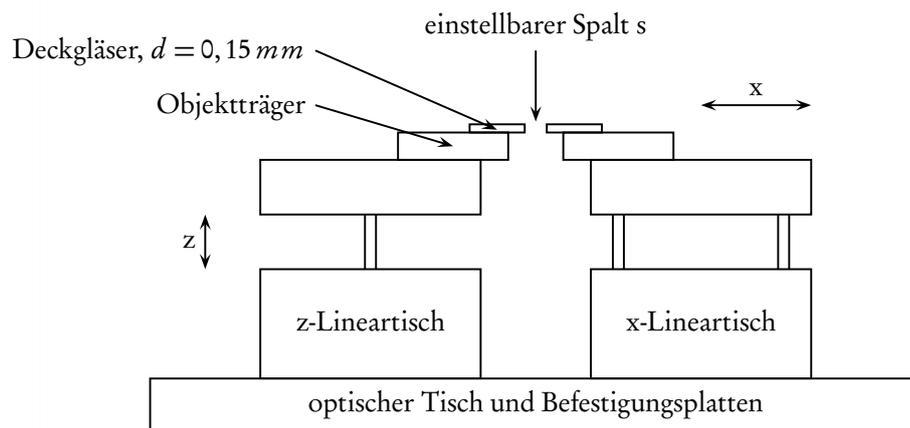
Wie im Bild 4.9 schematisch dargestellt, wurde ein Spalt zwischen zwei Deckgläsern (jeweils  $15\text{ mm} \cdot 15\text{ mm}$ ), die ähnlich dünn sind wie Wafer ( $d = 0,15\text{ mm}$ ), hergestellt. Mit Hilfe einer Spritze mit Kanüle wurde ein Tropfen Lösungsmittel in den Spalt gebracht. Der Abstand wurde so lange vergrößert,

#### 4 Integration des Aktorwerkstoffes Fulce in die Mikromechanik – Planung, Herstellung

Lösungsmittel	dyn. Viskosität [mPa s]
Aceton	0,32
Isooktan	0,5
Dichlormethan	0,42
Toluol	0,6

**Tabelle 4.6:** Dynamische Viskosität ausgesuchter Lösungsmittel [Mer06]

bis sich der Tropfen nicht durch die Kapillarkräfte halten konnte. Dadurch wurde die Breite der Kapillare  $s$  als  $0,15 \text{ mm}$  ermittelt. Geprüft wurden die Ersatzlösungsmittel und Dichlormethan. Das Ergebnis wurde mit Fulce bestätigt. Die Tropfensetzung ist sowohl mit Lösungsmitteln als auch mit Fulce gelungen. Es konnte in der Kapillare eine dünne Fulceschicht hergestellt werden.



**Bild 4.9:** Prinzipaufbau des Spaltexperiments

### 4.4.3 Berechnungen und Neuauslegung des Siliziumchips

Die Geometrie der in der Kapillare erzeugten Fulce-Polymermembran wurde abgeschätzt, danach wurde die Geometrie bzw. die Aktorspannung und die erwartete Auslenkung des Fulce berechnet.

Die reversible Dehnung des Fulce aus dem isotropen in den nematischen Zustand wird mit  $k$  [WF01] bezeichnet. Die Länge im isotropen Zustand ist mit  $L_{iso}$  bezeichnet, die aktuelle Länge wird mit  $L$  angegeben. Die Vorbereitung der Strukturen und das Einfügen des Fulce erfolgt bei Zimmertemperatur, also im nematischen Zustand. Aus diesem Grund müssen die Rechnungen mit dem Kehrwert von  $k$  durchgeführt werden, denn das Zusammenziehen erfolgt beim Übergang vom nematischen in den isotropen Zustand.

$$\frac{1}{k} = \frac{L_{iso}}{L} \quad (4.6)$$

Resultierend aus der Breite der Kapillare  $s$  und aus den Angaben über die mögliche Kontraktion des Fulce wurde die höchstmögliche Bewegung für einen idealen Ausrichtungszustand berechnet. Die Aktorgeometrie wird erneut festgelegt sowie die Aktorkraft  $F_{Fulce}$  mit reduzierter Materialspannung (vgl. Tab. 4.2 bzw. Tab. 4.7) berechnet.

Länge  $s$  des Fulce nach der Kontraktion (mit  $k_{min}$  als minimaler und  $k_{max}$  als maximaler erwarteter Prozentsatz aus [KF91]):

$$s \cdot \frac{1}{k_{min}} = 0,135 \text{ mm} \quad \text{bzw.} \quad (4.7)$$

$$s \cdot \frac{1}{k_{max}} = 0,0375 \text{ mm} \quad (4.8)$$

Aus der Gesamtauslenkung  $f_g = 0,15 \text{ mm}$  ist die minimale bzw. maximale Verschiebung  $0,015 \text{ mm}$  bzw.  $0,1125 \text{ mm}$ . Die berechnete minimale Auslenkung ist mit vorhandenen Messmitteln detektierbar.

4 Integration des Aktorwerkstoffes Fulce in die Mikromechanik – Planung,  
Herstellung

$s$	[mm]	Breite der Kapillare	0,15 mm
$n$	[mm]	Fulce-Dicke	0,05 mm
$\sigma_f$	[MPa]	höchste Spannung im Fulce	0,05 MPa
$k$	[%]	erwartete Dehnung des Fulce: isotrop $\rightarrow$ nematisch [KF91]	110...400%
$E_{Si}$	[Pa]	Elastizitätsmodul	$155 \cdot 10^9$ Pa
$m$	[mm]	Breite des aufgetragenen Fulce	1 mm
$F_{Fulce}$	[mN]	durch Fulce ausgeübte Kraft	2,5 mN
$l$	[m]	aktive Federlänge	$3 \cdot 10^{-3}$ m
$f$	[mm]	Auslenkung [KF91]	0,015...0,112 mm
$A$	[mm <sup>2</sup> ]	Querschnittsfläche des Fulce-Profils	0,05 mm <sup>2</sup>

Tabelle 4.7: Angenommene Maße des Fulce-Elastomers und berechnete Ergebnisse

Für die Kraftabschätzung wird ein sinnvolles Seitenverhältnis des nicht ausgerichteten Elastomers festgelegt. Mit  $n : m = 1 : 20$  ergibt sich für die Breite  $m$  des aufgetragenen Fulce der Wert 1 mm, welcher zugleich die Breite des frei bewegten Teils bestimmt. Somit kann die Breite  $m$  als auf die Einheitslänge bezogen aufgefasst werden.

Für den maßgebenden Querschnitt  $A$  bzw. die ausgeübte Kraft  $F_{Fulce}$  ergibt sich:

$$A = n \cdot m = 0,05 \text{ mm}^2 \quad (4.9)$$

$$F_{Fulce} = \sigma_f \cdot A = 2,5 \text{ mN} \quad (4.10)$$

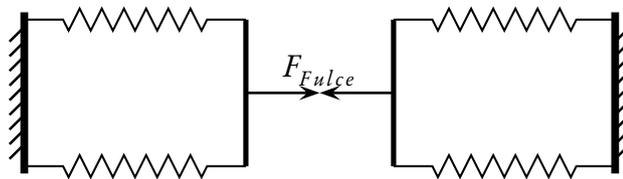
Der Wert für  $F_{Fulce}$  beträgt 2,5 mN, Die Aktorkraft und berechnete maximale Verschiebung wird bei der Auslegung des Siliziumchips verwendet.

#### 4.4.4 Auslegung des Siliziumchips

Nachdem die Funktionsstruktur festgelegt wurde (siehe dazu Bild 4.8), wurde ausgehend aus der neu abgeschätzten Aktorkraft und aus der Kapillarbrite die Dimensionierung und Gestaltung durchgeführt. Der Entwurf kann

#### 4 Integration des Aktorwerkstoffes Fulce in die Mikromechanik – Planung, Herstellung

als eine verschachtelte Federschaltung vorgestellt werden. Dies veranschaulicht Bild 4.10. Es wurde eine symmetrische Struktur entworfen, damit z. B. die Einflüsse der Temperaturstrahlung gleichmäßig auf dem Chip wirken.



**Bild 4.10:** Prinzipskizze des Federmodells

Die Struktur besteht aus zwei identischen Halbsystemen: Jeweils ein Federpaar halten ein starres Verbindungsstück. Zwischen den Verbindungsstücken wird die Kapillare realisiert. Jeder Feder des Federpaares besteht aus seriell geschalteten elastischen Biegebalken – auch Elementarfedern genannt –. Durch die Reihenschaltung der Elementarfeder wird die Gesamtauslenkung auf die Elementarfeder aufgeteilt (Weg-additives Verhalten bei konstanter Kraft.) Dies ist notwendig, um den angestrebten Gesamtweg mit der berechneten kleinen Rückstellkraft zu erreichen. Ein Elementarfeder kann als ein Element einer kompensierten Parallelfederführung [Kra86] aufgefasst werden.

Durch die Symmetrie der Struktur und durch die angenommene symmetrische Kraftauswirkung werden aus der Kraft die Auslenkung auf einem Elementarfeder berechnet. Für das Berechnungsmodell des Elementarfeders (Bild 4.11) wurde angenommen, dass sich die Federelemente weder am Anfangspunkt noch am Endpunkt verdrehen. Aus der Literatur [Hai53] [Bla05] ist für diesen Fall eine annähernde Rechnungsweg angegeben (Siehe Bild 4.11).

Die Gestalt des Elementarfeders wird für die Berechnung als an einer Seite fest eingespannter Balken aufgefasst, der aus zwei stetig ineinander übergehenden Balken der Länge  $\frac{l}{2}$  besteht. In der Skizze Bild 4.11 ist die wirkende Lagerkraft mit  $F$ , die Verschiebung mit  $f$  gekennzeichnet. Die

4 Integration des Aktorwerkstoffes Fulce in die Mikromechanik – Planung,  
Herstellung

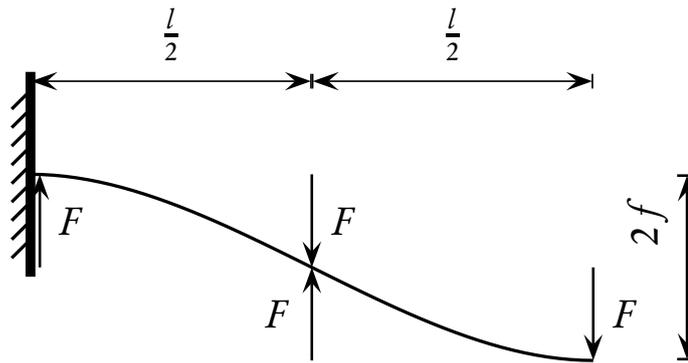


Bild 4.11: Elementarfeder mit Lagerreaktion

Herleitung der Auslenkungsgleichung 4.13:

$$\frac{f}{2} = \frac{F \cdot \left(\frac{l}{2}\right)^3}{3 \cdot E \cdot I_m} \quad I_m \text{ eingesetzt, vgl. Gl. 4.4} \quad (4.11)$$

$$f = \frac{F \cdot l^3}{b \cdot h^3 \cdot E} \quad (4.12)$$

mit  $f_e$  die Auslenkungsgleichung:  $f_e = \frac{F_e \cdot l^3}{b \cdot h^3 \cdot E} \quad (4.13)$

Für den Gesamtkonzept muss die Gesamtauslenkung  $f_g$  und die Aktorkraft auf eine unbekannte Anzahl  $i$  Elementarfedern – Biegebalken – aufgeteilt werden.

### Rechenweg

Die höchste Auslenkung  $f_g$  ist durch den Spalt gegeben. Je Federpaar wird die Hälfte von  $f_g$  (als  $f_b$  genannt) ausgelenkt.

Die Geometrie des Biegebalkenprofils bestimmt die resultierende Federkraft des Elementarfeders  $F_e$ . Dazu wird die Höhe  $h$  (bezüglich der Biegebeanspruchung) des Siliziumprofils technologisch bedingt festgelegt: mit der kleinsten Strukturbreite der Maske soll  $50 \mu m$  nicht unterschritten werden.

Die Wahl der Breite  $b$  des Siliziumrechtecks (bezüglich der Biegung) ist auch technologisch bedingt, ihr Höchstwert ist mit der jeweiligen Waferdicke

#### 4 Integration des Aktorstoffes Fulce in die Mikromechanik – Planung, Herstellung

gegeben. Damit die Federstruktur nicht zu steif wird, wurde  $200 \mu m$  gewählt. Desweiteren wurde die aktive Federlänge  $l$  festgelegt.

Mit der festgelegten Geometrie wird Auslenkung  $f_e$  eines Elementarfeders als Wirkung auf die Kraft  $F_e$  ermittelt. Es sind genau  $\iota$  Elementarfeder notwendig, um die Auslenkung des Federpaares  $f_b$  zu realisieren, siehe Gl. 4.14.

$$\iota = \frac{f_b}{f_e} \quad (4.14)$$

Die genaue Anzahl der Elementarfeder wird aufgerundet (Gl. 4.15) und in die Anzahl der nötigen Elementarfedern  $i$  umbenannt.

$$i = \lceil \iota \rceil = \text{ceil}(\iota) \quad (4.15)$$

Die Materialspannung in einer Elementarfeder  $\sigma$  wird für den Vergleich mit der Bruchspannung wie in Gl. 4.16 berechnet:

$$\sigma = \frac{3 \cdot l \cdot F}{b \cdot b^2} \quad (4.16)$$

Da die Materialeigenschaften des Aktors zum Zeitpunkt des Experimentes nicht bekannt waren, wurden eine Reihe verschiedener Balkenstrukturen dimensioniert: für 20% stärkere, und für 10% bzw. 20% schwächere Kräfte  $F$  als die berechnete Aktorkraft  $F_{Fulce}$ .

Entsprechend der Berechnungen, wie in der Tabelle 4.8 aufgeführt ist, wurden Strukturen mit acht bis elf Elementarfeder je Feder hergestellt.

#### 4.4.5 Maskenentwurf, technologische Überlegungen und Herstellung

Beim Maskenentwurf wurde die Breite des Siliziumchips so gering wie möglich gehalten, da die magnetische Ausrichtung vorzugsweise mit schmalen Strukturen durchzuführen ist. Mit einem technologisch bedingten Rand

4 Integration des Aktorwerkstoffes Fulce in die Mikromechanik – Planung,  
Herstellung

Angaben für das Gesamtsystem				
Name	-20%	-10%	0%	20%
$F [N]$	$2 \cdot 10^{-3}$	$2,25 \cdot 10^{-3}$	$2,5 \cdot 10^{-3}$	$3 \cdot 10^{-3}$
$f_g [m]$		$150 \cdot 10^{-6}$		
$b [m]$		$200 \cdot 10^{-6}$		
$h [m]$		$50 \cdot 10^{-6}$		
$l [m]$		$3 \cdot 10^{-3}$		
Rechnungen für eine Elementarfeder				
$f_b = f_g/2 [m]$	$75 \cdot 10^{-6}$			
$F_e [N]$	$1 \cdot 10^{-3}$	$1,125 \cdot 10^{-3}$	$1,25 \cdot 10^{-3}$	$1,50 \cdot 10^{-3}$
$f_e [m]^a$	$6,97 \cdot 10^{-6}$	$7,84 \cdot 10^{-6}$	$8,71 \cdot 10^{-6}$	$10,5 \cdot 10^{-6}$
$\sigma [MPa]^b$	18	20,25	22,5	27
$\sigma_{Bruch} [GPa]^c$	5 GPa			
$\iota [-]$	10,76	9,57	8,61	7,18
$i [-]$	11	10	9	8

**Tabelle 4.8:** Ergebnisse der Federberechnung

<sup>a</sup>siehe Gl. 4.13

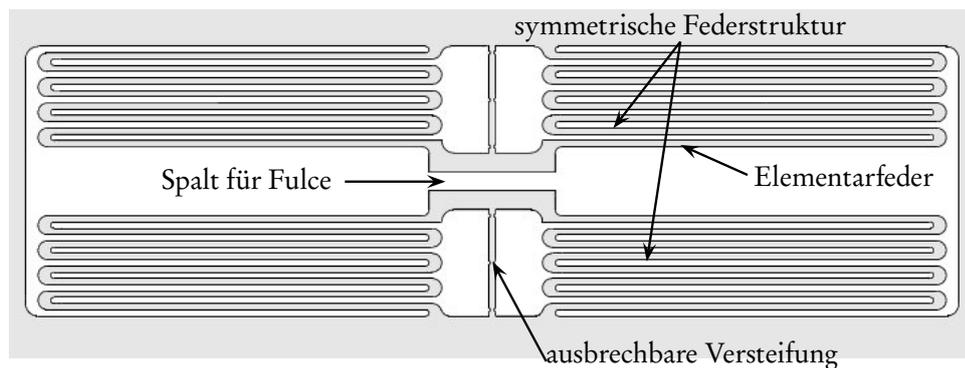
<sup>b</sup>siehe Gl. 4.16

<sup>c</sup>siehe [Ger05]

von  $500 \mu m$  ergibt sich für das System mit 11-Balken eine Strukturbreite von  $3750 \mu m$ , die einheitliche Strukturlänge beträgt  $8400 \mu m$ .

