

**Roman Preuß**

**Verfahren und Anlagenprototyp zur Herstellung  
dünnwandiger Hohlzylinder aus Silikonelastomer  
mit integrierten Fluidkammern und -kanälen**



**Verfahren und Anlagenprototyp  
zur Herstellung dünnwandiger  
Hohlzylinder aus Silikonelastomer  
mit integrierten Fluidkammern  
und -kanälen**

Von Roman Preuß



Universitätsverlag Ilmenau  
2010

# Impressum

## **Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek**

Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Angaben sind im Internet über <http://dnb.d-nb.de> abrufbar.

Diese Arbeit hat der Fakultät für Maschinenbau der Technischen Universität Ilmenau als Dissertation vorgelegen.

Tag der Einreichung: 5. März 2010

1. Gutachter: Univ.-Prof. Dr.-Ing. habil. Klaus Zimmermann  
(TU Ilmenau)

2. Gutachter: Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr. med. (habil.) Hartmut Witte  
(TU Ilmenau)

3. Gutachter: Associate Prof. Dr. Antal Huba  
(TU Budapest)

Tag der Verteidigung: 16. Juli 2010

Technische Universität Ilmenau/Universitätsbibliothek

### **Universitätsverlag Ilmenau**

Postfach 10 05 65

98684 Ilmenau

[www.tu-ilmenau.de/universitaetsverlag](http://www.tu-ilmenau.de/universitaetsverlag)

### **Herstellung und Auslieferung**

Verlagshaus Monsenstein und Vannerdat OHG

Am Hawerkamp 31

48155 Münster

[www.mv-verlag.de](http://www.mv-verlag.de)

ISBN 978-3-939473-86-2 (Druckausgabe)

urn:nbn:de:gbv:ilm1-2010000312

---

Titelfoto: Veit Henkel | Fakultät für Maschinenbau, TU Ilmenau



## Zusammenfassung

Die minimal-invasive Chirurgie gewinnt innerhalb der invasiven Therapieverfahren weiterhin an Bedeutung, verspricht man sich davon doch eine schnellere Genesung des Patienten, verbunden mit einer Reduktion der finanziellen Aufwände für das Gesundheitssystem. Zu diesem Zweck werden Lokomotionssysteme benötigt, die sich aktiv in den natürlichen Körperhöhlen des Patienten fortbewegen können, um Arbeitskanäle und Operationswerkzeuge des Chirurgen von außen zum gewünschten Operationsfeld zu transportieren. Vollständig nachgiebige, miniaturisierte Systeme mit wurmartiger Fortbewegung sind dabei im Fokus der internationalen Entwicklungen. Eine wesentliche Limitation bei der Entwicklung und weiteren Miniaturisierung solcher Lokomotionssysteme besteht durch die verfügbaren Herstellverfahren.

Die vorliegende Arbeit stellt ein neues Verfahren und einen Anlagenprototyp zur Herstellung dünnwandiger Hohlzylinder aus Elastomer vor, in deren Wandung im Rahmen des Verfahrens Fluidkammern und –kanäle integriert werden. Durch Befüllung der Miniaturfluidsysteme mit Fluid und Steuerung des ein- bzw. ausgepumpten Fluidvolumens kann eine zielgerichtete Verformung der Kammern erzeugt werden. Durch Ausstattung des Hohlzylinders mit einer ganzen Reihe von Kammern und Kanälen soll so im Rahmen weiterer Entwicklungen eine peristaltische Sonde entstehen, die sich wurmartig im Wirbelkanal fortbewegen kann.

Das vorgestellte Verfahren besteht aus den folgenden Schritten:

1. Auf einen Metallstab wird durch Tauchen (Dip-Coating) eine lösbare Trennschicht aus Photoresist aufgebracht.
2. Anschließend wird auf der Trennschicht und ebenfalls durch Tauchen eine erste, die innere Schicht aus Silikonelastomer erzeugt.

3. Diese Silikonschicht wird durch Aufsprühen (Spray-Coating) unter Nutzung spezieller Prozeßparameter mit Photoresist beschichtet, welches anschließend mittels Laser-Lithografie belichtet wird.
4. Nach dem Entwickeln, Spülen und Trocknen verbleiben auf der Oberfläche der Silikonschicht Resiststrukturen, die die späteren Fluidkammern und Zuläufe repräsentieren.
5. Diese Resiststrukturen sind Platzhalter für das innere, später mit Fluid gefüllte Volumen, wenn in einem weiteren Schritt, erneut durch Tauchen, die äußere Silikonelastomerschicht aufgebracht wird. In Anlehnung an die klassische Gießerei- und an die Mikrosystemtechnik können die Resiststrukturen auch als Opferstrukturen bezeichnet werden.
6. Anschließend wird der entstandene Silikonkörper mit entsprechenden Schlauchzuleitungen verbunden, und über diese wird Lösungsmittel zugeführt, welches die Resiststrukturen auflöst.
7. Nach dem Spülen der Kammern und Zuläufe können diese mit dem Arbeitsfluid (z.B. sterile, isotonische Kochsalzlösung) befüllt werden.

## Abstract

The importance of minimal-invasive surgery (MIS) is further increasing due to the fact that the reduction of surgical incisions leads to an earlier recovery of the patient directly related to a cost reduction for the health care system. Therefore, a need of medical locomotion systems arose which are able to move inside and through the natural cavities of the human body, respectively. These locomotion systems shall fulfil the task of carrying surgical tools and endoscopic tubes from the outside to their intended field of operation inside of the body. The main focus of the worldwide activities regarding development of those surgical devices are fully compliant, miniaturised systems executing a wormlike locomotion. However, the existing manufacturing technologies of fully compliant parts are not suitable for a further miniaturisation as it is needed for the MIS-devices, which seriously constrains the development activities.

The author presents a new technology and a machine prototype for the manufacturing of thin-walled hollow cylinders with small fluid chambers and channels fully embedded into the wall of the cylinder. The whole part is made of elastomer and therefore, it is fully compliant. Filling the channels and chambers with fluid and controlling the volume of fluid pumped into that system leads to a certain deformation of the chambers. A hollow cylinder equipped with a defined pattern of chambers could execute a wormlike motion if the chambers are filled and unfilled with fluid cyclically and sequentially. Such a system would represent a peristaltically actuated device for MIS and could move inside the spinal channel for surgical treatment of herniated discs. The manufacturing technology contains the following steps:

1. The substrate (a metal rod) is dip coated with a photoresist. The photoresist layer can be removed by an appropriate solvent and

therefore, it is used as release agent when the fully manufactured part shall be released from the substrate.

2. The substrate is dip coated with silicone elastomer representing a so-called first layer of silicone.
3. The substrate is then spray coated with photoresist. Afterwards the photoresist layer is structured by use of laser lithography.
4. After development, cleaning and drying the unexposed structures of photoresist remain on the silicone surface.
5. The remaining photoresist structures act as so-called sacrificial layer and keep the space for the required fluid chambers and channels when the substrate is dip coated with silicone elastomer ones more.
6. Afterwards, the substrate with the hollow cylinder of silicone is connected to appropriate flexible tubes – in detail: the expected fluid channels are connected to the tubes. Then the tubes and, consequently, the photoresist structures inside of the silicone wall are filled with solvent.
7. The photoresist solution is removed from the fluid system and the hollow cylinder is released from the substrate. After cleaning inside and outside the fluid channels and chambers embedded into the wall of the hollow cylinder can be filled with a working fluid, e.g. a sterile, isotonic saline or Ringer's solution.

## Danksagung

Ich möchte die Gelegenheit nicht versäumen, mich bei den Menschen zu bedanken, die mich bei meiner Dissertation – jeder auf seine eigene Weise – unterstützt haben, sei es in der Phase der inhaltlichen Arbeit als auch während der Erstellung des Dokumentes selbst.

Allen voran danke ich Prof. Klaus Zimmermann für seine Unterstützung als mein "Doktorvater", der mir nicht nur inhaltlich jederzeit mit kritischem Rat zur Seite stand sondern mir mit seinem vorgelebten Engagement, seiner Geduld (auch für mich) und seiner Art Mitarbeiter zu führen bis heute Vorbild ist.

Weiterhin danke ich allen Mitgliedern unserer Nachwuchsforschergruppe PADeMIS für die tolle Arbeitsatmosphäre, den regen fachlichen Austausch, die gegenseitige Unterstützung oder in Kurzform für die gute Zusammenarbeit. Dank also an: Siegfried Oberthür, Johannes Dietrich, Danja Voges, Lisa Herrmann und die Leiterin der Gruppe Petra Meier. Der Dank gilt ebenfalls allen unseren Studenten, welche unsere Arbeit mit ihren Beleg-, Studien- oder Projektarbeiten unterstützt haben. Namentlich und beispielhaft erwähnen möchte ich hier Friedrich Meyer und Samer Khader.

Ich bedanke mich bei meinem Kollegen – schon aus Studienzeiten – Mike Stubenrauch für die vielen guten Diskussionen, seine Begeisterung auch für Ideen außerhalb seines Arbeitsgebietes, das zur Verfügung stellen von Laborkapazität und die kurzen Dienstwege.

Bedanken möchte ich mich auch bei allen Mitarbeitern des Fachgebietes Technische Mechanik, die mit ihrem vielfältigen Wissen so manche Suche in der Bibliothek abgekürzt haben und von denen ich so manchen Kniff lernen konnte, der eine Arbeit erst richtig gut macht, sei es beim Lösen einer Gleichung oder beim Erstellen einer Präsentation. Besonders erwähnen

möchte ich dabei Erik Gerlach, Emil Kolev, Silke Stauche, Peter Walkling, Valter Böhm und Reinhard Mettke.

Bedanken möchte ich mich ebenfalls bei Dr. Böhm von der Zentralklinik Bad Berka, der die Arbeiten an PADeMIS mit seinem Wunsch nach einem wurmartigen Operationswerkzeug überhaupt erst initiiert hat.

Mein herzlichster Dank gebührt natürlich meiner Familie: meiner Frau und unserem Sohn, meinen Eltern und Schwiegereltern, die mich jederzeit und unter allen Umständen bei meiner Arbeit unterstützt und bestärkt und mir "den Rücken freigehalten" haben.

# Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung.....	1
1.1	Stand der Technik – Endoskope und Katheter für die minimal-invasive Chirurgie .....	3
1.1.1	Instrumente mit aktiv-beweglichem Ende .....	4
1.1.2	Biologisch-inspirierte Lokomotionssysteme für die Medizintechnik.....	7
1.1.3	Fortbewegung von PADeMIS und deren Realisierung.....	17
1.2	Anwendung und Verarbeitung von Silikon-Elastomeren in der Mikrosystemtechnik .....	27
2	Technologisches Prinzip zur Herstellung von PADeMIS .....	35
2.1	Makromodell eines peristaltischen Bewegungssystems.....	36
2.1.1	Herstellung des Makromodells .....	37
2.1.2	Praktische Erfahrungen bei Herstellung und Funktionstests des Makromodells.....	38
2.2	Technologie zur Herstellung von PADeMIS .....	40
2.2.1	Prinzipielle Sondengestalt.....	40
2.2.2	Technologieprinzip .....	41
2.2.3	Versuche mit planaren Strukturen.....	44
2.2.4	Schlußfolgerungen für die Entwicklung einer Anlage zur Herstellung sondenähnlicher Strukturen.....	47
2.2.5	Anlage zur Herstellung sondenähnlicher Strukturen – Umsetzung des Technologieprinzips .....	50
2.2.6	Temperofen.....	60
2.2.7	Verfahrensablauf auf der Anlage.....	68
3	Erprobung der Anlage zur Herstellung sondenähnlicher Strukturen.....	79
3.1	Temperparameter des Silikonelastomers NUSIL®MED4930 .....	80
3.2	Erzeugung von Silikonelastomer-Schichten im Tauchverfahren (dip coating) – praktische Erfahrungen.....	84

3.2.1	Silikonkomponenten-Lösung .....	86
3.2.2	Meßverfahren zur Bestimmung der aufgetragenen Schichtdicken .....	90
3.2.3	Aufbringen der Trennschicht und Dickenmessung.....	95
3.2.4	Erzeugung von Silikonelastomer-Schichten .....	100
3.3	Erzeugung von Photoresist-Schichten auf Silikonelastomer- Oberflächen im Sprühverfahren (spray coating) .....	145
3.4	Parameterfindung für Laser-Lithografie.....	151
3.4.1	Belichtung der Resistschicht .....	152
3.4.2	Entwickeln und Spülen der Resistschicht .....	158
4	Herstellung und Funktionstest einer Fluidkammer eingebettet im Mantel eines Silikon-Hohlzylinders.....	163
5	Zusammenfassung und Ausblick .....	173
	Literaturverzeichnis.....	179



# 1 Einleitung

Die wesentlichen Ergebnisse der vorliegenden Arbeit wurden im Rahmen der Förderprojekte "Innovationskolleg Bewegungssysteme" der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) und der daran anknüpfenden "Nachwuchsgruppe Peristaltische Sonde mit haptischem Sensor-Array", gefördert vom Thüringer Ministerium für Wissenschaft, Forschung und Kultur (TMWFK), gewonnen.

Forschungsgegenstand des an der Friedrich-Schiller-Universität Jena und an der Technischen Universität Ilmenau gemeinsam durchgeführten Innovationskollegs war die Untersuchung biologischer Bewegungssysteme und –prinzipien und deren technische Anwendung. Startpunkt der Untersuchungen an der TU Ilmenau waren die hier entstandenen Arbeiten zu vollständig nachgiebigen Rahmenstrukturen, welche als monolithisch aufgebaute Mechanismen für miniaturisierte bzw. Mikrobewegungssysteme genutzt werden können /Bög 95/. Bereits dort wurden fluidgefüllte nachgiebige Strukturen in Aussicht gestellt, bei denen die Bewegung durch Verformung infolge Zunahme und Abnahme des Volumens der Fluidfüllung erfolgt /Bög Pa/.

Infolgedessen fokussierten sich die Untersuchungen auf wurmartige Bewegungssysteme /Zim 95/, /Ste 00/, /Zim 00/, /Zim 01/. So erfolgte die Formulierung mathematischer Modelle zur Beschreibung der Wurmperistaltik und der mechanischen Wechselwirkung mit der Umgebung, die schließlich zur Fortbewegung des Systems Wurm führt /Ste 97/, /Zim 99/, /Zei 00/. Ausgehend von den mathematischen Modellen erfolgten Überlegungen zur Gestaltung künstlicher wurmartiger Bewegungssysteme. Unter anderem wurden analytische und numerische Modelle zur Bewegung fluidgefüllter Membranen bzw. durch Membranen begrenzter Segmente geschaffen /Kun 99/, /Kun 00/, /Ste 00/, /Kun 01/. Basierend auf den theoretischen Überlegungen wurden einfache technische Makromodelle wurmartiger

Systeme aufgebaut und getestet und Erfahrungen für weitere Entwicklungen mit stärkerem anwendungstechnischen Hintergrund gesammelt /Zim Pab/. Parallel dazu wurde bereits an miniaturisierten Systemen gearbeitet, so daß u.a. auf der Hannover-Messe '99 der "kleinste Inch-Worm der Welt" /Rie 99/ vorgestellt werden konnte. Weiterhin wurde bei Aufbau und Test der einfachen Modelle die Wichtigkeit der Entwicklung geeigneter Herstellungstechnologien für die weitere Miniaturisierung der wurmartigen Bewegungssysteme erkannt und geeignete Ideen entwickelt /Pre 01/.

Ziel der im Anschluß gegründeten Nachwuchsgruppe waren Entwicklung und Aufbau eines Prototyps eines wurmartigen, vollständig nachgiebigen Lokomotionssystems für den Einsatz im menschlichen Wirbelkanal /Böh 01/, /Die 02/, /Mei 04/, /Aba 04/. Ausgehend von einem minimal-invasiven Zugang am Kreuzbein des Patienten sollte so ein schlauchartiger Arbeitskanal in der Wirbelsäule des Patienten verlegt werden. Dieser Arbeitskanal dient zum Einführen von Operationsinstrumenten, die so bis zum eigentlichen Zielort des operativen Eingriffs geschoben werden können. In erster Anwendung sollte das System helfen, sogenannte Bandscheibenvorfälle zu therapieren, indem der ausgetretene und schmerzhaft auf das Rückenmark drückende Bandscheibenkern aus dem Wirbelkanal entfernt wird. Übliche Komplikationen, wie die Schädigung von Muskeln und Nerven im Bereich der Wirbelsäule, sollen damit reduziert werden /Böh 01/.

Auch nach Ablauf der Förderung wurden die Arbeiten zu nachgiebigen wurm- oder schlangenartigen Lokomotionssystemen für die Medizintechnik am Fachgebiet fortgesetzt /Zim 07/, /Zim 09/, basierend u.a. auf einer umfassenden Klassifizierung verwendbarer Lokomotionsprinzipien /Lys 04/. Dabei kam neben der Nachgiebigkeit der Struktur auch die Anwendung neuer Aktorprinzipien zunehmend in den Fokus. Inzwischen liegen völlig neue Lokomotionssysteme vor, bei denen zum Beispiel Ferrofluide oder ferromagnetische Elastomere /Zim Pad/ als Aktoren zum Einsatz kommen.

## **1.1 Stand der Technik – Endoskope und Katheter für die minimal-invasive Chirurgie**

Minimal-invasive Chirurgie bedeutet, operative Eingriffe unter signifikanter Minderung der üblichen zugangsbedingten Verletzungen vorzunehmen. Eine Möglichkeit dazu ist der Einsatz von Endoskopen für sogenannte Schlüsselloch-Zugänge. Das sind kurze Schnitte in Haut und darunterliegende Gewebsschichten durch die röhrenförmige Instrumente in den Körper eingeführt werden. Durch Einsatz von miniaturisierten, optischen Systemen und Werkzeugen kann somit der Arzt wie durch ein Schlüsselloch hindurch Operationen vornehmen. Als Beispiel dafür wären Arthroskope zu nennen, mit denen heute in Standardverfahren Operationen am Knie (z.B. Meniskus, Kreuzbänder) minimal-invasiv durchgeführt werden. Eine zweite Möglichkeit ist die Verwendung flexibler Instrumente – häufig als Katheter bezeichnet, welche durch natürliche oder minimal-invasive Öffnungen in den Körper eingeführt werden. Anschließend werden sie in natürlichen Körperhöhlen weitergeschoben, um zum eigentlichen Operationsfeld zu gelangen. Beispiel dafür wären Kolonoskope und Gastroskope.