Ein Ausschnitt aus der Maskenzeichnung ist im Bild 4.12 zu sehen. Insgesamt passen 146 Strukturen auf einen Wafer. Es werden acht verschiedene Sorten hergestellt, mit acht, neun, zehn bzw. elf Elementarfedern je Feder, mit bzw. ohne Versteifung, die nach dem Herstellungsprozeß aus dem Chip herausgebrochen werden. Anschließend wurden die Chips gemäß Ablaufplan hergestellt.

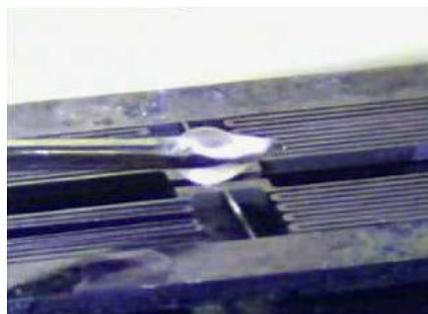
#### 4 Integration des Aktorstoffes Fulce in die Mikromechanik – Planung, Herstellung



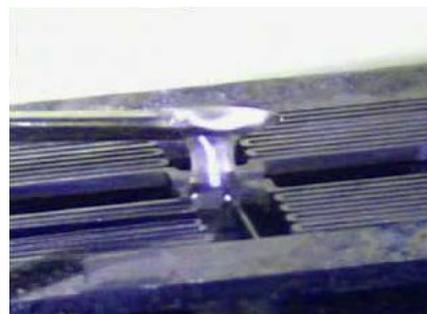
**Bild 4.12:** Maskenzeichnung: versteiftes acht-Feder-System

##### 4.4.6 Fügen von Fulce und Lösungsmitteltausch

Nach der mikroskopischen Kontrolle der hergestellten Siliziumstrukturen erfolgt die Tropfensetzung in den kapillaren Spalt. Die Struktur wurde unter dem Mikroskop beobachtet, eine blasenfreie Spritze und Kanüle mit dem gelösten Fulce-Elastomer wird über dem kapillaren Spalt positioniert. Die Spritze wurde bis zum Tröpfchenausstoß leicht erwärmt. Der Tropfen füllt langsam den Spalt, dann wird die Kanüle von der Siliziumstruktur abgehoben. Die Bilder (4.13a-4.13b) aus der Videosequenz zeigen den Übergang des Tropfens zur Kapillare. Das Lösungsmittel Dichlormethan verursachte Hand-



(a) über der Struktur



(b) beim Absetzen

**Bild 4.13:** Fügen von gelöstem Fulce in ein Chip

lingsprobleme mit dem gelösten Fulce-Polymer. Wegen der Flüchtigkeit des

#### 4 Integration des Aktorwerkstoffes Fulce in die Mikromechanik – Planung, Herstellung

Lösungsmittels war ein wiederholtes Tröpfchenausstoß sowie verklebungsfreies Arbeiten nicht möglich.

Hauptsächlich wurde aus diesem Grund das Dichlormethan für die weiteren Arbeiten mit dem weniger flüchtigen Toluol ausgetauscht. Nach dem vorgenommenen Lösungsmitteltausch wurde wegen der zu langsamen Abgabe des Lösemittels die lange Flüssigkeitsphase des Fulce problematisch: die Flüssigkeit schnürte sich ein, siehe Bild 4.14. Ca. 10% der Auftragslänge blieb im Spalt zurück. Daher wurden Tropfen von der Oberseite des Chips nach und nach aufgetragen. Der gelöste Stoff hat leicht den, im Spalt hängenden Film angelöst. Daher wird hier ein homogenes Aktormaterial angenommen, welche keine separate Schichten bildet. Durch mehrmaliges Auftragen wurde das Problem der geringen Aktorlänge und Dicke wegen Einschnürung behoben.

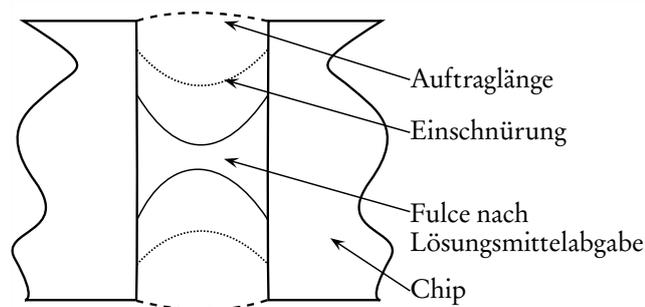


Bild 4.14: Einschnürung der Fulce-Lösung

#### 4.4.7 Magnetische Ausrichtung des Fulce

Für die magnetische Ausrichtung des Fulce im Chip wurde für die Experimente ein Magnetkreis mit Permanentmagneten eingesetzt. Da die Chips vereinzelt eingesetzt werden, ist die Notwendigkeit einer großflächigen homogenen Flussdichte nicht gegeben, das nötige homogene, starke Magnetfeld kann mit Permanentmagneten erreicht werden.

### Permanentmagnet

Der Magnetkreis mit Permanentmagneten wurde selbst entworfen, mit dem Programm Ansoft (Ansys) Maxwell [Ans12] durch eine Simulation überprüft, in der mechanischen Werkstatt der TU Ilmenau hergestellt, montiert und anschließend ausgemessen. Die Prinzipskizze des Magnetkreises ist im Bild 4.15a dargestellt. Simuliert wurde der Magnetkreis bestehend aus dem Eisenkreis mit verstellbarem Magnetabstand, Flussleitelementen und Magneten aus Seltenerdmetallen.

### Kennlinie des Permanentmagnetkreises

Bild 4.15b zeigt den Magnetkreis, Bild 4.16 die gemessenen Werte des Magnetfeldes.<sup>4.12</sup> Es wurde die magnetische Flussdichte  $\vec{B}$  in Tesla bei variiertem Abstand  $d$  der Flussleitelemente (Magnete) in  $mm$  erfasst. Die gemessene Kennlinie des Magnetkreises zeigt, dass bei einem Arbeitsabstand von  $2\ mm$  eine magnetische Flussdichte von  $2,35\ T$  vorhanden ist, und bei  $6\ mm$  auch noch Werte über  $1,1\ T$  gemessen wurden. Damit ist die technische Grundlage der Ausrichtung der flüssigkristallinen Elastomers geschaffen. Bis zu einem Chipabmass von  $5\ mm$  ist die magnetische Flussdichte ausreichend, um die Mesogene auszurichten.

### Parameter der magnetischen Ausrichtung

Die Parameter für die Ausrichtung des Elastomers sind:

- magnetische Flussdichte: ca.  $1,5\ T$ ,
- Verweilzeit im Magnetfeld: 72 Stunden,
- die Ausrichtung erfolgte bei Raumtemperatur im Labor.

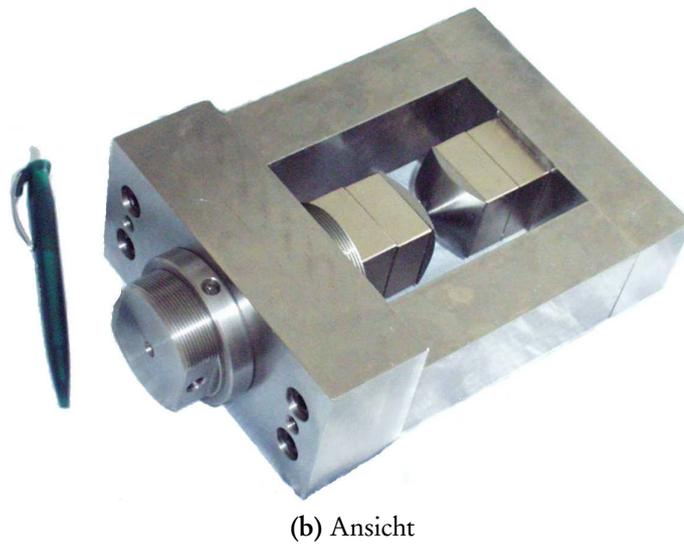
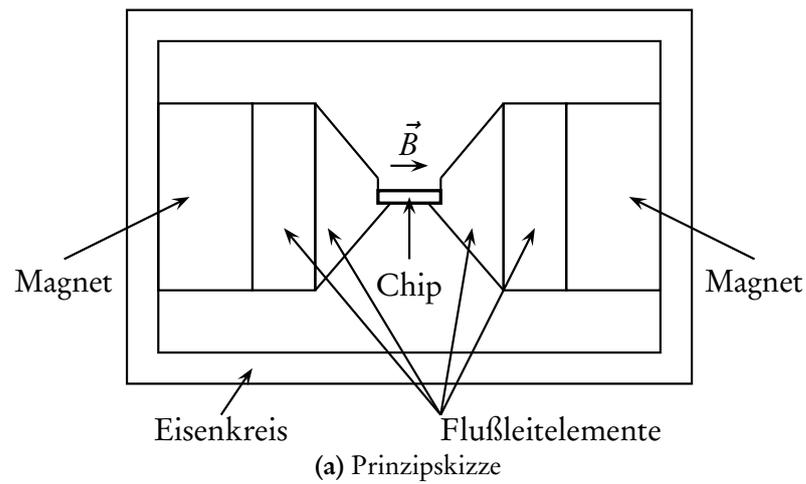
#### 4.4.8 Vernetzung mittels UV-Strahlung

Um bei der Vernetzung auftretende thermische Einflüsse durch den raschen Ablauf der Vernetzung zu eliminieren, wurde für den neuen Ablauf-

---

<sup>4.12</sup>Messgerät: Lake Shore 421 Gaussmeter, Messbereich bis  $6,5\ T$

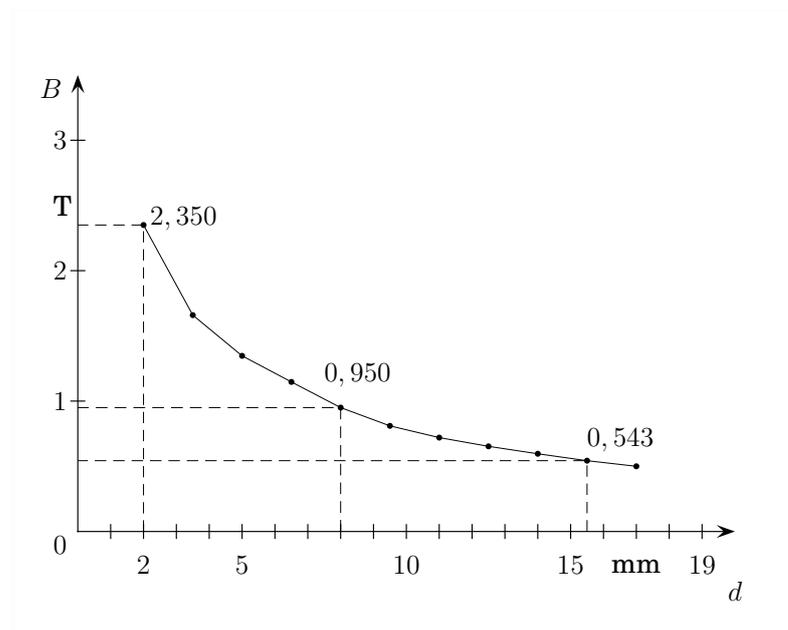
4 Integration des Aktorwerkstoffes Fulce in die Mikromechanik – Planung,  
Herstellung



**Bild 4.15:** Magnetkreis mit Permanentmagneten

plan eine UV-Belichtungseinheit, eine Dymax Schwanenhalsleuchte verwendet: sie bestrahlt die Probe auf einer Fläche von  $5\text{ mm}$  Durchmesser über  $3000 \frac{\text{mW}}{\text{cm}^2}$ . Die Proben wurden  $10\text{ s}$  Vernetzungszeit ausgesetzt.

4 Integration des Aktorwerkstoffes Fulce in die Mikromechanik – Planung,  
Herstellung



**Bild 4.16:** Kennlinie des Magnetkreises mit Permanentmagneten

## 5 Untersuchung der Chips und Ergebnisse

### 5.1 Untersuchungen von Chips auf Waferenebene

Um auch die Messverfahren zu evaluieren, wurden Proben, die bei der Integration auf Waferenebene entstanden waren, überprüft. Sie wurden

- mit optischer Polarisationsmikroskopie,
- mittels Röntgendiffraktometrie, sowie
- durchs thermoelastische Experiment auf der Heizplatte untersucht.

#### 5.1.1 Polarisationsmikroskopie

Wie bereits im Abschnitt 3.4.1 diskutiert, kann die Ausrichtung des Fulce mittels Polarisationsmikroskopie ermittelt werden. Bei 90° gekreuzter Analysator- und Polarisatorstellung wird bei Drehung des Fulce eine homogene Helligkeitsänderung im Blickfeld erwartet.

Einige Chips, die nach dem modifizierten Ablaufplan mit Opferschicht stammen (siehe S. 68), wurden von Sánchez-Ferrer, Albert-Ludwigs-Universität Freiburg mit einem optischen Polarisationsmikroskop untersucht [SF06b]. Die Aufnahmen der Bildreihe 5.1 zeigen beispielhaft eine Probe unter verschiedenen Drehwinkeln. Es ist keine homogene Helligkeitsänderung, Verdunkelung der Probenoberfläche zu beobachten. Im Fulce-Elastomer sind kleine Blasen und Fehler der Oberfläche zu entnehmen. Wegen den Fehlerstellen und inhomogener optischer Eigenschaft des Fulce bei den etwa  $25 \text{ mm}^2$  großen Proben ist die Ausrichtung nicht gegeben, wodurch die Funktionsfähigkeit ebenfalls in Frage gestellt wird.

## 5 Untersuchung der Chips und Ergebnisse

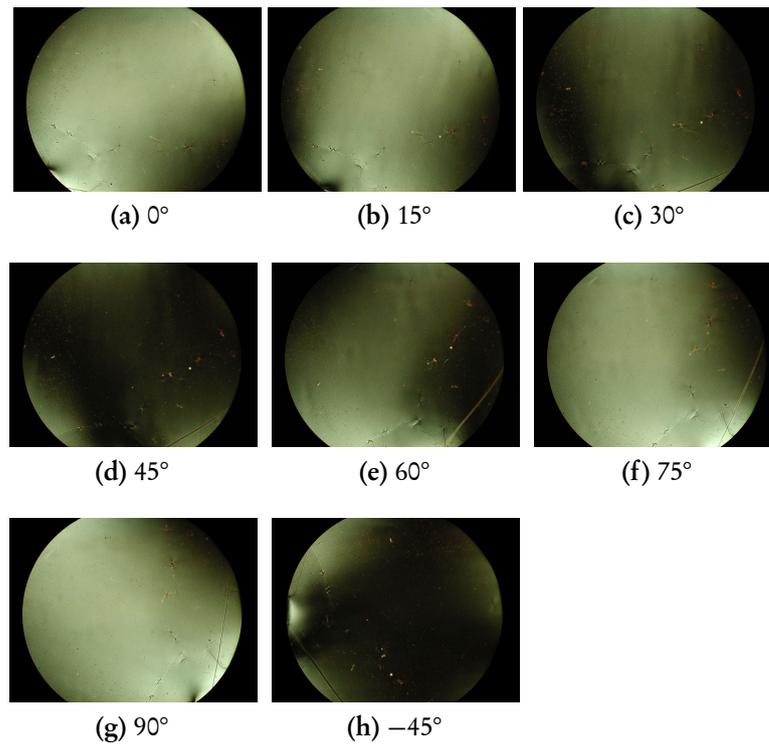


Bild 5.1: Optische Polarisationsmikroskopie an Fulce (SCP02-2)

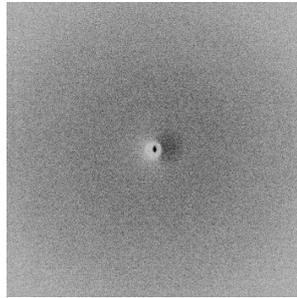
### 5.1.2 Röntgenmessungen

Stichprobenartig ausgesuchte Handlingsmuster wurden mittels Röntgendiffraktometrie mit dem Laue-Bragg-Verfahren (vgl. Abschnitt 3.4.2) untersucht [SF05a]. Primärziel der Messung ist die Feststellung der Eignung der Anlage, wobei die Probendicke als kritischer Faktor für den Messerfolg betrachtet ist, da durch die Neuartigkeit der Aufgabe keine Erfahrungswerte für die Materialkombination (monokristallines Silizium und Fulce) vorlagen.

Erwartetes Ergebnis der ausgerichteten nematischen Phase ist ein wie im Abschnitt 3.4.2 dargestelltes Beugungsmuster. Wie im Bild 5.2 dargestellt, ist der Auftreffpunkt der Röntgenstrahlung deutlich zu entnehmen, andere Beugungsmuster, die auf einen isotropen Zustand als Ring oder auf den nematischen Zustand als sichelförmige Muster charakteristisch sind, sind nicht vorhanden. Ursache für dieses Ergebnis ist die geringe Dicke der Proben.

## 5 Untersuchung der Chips und Ergebnisse

Dadurch wurden keine hinreichend große Beugungsmuster erzeugt und konnten keine auswertbare Messergebnisse gewonnen werden.



**Bild 5.2:** Röntgenmessung an Fulce (SCP02-2), Laue-Bragg-Verfahren, mit schwacher Streuung [SF05a]

Gleichzeitig wurden weitere Proben an der TU Ilmenau im Röntgenanalytiklabor des ZMN an einem „Siemens D5000 X-Ray diffractometer“ untersucht. Mit der verwendeten Kupferquelle wird eine Emissionsstrahlung mit der Wellenlänge  $0,154\text{ nm}$  erzeugt. Ziel der Untersuchungen war die Anwendbarkeit der XRD-Anlage für die dünnen und kleinflächigen Proben zu evaluieren und auf den Ausrichtungszustand zu schließen. Die Proben wurden mit Hilfe des Bragg-Brentano-Verfahrens und des nicht fokussierenden „streifenden Einfall“ Verfahrens gemessen [AXS01]. Die Messergebnisse und die Diskussion der Ergebnisse ist im Anhang C aufgeführt. Die verwendete Konfiguration der Anlage konnte nicht zur Bestimmung des Ausrichtungszustandes der Mesogene verwendet werden, was z. T. durch die Anlage als auch durch die geringe Schichtdicke der Proben begründet ist.

### 5.1.3 Thermoelastisches Experiment – Wafer-Ebene

Zufällig ausgewählte Proben (SCP02-2, SCP02-3, SCP02-5) aus den Experimenten auf Wafer-Ebene mit Opferschicht wurden einzeln auf die mikrotechnische Heizplatte gelegt. Die Platte wurde über die nematisch-isotrope Schalttemperatur von Fulce, auf  $70^{\circ}\text{C}$  erhitzt. Dann wurde die Heizung ausgeschaltet und die natürliche Abkühlung mittels Digitalkamera als Bildse-

quenz festgehalten. Erwartet wurde bei der Abkühlung eine Verlängerung des Aktors. Es konnte keine Bewegung bei den Proben detektiert werden.<sup>5.1</sup>

## 5.2 Untersuchung mittels optischer Polarisationsmikroskopie

Die Messungen der Polarisation werden mit einem Polarisationsmikroskop<sup>5.2</sup> durchgeführt und mit einer, dem Mikroskoptubus angepasster Kamera<sup>5.3</sup> festgehalten. Im Tubus wird zwischen Kamera-Modus und visuelle Beobachtung umgeschaltet. Bei dieser Mikroskopie mit Durchlichtverfahren steht keine Heizung zur Verfügung, die Untersuchung erfolgt bei Raumtemperatur. Die Lichtquelle ist eine Mikroskoplampe, die von unten das durchschimmernde Fulce beleuchtet, unter der Probe ist noch der Polarisator angebracht. Im Revolverkopf des Mikroskops sind die Objektive für unterschiedliche Vergrößerungen sowie der Analysator angebracht.

Wie im Abschnitt 3.4.1 beschrieben wurde, wird bei der optischen Polarisationsmikroskopie (POM) bei 90 °gekreuztem Analysator und Polarisator bei ausgerichtetem Fulce-Elastomer eine homogene Verdunkelung des Blickfeldes (mit Kontraständerung des Fulce) erwartet, wenn das Elastomer auf dem Objektisch gedreht wird.

Bei Chips, die aus der Integration auf Wafer-Ebene stammen, wurde die Polarisationsmikroskopie durchgeführt und es wurden viele Oberflächenfehler und eine inhomogene Verdunkelung des Blickfeldes bei den etwa 25 mm<sup>2</sup> großen Proben festgestellt (s. S. 86, Abschnitt 5.1.1).

Es wurden aus dem Pool von über 150 Chips nach Prüfung unter dem Mikroskop 50 Chips zufällig ausgesucht und präpariert. Nach erneuter Sichtprüfung wurden zufällig Proben für Polarisationsmikroskopie und für thermoelastische Experimente verwendet.

---

<sup>5.1</sup>Auf die Aufführung der Ergebnisse wird deswegen verzichtet.

<sup>5.2</sup>Nikon Polarisationsmikroskop SN: 271274

<sup>5.3</sup>Nikon Coolpix 5000

## 5 Untersuchung der Chips und Ergebnisse

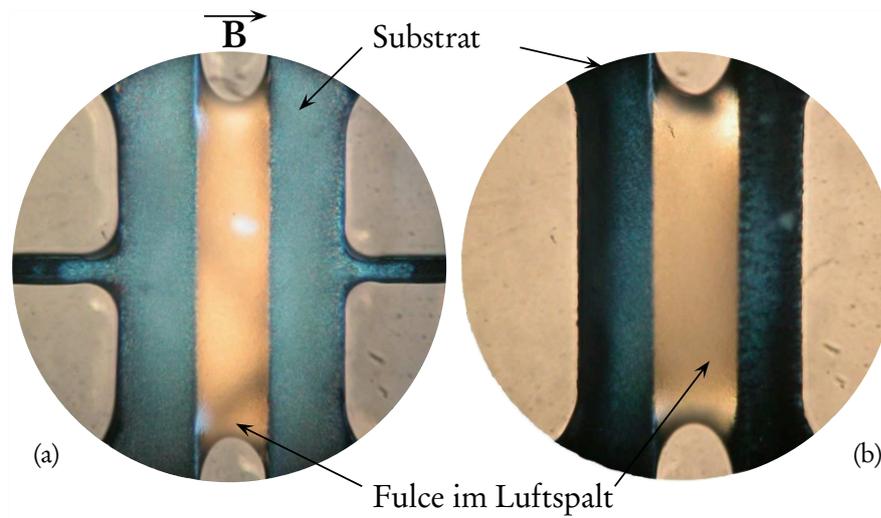
Im Vergleich dazu lieferten die  $7,5\text{ mm}^2$  großen Proben der Device-Ebenen-Integration jeweils ein homogenes Bild, obwohl die Oberflächen uneben und im Vergleich zu den vorherigen Untersuchungen klein sind.

Ein Vergleich der Mikroskopaufnahmen einer ausgerichtet vernetzten Probe in Bild 5.3 (a) und einer unausgerichtet vernetzten Probe in Bild 5.3 (b) bei gekreuztem Polarisator und Analysator bei  $0^\circ$ -Probenstellung – größte Intensität der ausgerichteten Probe – zeigt deutliche Unterschiede auf dem Substrat. Vor allem die Bereiche, die von unten durch die Siliziumstruktur verdeckt sind, weisen andere Helligkeiten auf. Streulicht aus der Umgebung als Fehlerquelle kann aufgrund mehrerer Messreihen – mit mehreren Proben – mit gleichem Ergebnis ausgeschlossen werden. Die Proben wurden vom Umgebungslicht abgeschottet. Eine mögliche Erklärung könnte es sein, dass die Ausrichtung der Mesogene optische Effekte im Werkstoff verursacht: Die ausgeprägte Lichtstreuung im ausgerichteten Fulce ist eine mögliche Erklärung für das Phänomen, welche den Unterschied plausibel darstellt.

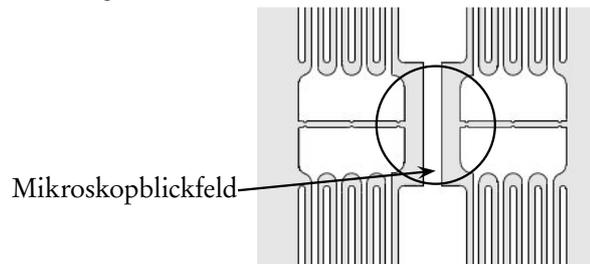
Die Bildreihe 5.5a-5.5d zeigt exemplarisch eine ausgerichtete Probe im Polarisationsmikroskop. Im Blickfeld ist nur eine dunklere Inhomogenität sichtbar, die Probe erscheint homogener, als die im Abschnitt 5.1.1 dargestellte. Ein Vergleich der Mikroskopaufnahmen dieses Versuches zeigt, dass – dem theoretischen Ergebnis entsprechend – bei den verschiedenen eingestellten Winkeln das Blickfeld homogen verdunkelt wird. Die Probe wurde von unten beleuchtet. Durch die homogene Verdunkelung gelang auch weniger Streulicht an die Probe, weswegen das gesamte Blickfeld verdunkelt wird. Diese Aufnahmen beweisen mit optischen Mitteln eine erfolgreiche Ausrichtung des Fulce-Elastomers und somit eine erfolgreiche Integration eines neuartigen Aktorwerkstoffes in die Mikrotechnik.

### 5.3 Thermoelastische Experimente – Device-Ebene

Ein Beweis der erfolgreichen Integration von Fulce in ein Chip wurde mittels optischer Polarisationsmikroskopie erbracht, da eine homogene Ausrichtung des Elastomers nachgewiesen wurde. Mittels thermoelastische Experi-



**Bild 5.3:** Optische Polarisationsmikroskopie (POM), ausgerichtete noch versteifte (a) und unausgerichtete (b) Proben



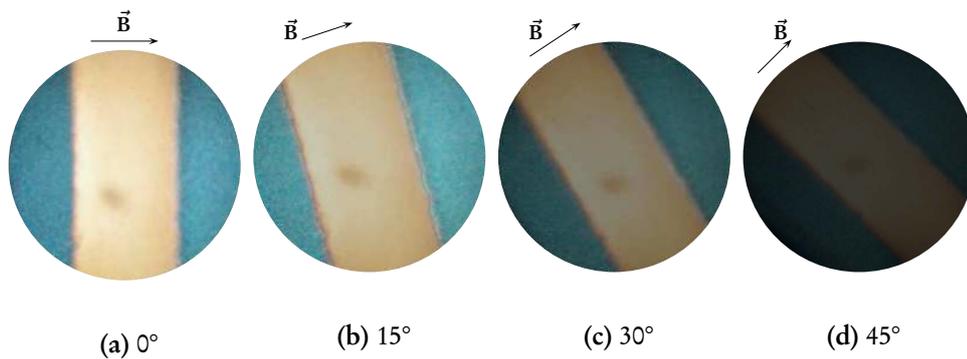
**Bild 5.4:** Orientierungshilfe für Bild 5.3

mente als Funktionstest wird die Auslenkung des Aktormaterials untersucht und der Beweis der erfolgreichen Integration mit einer unterschiedlichen Methode erbracht.

### 5.3.1 Ablauf der thermoelastischen Experimente

Die ausgesuchten Chips (wie z. B. Bild 5.6) wurden einzeln auf die mikro-technische Heizplatte gelegt. Wird die Heizung eingeschaltet und die Platte über der Übergangstemperatur  $T_{ni}$  aufgeheizt, zieht sich das ausgerichtet vernetzte Fulce-Elastomer in den isotropen Zustand aktiv zusammen. Beim Ausschalten der Heizung wird die natürliche Abkühlung beobachtet, die

## 5 Untersuchung der Chips und Ergebnisse

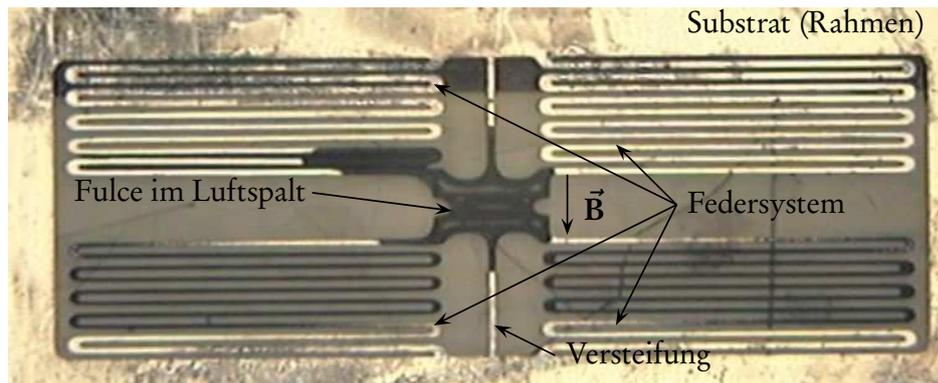


**Bild 5.5:** Optische Polarisationsmikroskopie, Messreihe mit ausgerichtet vernetztem Fulce-Elastomer

mit der Verlängerung des Elastomers und mit dem Wechsel in die nematische Phase einhergeht. Ziel der thermomechanischen Experimente ist die Beobachtung und Messung dieser Phasenwandlung, der Aktoreigenschaft des Fulce, integriert in ein Siliziumchip.

Fulce wurde mittels Mikroskop und Kamera beobachtet. Das Mikroskopbild beschränkt sich auf den Spalt mit Fulce, da die Vergrößerung so hoch eingestellt wurde, bis die Bewegung der Struktur auswertbar wurde. Es sind keine festen geometrischen Referenzmaße – nicht elastisch verformbare Teile – im Blickfeld. Dies ist der Grund für die Angabe der Längeneinheit als Maßstab. In einem Zeitraster von einer Sekunde wird die Abkühlung fotografiert.