Diese bereits kommerziell-verfügbaren Systeme verfügen über drei wesentliche Merkmale, die ihren Einsatz einschränken und nur bei speziellen Indikationen möglich machen:

1. Vorhandene Systeme sind, wenn überhaupt, nur bedingt nachgiebig. Das bedeutet, daß nur eine Flexibilität der mechanischen Achse des Systems besteht. Eine Verformung des Querschnitts und somit Anpassung an die häufig unregelmäßig geformten Körperkanäle ist nicht möglich.
2. Vorhandene Systeme werden nur durch manuelle Schiebewebungen von außerhalb des Körpers fortbewegt. Ein eigener Antrieb des Systems durch mechanische Wechselwirkung mit der jeweiligen

Körperumgebung und infolgedessen mechanische Anpassung an diese Umgebung besteht nicht.

3. Vorhandene Systeme sind nicht oder nur geringfügig steuerbar. Gesteuert wird meist manuell durch Bewegen des außerhalb vom Körper befindlichen Teils des Systems. Der im Körper befindliche Teil folgt je nach Steifigkeit des Gesamtsystems mehr oder weniger zwangsläufig. Manche Systeme verfügen mittlerweile zumindest über die Möglichkeit das im Körper befindliche Ende des Systems um einen geringen Winkel ( $\leq 90^\circ$ ) kippen zu können, was die Bewegung innerhalb natürlicher und meist gewundener Körperhöhlen erleichtert und weitere Bereiche zugänglich macht.

Weichen also die physischen Gegebenheiten des Operationszugangs von den Voraussetzungen der vorhandenen Systeme ab, dann ist ein Eingriff nur unter Verwendung konventioneller invasiver Techniken oder auch noch gar nicht möglich.

Zur Lösung der angesprochenen Probleme werden im wesentlichen zwei Entwicklungsrichtungen beschritten: zum einen die aktive Beweglichkeit (Bewegungswinkel) des im Körper befindlichen Endoskopendes und zum anderen die Entwicklung von sich selbst vorwärtsbewegenden Endoskop- bzw. Lokomotions-Systemen /Phe 97/, /Dar 03a/ und /Par 99/.

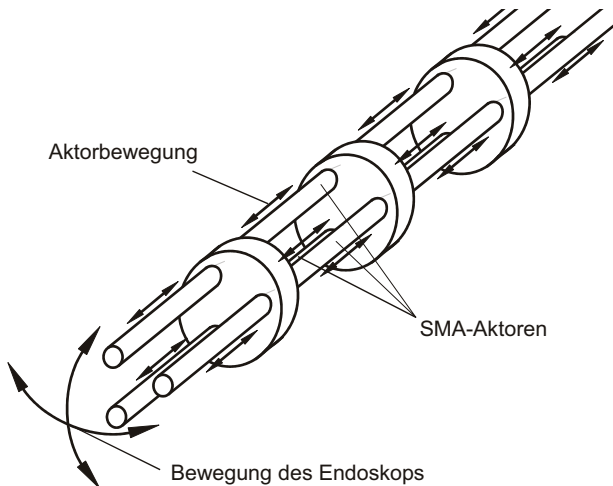
### **1.1.1 Instrumente mit aktiv-beweglichem Ende**

Endoskope und Katheter mit beweglichem Ende sind bereits kommerziell verfügbar. Die beweglichen Enden werden i.d.R. durch manuelle Verstellung von Seilzügen angetrieben und weisen einen Freiheitsgrad von eins auf.

Die Weiterentwicklung dieser Systeme erfolgt parallel sowohl durch Ersatz des manuellen Antriebs mit technischen Antrieben als auch durch Erhöhung des Freiheitsgrades (DoF) am beweglichen Ende. So wird in /Dar 00/ ein Arthroskop vorgestellt, dessen bewegliches Ende einen DoF von eins aufweist,

dessen Antrieb jedoch durch einen Gleichstrommotor und Seilzüge erfolgt. Die Positionsbestimmung des beweglichen Endes erfolgt über zusätzliche integrierte Sensoren. Weiterhin wird in /Sas 97/ eine Biopsiezange mit einem DoF von zwei und hydraulisch betätigten Seilzügen erwähnt.

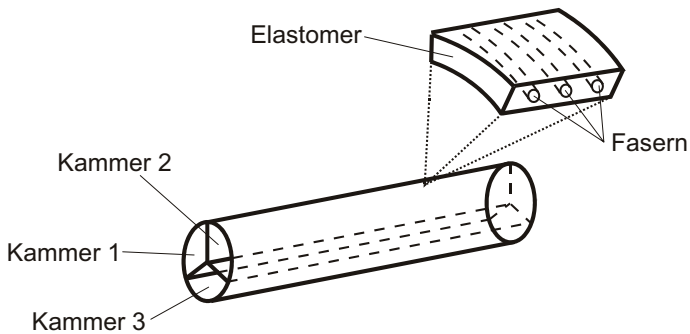
Ein interessanter und bei vielen Entwicklungen beschrittener Weg besteht in der Verwendung von SMA-Drähten (SMA = Shape-Memory-Alloy oder Formgedächtnis-Legierung) als Aktoren anstelle der konventionellen Seilzüge. So präsentiert /Par 99/ einen Katheter mit beweglichem Ende mit DoF von zwei, siehe Abbildung 1. Der Antrieb besteht aus drei parallelen und um je  $120^\circ$  versetzten Aktoren – spiralförmig-gewundene und axial ausgerichtete SMA-Drähte. Diese ermöglichen eine automatische Verkippung des distalen Katheterendes um zwei orthogonale Achsen um je  $\pm 45^\circ$ . In /Tak 99/ wird mit einem ähnlichen Aufbau bereits eine Verkippung des distalen Katheterendes um zwei orthogonalen Achse mit je  $\pm 90^\circ$  erzielt.



**Abbildung 1:** Aktives Endoskop mit Freiheitsgrad 2 angetrieben durch SMA-Aktoren, Prinzip gem. /Par 99/

In /Iku 88/ wird durch serielle Aneinanderreihung von fünf SMA-getriebenen, beweglichen Segmenten eine schlangenartige Windung des distalen Katheterendes realisiert. Ein autonomer Vortrieb des Katheters durch eine schlangenförmige Bewegung wird dabei allerdings nicht angestrebt. Ein ähnliches Multi-Segment-System wird in /Fuk 95a/ vorgestellt. In /Dau Pa/ wird ebenfalls ein sich schlangenartig-verformendes System vorgestellt, allerdings erfolgt keine nähere Beschreibung der Art des Antriebs.

Ein anderes Aktorprinzip verwendet /Guo 03/ für einen Katheter mit beweglichem distalen Ende mit einem DoF von eins. Durch ein sogenanntes aktives Polymer als Direktantrieb erfolgt eine Verkipfung des distalen Endes um fast 180°. Die Verkipfung ist allerdings nur in einer Richtung möglich.



**Abbildung 2:** Flexibler Mikroaktuator gem. /Suz 91/ bestehend aus Elastomerschlauch mit Faserverstärkung und unterteilt durch drei separate, axial verlaufende Kammern

In /Suz 91/ wird ein flexibler Mikroaktuator (FMA) als Elementarsegment für eine Verwendung in Kathetern vorgeschlagen, Abbildung 2. Der FMA ist ein schlauchartiges Element, das in Umfangsrichtung in drei gleich große axial verlaufende Kammern unterteilt ist. Der Mantel der Schlauchstruktur ist gegen radiale Verformung versteift, axiale Verformung ist möglich. Durch Beaufschlagung der Kammern mit unterschiedlichen Fluiddrücken wird eine Verformung des FMA als Krümmung entlang der Längsachse erreicht. Durch

serielle Aneinanderreihung mehrerer FMA entsteht ein Gesamtsystem mit hoher Anpassungsfähigkeit, denkbar zur Verwendung in gewundenen Körperkanälen.

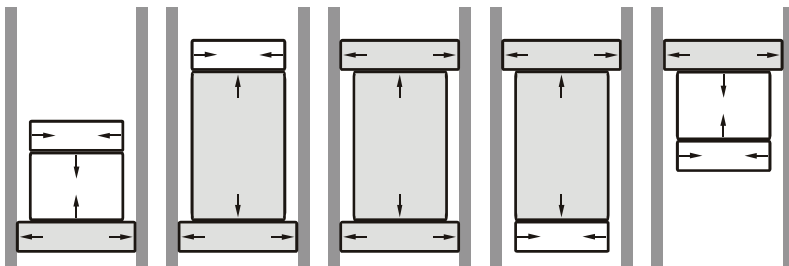
Außerdem soll /Hau Pa/ erwähnt werden. Dort wird vorgeschlagen in eine Schlauchwandung einen kissenförmigen Hohlraum einzubringen, der mit Fluid befüllt und durch Druckbeaufschlagung verformt wird. Infolgedessen kommt es zu einer Krümmung des Schlauches an der Stelle der Kissenstruktur. Auch dieses Prinzip ist zur Verwendung als Antrieb eines beweglichen Katheterendes denkbar.

### **1.1.2 Biologisch-inspirierte Lokomotionssysteme für die Medizintechnik**

Sich aktiv fortbewegende Endoskope und Katheter werden i.d.R. für die Fortbewegung in natürlichen Körperhöhlen entwickelt. Diese Lokomotionssysteme sollen Instrumente oder Arbeitskanäle in diesen den menschlichen Körper transportieren und so einen risikoarmen Zugang von außen bis zum eigentlichen Operationsfeld im Körper schaffen. Körperhöhlen stellen eine mechanisch empfindliche Umgebung dar, die bei punktueller Belastung leicht beschädigt werden kann. Außerdem weisen sie zumeist eine feuchte Oberfläche und geringe Reibkoeffizienten auf. Aus diesen Gründen findet der ansonsten in der Technik weit verbreitete Radantrieb hier keine Anwendung. Stattdessen orientieren sich die publizierten Lösungen häufig an biologischen Vorbildern und verwirklichen wurm- oder schlangenförmige Bewegungen.

Der überwiegende Teil der Lokomotionssysteme für Endoskope und Katheter funktioniert nach dem Inch-Worm-Prinzip. Das heißt sie sind aus mindestens drei Segmenten aufgebaut. Zwei der drei Segmente können unabhängig voneinander eine zeitlich steuerbare, ortsfeste Fixierung des Systems realisieren. Dies wird z.B. durch Klemmen oder Ansaugen an einer Kanalwand erreicht, wodurch die Reibung zur Kanalwand sprunghaft erhöht wird. Die

Kraft wird dabei über eine möglichst große Fläche verteilt. Das dritte Segment ist zwischen den beiden anderen Segmenten angeordnet und erzeugt durch axiale Ausdehnung oder Verkürzung eine translatorische relative Verschiebung der beiden Klemmelemente zueinander. Durch periodisches wechselweises Klemmen in Kombination mit translatorischen Verschiebungsbewegungen kann so eine quasikontinuierliche, translatorische Bewegung erzeugt werden, siehe Abbildung 3.



**Abbildung 3:** Inch-Worm-Bewegungs-Prinzip, gemäß /Kun 99/, Abb. 5

Bereits 1979 wurde in /Fra Pa/ ein Kolonoskop als wurmartiges Lokomotionssystem auf Basis des Inch-Worm-Prinzips patentiert. Die ortsfeste Fixierung erfolgt bei diesem System durch Ballons, welche durch Aufblasen zum Verkleben mit der Darmwand führen. Die translatorische Bewegung wird durch eine Faltenbalgstruktur realisiert, die bei Druckbeaufschlagung eine Längenänderung erfährt. Zur Bestimmung der aktuellen Position des Kolonoskop soll an seinem distalen Ende eine Ultraschallquelle angebracht sein. Durch Peilung des Ultraschallsignals von außerhalb des Körpers ist dann eine Positionsbestimmung des Kolonoskop-Endes möglich.

Das in /Gru Paa/ und /Gru Pab/ patentierte System realisiert ebenfalls eine Bewegung nach dem Inch-Worm-Prinzip. Zu diesem Zweck werden Klemm- und Streckelemente allerdings mehrfach aneinandergereiht. Die Autoren versprechen sich davon eine Erhöhung der Vortriebskraft. Außerdem werden



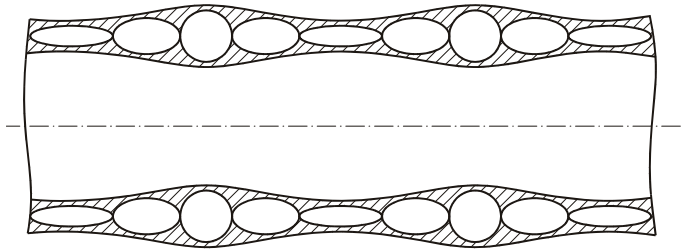
unterschiedliche Aktivierungsreihenfolgen vorgeschlagen, um unterschiedliche Gangarten des Lokomotionssystems zu realisieren. Die Entwicklung des Systems ist soweit fortgeschritten, daß bereits in-vitro-Experimente zur Bewegung des Systems durchgeführt werden konnten. Dabei wurden in den Testaufbauten Abschnitten von Schweinedarm verwendet /Hoe 00/.

Das in /Lyd Pa/ vorgestellte System verwendet ebenfalls Ballons als Klemmelemente und realisiert die translatorische Verschiebung über ein pneumatisch betriebenes Gleitrohr, vergleichbar einem dünnwandigen Pneumatikzylinder dessen Kolbenstange den Durchmesser des Kolbens aufweist. Die technische Lösung aus /Rei Pa/ ist ähnlich aufgebaut, nutzt das Gleitrohr hingegen aber nur als Führung. Die Längenänderung wird von extern manuell oder durch einen Motor angetrieben und über Seilzüge auf die Gleitrohrführung übertragen.

In /Ort Pa/ werden die Klemmballons als gummielastische Membranen auf der Außenseite des Lokomotionssystems ausgeführt. Durch Füllen des Membranraumes mit Fluid tritt dann eine ballonartige Verformung der Membranen auf. Die translatorische Bewegung wird über einen klassischen Pneumatikzylinder erzeugt. Ein ähnlicher Aufbau wird in /Kum 00/ gezeigt. Allerdings wird dort für die translatorische Verschiebung ein Aktor bestehend aus drei parallel und um 120° versetzt angeordneten Faltenbälgen verwendet. Somit wird neben der translatorischen Verschiebung auch noch eine begrenzte Lenkbarkeit des Systems durch Krümmung des Vortriebelementes ermöglicht.

Bei /Miy Pa/ wird die translatorische Bewegung durch einen Aktor vergleichbar dem von der Festo AG bekannten "Fluidic Muscle" erzeugt. Ein gummielastischer Schlauch verfügt über eine Gewebecinlage im Schlauchmantel, die dazu führt, daß bei Druckbeaufschlagung eine Zunahme des Schlauchdurchmessers und eine Verkürzung der Länge auftreten. Die Rückstellung erfolgt über eine im Schlauchinneren befindliche Spiralfeder.

In /Kra Pa/ wird ein Lokomotionssystem patentiert, bei dem Klemmung und Vortrieb in einem Element integriert sind. Eine schlauchförmige Grundgestalt ist von zwei oder mehr verformbaren Schläuchen spiralförmig umwickelt. Die Schläuche haben im Ausgangszustand einen flachen Querschnitt und weisen erst bei Druckbeaufschlagung den üblichen kreisförmigen Querschnitt auf. Die Schläuche sind in den Mantel der Grundgestalt in angeschrägten Nuten eingelegt. Bei Druckbeaufschlagung der Schläuche erfolgt eine Zunahme des Durchmessers des Gesamtsystems (Klemmen) und eine translatorische Versetzung relativ zur Auflage. Die Höhe der translatorischen Versetzung ist dabei abhängig vom Durchmesser der Schläuche und dem Winkel der angeschrägten Nuten. Durch periodische Druckbeaufschlagung der Schläuche wird so eine quasikontinuierliche Bewegung des Systems erzielt.



**Abbildung 4:** Wurmartiges Bewegungssystem bestehend aus Elastomerschlauch mit im Mantel integrierten Kanälen mit flachem Querschnitt, gem. /Zim Pab/; bei zyklischer, phasenverschobener Druckbeaufschlagung erfolgt eine peristaltische Verformung die zur Fortbewegung genutzt werden kann

In /Zim Pab/ ist ebenfalls ein Lokomotionssystem beschrieben, welches spiralförmig gewundene Schläuche als Aktoren verwendet. Die Schläuche besitzen vorzugsweise einen elliptischen Querschnitt, welcher sich bei Druckbeaufschlagung verformt und kreisförmig wird. Allerdings werden in dieser technischen Realisierung keine angeschrägten Nuten für die Bewegungserzeugung benötigt, so daß die gesamte Gestalt als vollkommen nachgiebige Struktur ausgeführt werden kann.

In /Lys 04/ wird u.a. ein Makromodell zur Demonstration des Bewegungsprinzips vorgestellt. In einer weiteren Ausführung in /Zim Pab/ werden die Aktoren durch ringförmige Fluidkammern realisiert. Dies ist ein direkter Vorgänger des später mit PADeMIS angestrebten Bewegungsprinzips und wurde an der TU Ilmenau von Doz. Dr. Lysenko (Belorussische Nationale Technische Universität Minsk, Gastprofessur 2002-2004 an der TU Ilmenau) schon im Rahmen des „Innovationskollegs Bewegungssysteme“ entwickelt und aufgebaut.