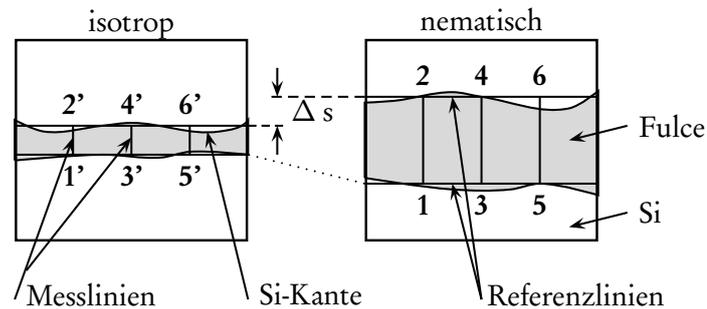
Die Temperaturabhängigkeit des Fulce ist mit dem Messaufbau nicht zu erfassen, da die genauen Temperaturen bei dieser Anordnung nicht bestimmbar sind. Die Temperatur wird auf der Rückseite der mikrotechnischen Heizplatte mit einem Pt-100 Thermowiderstand gemessen. Der Chip liegt am Siliziumrand auf der Oberseite der Heizplatte auf, die beweglichen Strukturen sind von der Rückseite angeätzt, damit sie nicht direkt aufliegen. Daraus folgt eine Konvektionsschicht aus Luft zwischen der Heizplatte und Fulce. Durch die Annahme der guten thermischen Leitfähigkeit von Silizium wird die Temperatur von Fulce mit dem Messwert von der Heizplatte gleichgesetzt.



**Bild 5.6:** Siliziumstruktur mit Fulce und nicht entfernter Versteifung im Mikroskopblickfeld, vgl. Bild 4.12

### 5.3.2 Bildauswertung

Die sehr übertrieben gezeichnete Prinzipskizze zur Bildauswertung ist im Bild 5.7 auf Seite 93 dargestellt. Die Welligkeit der Siliziumkante kann auf die Ungenauigkeit der Lithographie der Folienmaske zurückgeführt werden. Ausgewählt wurden zur Bildauswertung Aufnahmen vom isotropen und



**Bild 5.7:** Prinzipbild der Längenerfassung für Fulce

nematischen Zustand: Bilder, die bei 68-70 °C bzw. bei Raumtemperatur gemacht wurden. Die Kanten der Si-Chips an der Fügestelle mit Fulce wurden als Referenzlinie genommen und in AutoCad nachgezogen: Die Referenzlinie weicht höchstens 2 Bildpunkte von der Si-Kante ab. Randbereiche mit höherer Abweichung der Kante zur Referenzlinie wurden nicht berücksichtigt und wurden nicht zur Ermittlung des Messergebnisses herangezogen.

## 5 Untersuchung der Chips und Ergebnisse

Die nachgezogene Referenzlinie wurde entlang der Länge in vier gleiche Teile aufgeteilt. Die Teilungspunkte ergeben die Referenzpunkte in jedem Bild. Die Wirkung der Relativbewegung (also der Abstand) der Punkte 1-2 zu 1'-2' bis 5-6 zu 5'-6' wurde gemessen. Die jeweils drei Längen – 1-2, 3-4 und 5-6 für die Zimmertemperatur sowie 1'-2' bis 5'-6' für den aufgeheizten Zustand – wurden je Zustand gemittelt. Die so erhaltenen Durchschnittslängen werden für die Proben in Zimmertemperatur  $\bar{\lambda}$  und im aufgeheizten Zustand  $\bar{\lambda}'$  genannt. Die Genauigkeit der Längenangaben ist durch die Pixelauflösung des Bildes sowie die Messgenauigkeit des Programmes AutoCad bestimmt. Die Bilder wurden bis an die Grenze der Blindauflösung vergrößert und die Ablesegenauigkeit des AutoCad wurde auf die maßgebenden vier Nachkommastellen beschränkt.

Die relative Längenänderung  $\epsilon$  wird nach Gleichung 5.1 auf Seite 94 berechnet. Wegen der Vergleichbarkeit der Messwerte werden relative Änderungen berechnet, normiert wird auf Raumtemperatur.

$$\epsilon = \frac{\bar{\lambda} - \bar{\lambda}'}{\bar{\lambda}} \cdot 100 = \frac{\Delta s}{\lambda} \cdot 100 \quad (5.1)$$

### 5.3.3 Unausgerichtete Referenzprobe

Die Überschlagsrechnung für die thermische Wärmeausdehnung des Siliziumchips ist im Anhang B aufgeführt. Es wurden nicht funktionsfähige, unausgerichtet vernetzte Referenzproben hergestellt und wie im Abschnitt 5.3.2 beschrieben ausgewertet. In diesem Fall kann die Bezeichnung nematisch nur für den Zustand einzelner Mesogene, nicht aber für die ganze Probe bei Raumtemperatur verwendet werden. Erwartungsgemäß war der Spalt bei Zimmertemperatur kleiner, als bei 68-70 °C, eine thermisch bedingte Bewegung des Federsystems mit Elastomerfilm von rund  $\epsilon = |5| \%$  wurde gemessen, s. Tabelle 5.1 auf S. 95 zu den Messwerten. D. h. bei 68 °C ist der Spalt größer, als bei Raumtemperatur.

## 5 Untersuchung der Chips und Ergebnisse

Auf die Darstellung der Messbilder wurde verzichtet, da die geringe Änderungen zahlenmäßig gut erfassbar aber in der Darstellung in Druckgröße nicht aussagekräftig sind.

unausgerichtete Probe			
	68 °C		25 °C
1'-2'	49,9952	1-2	46,8706
3'-4'	48,9020	3-4	46,9009
5'-6'	48,8088	5-6	46,9312
$\overline{\lambda'_{na}}$	49,2353	$\overline{\lambda_{na}}$	46,9009
$\epsilon_{na} = -4,97\%$			

**Tabelle 5.1:** Längen einer unausgerichteten Referenzprobe in Längeneinheit

### 5.3.4 Proben mit ausgerichtetem Fulce aus Dichlormethanlösung

Bei den ersten Versuchsserien mit Chips von der Device-Ebene wurde Fulce mit dem Lösungsmittel Dichlormethan (DCM) verwendet. Aus dem Demonstratorpool wurden (wie bereits beschrieben) zufällig ausgewählte Chips (2 Stück 8-Feder, ohne Versteifung, 2 Stück 11-Feder mit Versteifung und ein 10-Feder ohne Versteifung) im thermomechanischen Experiment vermessen.

Die Auswertung erfolgte wie im Abschnitt 5.3.2 beschrieben. Ein Ergebnis ist beispielhaft in Tabelle 5.2 aufgeführt. Die Bewegung der ausgerichtet vernetzten Probe aus Dichlormethanlösung ist nach Gleichung 5.1 mit eingesetzten Werten:  $\epsilon \approx 0,4\%$ .

Der Abstand des beweglichen Siliziumteils ist bei 68 °C wegen des Fulce-Aktors in der isotropen Phase 0,4% kürzer, als bei Raumtemperatur in der nematischen Phase. Diese Verkürzung auf Wärmeeintrag ist die Wirkung des Aktors, eine aktive Kontraktion.

## 5 Untersuchung der Chips und Ergebnisse

ausgerichtete Probe aus DCM			
68 °C		25 °C	
1'-2'	49,3081	1-2	49,5155
3'-4'	49,3078	3-4	49,4853
5'-6'	49,3071	5-6	49,4551
$\overline{\lambda}'_a$	49,3077	$\overline{\lambda}_a$	49,4853
$\epsilon_{DCM} = 0,36\%$			

**Tabelle 5.2:** Längen des ausgerichteten Fulce-Elastomers aus Dichlormethanolösung in Längeneinheit

### 5.3.5 Proben mit ausgerichtetem Fulce aus Toluollösung

Wie im Abschnitt 4.4.6 diskutiert, wurde wegen Dosierungs- und Handhabungsproblemen das Lösungsmittel Dichlormethan mit dem weniger flüchtigen und mehr viskosen Toluol fachgerecht ausgetauscht. Es wurden weitere 50 Chips zufällig ausgewählt und ein Demonstratorpool erstellt. Nach anschließender Ausrichtung und Vernetzung zum Elastomer wurden die Proben (erneut Größenordnung 5 Stück) ausgewertet. Die gemessenen Relativlängen sind in Tabelle 5.3 zusammengefasst. Die Messwerte sind nacheinander durchgeführte Messungen einer ausgerichteten, unversteiften 9-Balken-Probe. Die relative Längenänderung wurde nach Gl. 5.1 mit den Werten aus Tabelle 5.3 erfasst.

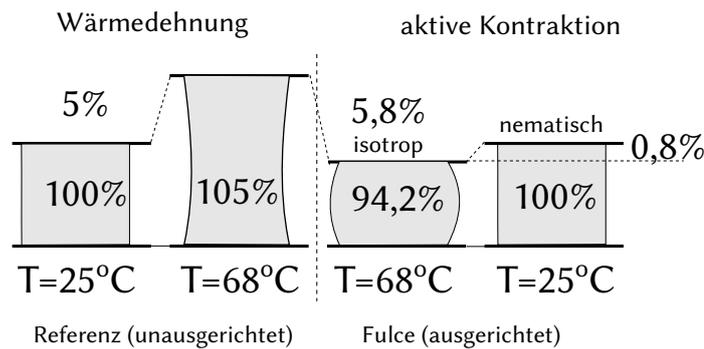
Bei den Messungen sind 0,6 bis 0,8 % Relativbewegung des aktiv kontrahierenden und sich mit der Abkühlung „entspannenden“ Aktorwerkstoffes detektiert worden. Der wiederholte Materialauftrag bei dieser Probe aus Toluollösung führte zu einem erhöhten Aktorvolumen. Das verstärkte Aktoreffekt ist bei gleichbleibenden anderen Bedingungen eine Folge der Erhöhung des Aktorvolumens. Proben gleicher Bauart ergaben Messergebnisse im Durchschnitt 0,65%.

## 5 Untersuchung der Chips und Ergebnisse

1. Messung				2. Messung			
70 °C		30 °C		70 °C		30 °C	
1'-2'	80,8677	1-2	81,7048	1'-2'	80,6342	1-2	81,1366
3'-4'	80,6373	3-4	81,3419	3'-4'	80,3237	3-4	80,6923
5'-6'	81,0658	5-6	80,9666	5'-6'	80,1184	5-6	81,1949
$\overline{\lambda'}_{70}$	80,8736	$\overline{\lambda}_{30}$	81,3378	$\overline{\lambda'}_{70}$	80,3588	$\overline{\lambda}_{30}$	81,0079
$\epsilon = 0,6\%$				$\epsilon = 0,8\%$			

**Tabelle 5.3:** Wiederholte Messergebnisse einer Probe aus Toluollösung in Längeneinheit

Bild 5.8 gibt einen graphischen Überblick der gemessenen Ergebnisse. Es ist festzustellen, dass der thermomechanische Aktor eine reversible aktive Kontraktion über der Wärmedehnung hinaus leistet.



**Bild 5.8:** Messergebnisse als Übersichtsbild

### 5.4 Berechnung der volumenbezogenen aktiven Kontraktion

Um die Vergleichbarkeit unterschiedlicher aktiver Polymere (mit bis zu drei Größenordnungen geometrischen Unterschieden) zu gewährleisten wird die

## 5 Untersuchung der Chips und Ergebnisse

volumenbezogene aktive Kontraktion  $l_v$  eingeführt. Bei kautschukelastischen Werkstoffen ist neben der Massekonstanz eine Volumenkonstanz anzunehmen, welche als Hilfsgröße in einigen Fällen bekannt ist. Sie wird gemäß Gl. 5.2 berechnet:

$$l_v = \frac{k}{V_a} \quad \text{bzw.} \quad \frac{\epsilon}{V_a} \quad (5.2)$$

Die verwendeten Größen sind das Aktorvolumen  $V_a$  bzw.  $k$  das Dehnungsfaktor vom isotropen in die nematische Phase, sowie die relative Längenänderung  $\epsilon$ .

Die in der Literatur [WF01, DWF00, TT01, RTIK<sup>+</sup>01, FNPW01, CTT02, HTT02] verwendeten Elastomerproben sind makroskopisch hergestellte Elastomer. Diese Arbeit verwendet mikrotechnisch integriertes und ausgerichtetes Material, welche im Ausrichtungsgrad und daher in der Aktoreigenschaft vom makroskopischen Elastomer unterscheiden kann. Fischl verwendet ebenfalls makroskopisch hergestellte Aktoren mit einem Volumen von  $0,3 \text{ mm} \cdot 5 \text{ mm} \cdot 20 \text{ mm} \equiv 30 \text{ mm}^3$  und erreicht 140% aktive Kontraktion [Fis09]. In dieser Arbeit ist das Aktorvolumen höchstens  $0,15 \text{ mm} \cdot 1 \text{ mm} \cdot 0,2 \text{ mm} \equiv 0,03 \text{ mm}^3$ , die Längenänderung beträgt höchstens 0,8%. Die mit der Wärmedehnung unausgerichteter Elastomere korrigierte Längenänderung beträgt höchstens 5,77%, siehe dazu Anhang B auf Seite 106.

Tabelle 5.4 vergleicht die Volumina der Aktoren und gibt die volumenbezogene aktive Kontraktion an. Aus der verfügbaren Literatur sind keine Elastomermaße bekannt, sodaß in der Tabelle keine weitere volumenbezogenen Werte aufgeführt werden können. Dementsprechend ist das spezifische Performance des mikrotechnisch integrierten Aktormaterials Größenordnungen besser, als vom hybridem Werkstoff.

aktive Kontraktion	Aktorvolumen $V_a$	volumenbez. Kontraktion $l_v$	Literatur
140%	$30 \text{ mm}^3$	$4,6 \frac{\%}{\text{mm}^3}$	Tab. 3.1, S. 35
0,8%	$0,03 \text{ mm}^3$	$26,6 \frac{\%}{\text{mm}^3}$	diese Arbeit

**Tabelle 5.4:** Volumenbezogene aktive Kontraktion thermomechanischer Aktoren gleichen Typs

## 5.5 Zusammenfassung und Diskussion der Messergebnisse

Mittels optischer Polarisationsmikroskopie wurde eine qualitative Übereinstimmung der Messergebnissen mit den aus der Literatur bekannten Messergebnissen, s. dazu Tabelle 3.1 auf Seite 35 festgestellt. Daraus folgt, dass es gelungen ist, ein ausgerichtet vernetztes Fulce-Elastomer herzustellen.

Durch thermoelastische Experimente wurden über die Wärmedehnung hinaus aktive relative Längenänderung (Kontraktion) detektiert. Somit wurde das Ergebnis der optischen Polarisationsmessung durch die Bewegungsdetektion bestätigt. Da aber die quantitative Messergebnisse nicht in der Größenordnung der Erwartungswerte liegen, muss auf folgende Restriktionen hingewiesen werden:

- Beim Entwurf der Siliziumchips wurden größere Aktorkräfte sowie höhere Auslenkungen angenommen, welche Werte aus der Literatur entnommen wurden. Da die angenommenen Werte Größenordnungen höher liegen, als die Effekte der Wärmedehnung, wurden sie beim Entwurf nicht betrachtet.
- Die Effekte der Wärmedehnung des Siliziumchips mit dem nicht aktiven Material sind erfassbar. Die aktive Kontraktion und die Wärmedehnung sind beim aktiven Material im Experiment nicht getrennt messbar. Dementsprechend wurde die aktive Kontraktion des Materials über der Wärmedehnung hinaus detektiert.

## 5 Untersuchung der Chips und Ergebnisse

- In den Publikationen (bspw. [KF91]) wurden nicht monolithisch ausgerichtetes aktives Material verwendet. Durch die mechanische Dehnung wird ein höherer Ordnungszustand erreicht, als mittels magnetischer Ausrichtung [Fin04]. Die Molekülketten stehen ebenfalls in Richtung der wirkenden Kraft bei der mechanischen Dehnung. Demnach liegt der Ordnungsgrad magnetisch ausgerichteter Proben kleiner, als bei Elastomer mit mechanischer Ausrichtung. Dies führt zwangsmäßig zu einer Verminderung der aktiven Kontraktion.
- die volumenbezogene Kontraktion beträgt  $26,6 \frac{\%}{mm^3}$ . Fischl führt in seiner Arbeit  $4,6 \frac{\%}{mm^3}$  auf, s. dazu Abschnitt 5.4. Dementsprechend ist der Weg der mikrotechnischen Anwendungen vielversprechend. Mit dieser Arbeit ist die prinzipielle Tauglichkeit des Materials als Aktor in der Mikrotechnik bestätigt.

## 6 Zusammenfassung und Ausblick

Für die Bewegungserzeugung in den Mikrosystemen sind Mikroaktoren nötig. Beim Einsatz neuartiger Aktorwerkstoffe muß deren Anwendbarkeit überprüft und bewiesen werden. Die funktionellen flüssigkristallinen Elastomere (Fulce) sind potentielle Aktorwerkstoffe, dessen Aktoreigenschaften sehr große relative Längenänderung bei geringer Aktorkraft ermöglichen. Diese beiden Aktoreigenschaften schränken die Anwendung des Aktors im makroskopischen Maßstab ein. Mit der Miniaturisierung der beweglichen Teile sinkt der Bedarf an Aktorkraft erheblich, in Mikrosystemen ist der Einsatz eines neuen Aktors vorteilhaft.

In dieser Arbeit wurde basierend auf die Literaturangaben eine nicht-hybride Integration des Fulce-Aktors erarbeitet. In den ersten Versuchen (Integration von Fulce auf Waferebene) wurden die Kompatibilität des Aktorwerkstoffes mit den Technologien der Siliziumbearbeitung untersucht sowie die zur Verfügung stehenden Messinstrumente auf die Eignung der Messung der Ausrichtung bzw. der Bewegung untersucht.

Es wurde die monolithische Integration von Fulce in die Mikrotechnik an einem Demonstrator angestrebt. Technologische Inkompatibilitäten der Mikrotechnik und der Anwendung des Aktorwerkstoffes wurden umgangen und es wurden Demonstratoren mit integriertem Aktor hergestellt. Durch die zu beherrschenden Technologieschritte Ausrichtung der funktionellen Mesogene sowie Vernetzung zum Elastomer wurden die Aktoreigenschaften hervorgerufen. Die Aktoreigenschaft wurde mit Funktionstests nachgewiesen, eine Relativbewegung von vier bis acht Promille wurde detektiert und die homogene Ausrichtung des Elastomers wurde mittels optischer Polarisationsmikroskopie nachgewiesen.

## 6 Zusammenfassung und Ausblick

Als Steuer- bzw. Eingangsgröße für den Aktor kann eine thermische Größe wie Wärmemenge stehen, die durch die Temperatur charakterisiert werden kann. Für die Wärmeübertragung kann in den Mikrostrukturen bspw. eine gerichtete Wärmestrahlung wie ein CO<sub>2</sub>-Laser (mit entsprechender Filterung zur Leistungsreduktion) die Konvektionsheizung der mikrotechnischen Heizplatte ersetzen. Eine andere Möglichkeit wäre die erzwungene Konvektion in einem Medium guter Wärmeleitfähigkeit (Fluid), wobei die Regelbarkeit geringer und die Reaktionszeit länger ausfallen kann, als bei der, durch Strahlung hervorgerufenen Bewegung des Aktors.

Somit entsteht mit Weiterführung der Integration in Mikro- bzw. Nanosysteme eine neue Aktorfamilie für stromlose Systeme mit direkten thermo- bzw. optomechanischer Wandlern, die eine zukunftsfähige Technologie anbieten. Diese neuartige Aktorfamilie bietet trotz Unausgereiftheit die Möglichkeit der direkten thermo- bzw. optomechanischen Wandlung für Nischenanwendungen, wo bestromte Aktoren nicht verwendet werden können. Die Grenzen der hybride integrierten Technologie liegen bei der Handhabung und Montage des fertiggestellten Elastomers. Mit der monolithischen Integration existiert diese untere Montagegrenze nicht. Trotzdem müssen einige technologische- und stoffliche Fragen bei Weiterführung der Arbeiten geklärt werden: Wie ändern sich die Eigenschaften des Aktors mit weiterer Reduzierung des Aktorvolumens? Wo sind die Grenzen des Handling im Bezug auf den Vorstoff, da Kleinstmengen von Flüssigkeit gezielt angebracht werden müssen.

Kann eine, auf die Anforderungen der Mikrotechnik abgestimmter, d. h. lithographiefähiger und ätzprozessresistenter Aktor entstehen? Wie kann eine Parallelisierung der Fertigung von Chips mit Fulce die gleichbleibenden chemischen Eigenschaften des Aktormaterials gewährleisten? Können die Standardtechnologien des Aufsprühen und selektives Entwickeln für einen modifizierten Aktor angewendet werden? Lässt sich der aufgetragene Aktorvorstoff sammeln und wiederverwerten? Kann das Aktormaterial biokompatibel und mit freier Mesogenauswahl synthetisiert und angewendet werden?

## *6 Zusammenfassung und Ausblick*

Die Grundsteine der hybriden bzw. monolithischen Integration von den funktionellen flüssigkristallinen Elastomeren als Aktor in der Mikrosystemtechnik sind gelegt. Die aufgeführten Fragen sollen in weiterführenden Arbeiten beantwortet werden.

## A Bestimmung der Temperaturverteilung der mikrotechnischen Heizplatte

Ziel: Messung der Temperaturverteilung auf dem Wafer und Prüfung des integrierten PT-100 Temperatursensors der Heizplatte. Der Einstellwert soll unter der nematisch-isotropen Phasenwandelungstemperatur des Elastomers liegen.

Verwendete Geräte:

- Heizplatte (Durchmesser: 4") mit PT-100 Widerstand zur Temperaturmessung
- Heizungsregler LDR HRP 100 mit Netzteil Aura I-143-BX-007,  $U_{aus} = 12\text{ V}$ ,  $I_{aus} = 1\text{ A}$ ,
- Infrarot-Thermometer Inspacto 900, Infrarot Meßtechnik GmbH, IHX 900-3 No: 1266.

Meßparameter des Infrarot-Thermometers:

- EMI: 30,
- mit Vorsatzlinse, ( $\varepsilon = 0,72 \cdot EMI$ )
- Messentfernung:  $100\text{ mm} \pm 5\text{ mm}$

Einstellwert der Temperatur ist  $40,0\text{ }^\circ\text{C}$ . Gemessen wurde an einem Referenzwafer mit Fenstern ohne Oxid.

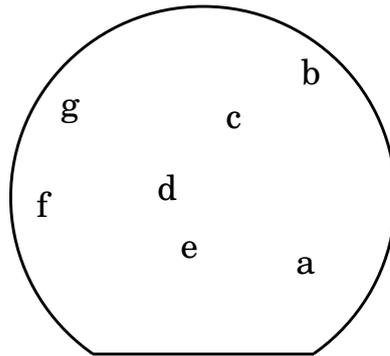
In der Tabelle A.1 sind die Ergebnisse der Messreihen angegeben. Die Reihen wurden 10 Minuten nacheinander erfasst. Die Messpunkte sind auf der blanken Si-Oberfläche. Die Messpunkte sind in Bild A.1 dargestellt.

Damit durch erzwungene Konvektion keine Verfälschungen des Messwertes zustande kommen, wurde beim Experiment keine Zwangslüftung im Labor verwendet.

## A Bestimmung der Temperaturverteilung der Heizplatte

Stelle/ Temp.	1. [°C]	2. [°C]	3. [°C]
a	41,0	41,6	39,7
b	41,5	41,3	40,4
c	41,8	43,0	44,3
d	43,6	44,6	44,5
e	40,1	43,4	40,7
f	37,6	38,9	38,7
g	40,5	40,4	40,6
$\Delta T$	6	5,7	5,8

**Tabelle A.1:** Temperaturverteilung auf dem Wafer



**Bild A.1:** Wafer mit Messpunkten

Auf dem Wafer kommt es zu  $\Delta T = T_{max} - T_{min}$  Temperaturunterschied. Die maximale Abweichung der Temperatur beträgt bei 40°C höchstens 6 °C. Diese Abweichung muss als Toleranzwert bei der Einstellung der Heizungstemperatur für die Herabsetzung der Viskosität in der nematischen Phase in Betracht gezogen werden. Hat das Elastomer ca. 64°C Phasenübergangstemperatur, darf die Heizplattentemperatur nicht über 58°C liegen.

## B Berechnung der Wärmedehnung des Siliziumchips

Die Wärmedehnung des Siliziumchips wird für den Temperaturbereich zwischen der nematischen und isotropen Phase des Fulce überschlägig ermittelt. Dazu werden die Maße wie in Bild B.1 dargestellt verwendet.

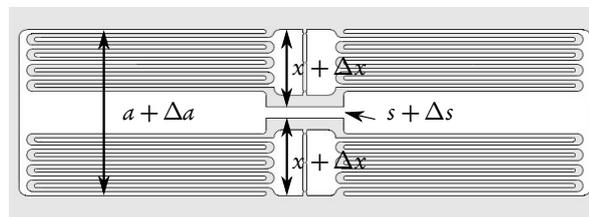


Bild B.1: Skizze zur Wärmedehnungsrechnung

- Temperaturdifferenz der Phasen:  $\Delta T = 68^\circ\text{C} - 25^\circ\text{C} = 43\text{K}$
- Rahmenlänge:  $a = 2,15\text{ mm}$
- In Richtung der Bewegung wirksame Gesamtlänge der Federstruktur:  
 $b = 1\text{ mm}$
- Linearer Wärmeausdehnungskoeffizient für Silizium [Fis05]:  $\alpha_{Si} = 7,5 * 10^{-6}/\text{K}$

Allgemein gilt für die lineare Wärmedehnung:

$$l = l_0 \cdot (1 + \alpha \cdot \Delta T) \text{ bzw.} \quad (\text{B.1})$$

$$\Delta l = \alpha \cdot l_0 \cdot \Delta T \quad (\text{B.2})$$

Gleichung B.2 wird eingesetzt:

$$\Delta s = \alpha_{Si} \cdot \Delta T \cdot (a - 2 \cdot x) = 4,838 \cdot 10^{-8} \text{ m}$$

## *B Berechnung der Wärmedehnung des Siliziumchips*

Somit ist die relative Änderung des Spalts  $s$

$$\frac{\Delta s}{s} = \frac{4,838 \cdot 10^{-8} \text{ m}}{0,15 \cdot 10^{-3} \text{ m}} = 0,03224\% \quad (\text{B.3})$$

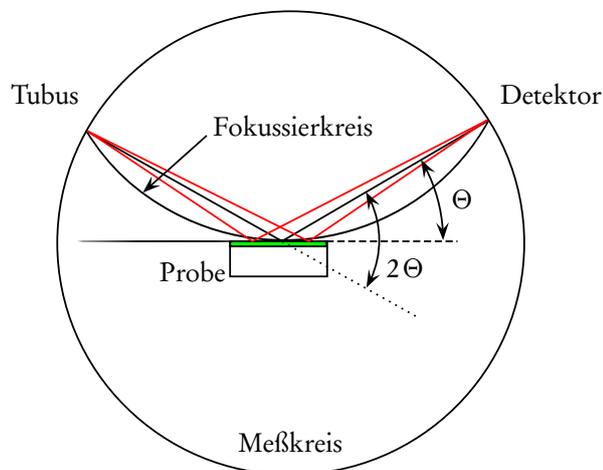
Dementsprechend ist der Einfluss der Wärmedehnung eine Größenordnung kleiner, als die gemessene Aktorauslenkung.

Da die Siliziumchips für die, aus der Literatur entnommenen Aktordehnung von bis zu 400% ausgelegt sind, wurde die Wärmedehnung bei der Planung nicht berücksichtigt.

## C Röntgendiffraktometrie von Fulce – Auswertung und Ausblick

Die allgemeine Beschreibung der Röntgendiffraktometrie ist im Abschnitt 3.4.2 auf Seite 43 aufgeführt. Hier werden die verwendeten Messverfahren dargestellt, danach werden die Messergebnisse diskutiert und Vorschläge für die weiteren Messungen präsentiert. Die Abstände der flüssigkristallinen Mesogene können mittels Röntgendiffraktometrie bestimmt werden. Diese Abstände geben einen Rückschluss über den Ordnungszustand des flüssigkristallinen Netzwerkes. In Kenntnis des Materials wird der Orientierungszustand des Elastomers ermittelt.

### C.1 Bragg-Brentano-Verfahren



**Bild C.1:** Messprinzip des Bragg-Brentano-Verfahrens [AXS01]

Wie im Bild C.1 dargestellt, wird Röntgenstrahlung auf die Probe fokussiert geleitet. Im jeweiligen Winkel wird die reflektierte Intensität erfasst. Die Röntgenquelle bzw. der Detektor werden am Messkreis bewegt.

## C.2 „Streifender Einfall“-Verfahren

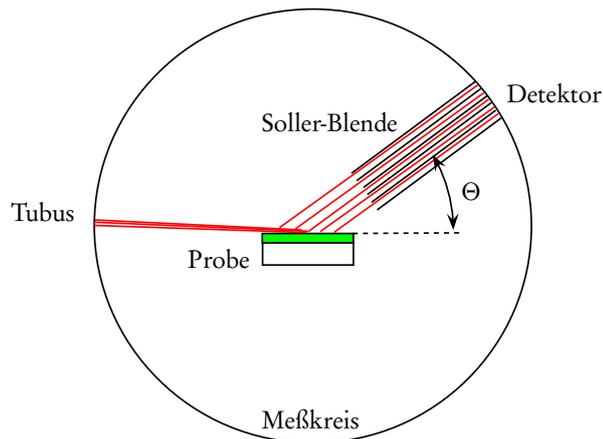


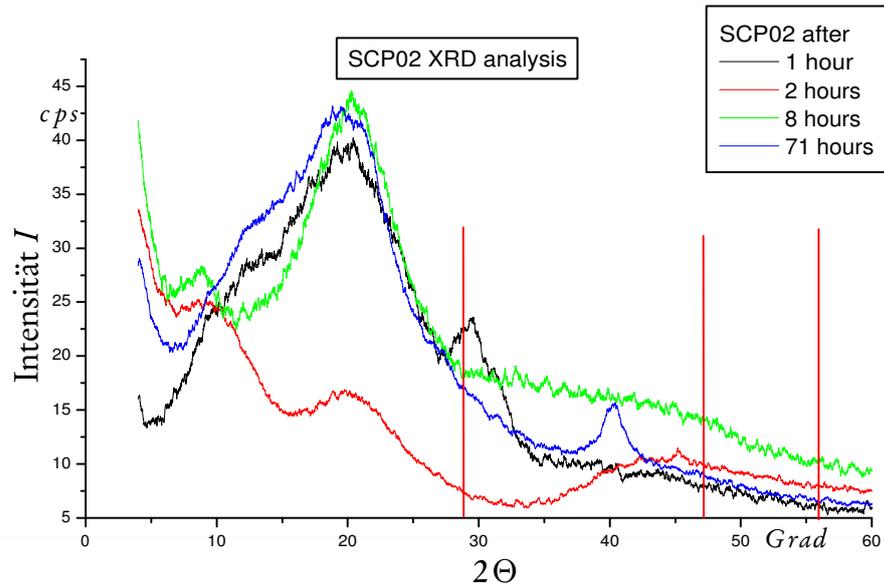
Bild C.2: Messprinzip des „streifenden Einfall“-Verfahrens [AXS01]

Das Röntgendiffraktometer arbeitet im streifenden Einfall-Verfahren nach dem Prinzip, wie es in Bild C.2 zu sehen ist. Die Röntgenstrahlung wird in einem sehr flachen Winkel unfokussiert auf die Probe geleitet. Sehr hohe Intensitäten werden aus den fast parallelen Strahlen erfasst. Die Soller-Blende filtert die divergenten Strahlen heraus. Die Röntgenquelle bzw. der Detektor werden am Messkreis in einem kleinen Winkelbereich bewegt. Somit sind für kleine Winkelbereiche hohe Messintensitäten erreichbar.