Das in /Uts Paa/ und /Uts Pab/ beschriebene Endoskop verfügt, ähnlich /Ort Pa/, über Membranen auf der Außenseite des Endoskopkörpers, die allerdings neben der Klemmfunktion auch den Vortrieb des Endoskops sicherstellen. Diese Membranen sind im inaktiven Zustand in einer spezifischen, funktionsbestimmenden Form gefaltet. Werden sie mit Fluid gefüllt, erfolgt ein Auffalten, wobei der äußere Umfang der Membran, der in Kontakt zum umgebenden Körperkanal steht, neben der radialen auch eine axiale Bewegung ausführt. Somit entsteht ein Vortrieb des Endoskops im umgebenden Körperkanal. Durch periodisch-wiederholte Anordnung von Membranen auf dem Endoskopkörper wird die Vortriebskraft entsprechend erhöht.

In /Dar 99/ wird in einer frühen Arbeit der Gruppe ein Kolonoskop auf Basis des Inch-Worm-Prinzips vorgestellt. Die ortsfeste Fixierung erfolgt durch Ansaugen der Klemmelemente an die Darmwand, die translatorische Verschiebung wird pneumatisch mittels Faltenbalg realisiert. Die Steuerung des Systems erfolgt mittels neuartigen SMA-Miniaturventilen /Dar 96b/, /Car 03/. In-vitro-Tests unter Nutzung von Schweinedarm haben die prinzipielle Funktion des Systems gezeigt /Phe 02/, /Dar 03b/. Im Rahmen ihrer weiteren Arbeit setzt die Gruppe um Dario auf Lokomotionssysteme nach dem Prinzip des Regenwurms, d.h. aneinandergereihte gleichartige Segmente, die zu zyklischer axialer oder radialer Ausdehnung fähig sind

/Men 03/. Prototypen aus Silikonelastomer für die Koloskopie weisen bis zu vier Segmente mit jeweils ca. 10 mm Durchmesser und 10 mm Länge auf /Men 04/. Eine gerichtete Bewegung konnte bisher schon auf nachgiebigem Untergrund allerdings nur mit strukturierter Oberfläche (Samt) gezeigt werden. Dabei bewältigt der Prototyp aber Steigungen bis 25°! Im Rahmen weiterer Entwicklungen innerhalb des EU-Projektes BIOLOCH wurden u.a. Prototypen mit integrierten nachgiebigen Sensoren entwickelt, die Informationen über die Bewegung des Systems oder von außen wirkende Kräfte liefern /Liu 06/, /Mor 04/.

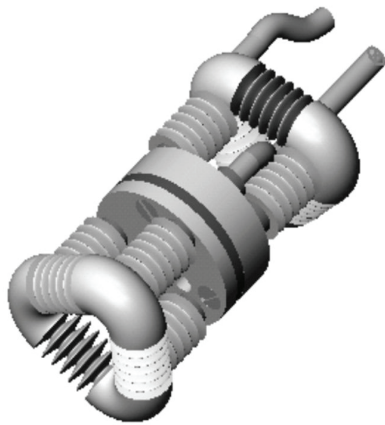
Ebenso für den Einsatz als Koloskop ist ein Inch-Worm-Bewegungssystem gedacht, daß in /Hub 02a/ und /Hub 03a/ beschrieben ist. Im Gegensatz zu /Dar 99/ zeichnet es sich durch hohe Nachgiebigkeit aus, da alle Elemente des Bewegungssystems aus nachgiebigem Silikonelastomer bestehen. Dies ist insbesondere für den Einsatz als Koloskop aufgrund des bestehenden Perforationsrisikos bei der Darmwand von hoher Wichtigkeit. Das Risiko eines Reißens der Darmwand kann somit deutlich gesenkt werden.



**Abbildung 5:** Vollständig nachgiebiges Inch-Worm-System der Arbeitsgruppe Huba der Technischen Universität Budapest, gem. /Hub 02a/ und /Hub 02b/

Zur Bewegung des nachgiebigen Systems wurden umfangreiche Simulationen durchgeführt /Hom 00/. Die zu diesem Zweck durchgeführten Untersuchungen der mechanischen Eigenschaften der eingesetzten Silikonelastomer-Materialien sowie die mathematischen Modellbeschreibungen sind z.B. in /Hub 02a/ und /Hub 03b/ veröffentlicht.

Ein weiteres Modell der Arbeitsgruppe wird in /Tak 02/ vorgestellt. Dabei wird durch den Einsatz von mindestens drei parallel und um  $120^\circ$  versetzt angeordneten Faltenbalg-Aktoren zusätzlich eine Lenkbarkeit des Systems realisiert. Von besonderem Interesse ist die Herstellung der miniaturisierten Elemente der vorgestellten Systeme der Arbeitsgruppe. Diese erfolgt teilweise im Tauchverfahren unter Verwendung sogenannter verloreener Gießkerne als auch teilweise im Spritzgußverfahren. Dabei wurde aufgrund der geringen Größe der einzelnen Elemente eine hohe technische Herausforderung bewältigt.



**Abbildung 6:** Lenkbares, vollständig nachgiebiges Inch-Worm-System gem. /Tak 02

In /Fuk 94/ werden für die Erzeugung der translatorischen Verschiebung Aktoren aus gummielastischem Schlauch verwendet. Der Schlauchmantel ist durch ein spezielles Nylongewebe verstärkt, so daß bei Druckbeaufschlagung des Schlauches ein Streckung entlang der Längsachse auftritt. Der Durchmesser des Aktors bleibt nahezu unverändert. Für Vortrieb und Lenkbarkeit werden je 4 Aktoren parallel und um  $90^\circ$  versetzt angeordnet und bilden so ein Segment des Systems. Das gesamte System besteht aus drei seriell

angeordneten Segmenten. Spezielle Klemmelemente sind nicht vorgesehen, die ortsfeste Fixierung erfolgt durch Ausnutzung der Haftreibung. Vorgeschlagen für ein Rohrinspektionssystem setzt dies allerdings voraus, daß die Endplatten der Segmente, an denen u.a. die Aktoren befestigt sind, an den Durchmesser der Rohrleitungen angepaßt sind, so daß ausreichend Haftreibung auftritt. Gemäß /Phe 97/ ist der Einsatz eines solchen Systems im medizinischen Bereich z.B. als Kolonoskop ebenfalls denkbar.

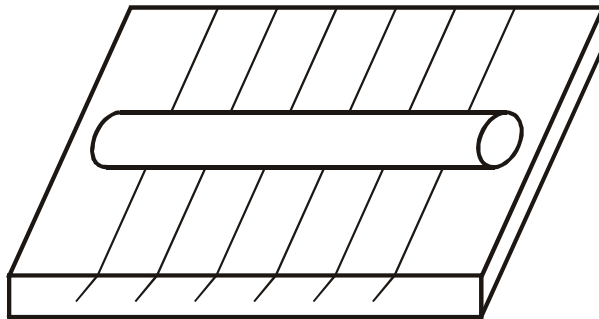
Umfangreiche, biologisch-inspirierte Entwicklungen für die Koloskopie gibt es auch von der Fluidgruppe am Institut für Angewandte Informatik am Forschungszentrum Karlsruhe /Sch 00/, /Sch 05/, /Sch 08/ und /FZK 10/. Das vorgestellte Kolonoskop arbeitet nach dem Inch-Worm-Prinzip und ist ebenfalls aus vollkommen nachgiebigen Elementen aufgebaut. Die dabei verwendete Technologie der Erzeugung von aufblasbaren Kammern durch Verschweißen aufeinanderliegender Folienbahnen ist allerdings nicht weiter miniaturisierbar. Der Einsatz bleibt somit auf die relativ großen Koloskope begrenzt. Eine Verwendung zur Herstellung kleinerer Inch-Worm-Endoskope, z.B. für den Wirbelsäulenkanal oder zur Bewegung in Blutgefäßen ist nicht möglich.

Ein vollständig, nachgiebiges Lokomotionssystem mit peristaltischer wurmartige Bewegung wird von /Sag 04/ bzw. /Nak 06/ vorgestellt. Die wurmartige Bewegung wird dabei mittels Ferrofluid erzeugt. Die peristaltische Verformung der Segmente wird dabei durch ein zeitlich und örtlich veränderliches Magnetfeld erzeugt, dessen Quelle sich außerhalb des Bewegungskanals des "Wurmes" befindet.

Von /Gar 00/ wird ein Inch-Worm-System mit Piezo-Aktoren vorgestellt. Dabei werden sowohl Klemmung (Zunahme des Durchmessers) als auch translatorische Verschiebung (Streckung entlang der Längsachse) durch Piezo-Elemente erzeugt.

In /Rey 96/ wird der Vortrieb des Inch-Worm-Bewegungssystems durch SMA-Aktoren erreicht. Durch gezielte parallele und serielle Anordnung der Aktoren werden dabei Lenkbarkeit und Vortrieb optimiert.

Einen interessanten Ansatz zur Erzeugung undulatorischer Bewegungen in auf feuchtem, reibungsarmen Untergrund stellt /Mah 04/ vor. Dabei wurden im Experiment sowohl wurmartige als auch schlangenartige Bewegungen eines länglichen Stabes aus Hydrogel auf einer Silikonoberfläche realisiert. Die Bewegungserzeugung erfolgt durch Schwingungsanregung der Silikonoberfläche. Die nichtlineare Reibungsbedingung entsteht durch Einschnitte im Silikonuntergrund, die schräg zur Vertikalen eingebracht sind und senkrecht zur angestrebten Bewegungsrichtung des Stabes verlaufen. Auf diese Art und Weise kann dem biegsamen Stab selbst eine schlangenförmige Bewegung durch zyklische Durchbiegung aufgezwungen werden, siehe Abbildung 7.



**Abbildung 7:** Erzeugung undulatorischer Bewegungen eines Stabes aus Hydrogel auf einer Silikonelastomeroberfläche – schräge Einschnitte in der Silikonoberfläche führen zur Richtungsabhängigkeit der Reibung, siehe /Mah 04/

Das in /Vai 00/ vorgestellte Bewegungssystem ist gemäß Autor für den maritimen Einsatz gedacht. Aufgrund des interessanten Aufbaus soll es an dieser Stelle aber ebenfalls kurz beschrieben werden. Ein fluidgefüllter Ballon ist dabei direkt mit zwei gegenüberliegenden Endplatten verbunden, so daß der Ballon zwischen den Endplatten positioniert ist. Die Endplatten sind

zusätzlich an ihrem äußeren Umfang durch drei parallel und um  $120^\circ$  versetzt angeordnete SMA-Aktoren (spiralfederförmig gewundene SMA-Drähte) verbunden. Dieser Aufbau bildet ein Segment und stellt ein sogenanntes hydrostatisches Skelett dar. Werden die SMA-Aktoren aktiviert, verkürzt sich die Länge des Segmentes, der Ballon sorgt aufgrund seiner Volumenkonstanz gleichzeitig für eine Erhöhung des Durchmessers. Durch serielle Kombination von drei Segmenten zu einem Bewegungssystem und gezielte Einzelansteuerung der SMA-Aktoren werden quasikontinuierlicher Vortrieb und Lenkbarkeit erreicht.

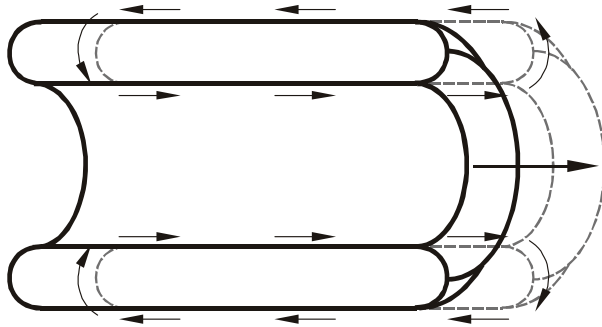
/Lim 01/ präsentiert ein Kolonoskop mit einer Art Trägheitsantrieb. Eine im Inneren des Kolonoskops befindliche Schwungmasse wird durch einen pneumatischen Aktor verschoben. Durch unterschiedliche Beschleunigungen bei Hin- und Rückbewegung und Ausnutzung der Differenz zwischen Haft- und Gleitreibung wird so eine gerichtete Bewegung des Systems erzeugt. Lenkbarkeit soll dabei durch eine aktive Ausrichtung der Spitze des Kolonoskops erreicht werden.

Von /Dör Pa/ wird ein Endoskop mit Schwingungsantrieb vorgestellt. Ein Rotor verfügt auf seinem Umfang über eine Kurvensteuerung welche zu periodischer axialer Verschiebung der Rotormasse führt. Die so erzeugt Schwingung soll ebenfalls unter Ausnutzung der Haft-/ Gleitreibungsdifferenz zur gerichteten Bewegung des Systems führen. Weiterhin wird ein zusätzlicher exzentrisch angeordneter Rotor vorgeschlagen, dessen radiale Schwingungen der künstlichen Öffnung bzw. Weitung verstopfter Blutgefäße dienen sollen.

/Ing 06/ bzw. /Hon 09/ stellen ein Lokomotionssystem vor, welches sich an der Bewegung von Amöben orientiert: lokale Ausstülpung der systembegrenzenden Membran und Volumentransport durch den sich bildenden Zweig, bis hin zur Gesamtverschiebung des Systems. Dabei wird vorallem hervorgehoben, daß Amöben Öffnungen durchqueren können, die kleiner als



der übliche mittlere Durchmesser der Amöbe sind. Das vorgestellte technische System imitiert die Amöbenlokomotion insofern, daß es seine vollständig nachgiebige Außenhülle durch fortgesetzte seitliche Ausstülpung verschieben kann. Dabei wird letztendlich das gesamte System fortbewegt, siehe Abbildung 8.



**Abbildung 8:** Lokomotionssystem orientiert an Bewegungsprinzip von Amöben: kontinuierliche seitliche Ausstülpung der Außenhaut des Systems (Membran), technisch gelöst durch "Abrollen" der gummielastischen Membran

Abschließend soll ein Diagnosesystem erwähnt werden, daß in /Idd 00/ vorgestellt wurde. Dabei handelt es sich um ein passives System, daß durch die Peristaltik des Darmtraktes fortbewegt wird und nach oraler Einnahme den gesamten Magen-Darmtrakt passiert. Ausgerüstet mit integrierter Kamera können so Bilder von Magen- und Darmwand gemacht und an den Arzt übermittelt werden.

### 1.1.3 Fortbewegung von PADeMIS und deren Realisierung

Bei PADeMIS (Peristaltically Actuated Device for Minimal-Invasive Surgery) handelt es sich um ein völlig neuartiges Endoskop-System, das sich in wesentlichen Punkten sowohl von den kommerziell-verfügbaren Endoskopen und Kathetern unterscheidet als auch zum Teil von den in Kap. 1.1 vorgestellten Entwicklungen.

PADeMIS soll komplett aus Silikonelastomeren bestehen und ist dadurch ein vollständig-nachgiebiges System. Dies bezieht sich nicht wie bei Kolonoskopen nur allein darauf, daß eine Flexibilität der mechanischen Achse des Systems vorliegt. Zusätzlich ist bei PADeMIS eine flexible Verformung des Querschnittes des Systems möglich. PADeMIS wird sich durch eine peristaltische, wurmartige Bewegung – siehe auch /Die 97/ – im Körper des Patienten fortbewegen und dabei auch lenkbar sein – PADeMIS gehört somit zu den selbstangetriebenen Systemen.

Der primäre Einsatz von PADeMIS ist bei Operationen zur Therapie von sogenannten Bandscheibenvorfällen vorgesehen. Beim Bandscheibenvorfall tritt durch einen Riß oder eine andersartige Beschädigung der Zwischenwirbelscheibe der gelartige Kern der Scheibe aus und kann im Bereich des Wirbelkanals auf die Nerven des Rückenmarks und/oder vom Rückenmark abzweigende Nervenbündel drücken. Häufig treten dadurch starke Schmerzen bis hin zu Lähmungen beim Patienten auf, so daß in letzter Konsequenz eine operative Entfernung des ausgetretenen Gelkerns geboten ist. Zu diesem Zweck werden verschiedene Operationsmethoden angewendet, die unterschiedliche Komplikationsrisiken für den Patienten besitzen. Auch bei den fortgeschrittensten Methoden – minimal-invasiver Zugang durch das Rückengewebe – besteht aber immer noch das Risiko der Verletzung von Nerven oder Rückenmuskulatur. Gemäß klinischer Erfahrungen bei der Therapie von Bandscheibenvorfällen besteht das Risiko, daß nach mehreren Jahren ein weiterer Bandscheibenvorfall beim Patienten auftritt – bevorzugt direkt oberhalb oder unterhalb der bereits von einem Vorfall betroffenen Bandscheibe. Es besteht die Vermutung, daß die Schädigung von Nerven und/oder Rückenmuskulatur bei der operativen Therapie eine Ursache dafür ist und dies als Komplikation mit Langzeitfolgen angesehen werden kann. Die beschriebenen Komplikationsrisiken könnten ausgeschlossen werden, wenn stattdessen ein minimal-invasiver Zugang am Kreuzbein geschaffen

wird, um von dort aus einen künstlichen Operationskanal bis zum Operationsfeld an der geschädigten Bandscheibe zu verlegen. Diese Idee wurde von Dr. med. H.Böhm (Chefarzt der Klinik für Wirbelsäulenchirurgie an der Zentralklinik Bad Berka, Rhön Klinikum AG) an die Arbeitsgruppe der TU Ilmenau mit dem Autor der Dissertationsschrift als Forschungsaufgabe herangetragen. Dr. med. H.Böhm hat als einen Fokus seiner Forschungsarbeiten die Entwicklung neuer, darunter auch minimal-invasiver Operationstechniken im Bereich der Wirbelsäule, /Sag 02/, /Sag 03/. Er realisierte den wichtigen Transfer vom chirurgischen Problem, über die medizintechnischen Anforderungen an die Geräte bis zur ingenieurtechnischen Aufgabe, indem er als Vertreter der 'Life Sciences' auch die Kommunikation mit der Ingenieurwelt aktiv sucht und deren Sprache spricht, /Böh 01/.

Aufgabe von PADeMIS ist es, sich innerhalb des Wirbelkanals wurmartig fortzubewegen und dabei durch die systemimmanente Nachgiebigkeit nur geringe Belastungen auf die Gewebe des Wirbelkanals, insbesondere das Rückenmark auszuüben. PADeMIS soll am Kreuzbein in den Wirbelkanal eingeführt werden, sich dann selbständig im Kanal bis zur beschädigten Bandscheibe fortbewegen und dabei einen schlauchförmigen Arbeitskanal bis zur Bandscheibe ziehen. Anschließend kann der Arzt die Operationsinstrumente in den Arbeitskanal einführen, bis zum Operationsort schieben und wieder herausziehen, ohne daß Verletzungsgefahr für das Rückenmark besteht. Auf diesem Weg können ebenfalls abgetrennte Gewebesteile wie der gelartige Bandscheibenkern aus dem Körper entfernt werden.

Durch den Aufbau von PADeMIS aus Silikonelastomer wird nicht nur vollständige Nachgiebigkeit erzielt. Neben der hervorragenden Biokompatibilität besitzen Silikonelastomere auch den Vorteil, daß die mechanischen Eigenschaften durch Variation des Anteils an Füllstoff (i.d.R. hochdisperse, pyrogene Kieselsäure – ebenfalls biokompatibel) eingestellt

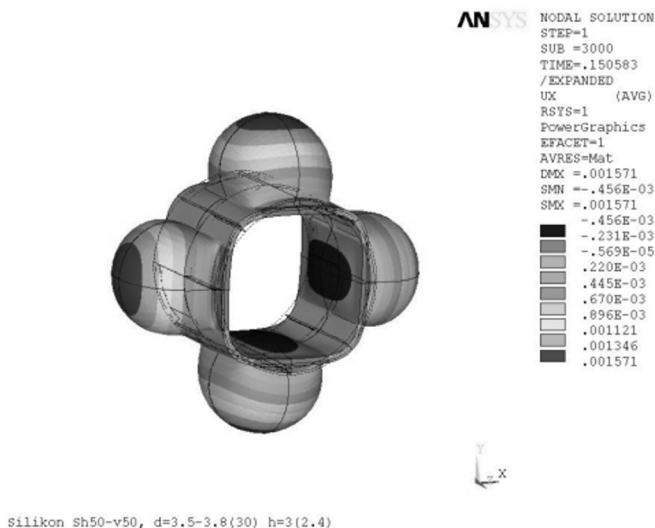
werden können. So erfahren Silikonelastomere bereits einen breiten Einsatz in der Medizintechnik in Form von Schläuchen, Dichtungen, Mundstücken etc. oder auch Implantaten und Implantatbeschichtungen. Außerdem sind Silikonelastomere in Herstellverfahren für die kostengünstige Fertigung großer Serien wie Spritzgießen und Stranggießen verarbeitbar.

Die grundsätzliche Gestalt von PADeMIS besteht in Form eines nachgiebigen Elastomerschlauches. In den Mantel des Schlauches bzw. Hohlzylinders werden Kammern und deren Versorgungs- und Verbindungsleitungen integriert. Die Anordnung der Kammern erfolgt dabei im ersten Entwurf so, daß drei oder vier gleichgroße Kammern auf dem Zylinderumfang gleichverteilt sind. Diese drei Kammern bilden zusammen ein Segment des künstlichen Wurms. Durch Anordnung von mindestens drei dieser Segmente hintereinander in axialer Richtung innerhalb des Hohlzylindermantels entsteht ein Bewegungssystem, daß zu einer wurmartigen Bewegung fähig ist. Die Kammern werden mit Fluid befüllt, wobei im ersten Entwurf sterile, isotonische Kochsalzlösung verwendet werden soll. Vorteile der isotonischen Kochsalzlösung: Biokompatibilität, Inkompressibilität und hohe Verfügbarkeit im medizinischen Umfeld. Im Fall eines Systemversagens mit Leckverlusten tritt lediglich Fluid aus, welches dem Volumen der Kammerverformung entspricht und welches biokompatibel ist. Zusätzliche Druckbelastungen im Wirbelkanal, wie sie z.B. bei Verwendung von Gasen auftreten könnten, werden somit vermieden.

Durch Pumpen von zusätzlichem Fluidvolumen in die Kammern im Schlauchmantel erfolgt eine Verformung der Kammern bzw. des Schlauchmantels. Dabei werden lokal Durchmesser- und Längenänderungen des Schlauchmantels erzielt – siehe Abbildung 9. Die Steuerung des Antriebs soll anhand des gepumpten bzw. bewegten Fluidvolumens erfolgen. Dies ist aufgrund der spezifischen nichtlinearen Eigenschaften der Silikonelastomere

bzgl. Belastung und Verformung vorteilhaft gegenüber einer Steuerung anhand des Fluiddrucks.

Werden die Kammern eines Segmentes mit unterschiedlichen Volumina an Fluid befüllt, tritt eine entsprechend-unterschiedliche Durchmesser- und Längenänderung der Kammern auf. Die verschiedene Längenänderung des Schlauchmantels in axialer Richtung führt zum Verkippen des Querschnitts und somit zur Biegung des Schlauches. Auf diese Art und Weise soll eine Lenkbarkeit von PADeMIS realisiert werden.

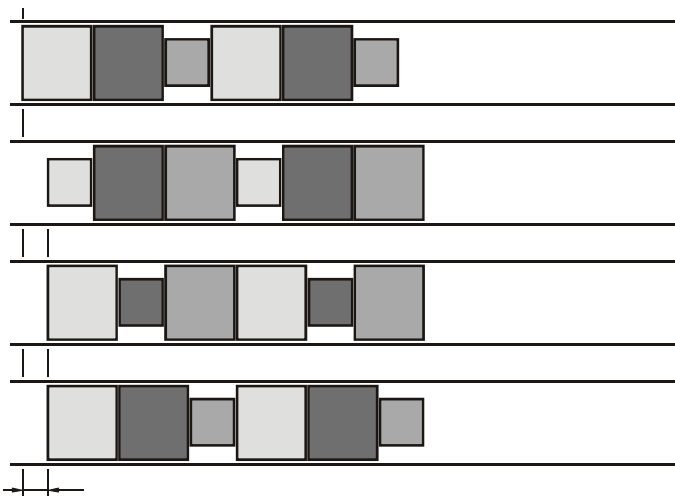


**Abbildung 9:** Segment der wurmartigen Sondenstruktur mit vier Kammern – grafische Darstellung der Kammerverformung aus Simulationen von Kammerverformung abh. vom Fluiddruck, Berechnungen von P. Meier, siehe auch /Mei 04/

Die Bewegung des gesamten Systems in axialer Richtung entsteht durch eine peristaltische Bewegung des Schlauchmantels und die erfolgreiche Wechselwirkung des Schlauchmantels mit der Umgebung im Wirbelkanal (knöchernen Wandung der Wirbelkörper, Rückenmarksschlauch – dura mater,

venöses und Fettgewebe). Die peristaltische, wellenförmige Bewegung des Schlauchmantels entsteht durch periodisches Befüllen der Kammern der Segmente. Dabei erfolgt die Befüllung benachbarter, hintereinander angeordneter Segmente des Schlauchmantels phasenverschoben und entsprechend der Reihenfolge ihrer axialen Anordnung.

Alle unmittelbar hintereinander angeordneten Segmente, welche nicht phasengleich befüllt sind können als Gruppe zusammengefaßt werden. Eine Gruppe stellt eine Periode der Befüllung des Bewegungssystems und damit eine Periode der peristaltischen Verformung von PADeMIS dar. Der innerhalb einer Gruppe bei einer vollen Befüllungsperiode erzeugte Vorschub entspricht dem Vorschub des Gesamtsystems in einer Befüllungsperiode.

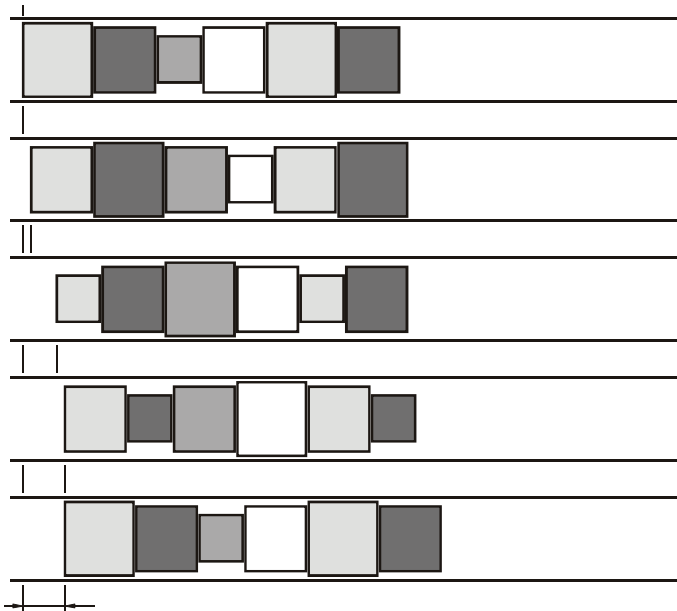


**Abbildung 10:** Bewegungszyklus (von oben nach unten) eines wurmartigen Bewegungssystems, bestehend aus sechs Segmenten, Steuerung in drei Schritten (periodisch) innerhalb von zwei Gruppen zu je drei Segmenten

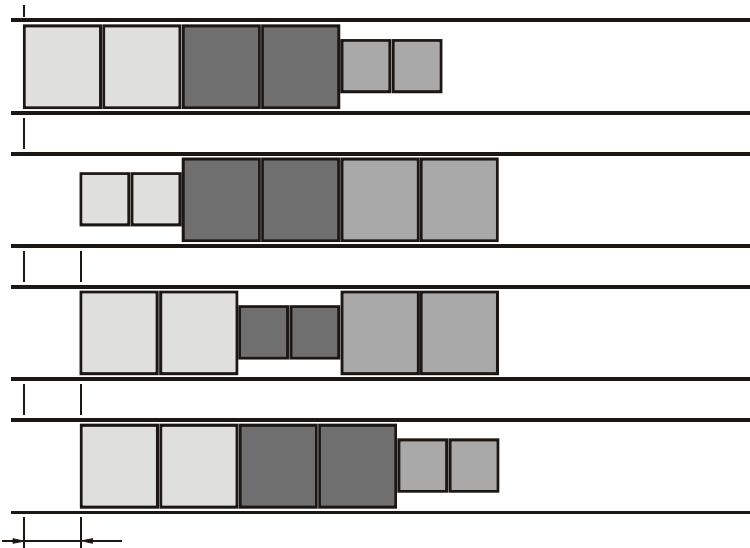
Durch Aneinanderreihung mehrerer Gruppen wird somit nicht der Vorschub erhöht sondern die Vorschubkraft des Bewegungssystems, entsprechend

vervielfacht. Eine umfangreiche Beschreibung peristaltischer Bewegungen im mathematischen Modell findet sich in /Zim 99/ und /Zim 01a/.

Für die Anzahl der Segmente einer Gruppe und deren periodische Befüllung sind verschiedene Szenarien denkbar. Drei Szenarien zur Steuerung eines Bewegungssystems aus sechs Segmenten sind beispielhaft dargestellt in den Abbildung 10, Abbildung 11 und Abbildung 12.



**Abbildung 11:** Bewegungszyklus (von oben nach unten) eines wurmartigen Bewegungssystems, bestehend aus sechs Segmenten, Steuerung in vier Schritten (periodisch) innerhalb einer Gruppe von sechs Segmenten



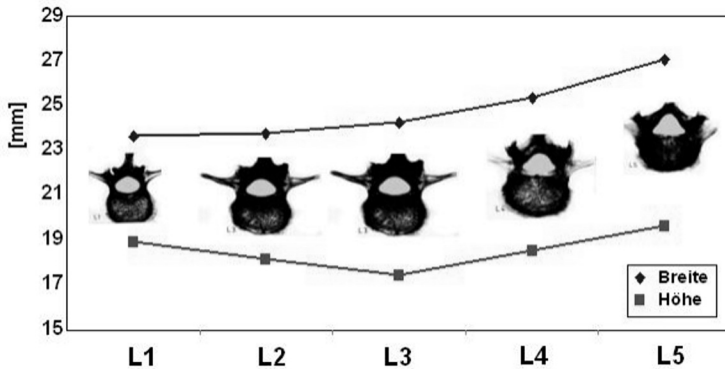
**Abbildung 12:** Bewegungszyklus (von oben nach unten) eines wurmartigen Bewegungssystems bestehend aus sechs Segmenten, Steuerung in drei Schritten (periodisch) innerhalb einer Gruppe zu drei Segmenten

Als äußere Abmessungen des Schlauchmantels haben sich nach Vermessen des Wirbelkanals (siehe Abbildung 13) und unter Berücksichtigung des im Wirbelkanal befindlichen Rückenmarks die im folgenden beschriebenen Maße ergeben.

Der Außendurchmesser des Schlauchmantels von PADeMIS im Ruhe- bzw. im ungedehnten Zustand wird einerseits durch den im Wirbelkanal vorliegenden Arbeitsraum begrenzt. Andererseits ist aber ebenfalls der gewünschte Durchmesser im gedehnten Zustand und die durch das Material vorgegebene Grenzdehnung zu berücksichtigen. Im Ruhe- oder ungedehnten Zustand sollte der Außendurchmesser unter Berücksichtigung des Arbeitsraumes im Wirbelkanal einen Wert von 4 mm nicht überschreiten. Im gedehnten Zustand muß der Schlauchmantel allerdings auch Arbeitsräume bis zu 10 mm Durchmesser ausfüllen können, um während der Fortbewegung



auch im Bereich großer Wirbelkanalabmessungen eine Anlage an der Wirbelkanalwandung zu gewährleisten.

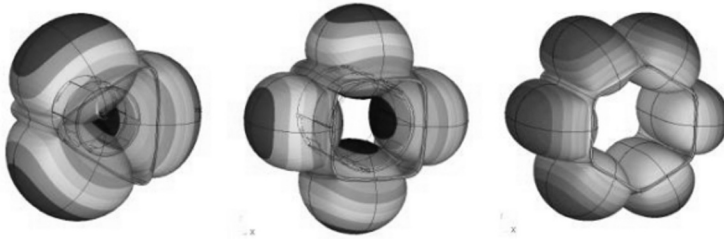


**Abbildung 13:** Beispiel von Meßergebnissen (Breite und Höhe) des Wirbelkanals, aus /Mei 04/

Der Innendurchmesser des Schlauchmantels wird hin zu kleineren Werten mit 2,5 mm durch die derzeit kleinsten, verfügbaren Operationsinstrumente begrenzt. Somit ergibt sich in erster Näherung eine Wandstärke von nicht mehr als 750  $\mu\text{m}$ . Die genaue Festlegung der Wandstärke erfolgt allerdings im Rahmen der Gestaltentwicklung von PADeMIS, in Auswertung der durchzuführenden Finite-Elemente-Simulationen. Selbiges trifft auf die Gesamtlänge von PADeMIS zu, die sich nach der Länge eines Einzelsegments, der Anzahl an Einzelsegmenten pro Gruppe und der Anzahl an benötigten Gruppen richtet.

Ebenso wird die Anzahl an Kammern (gleichmäßig in Umfangsrichtung auf dem Segmentumfang angeordnet) eines Segments anhand von FE-Simulationen festgelegt werden. So hat sich in bisherigen Simulationen u.a. gezeigt, daß sich der effektiv zur Verfügung stehende Innendurchmesser bei Aktivierung und demzufolge Verformung der Kammern verkleinert. Art und Weise der Verformung sowie effektiv zur Verfügung stehender

Innendurchmesser hängen dabei maßgeblich von der Anzahl der Kammern im Segment ab, siehe Abbildung 14.



**Abbildung 14:** Verformung von Segmenten mit unterschiedlicher Anzahl an Kammern in FE-Simulationen, aus /Mei 04/

Um die Entwicklung der Herstellungstechnologie parallel zu den noch durchzuführenden FE-Simulationen voranzutreiben, wurde von den bis dato bekannten Parametergrenzen ausgegangen. Die Anpassung der Technologie an noch zu bestimmende Parameter im Rahmen der abgeschätzten Intervallgrenzen wurde berücksichtigt.

Ziel der vorliegenden Arbeit ist die Entwicklung eines Verfahrens, welches die Möglichkeit eröffnet, nachgiebige strukturierte Hohlzylindersysteme wie PADeMIS herstellen zu können, sowie seine prototypische Umsetzung mit einer eigenentwickelten Anlage zum Funktionsnachweis. Dabei liegt die wissenschaftliche Herausforderung in der Komplexität der dreidimensionalen Struktur und den mikroskopischen Abmessungen bei gleichzeitiger Berücksichtigung der notwendigen Biokompatibilität des letztendlichen Lokomotionssystems.