## C.3 Messung und Ergebnisse der Röntgendiffraktometrie

Proben aus Ganzwaferversuch Wafer Nr. 4 wurden mit unterschiedlichen Ausrichtungszeiten behandelt. Aus den Proben gleicher Vorgeschichte

wurden für die Messungen welche zufällig ausgewählt. Die Proben wurden sowohl mit nicht fokussiertem Röntgenstrahl als auch mit dem Bragg-Brentano-Verfahren gemessen. Eine Messreihe ist im Bild C.3 dargestellt. Die vertikalen Linien in den Ergebnissen sind die errechneten Werte für kristallines Silizium.



**Bild C.3:** XRD-Spektren mehrerer Fulce-Proben mit unterschiedlicher Ausrichtungszeiten (SCP02) mit Bragg-Brentano-Messung

Im Bild C.3 ist ein breites Spektrum der Mesogene von etwa 15 °bis 25 °zu entnehmen. Die Mesogene sind im gleichen Winkelbereich mit dem breiten Reflexionsbild sichtbar. Da aber die Proben bei der Aufnahme des Reflexbildes nicht gedreht wurden, kann keine Aussage über die Lage der Mesogene gemacht werden [Kra09].

Aus dem Ergebnis können folgende Schlussfolgerungen abgeleitet werden: Das Röntgendiffraktometer hat bei den Proben gleicher Behandlung und unterschiedliche Ausrichtungszeiten verschiedene Messergebnisse geliefert. Eine Korrelation zwischen Ausrichtungszeitänderung und Messergebnis ist nicht zu entdecken. Zu viele nicht kontrollierbare Umwelteinflüsse und Prozeßparameter bestimmen die Vorgeschichte der Chips, wie

### *C Röntgendiffraktometrie von Fulce – Auswertung und Ausblick*

- Ausrichtung im magnetischen Feld,
- Unterschiede (Temperaturschwankungen, Zerstörung der Ordnung wegen Hitzeeinwirkung) bei der Vernetzung,
- Positionierung der Probe im Messraum des Röntgendiffraktometers oder
- Einflüsse der Ätzprozesse bei abschließender Freilegung der Strukturen.

Da durch die fehlende Winkeleinstellung zufällig die Lage der Mesogene nicht bestimmbar ist, scheidet der Röntgendiffraktometer der TU Ilmenau mit den beiden Messprinzipien Bragg-Brentano bzw. streifender Einfall aus bzw. müssten umgerüstet werden.

Für die weitere Messungen muss die jeweilige Probe um eine zusätzliche Achse rotiert werden, damit das Beugungsmuster in einer anderen Ebene erfasst wird. Der Vergleich der gleichen Probe bei unterschiedlichen Winkeln liefert eine Aussage über die Lage der Mesogene und gibt Aufschluss über den Ordnungszustand des Fulce.

## D ICP-Prozessparameter

Die Zusammenfassung der verwendeten Prozessparameter wurden mit Hilfe von der ZMN-Laboringenieurin Manuela Breiter aus dem Geräteogbüchern recherchiert, mit ihrer freundlicher Genehmigung [Bre11].

### Specb2

13 sec ätzen

SF<sub>6</sub>: 130 sccm

O<sub>2</sub>: 13 sccm

Leistung ICP: 600 W

Leistung Platen: 18 W

APC Stellung (Drosselklappe): 82% ergibt Prozessdruck: 24 mTorr

7 sec passivieren

C<sub>4</sub>F<sub>8</sub>: 85 sccm

Leistung ICP: 600W

APC Stellung (Drosselklappe): 82% ergibt Prozessdruck: 15 mTorr

**Seq A 70** bedeutet dass Prozess Spec A im Wechsel mit einer Wartezeit zum Abkühlen gefahren wurde. 10min Ätzen, 10min Warten, Ätzzeit 70 min.

### Spec A

9 sec ätzen

SF<sub>6</sub>: 130 sccm

O<sub>2</sub>: 13 sccm

Leistung ICP: 600 W

Leistung Platen: 12 W

APC Stellung (Drosselklappe): 82% ergibt Prozessdruck: 24 mTorr

## *D ICP-Prozessparameter*

7 sec passivieren

$C_4F_8$ : 85 sccm

Leistung ICP: 600W

APC Stellung (Drosselklappe): 82% ergibt Prozessdruck: 15 mTorr

## E Synthese des Fulce

Die hier beschriebene Synthese ist eine Mitteilung im Rahmen des Fulce-Projektes, von Antoni Sánchez-Ferrer, Freiburg mit seiner freundlichen Genehmigung [SF06].

Es handelt sich beim Fulce um ein Silikonkautschuk mit funktionellen flüssigkristallinen Molekülen in der Nebenkette. Die, in der Tabelle E.1 verwendeten Größen sind  $m$  Masse bzw.  $n$  die Stoffmenge, sowie  $x$ ,  $y$ , und  $z$  die relativen Anteile der Komponenten des flüssigkristallinen Anteils zueinander.

### E.1 Synthese von photovernetzbaren flüssigkristallinen Nebenkettenspolymeren (SCPP)

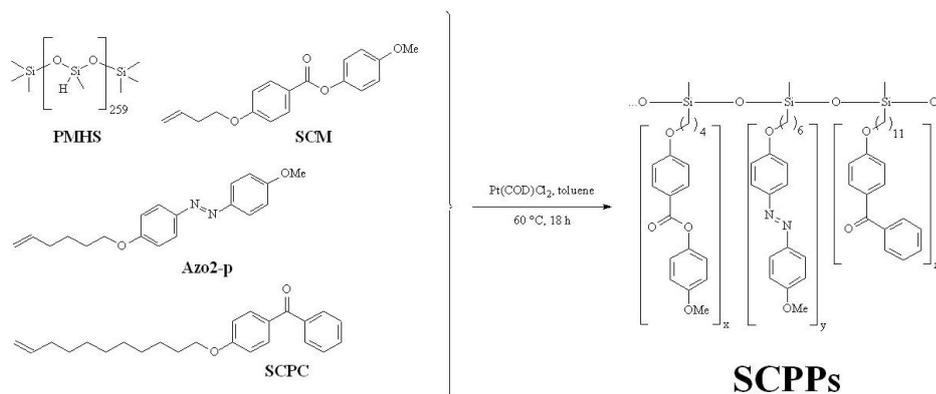


Bild E.1: Synthese des Fulce

In einem 10 ml Gefäß wurden 4-methoxyphenyl 4-(but-3-en-1-yloxy)-Benzoat (SCM), (E)-4-(hex-5-en-1-yloxy)-4'-Methoxyazobenzene (Azo2-p) – im Falle von Polymeren mit Azo-Verbindungen 4-(undec-10-en-1-yloxy)-Benzophenon (SCPC) –, und Polymethylhydrosiloxan (PMHS), Polymerisie-

## *E Synthese des Fulce*

rungsgrad: 259, gebracht. Zugefügt wurde noch 2 ml thiophen-freies Toluol und 40  $\mu$ l Cyclooctadienplatinum-(II)-Chlorid (in 1 % Dichlormethan gelöst).

Die Mischung wurde bei 60 – 70°C für 2 Stunden ausgeheizt, die Reaktion wurde mit fouriertransformierter Infrarot-Spektroskopie überwacht. Die Reaktion wurde als fertiggestellt betrachtet, als das Vibrationsband nach 18 Stunden bei 2100  $\frac{1}{cm}$  (Si-H) verschwunden war.

Dann wurde der Lösungsmittelgehalt abgegeben und das zähflüssige Produkt in Tetrahydrofuran (THF) aufgelöst. Die Lösung wurde ins kalte Methanol gegossen um den Polymeranteil abzuscheiden und bei 6000 *r p m* 3 Minuten zentrifugiert. Dieser Schritt wurde dreimal wiederholt und danach das Lösungsmittel verdampft. Das Polymer wurde einen Tag lang gefriergetrocknet. Die Ausbeute ist über 680 mg (94%).

	SCM			Azo2-p			SCPC		
	<i>m</i> (mg)	<i>n</i> (mmol)	x	<i>m</i> (mg)	<i>n</i> (mmol)	y	<i>m</i> (mg)	<i>n</i> (mmol)	z
SCPP-10	537	1,8	0,90	-	-	-	70	0,2	0,10
SCPP Azo2-10	507	1,7	0,85	31	0,1	0,05	70	0,2	0,10
SCPPazo2-5	537	1,8	0,90	31	0,1	0,05	35	0,1	0,05

	PMHS		<i>m</i> <sub>SCPP</sub> (mg)	Ausbeute (%)
	<i>m</i> (mg)	<i>n</i> (mmol)		
SCPP-10	120	2	683	94
SCPP Azo2-10	120	2	692	95
SCPPazo2-5	120	2	687	95

**Tabelle E.1:** Zusammensetzung von Fulce

## F Liste der verwendeten Variablen

$B$  magnetische Induktion/ magnetische Flußdichte in *Tesla*,

$E_{Si}$  Elastizitätsmodul des Siliziums in Pa,

$F$  Kraft in N,

$F_a$  Aktorkraft in N,

$F_e$  resultierende Aktorkraft auf einem Elementarfeder in N,

$F_x$  Kraft auf einem idealen Plattenkondensator,

$F_{Fulce}$  durch Fulce ausgeübte Kraft in N,

$I$  Intensität der Röntgenstrahlung in Einschlüge in der Sekunde (cps),

$I_m$  Flächenträgheitsmoment in  $m^4$ ,

$L$  Länge des Fulce nach [WF01],

$L(T)$  Aktuelle Länge des Fulce bei gegebener Temperatur  $T$ ,

$L_{iso}$  Länge des Fulce im isotropen Zustand nach [WF01],

$R$  dichroisches Verhältnis von parallelen und normalen Mesogenen,

$S$  Ordnungsparameter der flüssigkristallinen Phase,

$T$  Temperatur in Kelvin bzw. °C,

$T_S$  Schmelztemperatur in Kelvin bzw. °C,

$T_{ni}$  nematisch-isotrope Phasenübergangstemperatur,

$T_{red}$  auf die nematisch-isotrope Temperatur  $T_{ni}$  normierte, reduzierte Temperatur,

$U$  elektrische Spannung,

$V_a$  Aktorvolumen in  $mm^3$ ,

*F Liste der verwendeten Variablen*

- $\Delta a$  Änderung der Rahmenlänge des Siliziumchips in m,  
 $\Delta f$  berechnete Auslenkung des Siliziumbalkens in m,  
 $\Delta s$  Längenänderung zwischen den Messlinien,  
 $\Delta s$  Änderung Kapillare wegen Wärmedehnung in m,  
 $\Delta x$  Änderung der charakteristischen Länge der Federstruktur in m,  
 $\Theta$  Braggwinkel,  
 $\Theta$  Winkel des Detektors zur Probe bei Röntgendiffraktion in Grad,  
 $\alpha$  linearer thermischer Längenausdehnungskoeffizient in  $10^{-6}/K$ ,  
 $\chi$  diamagnetische Konstante,  
 $\epsilon$  Relative Längenänderung in Prozent der unausgerichteten bzw. ausgerichteten Probe,  
 $i$  Anzahl der kalkulierten Elementarfedern,  
 $\lambda$  Wellenlänge der Röntgenquelle,  
 $\lambda_{na}$  Länge des unausgerichtet vernetzten Fulce bei 25 °C Heizplattentemperatur,  
 $\lambda_{na}$  Länge des unausgerichtet vernetzten Fulce bei 68 °C Heizplattentemperatur,  
 $\hat{n}$  Direktor der flüssigkristallinen Phase,  
 $\omega$  Frequenz der Lichtwelle,  
 $\overline{\lambda'_{70}}$  Scheinbare Durchschnittslänge des Fulce bei 70 °C in Längeneinheit,  
 $\overline{\lambda_{30}}$  Scheinbare Durchschnittslänge des Fulce bei 30 °C in Längeneinheit,  
 $\overline{\lambda_{na}}$  Durchschnittslänge des unausgerichtet vernetzten Fulce bei 25 °C in Längeneinheit,  
 $\overline{\lambda_{na}}$  Durchschnittslänge des unausgerichtet vernetzten Fulce bei 68 °C in Längeneinheit,  
 $\phi$  Hermansche Ausrichtungsfunktion, Umschreibung nach Gedde,

## *F Liste der verwendeten Variablen*

- $\sigma$  höchste Spannung im Fulce in *MPa* bzw. *kPa*,
- $\sigma_f$  höchste Spannung im Fulce in *MPa*,
- $\varepsilon_0$  Dielektrizitätskonstante des Vakuums,
- $\varepsilon_r$  relative Dielektrizitätskonstante,
- $a$  Rahmenlänge des Siliziumchips in m,
- $b$  Breite des Silizium-Rechteckprofils in m,
- $b$  Kantenlänge eines idealen Plattenkondensators,
- $d$  Abstand der Magnete im Magnetkreis in mm,
- $d$  Dicke des Deckplättchens in mm,
- $d$  Plattenabstand des idealen Plattenkondensators,
- $d_{hkl}$  Gitterebenenabstand,
- $e$  Dielektrizitätskonstante,
- $f$  Fügspaltbreite des Siliziums in m,
- $f_c$  Grenzfrequenz der Mesogene,
- $f_e$  Auslenkung eines Federelementes in m,
- $f_g$  Sollwert der höchsten Auslenkung in m,
- $f_b$  Sollwert der Auslenkung eines Federpaars in m,
- $h$  Höhe des Silizium-Rechteckprofils in m,
- $i$  Anzahl der nötigen Elementarfedern,
- $k$  Dehnung des Fulce beim Phasenübergang vom isotropen in den nematischen Zustand in Prozent,
- $l$  aktive Balkenfederlänge in m,
- $l_v$  Volumenbezogene aktive Kontraktion in Prozent pro Kubikmillimeter,
- $m$  Breite des aufgetragenen Fulce in mm,
- $n$  Beugungsordnung der Röntgenstrahlung,

*F Liste der verwendeten Variablen*

$n$  Dicke des aufgetragenen Fulce in mm,

$s$  Breite der Kapillare in mm,

$x$  Charakteristische Länge der Federstruktur für die Wärmedehnung in m,

**ZMN** Zentrum für Mikro- und Nanotechnologien der Technischen Universität Ilmenau,

## G Abbildungsverzeichnis

2.1	Strukturdarstellung eines geregelten Antriebs . . . . .	6
2.2	Mögliche Einordnung des thermomechanischen Wandler in Wirkprinzip der Mikrotechnik . . . . .	13
3.1	Orientierung eines Mesogens . . . . .	19
3.2	Temperaturabhängigkeit des Ordnungsgrades $S$ . . . . .	21
3.3	Schema der nematischen Phase . . . . .	22
3.4	Schlierentextur einer nematischen Phase [Ste99a] . . . . .	22
3.5	Phasenübergang eines flüssigkristallinen Elastomers: nematisch zu isotrop . . . . .	31
3.6	Strukturwandlung des Azobenzene auf Einstrahlung [CTT02] . . . . .	33
3.7	Trans-cis-Übergang der Monomere [HTT02] . . . . .	33
3.8	Polarisationsmikroskopie an einer mechanisch ausgerichteten Fulce-Probe . . . . .	43
3.9	Messprinzip des Laue-Bragg-Verfahrens . . . . .	44
3.10	Strahlenverlauf des Laue-Bragg-Verfahrens, nach [PZ05] . . . . .	44
3.11	Ausgerichtete (a) und nicht ausgerichtete (b) Proben im Bild und Röntgenbild [KF91] . . . . .	45
4.1	Schematischer Ablaufplan für die Fulce-Integration . . . . .	54
4.2	Strukturskizze und Gestalt des Demonstratorbalkens . . . . .	55
4.3	Magnet mit Luftspule . . . . .	62
4.4	Bei der Freilegung beweglicher Strukturen zerstörte Proben . . . . .	66
4.5	Schematischer Ablaufplan für die Fulce-Integration mit Opferschicht . . . . .	68
4.6	Eingeschmolzenes Opfermaterial auf dem Chip . . . . .	70
4.7	Modifizierter Ablaufplan für die Fulce-Integration . . . . .	72
4.8	Prinzipskizze der Struktur mit „hängendem“ Fulce . . . . .	73
4.9	Prinzipaufbau des Spaltexperiments . . . . .	74
4.10	Prinzipskizze des Federmodells . . . . .	77
4.11	Elementarfeder mit Lagerreaktion . . . . .	78
4.12	Maskenzeichnung: versteiftes acht-Feder-System . . . . .	81
4.13	Fügen von gelöstem Fulce in ein Chip . . . . .	81