## **1.2 Anwendung und Verarbeitung von Silikon-Elastomeren in der Mikrosystemtechnik**

Eine gute Überblicksdarstellung zur Verwendung von Silikonelastomeren zum Aufbau und zur Herstellung von Mikrosystemen geben /Ng 02/ und /McD 02a/. Dabei wird u.a. das sogenannte Replica Molding als populäres Verfahren zur Erzeugung von Mikrostrukturen in Silikonelastomeren vorgestellt. Bei diesem Verfahren werden Negativformen der Mikrostrukturen hergestellt, von denen dann mehrfach Mikrosysteme durch wiederholten Abguß hergestellt werden können. Die Negativformen oder Master bestehen i.d.R. aus Siliziumwafern, welche mit Dicklack (z.B. SU8) beschichtet werden. Anschließend wird die Lacksschicht lithografisch strukturiert, so daß verbliebene Lackstrukturen z.B. ein Negativbild von den zu erzeugenden Mikrokanälen darstellen. Zum besseren Ablösen des Silikonelastomers wird der Master mit einem Trennmittel beschichtet. Durch wiederholten Abguß mit Silikonelastomer kann man mit Hilfe ein und desselben Masters mehrfach Mikrostrukturen aus Silikonelastomer herstellen. In /Fol 99/ wird ein alternatives Verfahren zur Erzeugung des Masters vorgestellt, wobei der Master nur aus einem Siliziumwafer besteht, der durch Tiefätz-Verfahren strukturiert wurde.

Der Abguß erfolgt i.d.R. durch bloßes manuelles Aufgießen einer Lösung aus den unvernetzten Ausgangsstoffen des Silikonelastomers auf den Master. Dort reagieren die Ausgangsstoffe zum Silikonelastomer, nehmen die vom Master vorgegebene Form ein und bilden nach dem Ablösen einen strukturierten Silikonelastomer-Wafer. In /Löt 97/ wird das Auftragen der Lösung mittels Spin-On-Verfahren demonstriert. Spin-On wird z.B. zum Erzeugen definierter Photolackschichten auf Wafern verwendet – die Lacklösung wird auf die Mitte des rotierenden Wafers gegeben und verteilt sich infolge der Fliehkräfte. Die entstehende Schichtdicke ist abhängig von der Rotationsgeschwindigkeit. Weiterhin wird in /Löt 97/ ein im UV-Licht vernetzendes Silikonelastomer

erwähnt, welches direkt unter Verwendung von Lithografie-Masken selektiv vernetzt werden kann. Aussagen zu minimaler Strukturbreite bzw. Auflösung des Verfahrens werden allerdings nicht gemacht.

Durch Stapelung und Bonden mehrerer, strukturierter Silikonelastomer-Wafer lassen sich vielgestaltige Mikrofluidsysteme für chemische und mikrobiologische Analysesysteme herstellen, siehe /Duf 99a/ und /Jo 99/. Dabei erfolgt das Fügen der Silikonelastomer-Wafer mittels Aktivierung der zu verbindenden Silikonelastomer-Oberflächen im Sauerstoff-Plasma. Anschließend besitzen die Oberflächen für kurze Zeit die Fähigkeit bei Kontakt eine irreversible, stoffschlüssige Verbindung auszubilden.

Untersuchungen dieses Phänomens wurden bereits von /Mor 90/ durchgeführt. Die Oberflächen wurden im Sauerstoff-Plasma aktiviert und anschließend Luft bzw. Wasser ausgesetzt. Mittels verschiedener spektroskopischer Untersuchungen und Kontaktwinkelmessung wurde die Oberflächenveränderung unter Einfluß der äußeren Medien beobachtet. So wurde in Luft eine schnelle Abnahme der Aktivierung bis hin zum Ausgangszustand der Oberfläche vor der Plasma-Aktivierung beobachtet.

Von /Cha 91/ wurde die Haftung zwischen Silikonelastomer-Oberflächen in verschiedenen Umgebungsmedien untersucht. Dabei wurde eine sehr starke Haftung zwischen im Sauerstoff-Plasma aktivierten Silikonelastomer-Oberflächen festgestellt. Die nach der Aktivierung miteinander in Berührung gebrachten Silikonelastomerteile konnten nur durch Zerstörung des Bauteiles, in der Nähe des Kontaktbereich, wieder getrennt werden, was auf gute eine stoffschlüssige Verbindung hinweist.

Einen anderen Weg der Verbindung von Silikonelastomer-Wafern beschreibt /Ung 02/. Eine stoffschlüssige Verbindung von zwei oder mehr strukturierten Silikonelastomer-Wafern wird dabei erzielt, indem der Silikonkomponenten-Lösung zur Herstellung des Silikonelastomers für einen Wafer einer der beiden Ausgangsstoffe im Übermaß zugegeben wurde. Der zweite Silikonelastomer-

Wafer wird mit einem Übermaß des anderen Ausgangsstoffes hergestellt. Werden die beiden Wafer anschließend in Kontakt gebracht und nochmals getempert, tritt im Kontaktbereich eine Reaktion der überschüssigen Ausgangsstoffe auf. Diese weitere Vernetzung des Silikonelastomers führt zu einer stoffschlüssigen Verbindung der Silikonelastomer-Wafer. Als Master finden wiederum Silizium-Wafern mit Dicklackstrukturen Verwendung.

Um komplexere, aus mehreren Ebenen bestehende Fluidsysteme herstellen zu können, erzeugt /And 00/ eine zweilagige Lackstruktur auf dem Mastersubstrat. Dies erfolgt durch Wiederholung des Belackungs- und Lithographieprozesses.

/McD 02b/ erreicht eine aus mehreren Ebenen bestehende Masterstruktur durch Verwendung eines Thermojet-Druckers. Damit wird ein thermoplastisches Polymer auf ein ebenes Substrat gedruckt und somit die Negativform der Silikonelastomer-Struktur hergestellt. Unter Berücksichtigung einiger Gestaltungsregeln ist so eine nahezu beliebige Anzahl an Strukturebenen denkbar.

Zum Anschluß von Schläuchen an Mikrofluidsysteme und die Verbindung mit peripheren Strukturen und Geräten versieht /Gra 99/ die Mikrofluidsysteme mit Steckadaptern aus Plastik (POM). Diese werden mittels Spritzguß direkt am Ende der Fluidkanäle erzeugt und erreichen durch den gestalteten Formschluß eine ausreichende Dichtheit.

Bei der Herstellung von Mikrowärmetauschern aus Metall nutzt /Xu 99b/ Silikonelastomer als Formwerkstoff. Das Silikonelastomer wird nur in einer Zwischenstufe des Herstellprozesses benötigt. In diesem Fall stellt die Silikonelastomer-Struktur die Negativform der Zielstruktur dar und wird mit verschiedenen Metallen beschichtet. Anschließend wird das Silikonelastomer als sogenannte verlorene Form in einer TBAF-THF-Lösung (Tetrabutylammoniumfluorid und Tetrahydrofuran) aufgelöst.

/Luo 03/ beschreibt eine Möglichkeit der Dehnungsmessung an Silikonelastomer-Mikrostrukturen. Durch Einbettung von SU8-Partikeln in das Silikonelastomer kann die relative Verschiebung der Partikel zueinander unter Einwirkung äußerer Kräfte beobachtet werden. Durch Vergleich der Partikelabstände im unbelasteten und im belasteten Zustand wird die Dehnung der Silikonelastomer-Struktur bestimmt.

Bei der praktischen Anwendung von Silikonelastomer als Material für Mikrofluidsysteme wird neben der Transparenz, der chemischen Inertheit und dem guten thermischen und elektrischen Isolationsvermögen vor allem die hohe elastische Verformbarkeit des Materials genutzt. So erzeugt /Hos 01/ Mikromembranventile für Mikrofluidsysteme, bei denen eine Silikonelastomer-Membran mittels Druckluft verformt werden kann, um einen Fluidkanal zu schließen. Das Membranventil ist komplett aus Silikonelastomer gefertigt.

In /Yan 99/ hingegen werden lediglich die Membranen der Mikroventile aus Silikonelastomer gefertigt. Alle weiteren Systemelemente werden mittels klassischer Verfahren der Mikrostrukturtechnik aus Siliziumwafern mit Glasdeckelung hergestellt. Um eine bessere Gasdichtheit der Ventilmembran zu erreichen – Silikonelastomere sind gasdurchlässig – wurde die Membran zusätzlich mit Parylene-C beschichtet. Parylene-C ist ein mikrostrukturierbares Thermoplast, welches eine hohe Dehnbarkeit und geringe Durchlässigkeit bzgl. Wasserdampf und Gasen aufweist.

Ebenso wird von /Gro 98/ eine Anwendung der hohen Dehnbarkeit von Mikrostrukturen aus Silikonelastomer beschrieben. Auf einen Siliziumwafer wurde dazu eine Parylene-C-Schicht aufgebracht und strukturiert. Anschließend wurde die Waferoberfläche inklusive der Parylene-C-Strukturen mit einer Schicht Silikonelastomer überzogen. Die andere Waferseite wurde mit Fluidkanälen strukturiert, welche u.a. unter den Parylene-C-Membranen verlaufen und im Bereich der Membranen Durchbrüche zur Unterseite der Membranen aufweisen. Werden die Fluidkanäle nun mit Fluid gefüllt (z.B. mit

Luft oder Wasser), dringt das Fluid über die Durchbrüche bis unter die Parylene-C-Membranen. Da das Parylene-C nur gering an der Oberfläche des Siliziumwafers haftet, werden die Membranen bei weiterem Zustrom an Fluid wie Kissen aufgedehnt. Während das Parylene-C dabei die Dichtheit der Kissen gewährleistet, wird die mechanische Integrität durch das Silikonelastomer sichergestellt.

Eine weitere, interessante Möglichkeit zur Verarbeitung von Silikonelastomer für Mikrofluidsysteme zeigt /Dha 00/. Aus Yellow-Wax hergestellte Platzhalter für Fluidkanäle werden zu einem Fluidsystem zusammengesetzt und mit Silikonelastomer umgossen. Anschließend wird das Yellow-Wax wie eine verlorene Form in Aceton aufgelöst, das fertige Mikrofluidsystem verbleibt.

Ein ähnliches Fertigungsverfahren – Umgießen und anschließendes Auflösen von Opferstrukturen – wird von /Zie Pa/ vorgestellt. Beim Mikrospritzguß von POM-Bauteilen (Polyoxymethylen) werden Opferkerne aus PC (Polycarbonat) verwendet, die später in THF aufgelöst werden. Zur Demonstration des Verfahrens wurden Mikroventuridüsen hergestellt.

Aufgrund des engen Bezugs zum Thema ist an dieser Stelle auch /Hub 03a/ zu nennen. Im Tauchverfahren (Dip Coating) werden dort dünnsschichtige Hohlkörper aus Silikonelastomer erzeugt. Durch partielles Einbetten von Nylon-Fasern in die dünne Elastomerwandung wird ein anisotropes Verformungsverhalten der Fluidaktoren erzielt. So werden z.B. Elemente erzeugt, die sich vorrangig in axialer Richtung ausdehnen, während andere vorrangig radiale Ausdehnung aufweisen. Aus den verschiedenen Elementen wird mittels Klebefügen eine Inch-Worm-Sonde für die Kolonoskopie hergestellt. Der vorgestellte Prototyp, dessen Funktion erfolgreich demonstriert wurde, hat eine Originalgröße von einigen Millimetern Durchmesser und einigen Zentimetern Länge.

Das ebenfalls bereits erwähnte Inch-Worm-System für die Kolonoskopie aus /Men 03/, /Men 04/ wird in einem klassischen Spritzgußprozeß hergestellt. Dabei wird die Hohlform durch Einlegen eines Gießkernes in die Außenform erreicht. In einer weiterentwickelten Ausführung /Liu 06/ werden in einem zweischrittigen Gießverfahren, zwischen den Schritten noch Sensorstreifen aus Polyvinylidene-Fluorid mit beidseitiger Metallbeschichtung in die Form eingelegt. Diese sollen Meßsignale über den Verformungszustand des Systems im Betrieb liefern. Die Montage der Aktoren (SMA-Drähte) erfolgt manuell. Die Genauigkeit des Prozesses in Bezug auf die Wanddicke sowie die generelle Abbildungsgenauigkeit der Form limitiert die weitere Miniaturisierung eines solchen Systems. Eine Anwendung auf kleinere Inch-Worm-Systeme zum Einsatz im Wirbelkanal oder im Gefäßsystem ist damit nicht möglich.

Außerdem ist der bereits vorgestellte FMA von /Suz 96/ zu erwähnen – die Fertigung erfolgt mittels Stereolithographie in einem Rapid-Prototyping-Verfahren.

In /Bai 99/, /Cha 02/ und /Pan 05/ wird ein mehrschrittiges Verfahren als sogenanntes Shape Deposition Manufacturing vorgestellt und zur Herstellung biomimetischer Mechanismen favorisiert. Ein am Bewegungsapparat der Kakerlake orientiertes, pedales Lokomotionssystem wird so in mehreren Schritten hergestellt. Dabei erfolgt ein Gießen von Epoxidharz in eine offene Form. Anschließend erfolgt noch in der Form eine spanende Bearbeitung des ausgehärteten Harzes. Weitere Gieß- und Zerspanungsschritte folgen, bei denen unter anderem Aktoren und Steuerungselemente in die entstehende Struktur beim Gießen eingelegt und somit integriert werden. Allerdings ist auch die Anwendung dieses Verfahrens auf Lokomotionssysteme bzw. Strukturen in der Größenordnung mehrerer Millimeter bis Zentimeter begrenzt.

/Xia 98/ beschreibt zusammenfassend neben dem bereits erwähnten Replica Molding eine Reihe weiterer Herstellverfahren für Mikrostrukturen aus



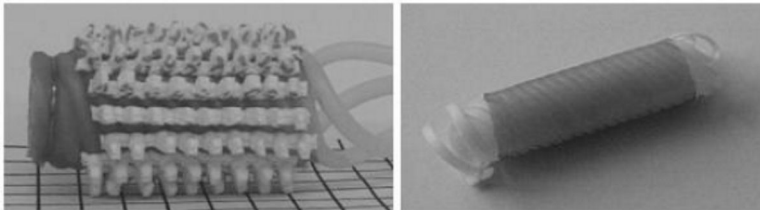
Silikonelastomeren. Diese sollen hier kurz aufgeführt aber nicht detaillierter beschrieben werden:

- $\mu$ TM – Micro Transfer Molding – ein Gießverfahren mit einer Silikonform, welche mit der Gußmasse gefüllt und auf ein planares Substrat "gestürzt" wird. Die Vernetzung der Gußmasse erfolgt auf dem Substrat, wobei auch eine stoffschlüssige Verbindung mit dem Substrat auftritt.
- MIMIC – Micromolding in Capillaries – Gießverfahren mit einer Silikonform, die mit der formgebenden Seite auf einem planaren Substrat platziert ist – vergleichbar zu  $\mu$ TM. Die Füllung des Formraumes erfolgt unter Ausnutzung der Kapillarkräfte
- SAMIM – Solvent Assisted Micromolding – Prägeverfahren, bei dem eine Silikonform wie bei MIMIC auf einem Substrat platziert wird, das zuvor z.B. mit einem Polymer beschichtet wurde. Durch vorherige Benetzung der Silikonform mit einem Polymerlösenden Mittel, wird das Polymer im Kontakt mit der Silikonform aufgelöst, wodurch diese in die Polymerschicht eindringt und ihre Form auf das Polymer überträgt. Nach Verdampfen des Lösungsmittels erstarrt das Polymer und nimmt die Silikonform an.



## 2 Technologisches Prinzip zur Herstellung von PADeMIS

Während der Arbeiten im Rahmen des „Innovationskollegs Bewegungssysteme“ zeichnete sich ab, daß konventionelle Fertigungsverfahren zur Verarbeitung von Elastomeren für die Fertigung miniaturisierter, peristaltischer Bewegungssysteme nicht geeignet sind. Aus diesem Grund wurde parallel zur Gestaltentwicklung mit der Technologieentwicklung begonnen. Wie häufig in der Entwicklung anzutreffen, stehen Produktgestalt (konkret: Sondengestalt) und Herstelltechnologie in enger, gegenseitiger Abhängigkeit. So stellt die Funktion der Sonde eine Reihe von Anforderungen an deren Gestalt, welche wiederum bestimmte Herstellschritte erfordert. Umgekehrt, läßt sich nicht jede beliebige Gestalt auch herstellen, so daß ein Kompromiß aus Funktion, Gestalt und Herstellungsaufwand zu finden ist.



**Abbildung 15:** Makromodelle wurmartiger Bewegungssysteme, von Doz. Dr. V. Lysenko (TU Ilmenau, Fakultät Maschinenbau)

Erste Modelle peristaltischer Bewegungssystemen, entstanden unter Leitung von Doz. Dr. V. Lysenko, und wurden aus kommerziell-verfügbaren Elementen wie Schläuchen und Gummibahnen aufgebaut. Beispiele sind in Abbildung 15 dargestellt. Die Erfahrungen mit diesen manuell gefertigten Modellen zeigten ein prinzipielles Funktionieren technischer, fluidisch-aktivierter, peristaltischer Bewegungssysteme. Es zeigte sich aber auch, daß

Leistungsparameter wie Vorschubgeschwindigkeit und –kraft sowie die Zuverlässigkeit dieser ersten Makromodell noch unzureichend waren. Maßgebliche Ursache dafür waren die geringe Reproduzierbarkeit und Genauigkeit bei der Herstellung der Modelle. Basierend auf den in /Zim Pab/ abstrahiert beschriebenen Systemgeometrien wurde eine erste Technologie zur Herstellung eines derartigen peristaltischen Bewegungssystems entwickelt. Anhand der Herstellung eines Makromodells wurden weitere Erfahrungen für die Weiterentwicklung von Technologie und Bewegungssystem gesammelt.

## **2.1 Makromodell eines peristaltischen Bewegungssystems**

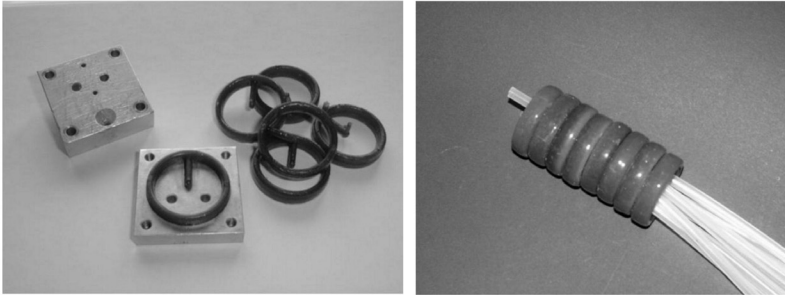
In /Zim Pab/ ist ein peristaltisches Bewegungssystem beschrieben, welches aus einem Hohlzylinder aufgebaut ist, der ringförmige Kammern mit elliptischem Querschnitt enthält, welche in Umfangsrichtung verlaufen. Werden die Kammern mit Fluid gefüllt, tritt bei zunehmendem Druck eine Verformung des Querschnitts ein. Der elliptische Querschnitt wird kreisförmig, wodurch sich der Außendurchmessers des Hohlzylinders lokal vergrößert, während seine Länge abnimmt. Durch periodische Verformung der Kammern wird eine Fortbewegung des Gesamtsystems erreicht.

Hauptproblem bei der Herstellung eines solchen Systems bildet die komplexe Innengeometrie des Systems mit Kammern und Versorgungsleitungen. Bei Herstellung durch Gießen müßte die Innengeometrie mittels Gießkernen abgebildet werden. Konventionell übliche, wiederverwendbare Gießkerne können dies nicht leisten, da die Kerne dem fertigen Bauteil nicht mehr entnommen werden können. Insofern kommt nur die Verwendung sogenannter verllorener Gießkerne infrage. Kommerziell verwendete, aus Pulver gepreßte Gießkerne werden nach abgeschlossenem Gießprozeß mechanisch zerstört und aus dem Bauteil ausgeblasen oder ausgespült. Allerdings ist eine Miniaturisierung dieses Verfahrens nur eingeschränkt

möglich. Das Verhältnis zwischen Adhäsions- und Gewichtskraft bzw. auch Trägheitskraft verschiebt sich bei zunehmender Verkleinerung von Bauteilen zugunsten der Adhäsion. Das bedeutet, kleinste Gießkerne oder -partikel, welche an den Wänden möglicher Miniaturkammern und -versorgungskanäle anhaften, können nur unzureichend entfernt werden. In den Verfahren der Mikrostrukturtechnik werden deshalb Opferschichten bzw. Opferstrukturen zumeist naßchemisch aufgelöst. In Anlehnung an diese Verfahren wurde die Verwendung naßchemisch-auflösbarer Gießkerne favorisiert. Ein Material zur Herstellung eines ersten Prototyps wurde in Form eines Hilfsstoffes des Rapid-Prototyping-Verfahrens der Fa. Cubital (Anlage: Solider 5600) gefunden. Die wachsartige Substanz schmilzt bei ca. 65°C und ist in einer Zitronensäurelösung lösbar.

### **2.1.1 Herstellung des Makromodells**

Es wurde ein Makromodell bestehend aus identischen, kreisrunden Ringen mit elliptischem Querschnitt aufgebaut. Die verlorenen Gießkerne der Ringe wurden einzeln und ebenfalls durch Gießen hergestellt. Sie wurden anschließend beschichtet – durch fünffaches Tauchen in Silikonkomponentenlösung. Die verwendete Lösung bestand aus 30% Elastosil® LR 3003-30 der Fa. Wacker gelöst in Toluol – Mischverhältnis der Elastosil-Komponenten 1:1. Die bei Raumtemperatur nur langsam fortschreitende Vernetzung führt nach zwei Tagen zu ausreichender Festigkeit, um die Ringe durch Kleben mit Versorgungsleitungen aus Silikonschlauch zu verbinden. Dann wurden die Ringe durch Kleben so miteinander verbunden, daß eine axiale, serielle Anordnung von Ringen entstand. Anschließend wurden die Gießkerne mittels Zitronensäurelösung ausgelöst und das damit vorliegende Makromodell abschließend bei 200°C, 30 min getempert. So wurde eine vollständige Vernetzung des Silikonelastomers erreicht.



**Abbildung 16:** Gießform und Wachsringe (links) zur Verwendung als verlorene Gießkerne für die Segmente des wurmartigen Bewegungssystems; Segmente gefügt und mit Zuleitungen verbunden (rechts) – noch vor dem Auflösen der Gießkerne mittels Zitronensäure

### 2.1.2 Praktische Erfahrungen bei Herstellung und Funktions- tests des Makromodells

Trotz der erzielten Verbesserungen bzgl. Genauigkeit und Reproduzierbarkeit der Herstellung zeigte auch dieses Makromodell unzureichende Vorschubswerte. Die Vorschubskraft konnte nicht gemessen werden. Schätzungsweise wurden einige Millinewton erreicht. Die Fortbewegung erfolgte außerdem sehr ungleichmäßig. Die Geschwindigkeit, bei kontinuierlicher Bewegung, wurde mit 0,5 bis 1 mm/s bestimmt. Unter ungünstigen Bedingungen konnte das System allerdings nicht einmal den auftretenden Widerstand durch Reibung und Eigengewicht der Versorgungsleitungen überwinden und bewegte sich damit nicht fort.

Unter technologischem Aspekt, wurde vorallem das Handling der einzelnen Gießkerne als problematisch erkannt. Um Fügeschritte gerade unter dem Gesichtspunkt der weiteren Miniaturisierung des Systems zu vermeiden, müßte das komplette Kammer- und Leitungssystem als eine einzige Gießkern-Struktur hergestellt und anschließend tauchbeschichtet werden.

Aus /Rog 98/ und /Zie 01/ ist bekannt, daß Mikrospritzguß unter Verwendung von zusätzlich in die Gießform einzulegenden, verlorenen

Mikrokernen möglich ist. Berücksichtigt man die beim Spritzguß auf den Gießkern wirkenden Kräfte, so ist davon auszugehen, daß verlorene Mikrogießkerne ebenfalls die deutlich geringeren Belastungen einer Tauchbeschichtung überstehen. Allerdings ist folgendes anzumerken: Die in /Rog 98/ und /Zie 01/ vorgestellten Anwendungen benötigen vergleichsweise kompakte Gießkerne mit einem Verhältnis von Höhe, Breite und Länge von fast 1:1. Außerdem hat die Wanddicke der dort vorgestellten Bauteile kaum Bedeutung für deren Funktion. PADeMIS hingegen benötigt eine gleichmäßige Wanddicke von wenigen hundert Mikrometern. Diese ist im Bereich der Kammern funktionsbestimmend!

Tauchbeschichten als Urformverfahren zur Erzeugung des Silikonelastomerkörpers hat sich als brauchbar erwiesen. Als signifikant vorteilhaft wurde vor allem die Einfachheit des Verfahrens bewertet. So lassen sich ausreichende Mengen an Silikonkomponenten-Lösung jederzeit unter Laborbedingungen mit hinreichender Genauigkeit bzgl. Mischungsverhältnis und Konzentration herstellen. Zudem können bei Verringerung der Lösungskonzentration und der Anzahl an Tauchschritten sehr dünne Silikonelastomerschichten und damit geringe Wanddicken erzeugt werden. So werden z.B. dünnwandige Produkte wie Kondome, Gummihandschuhe und Implantatbeschichtungen durch Tauchbeschichtung hergestellt. Wobei nach /Rie 01a/ bei der Herstellung von Kondomen durch zweifaches Tauchen eine Schichtdicke von ca. 70 µm erzielt wird.

Außerdem konnte festgestellt werden, daß die verwendete wachsartige Substanz aufgrund unzureichender mechanischer Festigkeit für eine Weiterentwicklung/ Miniaturisierung des Verfahrens ungeeignet ist. Weiterhin ist die Löslichkeit des Wachses nicht ausreichend, da mehrere Pump- bzw. Spülschritte für ein vollständiges Auflösen des Wackerns notwendig sind. Diese Spülschritte stellen aufgrund der auftretenden Dehnung des Silikonelastomers eine Belastung für die dünnwandige Struktur dar. Eine

geringfügige, wenn auch unzureichende Verbesserung konnte durch die Verwendung erhitzter Zitronensäurelösung erreicht werden.

## **2.2 Technologie zur Herstellung von PADeMIS**

### **2.2.1 Prinzipielle Sondengestalt**

Wie in 1.1.3 beschrieben soll PADeMIS im wesentlichen aus einem Hohlzylinder aus Silikonelastomer bestehen, in dessen Zylindermantel Kammern und Versorgungsleitungen eingebettet sind. Der Außendurchmesser soll dabei maximal 4 mm und der Innendurchmesser mindestens 2,5 mm betragen. Die Anzahl an Kammern auf einem Segmentumfang – mit gleichen Abmessungen und in Umfangsrichtung gleichverteilt – wurde anfangs mit 3, 4 oder 6 angenommen. Die Anzahl der Segmente pro Gruppe wurde mit 3 bis maximal 6 Stück abgeschätzt. Für Testzwecke wurde vorerst nur von einer Gruppe an Segmenten pro Sonde ausgegangen. Die Abmessungen der Kammern wurden ebenfalls nicht festgelegt, sondern sollten sich nach technologischer Machbarkeit und wie alle anderen Geometrieparameter auch nach den Ergebnissen der FE-Simulationen richten.

Der aktuelle Stand der Gestaltdefinition bei Abschluß der vorliegenden Arbeit, sah 6 Kammern für ein Segment vor, die paarweise durch Versorgungsleitungen miteinander verbunden sein sollten. Dadurch werden pro Segment praktisch nur 3 Aktoreinheiten, bestehend aus je 2 benachbarten Kammern, befüllt bzw. angetrieben. Vorteil dieser Anordnung gegenüber einer Verwendung von 3 Kammern pro Segment ist die geringe Verformung der Kammern in Richtung Sondeninnenraum, bei allerdings gleicher Anzahl notwendiger Versorgungsleitungen. Der zylinderförmige Arbeitsraum der Sonde bleibt somit bei Sondenaktivierung größtenteils erhalten, siehe Abbildung 14, rechts.



### 2.2.2 Technologieprinzip

Aus den Erfahrungen bei der Herstellung des Makromodells wurden zwei wesentliche Schlußfolgerungen gezogen:

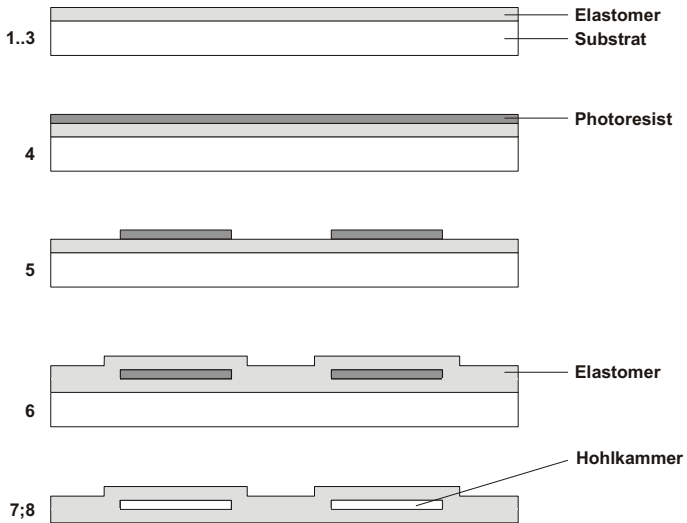
- Für die Herstellung des verlorenen Gießkerns muß ein neuer Werkstoff gefunden werden. Dieser soll ausreichende mechanische Festigkeit und sehr gute Löslichkeit besitzen. Das Lösungsmittel darf Silikonelastomer nicht angreifen – keine Veränderung chemischer oder mechanischer Eigenschaften – und muß vollständig entfernbar sein.
- Fügen und demzufolge Handlungsschritte bei der Herstellung von PADeMIS ist weitgehend zu vermeiden.

Um diese Schlußfolgerungen umzusetzen, wurden wiederum Vorgehensweisen bzw. technologische Schritte der Mikrostrukturtechnik adaptiert. In der Mikrostrukturtechnik werden häufig sogenannte Opferschichten (Sacrificial Layer) als Stütz- oder Platzhalterschichten für spätere Prozeßschritte verwendet. Diese Opferschichten werden nach Erfüllung ihrer Stütz- oder Platzhalterfunktion naßchemisch aufgelöst oder vollständig oxidiert (sogenannte Veraschung). Die einfachste Methode ist dabei die Verwendung von Photoresist als Opferschicht. Dieses wird durch Aufschleudern (Spin-On) auf den Wafer aufgebracht, anschließend getempert und kann direkt mittels Lithographie strukturiert werden. Zudem lassen sich viele Photoresists direkt in Aceton oder speziellen Lösungsmitteln lösen. Davon ausgehend wurde das in Abbildung 17 dargestellte Technologieprinzip entwickelt:

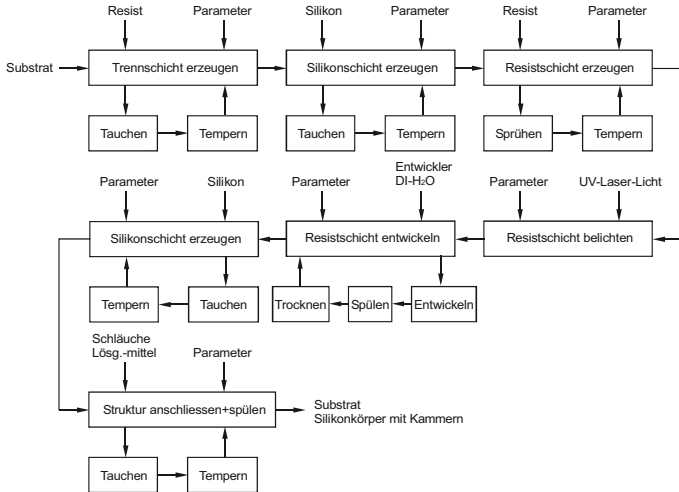
1. Verwendung eines geeigneten Substrates, das der Sonde ihre geometrische Grundform und während der Herstellung mechanische Festigkeit verleiht. Außerdem können alle notwendigen Handlungsschritte (Einspannen, Transport und Orientieren hin zu Bearbeitungsstationen etc.) durch Handling des Substrates erfolgen.
2. Aufbringen einer Trennschicht auf das Substrat. Die Trennschicht soll später das Ablösen der Sonde vom Substrat ermöglichen. Zu diesem

Zweck soll die Trennschicht naßchemisch aufgelöst werden. Das im entstandenen Spalt befindliche Lösungsmittel ermöglicht ein Abgleiten der Sonde vom Substrat.

3. Aufbringen einer Silikonkomponenten-Schicht auf die Trennschicht und Tempern der Silikonelastomerschicht zum Erreichen der mechanischen Festigkeit und chemischen Inertheit.
4. Aufbringen einer Photoresistschicht auf die Silikonelastomerschicht. Tempern der Resistschicht.
5. Strukturieren der Photoresistschicht mittels Lithographie.
6. Aufbringen einer weiteren Silikonkomponenten-Schicht auf die vorhandene Silikonelastomerschicht mit den Photoresiststrukturen. Somit werden die Photoresiststrukturen vollständig von Silikonelastomer umschlossen bzw. sind in das Silikonelastomer eingebettet. Anschließend Tempern der Silikonkomponenten-Schicht zum Erreichen der mechanischen Festigkeit und chemischen Inertheit.
7. Ablösen der Sonde vom Substrat.
8. Verbindung der Photoresiststrukturen (Kammern und Versorgungsleitungen) mit peripheren Versorgungsleitungen. Auflösen des Photoresists durch Einfüllen von Lösungsmittel. Spülen der Versorgungsleitungen und Kammern und Befüllen mit dem vorgesehenem Arbeitsfluid (z.B. steriler isotonischer Kochsalzlösung).



**Abbildung 17:** Technologie zur Herstellung einer dünnwandigen Silikonelastomerstruktur mit eingebetteten Hohlräumen – Kammern und Versorgungsleitungen



**Abbildung 18:** Funktionsstruktur der Technologie zur Herstellung einer dünnwandigen Silikonelastomerstruktur mit eingebetteten Hohlräumen

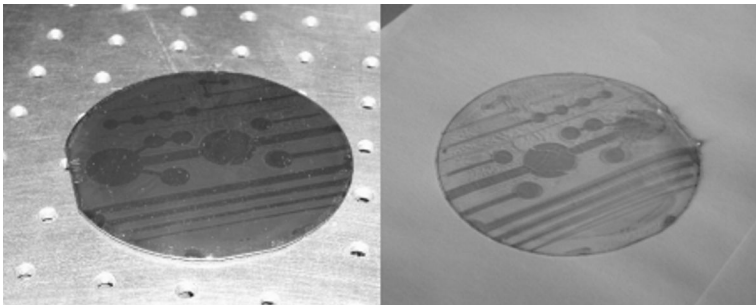
### 2.2.3 Versuche mit planaren Strukturen

Erste praktische Tests wurden unter Nutzung der Anlagen des Fachgebietes für Mikrosystemtechnik im Institut für Mikrosystemtechnologie, Mechatronik und Mechanik an der TU Ilmenau gemacht. Da alle Anlagen auf die Prozessierung von planaren Systemen auf Siliziumwafern ausgelegt sind, wurden diese ersten Versuche auch mit planaren Teststrukturen auf Siliziumwafern durchgeführt.

Zu diesem Zweck wurden Siliziumwafer mit einer Trennschicht aus Photoresist (AR-P 300, ca. 2  $\mu\text{m}$ , Fa. Allresist) beschichtet. Anschließend wurde auf die Trennschicht eine Silikonkomponenten-Lösung aufgegossen (30m% Elastosil, siehe Kap. 2.1.1). An dieser Stelle sei auch auf die Arbeiten von /Löt 97/ und /Brü 03/ verwiesen, die zeigen, wie Silikonkomponenten-Lösungen durch Spin-Coating auf Waferoberflächen aufgebracht werden können. Nach Ausgasen des Lösungsmittels wurde die verbliebene Silikonkomponentenschicht getempert.