## *Abbildungsverzeichnis*

4.14	Einschnürung der Fulce-Lösung . . . . .	82
4.15	Magnetkreis mit Permanentmagneten . . . . .	84
4.16	Kennlinie des Magnetkreises mit Permanentmagneten . . . . .	85
5.1	Optische Polarisationsmikroskopie an Fulce (SCP02-2) . . . . .	87
5.2	Röntgenmessung an Fulce (SCP02-2), Laue-Bragg-Verfahren, mit schwacher Streuung . . . . .	88
5.3	Optische Polarisationsmikroskopie (POM), ausgerichtetete noch versteifte (a) und unausgerichtetete (b) Proben . . . . .	91
5.4	Orientierungshilfe für Bild 5.3 . . . . .	91
5.5	Optische Polarisationsmikroskopie, Messreihe mit ausgerich- tet vernetztem Fulce-Elastomer . . . . .	92
5.6	Siliziumstruktur mit Fulce und nicht entfernter Versteifung im Mikroskopblickfeld, vgl. Bild 4.12 . . . . .	93
5.7	Prinzipbild der Längenerfassung für Fulce . . . . .	93
5.8	Messergebnisse als Übersichtsbild . . . . .	97
A.1	Wafer mit Messpunkten . . . . .	105
B.1	Skizze zur Wärmedehnungsrechnung . . . . .	106
C.1	Messprinzip des Bragg-Brentano-Verfahrens . . . . .	108
C.2	Messprinzip des „streifender Einfall“-Verfahrens . . . . .	109
C.3	XRD-Spektren mehrerer Fulce-Proben mit unterschiedlicher Ausrichtungszeiten (SCP02) mit Bragg-Brentano-Messung . .	110
E.1	Synthese des Fulce . . . . .	114

## H Tabellenverzeichnis

3.1	Kennwerte aktiver Elastomere . . . . .	35
4.1	Vergleich der Substratwerkstoffe und Werkstoffe des Maschinenbaus nach [Büt91, Fis05] . . . . .	48
4.2	Vorarbeiten: Festgelegte und berechnete Maße des Fulce und der Balkenstruktur . . . . .	57
4.3	Magnetische Ausrichtungszeiten im 5 <i>Tesla</i> -Feld . . . . .	63
4.4	RIE-Ätzen des Wafers Nr. 3 . . . . .	65
4.5	ASE-Ätzen . . . . .	65
4.6	Dynamische Viskosität ausgesuchter Lösungsmittel [Mer06] . . . . .	74
4.7	Angenommene Maße des Fulce-Elastomers und berechnete Ergebnisse . . . . .	76
4.8	Ergebnisse der Federberechnung . . . . .	80
5.1	Längen einer unausgerichteten Referenzprobe in Längeneinheit . . . . .	95
5.2	Längen des ausgerichteten Fulce-Elastomers aus Dichlormethanlösung in Längeneinheit . . . . .	96
5.3	Wiederholte Messergebnisse einer Probe aus Toluollösung in Längeneinheit . . . . .	97
5.4	Volumenbezogene aktive Kontraktion thermomechanischer Aktoren gleichen Typs . . . . .	99
A.1	Temperaturverteilung auf dem Wafer . . . . .	105
E.1	Zusammensetzung von Fulce . . . . .	115

## I Literaturverzeichnis

- [AH06] AIMMANEE, S/ HYER, M. W.: A Comparison of the Deformations of Various Piezoceramic Actuators, *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, 2006, Bd. 17(2):S. 167–186, doi:10.1177/1045389X06056952.
- [BPS09] BALAKRISNAN, Bavani/ PATIL, Sheetal/ SMELA, Elisabeth: Patterning PDMS using a combination of wet and dry etching, *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 2009 April, Bd. 19(4):S. 7pp, doi:10.1088/0960-1317/19/4/047002.
- [Brü03] BRÜNDEL, Mathias: Integration von funktionellen flüssigkristallinen Elastomeren in der Mikrosystemtechnik, Diplomarbeit, Technische Universität Ilmenau, Fakultät für Maschinenbau, 2003 November.
- [Büt91] BÜTTGENBACH, Stephanus: Mikromechanik: Einführung in die Technologie und Anwendungen, Stuttgart: B. G. Teubner, 1991, ISBN 3-519-03071-3.
- [Col90] COLLINGS, Peter J.: Liquid Crystals – Nature’s Delicate Phase of Matter, Bristol, GB: Adam Hilger imprint, IOP Publishing Ltd, 1990, ISBN 0-7503-0055-8.
- [Cry] CRYOGENIC, FA.: 5 Tesla cryogen-free magnet system, job-nr: 1242 – Bedienungsanleitung, TU Ilmenau, FG Elektrothermische Energiewandlung.
- [CTT02] CVIKLINSKI, J./ TAJBAKSHI, A. R./ THERENTJEV, Eugene M.: UV isomerisation in nematic elastomers as a route to photo-mechanical transducer, *The European Physical Journal E*, 2002, Bd. 9:S. 427–434, doi:10.1140/epje/i2002-10095-y.
- [Dav93] DAVIS, Frederick J.: Liquid-crystalline Elastomers, *Journal of Materials Chemistry*, 1993, Bd. 3(6):S. 551–562, doi:10.1039/JM9930300551.

I Literaturverzeichnis

- [DDM97] DELLA SANTA, A/ DE ROSSI, Danilo/ MAZZOLDI, A.: Characterization and modelling of a conducting polymer muscle-like linear actuator, *Smart Materials and Structures*, 1997 Februar, Bd. 6(1):S. 23–34, doi:10.1088/0964-1726/6/1/003.
- [DGG<sup>+</sup>98a] DEMUS, Dietrich/ GOODBY, John W/ GRAY, George W/ SPIESS, Hans Wolfgang/ VILL, Volkmar (Hg.): Handbook of Liquid Crystals, Bd. 1-3, Weinheim u. a.: Wiley-VCH, 1998, ISBN 3-527-29502-X.
- [DGG<sup>+</sup>98b] — Handbook of Liquid Crystals, Weinheim u. a.: Wiley VCH, Bd. 1, Fundamentals, Kap. Guide to the nomenclature and classification of liquid crystals von GOODBY, J. W. GRAY, G. W., 1998.
- [DGG<sup>+</sup>98c] — Handbook of Liquid Crystals, Weinheim u. a.: Wiley VCH, Bd. 3, High molecular weight liquid crystals, Kap. Physical Properties of Liquid Crystalline Elastomers von BRAND, Helmut R. und FINKELMANN, Heino, 1998.
- [DGG<sup>+</sup>98d] — Handbook of Liquid Crystals, Weinheim u. a.: Wiley VCH, Bd. 1, Fundamentals, Kap. Magnetic Properties of Liquid Crystals von DUNMUR, David A., TORIYAMA, Kazuhisa, S. 205–214, 1998.
- [DMD96] DELLA SANTA, A/ MAZZOLDI, A./ DE ROSSI, Danilo: Steerable Microcatheters Actuated by Embedded Conducting Polymer Structures, *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, 1996, Bd. 7(3):S. 292–300, doi:10.1177/1045389X9600700309.
- [DMSW98] DUFFY, David C/ McDONALD, J. C/ SCHMELLER, Olivier J. A/ WHITESIDES, George M: Rapid prototyping of Microfluidic Systems in Poly(dimethylsiloxane), *Analytical Chemistry*, 1998, Bd. 70(23):S. 4974–4984, doi:10.1021/ac980656z.
- [DRSOM05] DE ROSSI, Danilo/ SUZUKI, M./ OSADA, Y./ MORASSO, P.: Pseudomuscular Gel Actuators for Advanced Robotics, *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, 2005, Bd. 3(1):S. 75–95, doi:10.1177/1045389X9200300105.

## I Literaturverzeichnis

- [DWC<sup>+</sup>92] DONALD, A. M./ WINDLE, A.H./ CAHN, R.W. (*Hrsg.*)/ DAVIS, E.A. (*Hrsg.*)/ WARD, I.M. (*Hrsg.*): Liquid crystalline polymers, Cambridge New York Victoria: Cambridge University Press, 1992.
- [DWF00] DONNIO, Bertrand/ WERMTER, Hendrik/ FINKELMANN, Heino: A Simple and Versatile Synthetic Route for the Preparation of Main-Chain, Liquid-Crystalline Elastomers, *Macromolecules*, 2000, Bd. 33(21):S. 7724–7729, doi:10.1021/ma0002850.
- [EKST08] ERBE, Torsten/ KRÓL, József/ STRÖHLA, Tom/ THESKA, René: Selection of precision actuators by novel function-structure-correspondences, Publ. entstand im Rahmen der Veranst.: 23rd Annual Meeting of the American Society for Precision Engineering and the 12th ICPE, October 19 - 24, 2008, Portland, Oregon, <http://www.db-thueringen.de/servlets/DocumentServlet?id=11938>, 2008.
- [Fis05] FISCHER, Ulrich (Hg.): Tabellenbuch Metall, Haan-Grutten: Verl. Europa-Lehrmittel Nourney, Vollmer, 43. Aufl., 2005.
- [Fis09] FISCHL, Tamás: Hybride Integration von flüssigkristallinen Elastomeren in die Mikrotechnik, urn: nbn: de: gvb: ilm1-2009000109, Dissertation, Technische Universität Ilmenau, 2009, URL <http://www.db-thueringen.de/servlets/DocumentServlet?id=13770>.
- [FNPW01] FINKELMANN, Heino/ NISHIKAWA, E./ PEREIRA, G. G./ WARNER, M.: A New Opto-Mechanical Effect in Solids, *Phys. Rev. Lett.*, 2001, Bd. 87(1):S. 015501, doi:10.1103/PhysRevLett.87.015501.
- [GD97] GERLACH, Gerald/ DÖTZEL, Wolfram: Grundlagen der Mikrosystemtechnik, München, Wien: Carl Hanser Verlag, 1997, ISBN 3-446-18395-7.
- [Ger05] GERLICHER, Hartmut: Planarer Differenzdrucksensor in Silizium-Mikromechanik, Dissertation, Technische Universität Braunschweig, 2005.

## I Literaturverzeichnis

- [Gev00] GEVATTER, Hans-Jürgen (Hg.): *Automatisierungstechnik*, Bd. 3: Aktoren, Berlin, Heidelberg u. a.: Springer Verlag, 2000, ISBN 3-540-67086-6.
- [Gre00] GREULICH, Walter (Hg.): *Lexikon der Physik*, Heidelberg u. a.: Spektrum Akademischer Verlag, 2000, ISBN 3-8274-0515-7, elektronische Ressource.
- [Hai53] HAIN, Kurt: *Die Feinwerktechnik*, Gießen: Fachbuchverlag Dr. Pfanneberg & Co., 1953, 61 TEC ZS 4000 H152.
- [HSF07] HOFMANN, Hansgeorg/ SPINDLER, Jürgen/ FISCHER, Hans: *Werkstoffe in der Elektrotechnik – Grundlagen – Aufbau – Eigenschaften – Prüfung – Anwendung – Technologie*, München: Carl Hanser Verlag, 6. Aufl., 2007, ISBN 978-3-466-40707-7.
- [HTT02] HOGAN, P. M./ TAJBAKSHI, A. R./ THERENTJEV, Eugene M.: uv manipulation of order and macroscopic shape in nematic elastomers, *Physical Review E*, 2002, Bd. 65, doi: 10.1103/PhysRevE.65.041720.
- [Jen95] JENDRITZA, Daniel J.: *Technologien der Mikropositionierung – Stand und Entwicklungstendenzen in Europa*, Kurzstudie, VDI/VDE-Technologiezentrum Informationstechnik GmbH, Teltow, 1995.
- [Jen98] JENDRITZA, Daniel J.: *Technischer Einsatz neuer Aktoren: Grundlagen, Werkstoffe, Designregeln und Anwendungsbeispiele*, Renningen-Malmsheim: Expert Verlag, 2. Aufl., 1998, ISBN 3-8169-1589-2.
- [JSIL99] JAGER, Edwin W. H./ SMELA, Elisabeth/ INGANÄS, Olle/ LUNDSTRÖM, Ingemar: Polypyrrole microactuators, *Synthetic Metals*, 1999, Bd. 102(1-3):S. 1309–1310.
- [Kal05] KALLENBACH, Matthias: *Entwurf von magnetischen Mini- und Mikroaktoren mit stark nichtlinearem Magnetkreis*, Dissertation, Technische Universität Ilmenau, 2005, URL urn:nbn:de:gbv:ilm1-2005000288, elektronische Ressource.

## I Literaturverzeichnis

- [KB91] KALLENBACH, Eberhard/ BÖGELSACK, Gerhard (Hg.): Gerätetechnische Antriebe, Berlin: Verl. Technik, 1. Aufl., 1991, ISBN 3-341-00794-6.
- [Kel98] KELLY, Stephen M.: Anisotropic networks, elastomers and gels, *Liquid Crystals*, 1998, Bd. 24(1):S. 71–82, doi:10.1080/026782998207596.
- [KEST08] KRÓL, József/ ERBE, Torsten/ STRÖHLA, Tom/ THESKA, René: A novel function-structure-approach exemplified by selection of gearless drives, Ilmenau: Verl. ISLE, S. 299–300, prospects in mechanical engineering / 53. internationales wissenschaftliches kolloquium, technische universität ilmenau, faculty of mechanical engineering Aufl., ISBN 978-3-938843-37-6, 2008.
- [KF91] KÜPFER, Jürgen/ FINKELMANN, Heino: Nematic liquid single crystal elastomers, *Die Makromolekulare Chemie, Rapid Communications*, 1991, Bd. 12(12):S. 717–726, doi:10.1002/marc.1991.030121211.
- [KJ01] KARCHE, Ruth/ JAKUBKE, Hans-Dieter (Hg.): Lexikon der Chemie, A bis Z, Heidelberg u. a.: Spektrum Akademischer Verlag, 2001, elektronische Ressource.
- [KJ06] KANG, Hye-Ran/ JO, Nam-Ju: Solid-state Conducting Polymer Actuator based on Electrochemically-deposited Polypyrrole and Solid Polymer Electrolyte, *High Performance Polymers*, 2006, Bd. 18(5):S. 665–678, doi:10.1177/0954008306068229.
- [KKSB93] KANNAN, Rangaramanujam M./ KORNFIELD, Julia A./ SCHWENK, Norbert/ BOEFFEL, Christiane: Rheology of Side-Group Liquid-Crystalline Polymers: Effect of Isotropic-Nematic Transition and Evidence of Flow Alignment, *Macromolecules*, 1993, Bd. 26:S. 2050–2056, doi:0024-9297/93/2226-2050.
- [KL05] KOTHERA, Curt S./ LEO, Donald J.: Bandwidth Characterization in the Micropositioning of Ionic Polymer Actuators, *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, 2005, Bd. 16(1):S. 3–13, doi:10.1177/1045389X05046310.