Versuche mit Aufschleudern bzw. Tauchbeschichten von Photoresist auf Silikonelastomer-Oberflächen haben gezeigt, daß Photoresist auf einer Silikonoberfläche aufgrund deren geringer Oberflächenenergie nicht spreitet, sondern in Tropfen agglomeriert. Um dennoch Photoresist auf eine Silikonoberfläche aufbringen zu können, wurden die Silikonoberflächen im Sauerstoffplasma aktiviert. Anschließend kann für einen Zeitraum von ca. 15 min Photoresist auf die Oberfläche aufgebracht werden. Das Spreitvermögen des Photoresists ist dabei so gut, daß das Aufbringen im Spin-On-Verfahren erfolgen kann. Die Aktivierung von Silikonoberflächen ist aus der Literatur zum Zweck des Bondens oder der Hydrophilisierung bekannt /Mor 90/, /Duf 99a/, /Ng 02/ u.a. Die Aktivierung im Sauerstoffplasma zum Aufbringen von Photoresist ist hingegen noch nicht erwähnt worden und kann als neu betrachtet werden.

Nach Aufbringen der Photoresistschicht wurde diese getempert und anschließend mittels Standard-Lithographie-Prozessen strukturiert. Durch Erneutes Aufgießen von Silikonkomponentenlösung, inkl. Ausgasen und Tempern wurden die Resiststrukturen vollständig von Silikonelastomer umschlossen. Dabei zeigte sich allerdings mehrfach Faltenbildung und Aufwerfungen der bestehenden Silikonelastomerschicht beim Aufgießen der Silikonkomponentenlösung. Dies wird hervorgerufen, wenn das Silikonelastomer der unteren, bestehenden Schicht das Lösungsmittel Toluol aufnimmt und infolgedessen beginnt zu aufzuquellen. Die Volumenzunahme beim Quellen verursacht vorallem bei dünnen Schichten eine starke Ausdehnung entlang der Schichtebene. Aufgrund der partiellen Anhaftung an der Trennschicht tritt dabei Faltenbildung und lokale Ablösung vom Substrat auf.



**Abbildung 19:** Silikonelastomer-Schichten mit eingebetteten Photoresiststrukturen auf Siliziumwafer/ Substrat (links) und abgelöst vom Substrat (rechts)

Nach Fertigstellung der zweiten Silikonschicht wurde die Trennschicht in Aceton aufgelöst und die Silikonstruktur vom Siliziumwafer entfernt, Abbildung 19. Durch Anschneiden des erhaltenen Silikonelastomerwafer im Bereich der Resiststrukturen wurden diese geöffnet. Dann wurde Silikon Schlauch angeschlossen und mittels Silikonkleber (Elastosil<sup>®</sup> E41) befestigt.

Anschließend wurde versucht, die Resiststrukturen aufzulösen, indem Aceton über die angeschlossenen Silikonschläuche eingefüllt wurde. Beim ersten Versuch wurde kein Auflösen des Resists erzielt. Außerdem konnte der Silikonelastomerwafer nur schwer vom Siliziumwafer/ Substrat entfernt werden, da sich auch das Resist der Trennschicht nicht auflöste. Das Tempern der zweiten Silikonelastomerschicht, bei der vom Hersteller vorgeschriebenen Temperatur von 200°C, führt offensichtlich zur chemischen Zersetzung des Resists. Dabei wird die Löslichkeit in Aceton aufgehoben oder extrem herabgesetzt. Bei allen weiteren Versuchen wurden deshalb die aufgetragenen Silikonelastomerschichten mit niedrigerer Temperatur getempert – zu Lasten erhöhter Temperaturzeit.

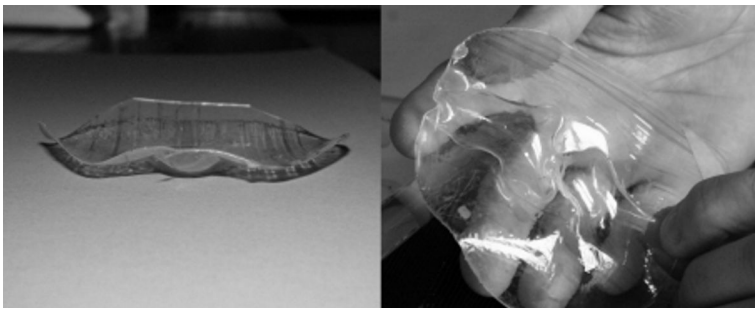
Beim Einfüllen des Lösungsmittels wurden folgende Feststellungen gemacht:

1. Das Aceton breitet sich zunächst entlang der Resiststrukturen im Silikonelastomerwafer aus und löst das Resist auf – bis auf den erwähnten ersten Versuch.
2. Dann breitet sich das Aceton weiter zwischen den beiden aufgetragenen Silikonelastomerschichten aus, bis es schließlich das Ende des Wafers erreicht und zwischen den Silikonelastomerschichten austritt.
3. Die Silikonschichten können anschließend unbeschädigt im Bereich der Kontaktfläche voneinander abgezogen werden. Offensichtlich bildet sich keine dauerhafte stoffschlüssige Verbindung der Schichten aus.

Einige Versuche erbrachten positive Ergebnisse. Die Silikonelastomerschichten waren stoffschlüssig verbunden. Tests bei denen die Kammern mit Druckluft befüllt und somit stark verformt und gedehnt wurden, zeigten kein Ablösen der Silikonschichten voneinander, Abbildung 20.

Maßgebliche Unterschiede bei der Herstellung, d.h. Ursachen für eine stoffschlüssige Verbindung der Schichten, konnten nicht gefunden werden. Es wird davon ausgegangen, daß die erfolgte Plasma-Aktivierung der ersten

Silikonelastomerschicht als Ursache der teilweise unzureichenden Verbindung der Silikonelastomerschichten zu sehen ist. Da nach der Aktivierung die Beschichtung mit Photoresist erfolgt, tritt möglicherweise eine stoffschlüssige Verbindung zwischen Photoresists und Silikonelastomer auf. Nach erfolgter Strukturierung können so Reste an Photoresist auch auf belichteten Zonen der Silikonoberfläche verbleiben, und wirken bei der Beschichtung mit der zweiten Silikonelastomerschicht als unerwünschte Trennschicht. Dadurch wird eine stoffschlüssige Verbindung der beiden Silikonelastomerschichten partiell gestört.



**Abbildung 20:** Verformung der Silikonelastomerkissen unter Druckbeaufschlagung; bei den Versuchen mit planaren Strukturen trat unter Druckbeaufschlagung mehrfach partielles Ablösen der beiden Silikonelastomerschichten auf, was auf eine unzureichende stoffschlüssige Haftung der beiden Schichten hindeutet

Nach Abschluß der Versuche wurden weitere Untersuchungen, zugunsten der Entwicklung einer Anlage zur Herstellung sondenähnlicher Strukturen, eingestellt. Diese Anlage sollte als Versuchsstand zur weiteren Entwicklung des Verfahrens dienen.

#### **2.2.4 Schlußfolgerungen für die Entwicklung einer Anlage zur Herstellung sondenähnlicher Strukturen**

Um eine hohlzylinderförmige Sonde herzustellen wird ein zylinderförmiges Substrat benötigt. Dessen Durchmesser zuzüglich Dicke der Trennschicht

bestimmt den Innendurchmesser der Sonde und damit den Arbeitsraum, welcher für die OP-Instrumente zur Verfügung steht. Die Länge des Substrates begrenzt die Länge der Sonde bzw. die Substratlänge muß entsprechend der gewünschten Sondenlänge gewählt werden. Die Toleranzen des Substrates inkl. Geradheit und Rundheit begrenzen die Fertigungsgenauigkeit der Sonde.

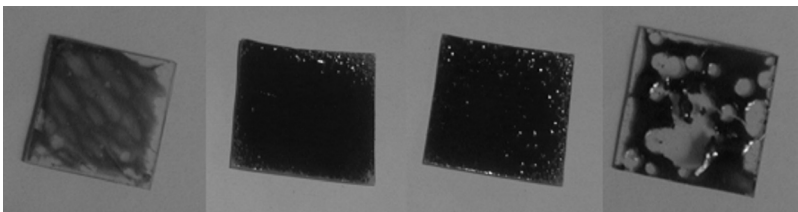
Für die Trennschicht hat sich Photoresist als geeignet erwiesen. Photoresist wird ebenfalls für die Opferstruktur zwischen den Silikonelastomerschichten verwendet. Somit ist eine Technologie zum Aufbringen von Photoresist auf Silikonelastomer zu entwickeln. Diese Technologie kann dann ebenfalls beim Aufbringen der Trennschicht verwendet werden. Allerdings ist eine übermäßige Erhitzung des Photoresists zu vermeiden, sonst können Zersetzungsprozesse auftreten und die Löslichkeit in Aceton oder anderen Lösungsmitteln abnehmen bzw. aufgehoben werden. Die Obergrenze zulässiger Temperaturbereiche ist somit vom Resist abhängig.

Silikonelastomerschichten werden bei einem zylinderförmigen Substrat im Tauchverfahren aufgebracht. Aufgießen oder Spin-On-Beschichtung sind nicht praktikierbar. Für die Tauchbeschichtung ist ein gesteuertes, axiales Eintauchen und Herausziehen des Substrates aus einer Silikonkomponenten-Lösung vorgesehen. Die notwendigen Parameter zum Erhalt von Silikonelastomerschichten definierter Dicke sind experimentell zu bestimmen. Außerdem müssen die Temperparameter Temperatur und Zeit neu bestimmt werden, wenn die vom Hersteller angegebene Tempertemperatur über der kritischen Zersetzungstemperatur des Photoresists liegt. Um das Silikonelastomer bei einer niedrigeren als der vorgegebenen Temperatur vollständig zu vernetzen, muß die notwendige Temperzeit bestimmt werden.

Ein Aufbringen des Resists im Tauchverfahren ist aufgrund der schlechten Spreitung des benutzten Resists auf Silikonoberflächen nicht möglich. Versuche der Fa. Allresist mit einer breiten Palette von Resists, basierend auf



unterschiedlichen Lösungsmitteln, waren ebenfalls erfolglos. Die Silikonoberflächen einer Plasma-Aktivierung zu unterziehen, ist mit erheblichem technischen Aufwand verbunden, da die vorhandenen Plasma-Kammern für die Aufnahme von Wafern konstruiert sind. Zylinderförmige Stäbe können in der Kammer weder fixiert noch zur zielgerichteten Plasmaeinwirkung entsprechend gedreht werden. Stattdessen wurde eine andere Idee favorisiert. Durch Aufsprühen eines schnelltrocknenden Photoresists sollte es möglich sein, eine geschlossene Resistschicht auf einer Silikonoberfläche zu erzeugen. Durch Ausgasen des Lösungsmittels während des Aufsprühens erhöht sich die Viskosität des Resists, so daß es beim Auftreffen auf die Silikonoberfläche in Form kleinster Tropfen haften bleibt und nicht mehr agglomeriert. Versuche der Fa. Allresist zeigten gute Ergebnisse. Es konnten geschlossene Resistschichten unterschiedlicher Dicke auf Silikonoberflächen aufgebracht werden, siehe Abbildung 21.



**Abbildung 21:** Durch die Fa. ALLRESIST wurden Versuche bzgl. Aufsprühen von Photoresists auf Silikonelastomerproben durchgeführt. Dabei wurden die Anteile an organischem Photoresist und diversen leicht-flüchtigen Lösungsmitteln variiert und die Auswirkungen auf die Ausbildung einer geschlossenen Photoresistschicht ermittelt. Auf diese empirische Weise wurde eine anwendbare Lösungszusammensetzung ermittelt.

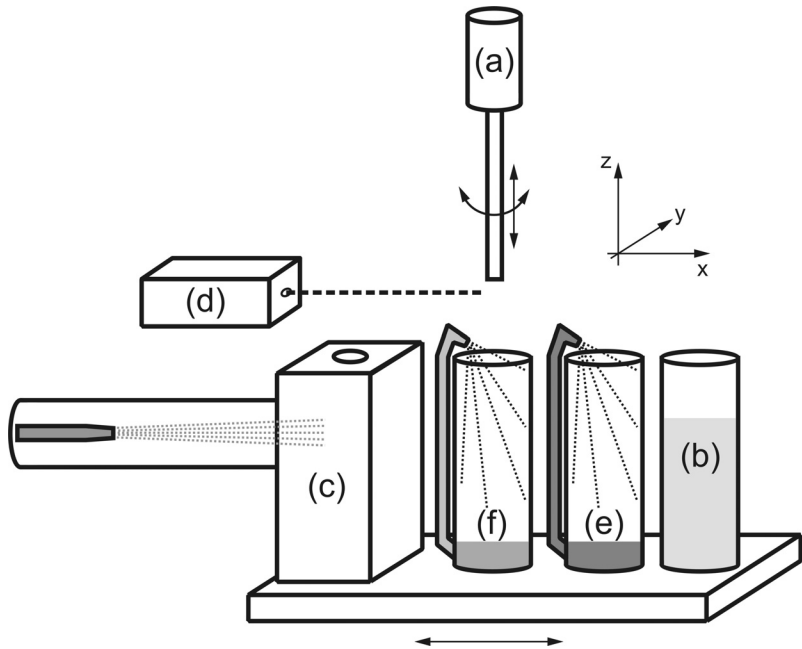
Die Parameter zum Erzeugen einer geschlossenen Resistschicht, wie Sprühabstand, -druck und Resistkonzentration sind experimentell zu bestimmen. Erste Versuche wurden parallel zum Aufbau der Anlage durchgeführt.

Die Belichtung der Resistschicht zum Zweck der Strukturierung erfolgte bei den Versuchen mit planaren Strukturen im vorhandenen Mask-Aligner mittels Folienmasken und parallelisiertem UV-Licht. Für die zylinderförmige Resistoberfläche der Sondenstruktur wird eine punkt- bzw. zeilenweise Belichtung mittels UV-Laserlicht vorgesehen. Einzuhaltende und voneinander abhängige Parameter wie Strahlungsleistung und Belichtungszeit werden anhand der Angaben des Resistherstellers abgeschätzt und experimentell überprüft bzw. ermittelt.

### **2.2.5 Anlage zur Herstellung sondenähnlicher Strukturen – Umsetzung des Technologieprinzips**

Zur Umsetzung des Technologieprinzips, Ermittlung der Technologieparameter und Herstellung sondenähnlicher Strukturen für Testzwecke wurde eine Anlage konstruiert und aufgebaut. Das in Abbildung 22 dargestellte Prinzip der Anlage weist folgende Komponenten auf:

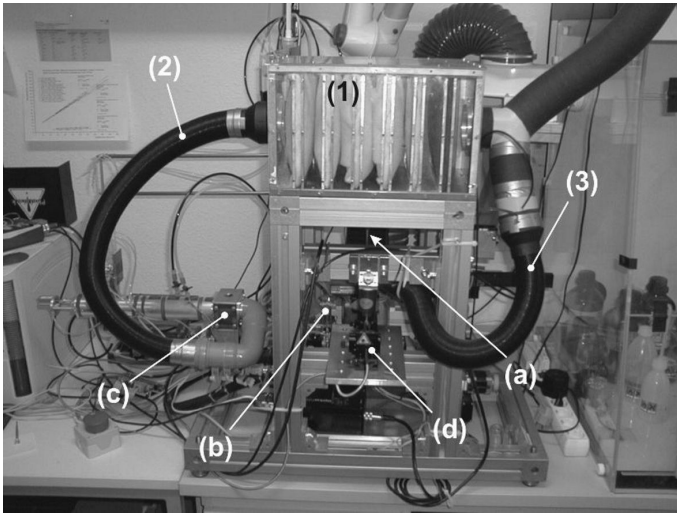
- a) einen zylinderförmigen Substratstab, justierbar eingespannt und mit einem 2-Koordinaten-Antrieb – Bewegung translatorisch in z-Richtung und rotatorisch um die z-Achse
- b) ein Gefäß für Silikonkomponentenlösung, aufgestellt auf einem verfahrbaren Tisch zur Positionierung unterhalb des Substratstabes, 1-Koordinaten-Antrieb – Bewegung translatorisch in x-Richtung
- c) eine Sprühkammer für den Auftrag von Photoresist, ebenfalls auf dem verfahrbaren Tisch positioniert
- d) einen UV-Laser mit Faserkabel und Fokusoptik für die Lithographie
- e) eine Station zur Spülentwicklung mit Speichergefäß für Entwicklerlösung, Auffanggefäß, Umwälzpumpe und Spüldüsen, ebenfalls auf dem verfahrbaren Tisch positioniert
- f) eine Station zur DI-Wasser-Spülung mit identischem Aufbau wie (c)



**Abbildung 22:** Prinzipdarstellung der Anlage zur Herstellung sondenähnlicher Strukturen; (a) Substratstab, (b) Silikonkomponentenlösung, (c) Sprühkammer, (d) Belichtungseinheit, (e) Spülentwickler, (f) DI-H<sub>2</sub>O-Spüler

Die konstruierte und versuchsfertig-aufgebaute Anlage ist in Abbildung 23 dargestellt. Als Substratstab wurde 3-mm-Walzdraht bestehend aus einem Silberstahl gewählt. Der Walzdraht weist eine gute Durchmesser Genauigkeit auf (Toleranz  $< 10 \mu\text{m}$ ) und ist korrosionsbeständig. Weiterhin zeigt er keine chemische Beeinträchtigung der Reaktion der Silikonkomponenten, d.h. keine Beeinträchtigung des Platinkatalysators. Als maximal nutzbare Länge des Substratstabes wurden 80 mm gewählt. Für diese Länge konnte eine Geradheitsabweichung der Stabachse von maximal  $100 \mu\text{m}$  realisiert werden – Geradheitsabweichungen begrenzen die erreichbare Abbildungstreue beim

Laserbelichten. Außerdem wurde diese Länge für Prototypen als ausreichend erachtet.