## I Literaturverzeichnis

- [Kom03] KOMP, Ansgar: Dünne LC-Elastomerfilme, Diplomarbeit, Albert-Ludwigs-Universität Freiburg, 2003.
- [Kra86] KRAUSE, Werner (Hg.): Gerätekonstruktion, Berlin: VEB Verlag Technik, 2. Aufl., 1986, ISBN 3-341-00093-3.
- [KTS<sup>+</sup>92] KAWANISHI, Yuji/ TAMAKI, Takashi/ SAKURAGI, Masako/ ET AL.: Photochemical Induction and Modulation of Nematic Homogeneous Alignment by the Polarisation Photochromism of Surface Azobenzenes, *Langmuir*, 1992, Bd. 8:S. 2601–2604, doi:0743-7463/92/2408-2601.
- [LKZ<sup>+</sup>04] LEBAR, Andrija/ KUTNJAK, Zdravko/ ZUMER, Slobodan/ ET AL.: Evidence of Supercritical Behavior in Liquid Single Crystal Elastomers, *Phys. Rev. Lett.*, 2004, Bd. 94(19):S. 197801, doi:10.1103/PhysRevLett.94.197801.
- [Mer06] MERCK: Sicherheitsdatenblätter, 2006, URL <http://www.chemdat.de/mda/de/index.html>, aufgerufen August 2006.
- [MMP05] MENZ, Wolfgang/ MOHR, Jürgen/ PAUL, Oliver: Mikrosystemtechnik für Ingenieure, Weinheim: Wiley-VHC Verlag, 3. Aufl., 2005, ISBN 3-527-30536-X.
- [NCF93] NUNZI, Jean-Michel/ CHARRA, Fabrice/ FIORINI, Celine: All-Optical Orientation of Organic Molecules, *Condensed Matter News*, 1993, Bd. 2(4):S. 6–10.
- [NN05] NIEDERMAIR, Michael/ NIEDERMAIR, Elke: L<sup>A</sup>T<sub>E</sub>X, Das Praxisbuch, Poing: Franzis Verlag, 2005, ISBN 3-7723-6434-9.
- [PNM<sup>+</sup>09] PIYASENA, Menake E./ NEWBY, Robert/ MILLER, Thomas J./ SHAPIRO, Benjamin/ SMELA, Elisabeth: Electroosmotically driven microfluidic actuators, *Sensors and Actuators B*, 2009, Bd. 141(1):S. 263–269, doi:10.1016/j.snb.2009.05.014.
- [PZ05] PECHARSKY, Vitalij K./ ZAVALIJ, Peter Y.: Fundamentals of Powder Diffraction and Structural Characterization of Materials, Boston, MA: Springer Science+Business Media, Inc, 2005, ISBN 978-0-387-24567-6, doi:<http://dx.doi.org/10.1007/b106242>.

## I Literaturverzeichnis

- [Qia03] QIAO, Feng: Biologisch inspirierte mikrotechnische Werkzeuge für die Mikromontage und die Minimal-Invasive Chirurgie, Dissertation, Technische Universität Ilmenau, 2003.
- [Rey95] REY, Alejandro D.: Phenomenological theory of flow-alignment in binary nematic mixtures, *Rheologica Acta*, 1995, Bd. 34:S. 461–473, ISSN 0035-4511, doi:10.1007/BF00396559.
- [RFN79] RINGSDORF, Helmut/ FINKELMANN, Heino/ NAEGELE, Dieter: Orientation of Nematic Liquid Crystalline Polymers in the Electric Field, *Die Makromolekulare Chemie, Rapid Communications*, 1979, Bd. 180:S. 803–806.
- [RTIK<sup>+</sup>01] RATNA, Banahalli R./ THOMSEN III, Donald L./ KELLER, Patrick/ ET AL.: Liquid Crystal Elastomers with Mechanical Properties of a Muscle, *Macromolecules*, 2001, Bd. 34:S. 5868–5875, doi:10.1021/ma001639q.
- [SBFW94] STEGEMEYER, Horst/ BAUMGÄRTEL, H/ FRANCK, E. U/ W, Grünbein (Hg.): Liquid Crystals, Darmstadt, New York: Springer Steinkopff, 1994.
- [Sch09] SCHIEDECK, Florian: Entwicklung eines Modells für Formgedächtnisaktoren im geregelten dynamischen Betrieb, Dissertation, Gottfried Wilhelm Leibniz Universität Hannover, 2009.
- [SDS04] SLUCKIN, Timothy J/ DUNMUR, David A/ STEGEMEYER, Horst (Hg.): Crystals that flow – classic papers from the history of liquid crystals, London, New York: Taylor & Francis Group, 2004, ISBN 0-415-25789-1.
- [SF04] SÁNCHEZ-FERRER, Antoni: Mitteilung im Rahmen des Fulce-Projektes, DSC Ergebnisse für Fulce, 2004, e-Mail vom 15. Juli 2004.
- [SF06] ——— Mitteilung im Rahmen des Fulce-Projektes, Synthesevorschrift für Fulce, 2006, e-Mail vom 2006.
- [Sin50] SINNER, Georg (Hg.): Hütte, des Ingenieurs Taschenbuch, Berlin: Verlag von Wilhelm Ernst & Sohn, 27. Aufl., 1950.

## I Literaturverzeichnis

- [SKH99] SMELA, Elisabeth/ KALLENBACH, Matthias/ HOLDENRIED, Jens: Electrochemically Driven Polypyrrole Bilayers for Moving and Positioning Bulk Micromachined Silicon Plates, *Journal of Microelectromechanical Systems*, 1999, Bd. 8(4):S. 373–383, doi:10.1109/84.809051.
- [SLK02] SOMMER-LARSEN, Peter/ KORNBLUH, Roy: Polymer actuators, in BORGMANN, H (Hg.) , Actuator 2002 – 8th International Conference on New Actuators, 2002 June S. 371–378, URL [http://uorganisk.kiku.dk/kurser/kemiidag/polymer\\_actuators.pdf](http://uorganisk.kiku.dk/kurser/kemiidag/polymer_actuators.pdf).
- [Sme08] SMELA, Elisabeth: Conjugated Polymer Actuators, *MRS bulletin: a publication of the Materials Research Society*, 2008, Bd. 33(3):S. 197–206.
- [Ste99a] STEGEMEYER, Horst (Hg.): Lyotrope Flüssigkristalle: Grundlagen, Entwicklung, Anwendung, Darmstadt: Steinkopff Verlag, Kap. 1 Grundlagen und Historie von HILTROP, Karl, S. 1–5, 1999, iSBN 3-7985-1180-2.
- [Ste99b] — Lyotrope Flüssigkristalle: Grundlagen, Entwicklung, Anwendung, Darmstadt: Steinkopff Verlag, Kap. 3 Lyotrope polymere Flüssigkristalle von KRATZAT, Krystyna, S. 59–106, 1999, iSBN 3-7985-1180-2.
- [STIS+02] SHENOY, Devanand K./ THOMSEN III, D. Laurence/ SRINIVASAN, Amritha/ KELLER, Patrick/ RATNA, Banahalli R.: Carbon coated liquid crystal elastomer film for artificial muscle applications, *Sensors and Actuators A*, 2002, Bd. 96:S. 184–188, doi:10.1016/S0924-4247(01)00793-2.
- [Str02] STROBL, Gert: Physik kondensierter Materie: Kristalle, Flüssigkeiten, Flüssigkristalle und Polymere, Berlin, Heidelberg: Springer Verlag, 2002, ISBN 9783540432173.
- [Ter99] TERENTJEV, Eugene M.: Liquid-crystalline elastomers, *Journal of Physics: Condensed Matter*, 1999, Bd. 11:S. R239–R257, doi:10.1088/0953-8984/11/24/201.
- [The90] THEISEN, Manuel René: Wissenschaftliches Arbeiten: Technik – Methodik – Form, WiSt. Taschenbücher, München: Verlag Franz Vahlen, 4. Aufl., 1990.

## I Literaturverzeichnis

- [TT01] TAJBAKHSI, A. R/ TERENTJEV, E. M: Spontaneous thermal expansion of nematic elastomers, *The European Physical Journal E*, 2001, Bd. 6:S. 181–188.
- [VZ06] VÖLKLEIN, Friedemann/ ZETTERER, Thomas: Praxiswissen Mikrosystemtechnik: Grundlagen – Technologien – Anwendungen, Wiesbaden: Friedr. Vieweg & Sohn Verlag, 2. Aufl., 2006.
- [WF01] WERMTER, Hendrik/ FINKELMANN, Heino: Liquid crystalline elastomers as artificial muscles, *e-Polymers*, 2001, Bd. 013, URL [http://www.e-polymers.org/journal/papers/finkelmann\\_210801.pdf](http://www.e-polymers.org/journal/papers/finkelmann_210801.pdf).
- [WSG98] WIBERG, G./ SKYTT, M.-L./ GEDDE, U. W.: Shear-induced alignment and relaxation of orientation in smectic side-chain liquid-crystalline polymers, *Polymer*, 1998 June, Bd. 39(13):S. 2983–2986, doi:10.1016/S0032-3861(97)00626-5.
- [XWP+00] XUAN, Li/ WU, Rina/ PENG, Zenghui/ ET AL.: Order parameters of liquid crystal on the rubbing surfaces of alignment layers, *Science in China (Series E)*, 2000, Bd. 45(6):S. 654–660.
- [YKK+04] YAMAKITA, Masaki/ KAMAMICHI, Norihiro/ KANEDA, Yasuaki/ ASAKA, Kinji/ LUO, Zhi-Wei: Development of an artificial muscle linear actuator using ionic polymer-metal composites, *Advanced Robotics*, 2004, Bd. 18(4):S. 383–399.
- [ZC00] ZHAO, Yue/ CHÉNARD, Yanick: Liquid Crystalline Anisotropic Gels Prepared from Optical Alignment: Polymer Network Formed in the Isotropic Phase, *Macromolecules*, 2000, Bd. 33(16):S. 5891–5896, doi:10.1021/ma000418h.
- [ZM02] ZENTEL, Rudolf/ MAYER, Sabine: Liquid crystalline polymers and elastomers, *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 2002 December, Bd. 6(6):S. 545–551, doi:10.1016/S1359-0286(03)00011-1.

## J Temporäre Quellen

- [Ans12] ANSYS INC.: Internetpräsenz der Software Ansys Maxwell, 2012, URL <http://www.ansys.com/Products/Simulation+Technology/Electromagnetics/Electromechanical+Design/ANSYS+Maxwell>, zuletzt am 27. Nov. 2012 um 10:40 aufgerufen.
- [AXS01] AXS, Bruker: Introduction to Powder X-Ray Diffraction, 2001, URL [www.bruker-axs.de](http://www.bruker-axs.de).
- [Bla05] BLAU, Axel: Experimentalphysik 1 für Biologen und Chemiker, Kaiserslautern: Uni Kaiserslautern, 2005, URL <http://www.physik.uni-kl.de/BiologenChemiker/skript/V08.pdf>.
- [Bre11] BREITER, Manuela: Email – Prozessparameter der ICP-Anlage, Email, 5. Dezember 2011, Technische Universität Ilmenau.
- [Dan03] DANILEWSKY, Andreas: Untersuchung von Kristallen (5), 2003, URL [http://www.krist.uni-freiburg.de/studium/vorlesung\\_kristallographie/VIR0R/Vorlesungsskript/PDFKapitel/Kristallo\\_I\\_5.pdf](http://www.krist.uni-freiburg.de/studium/vorlesung_kristallographie/VIR0R/Vorlesungsskript/PDFKapitel/Kristallo_I_5.pdf), zuletzt am 11. Mai 2008 16:40 aufgerufen.
- [Fin04] FINKELMANN, Heino: mündliche Mitteilung, Fulce Meeting Ravenna, Februar 2004.
- [Fis09] FISCHL, Tamás: Öffentliche Verteidigung der Dissertation von Fischl, Vortrag, 2009.
- [Fri04a] FRIEDEL, Karin: Kennwerte des Maskaligners AL 6-2, mündliche Mitteilung, 2004.
- [Fri04b] — Prozessabläufe in der Nasschemie im ZMN, mündliche Mitteilung, 2004.
- [Hal02] HALMAI, Attila: Szenzorok és aktuátorok (Sensoren und Aktuatoren), Vorlesungsmitschrift, Król J., 2001/2002, Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem.

- [Kra09] KRAMER, Dominic: Diskussion der Ergebnisse der Röntgendiffraktometrie an Fulce, mündliche Mitteilung, Oktober 2009, Albert-Ludwigs-Universität Freiburg.
- [KWF05] KRÓL, József/ WURMUS, Helmut/ FISCHL, Tamás: Efforts and improvements in the monolithic integration of FULCE into MEMS, in Fulce Annual Meeting, Bled, 2005 November S. 1–10.
- [Nak11] NAKATA, Michi: Liquid Crystal Textures and Phases: A Short Tutorial, University of Colorado, elektronische Ressource, 2011, <http://bly.colorado.edu/lcphysics/textures/>, zuletzt aufgerufen: 11. August 2011.
- [Oes96] OESTREICHER, Feodor: Demonstrationsexperimente mit Flüssigkristallen, [http://www.tu-berlin.de/~insi/ag\\_heppke/z1.htm](http://www.tu-berlin.de/~insi/ag_heppke/z1.htm), 1996 September.
- [o.V03] O.V.: Fulce Research Training Network Projektseite, 2003, <http://www-ipcms.u-strasbg.fr/RTNfulce/>.
- [RG03] ROSENBLATT, Charles/ GORDON, William L.: Liquid Crystals Textbook, Case Western Reserve University, elektronische Ressource, 2003, <http://plc.cwru.edu/tutorial/enhanced/files/textbook.htm>, zuletzt aufgerufen: 8. März 2011.
- [SF05a] SÁNCHEZ-FERRER, Antoni: Messergebnis der Röntgendiffraktometrie an Probe SCP02-2, Mitteilung im Rahmen des Projektes Fulce, 2005.
- [SF05b] — New synthetic approaches for liquid-crystalline elastomers, Presentation im Rahmen der Fulce Mid-Term Meeting in Glottertal, 2005 Februar.
- [SF06a] — Abbildung: Nematisch-isotroper Phasenübergang eines funktionellen flüssigkristallinen Elastomers, 2006.
- [SF06b] — Messergebnisse der optischen Polarisationsmikroskopie an Probe SCP02-2, Mitteilung im Rahmen des Projektes Fulce, 2006.

## K Thesen

- In der Mikrosystemtechnik bzw. in der Mikromechanik sind Aktoren zur Bewegungserzeugung nötig.
- Es gibt Aktorwerkstoffe, deren Anwendbarkeit als Mikroaktor nicht bewiesen sind.
- Die Anwendbarkeit der funktionellen flüssigkristallinen Elastomere (Fulce) als Aktor wird überprüft.
- Fulce ist mit den siliziumbearbeiteten Prozessen der Mikrotechnologie nicht kompatibel.
- Fulce wird als neuartiger Mikroaktor in die siliziumbasierte Mikro-technik integriert.
- Es wurde bewiesen, dass sich Fulce mittels technologischer Integration über die Grenzen der hybriden Integration hinaus in Richtung Mikro-technik integrieren lässt und die Handhabungsprobleme der hybriden Integration von Fulce umgangen werden.
- Die Aktoreigenschaft wird mit einem Demonstrator nachgewiesen.
- Fulce ist ein direkter thermomechanischer Wandler für die Mikrome-  
chanik.
- Fulce ist aufgrund der Aktoreigenschaften in der Mikromechanik für  
Anwendungen mit großen relativen Längenänderungen als neuartiger  
Aktor einzusetzen.