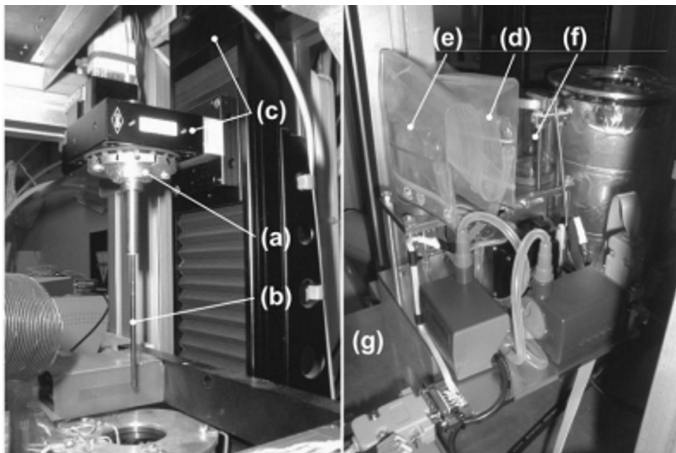


**Abbildung 23:** Anlage zur Herstellung sondenähnlicher Strukturen. Neben den bereits im Prinzip (Abbildung 22) dargestellten funktionellen Baugruppen (a)..(d) umfasst die Anlage u.a. eine Absaugung inkl. Filterbox (1) zum Absaugen des beim Sprühen entstehenden Resistnebels (2) sowie der ausgasenden Lösungsmittel (3).

Für den 2-Koordinaten-Antrieb der Substrathalterung (siehe Abbildung 24, links) – Drehung um die z-Achse sowie translatorische Bewegung in z-Richtung – wurden Antriebe der Fa. OWIS ausgewählt. Die Drehachse *DRT65* wird von einem 2-Phasen-Reluktanzschrittmotor angetrieben und benötigt 2000 Schritte pro Umdrehung (entspricht  $0,18^\circ$  pro Schritt). Die maximale Start-Stop-Frequenz beträgt 1000 Hz, die maximal erreichbare Frequenz 2000 Hz. Der Antrieb ist mittels eines Abstandshalters direkt auf die Linearachse *Limes90* montiert, welche einen Bewegungsbereich von 150 mm und eine Übersetzung von  $2,5 \mu\text{m}$  pro Schritt aufweist. Der antreibende 2-

Phasen-Reluktanzschrittmotor erreicht bis zu 4500 Hz (11,25 mm/s) bei einer max. Start-Stop-Frequenz von 1000 Hz (2,5 mm/s).

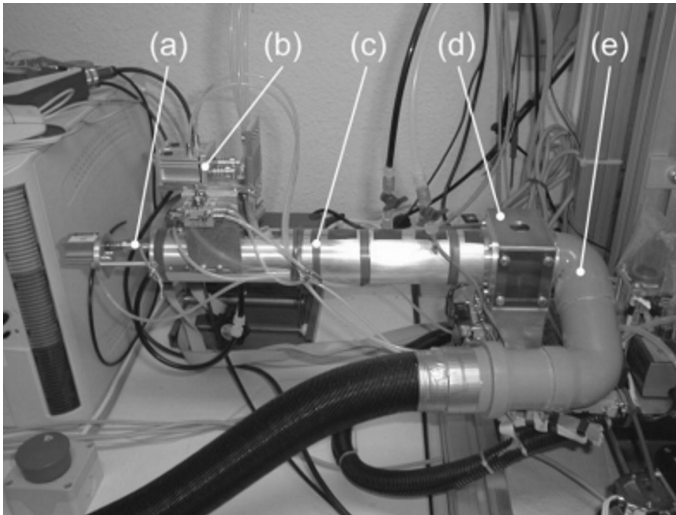
Der verfahrbare Tisch mit den Bearbeitungsstationen für Silikonkomponentenbeschichtung, Photoresistbeschichtung, -entwicklung und -spülung wird von einer OWIS-Linearachse *VTM80* angetrieben – Bewegung in x-Richtung. Der Bewegungsbereich beträgt 300 mm und die Übersetzung des Schraubengetriebs 5  $\mu\text{m}$  pro Schritt. Der antreibende 2-Phasen-Reluktanzschrittmotor erreicht bis zu 1500 Hz (7,5 mm/s) bei einer maximalen Start-Stop-Frequenz von 700 Hz (3,5 mm/s).



**Abbildung 24:** Substrathalterung (a) mit Substratstab (b) und 2-Koordinatenantrieb (c), Bearbeitungsstationen für Photoresistentwicklung (d), Spülung (e) und Silikonkomponentenbeschichtung (f) auf dem verfahrbaren Tisch (g)

Die Baugruppe zur Tauchbeschichtung des Substratstabes z.B. mit Silikonkomponentenlösung besteht aus einem Behälter für die Silikonkomponentenlösung und einem Magnetrührer. Der Behälter wurde als Glasgefäß mit 23 mm Durchmesser und 90 mm Höhe und einem Fassungsvermögen von ca. 35 ml Lösung ausgeführt. Die Aufnahme des Behälters wurde mit einem mechanischen Antrieb für einen Magnetrührstab

versehen – zwei von einem DC-Motor angetriebene, rotierende Seltenerd-  
magneten. Außerdem kann mittels eines servo-motorisch angetriebenen  
Deckels das Gefäß geöffnet und geschlossen werden, um das Ausgasen des  
Lösungsmittels einzuschränken, siehe Abbildung 24, rechts.



**Abbildung 25:** Baugruppe zur Sprühbeschichtung von Substratstäben mit Photoresist, bestehend aus (a) Sprühpistole mit Auslösemechanismus, (b) Ventilblock für Resistlösung und Aceton zur Reinigung, (c) Sprührohr, (d) Sprühkammer mit Öffnung – oben – zum Einfahren des Substratstabes und (e) Absaugrohr

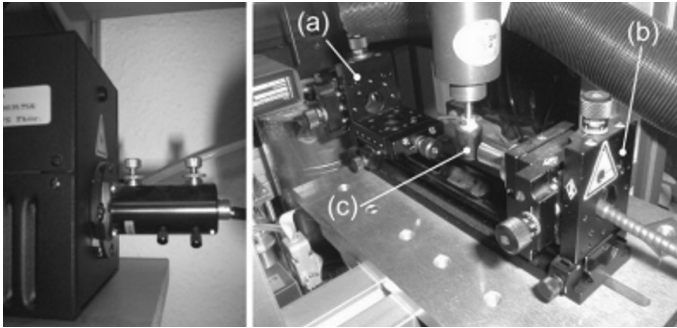
Die Baugruppe zur Sprühbeschichtung der Silikonelastomerschicht mit Photoresist besteht aus einer Sprühkammer mit Sprührohr und Sprühpistole sowie einer Absaugung, siehe Abbildung 25. Das Kammergehäuse zur Aufnahme des Sprührohres besitzt an seiner Oberseite eine Öffnung zum Einführen des Substratstabes für den Beschichtungsvorgang. Das Sprührohr (Innen- $\varnothing$ : 47 mm) ist an einem Ende mit der Sprühkammer verbunden und besitzt an seinem anderen Ende die Aufnahme für eine kommerziell erhältliche Sprühpistole, Typ *HANSA 201*. Der Sprühabstand (Abstand zwischen Sprüh-

düse und Substratstab) beträgt gemäß der Untersuchungen und Anforderungen von /Mey 03/ ca. 200 mm. Der Sprührohraufhängung gegenüber befindet sich an der Sprühkammer ein Absaugschlauch, welcher über eine Filterbox in eine Absauganlage führt. Damit wird der Resistsprühnebel abgesaugt, welcher nicht zur Schichterzeugung beiträgt aber sowohl Lösungsmittel als auch Partikel enthält. Die Partikel werden in der Filterbox herausgefiltert. Die Absorption des Lösungsmittels findet in den Aktivkohlefiltern der Absauganlage statt.

Die Resistlösung enthält leichtentzündliche Lösungsmittel, die beim Versprühen in der Umgebung als feiner Tröpfchennebel verteilt werden und verdampfen. Um das Risiko einer Entzündung und Verpuffung des Sprühnebels zu senken, wird die Sprühpistole nicht mit Druckluft sondern mit komprimiertem Stickstoff betrieben. Außerdem werden alle mechanischen Antriebe in unmittelbarer Nähe des Sprührohres, wie z.B. der Auslösemechanismus der Sprühpistole und die Ventile der Resistlösungs- und Reinigungsmittelversorgung, mittels Pneumatikzylindern angetrieben. Die Sprühpistole wird unter Nutzung der Schwerkraft bzw. des Schweredruckes mit Resistlösung aus einem Speicherbehälter versorgt. Aus einem zweiten Speicherbehälter wird nach Abschluß der Resistbeschichtung die Sprühpistole mit Aceton versorgt. Mittels Aceton wird eine automatische Reinigung der Zuleitungen, des Zwischenspeichers und der Sprühstrecke durchgeführt.

Die Baugruppe zur Belichtung der Resistsschicht besteht aus einem UV-Laser TOPAG HCL-30Ymc mit Faserkopplung, einer Quarzglas-Lichtleitfaser, einer justierbaren Faserhalterung, einem sogenannten Shutter und einer justierbaren Fokussierlinse, siehe Abbildung 26. Der HeCd-Laser emittiert Licht der Wellenlänge 325 nm mit ca. 30 mW Strahlungsleistung. Die Quarzglasfaser ist an ihren Enden mit einer integrierten und justierten Ein- bzw. Auskoppeloptik versehen. Für die Strahleinkopplung verfügt der Laser über eine justierbare Faserhalterung. Auf diese Weise kann das eingespannte Faserende in die

optimale Position und Richtung gebracht werden, um Laserlicht mit maximaler Strahlungsleistung in die Faser einzukoppeln.



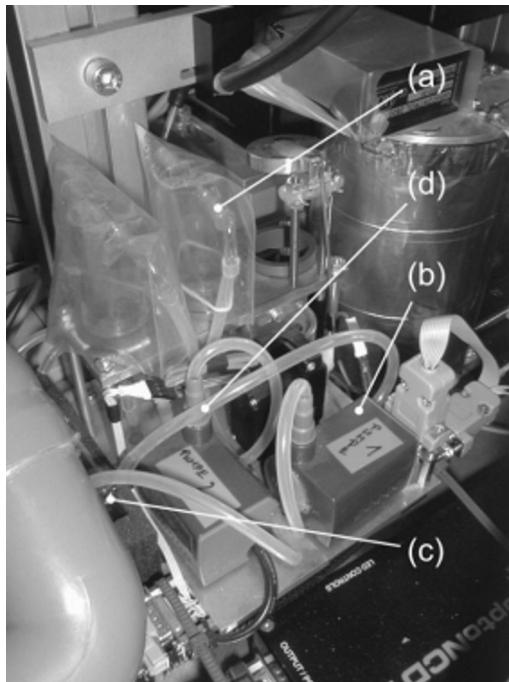
**Abbildung 26:** Baugruppe zur Belichtung des Fotoresists auf dem Substratstab, Laser mit justierbarer Faserkopplung (links), justierbare Faserhalterung zur Fokussierung des Laserlichtes auf dem Substratstab (rechts): (a) justierbare Fokussierlinse, (b) justierbare Faserhalterung und (c) elektromagnetischer Shutter

Das Faserende, welches dem Substratstab zugewandt ist, verfügt ebenfalls über eine justierbare Faserhalterung. Mittels dieser kann das Faserende in zwei translatorischen Richtungen bewegt und um zwei Rotationsachsen verkippt werden. In Verbindung mit einer Fokussierlinse, verstellbar in drei translatorischen Richtungen und kippbar um zwei Rotationsachsen, kann so der Laserstrahl auf einen bestimmten Punkt auf dem Substratstab fokussiert werden. Zwischen dem Faserende und der Fokussierlinse ist ein elektromagnetisch-betätigter Shutter montiert, mit dem der Laserstrahl automatisch abgeschattet werden kann.

Die Baugruppe zur Spülentwicklung der belichteten Resistschicht ist auf dem Verfahrtisch angeordnet. Sie besteht aus einem Glasbehälter mit Spüldüsen am oberen Rand sowie Boden mit Ablauf am Grund, einem weiteren Glasbehälter als Speicher für Entwicklerlösung, einer Miniaturkreiselpumpe sowie den notwendigen Schlauchverbindungen. Die Komponenten sind dabei so angeordnet, daß die Entwicklerlösung im Speicherbehälter von der



Kreiselpumpe angesaugt und über Schlauchleitungen zu den Spüldüsen befördert wird. Dort tritt die Lösung aus den Düsen aus, läuft über den Substratstab und anschließend durch den Ablauf des Glasbehälters wieder zum Speicherbehälter, siehe Abbildung 27. Die Baugruppe für das Spülen des Substratstabes ist identisch aufgebaut und direkt neben der Baugruppe zur Spülentwicklung auf dem Verfahrtschiff angeordnet.



**Abbildung 27:** Baugruppe zur Spülentwicklung der belichteten Resistschicht auf dem Substratstab, bestehend aus (a) Glasbehälter mit Spüldüsen und Ablauf am Grund des Behälters, (b) Miniaturkreiselpumpe zum Antrieb des Spülkreislaufes, (c) Speicherbehälter für Entwicklerlösung und (d) Verbindungsschläuche. Die Baugruppe zum Spülen des Substratstabes ist direkt neben der Baugruppe zur Spülentwicklung angeordnet und ebenfalls im Bild zu sehen – identischer Aufbau.

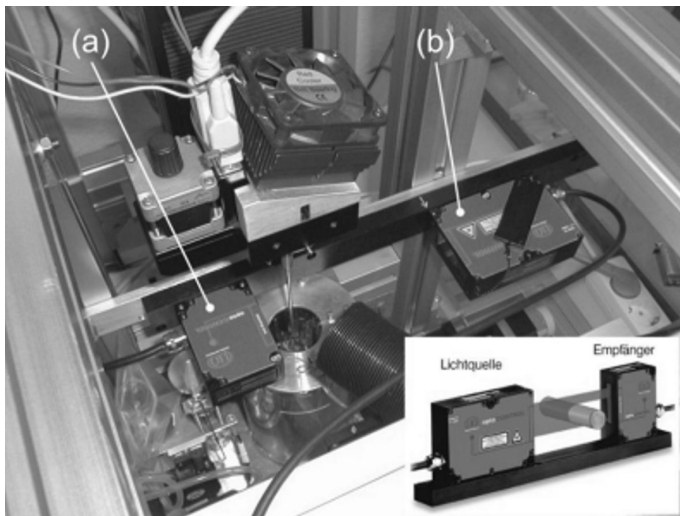
Neben den Baugruppen zur unmittelbaren Umsetzung der Herstelltechnologie verfügt die Anlage über Baugruppen bzw. Komponenten für Mess- oder Prüfzwecke. Dazu gehört eine Baugruppe zur Messung des Taumelfehlers des Substratstabes, welche zur Justage des Stabes benötigt wird. Die Messung des Taumelfehlers erfolgt als Abstandsmessung mittels eines Gerätes *optoNCTD 1602* der Firma Micro-Epsilon, siehe Abbildung 28.



**Abbildung 28:** Messung des Taumelfehlers des Substratstabes durch Messung des Abstandes des Substratstabes zum Meßkopf während Rotation des Substratstabes, die Abstandsbestimmung erfolgt in einem Meßbereich von 2 mm mittels Triangulationsmeßverfahren bei einer Auflösung von 1  $\mu\text{m}$

Zu diesem Zweck wird der Substratstab mittels eines elastischen Kunststoffstreifens mechanisch angetastet. Damit wird der Abstand zwischen Meßkopf und Kunststoffstreifen während einer vollen Umdrehung des Stabes bestimmt.

Die Messung erfolgt mittels Triangulations-Meßverfahren, bei der ein Laserlichtpunkt auf der Oberfläche des mit weißer Farbe beschichteten und somit diffus-reflektierenden Kunststoffstreifens detektiert wird. Der Meßbereich des Systems beträgt 2 mm bei einer Auflösung von 1  $\mu\text{m}$ .



**Abbildung 29:** Messung des Durchmessers des Substratstabes inkl. Beschichtung durch Bestimmung der Breite des Schattenrisses, Bestimmung der Schichtdicke als Differenz der Durchmesser vor und nach der Beschichtung des Substratstabes, Meßbereich des Gerätes 34 mm bei einer Auflösung von 1  $\mu\text{m}$ : (a) Meßkopf mit CCD-Zeile und (b) Laser-Lichtquelle

Weiterhin kommt eine spezielle Baugruppe zur Bestimmung der Dicke von Silikon- und Photoresistschichten auf dem Substratstab zum Einsatz. Die Messung der Schichtdicken erfolgt als Durchmesserbestimmung in einem Schattenrißverfahren mittels des Gerätes *optocontrol 2500* ebenfalls von der Firma Micro-Epsilon, siehe Abbildung 29. Dabei wird ein ca. 34 mm breiter Laserlicht-Streifen erzeugt, der auf eine CCD-Zeile fällt. Durch Ausmessung des abgeschatteten Bereiches der CCD-Zeile bei Eintauchen eines Objektes in den Laserlicht-Streifen, wird der Durchmesser des Objektes bestimmt. Die

Auflösung des Verfahrens beträgt gemäß Herstellerangaben 1  $\mu\text{m}$ . Die Schichtdicke der zu betrachtenden Schicht ergibt sich aus der Differenz der Durchmesser vor und nach dem Beschichten des Stabes.

Die Aufnahme der Messwerte sowie die Steuerung der einzelnen Komponenten der Baugruppen erfolgt über diverse dezentrale elektronische Hardware-Komponenten und zugehörige Software-Programme. Die zentrale Steuerung der Baugruppen, d.h. Koordinierung der einzelnen Technologieschritte und die Meßdatenauswertung erfolgt mittels PC und einer Steuer- und Meßsoftware, programmiert auf dem Softwaresystem *LabVIEW* der Firma National Instruments.

### **2.2.6 Temperofen**

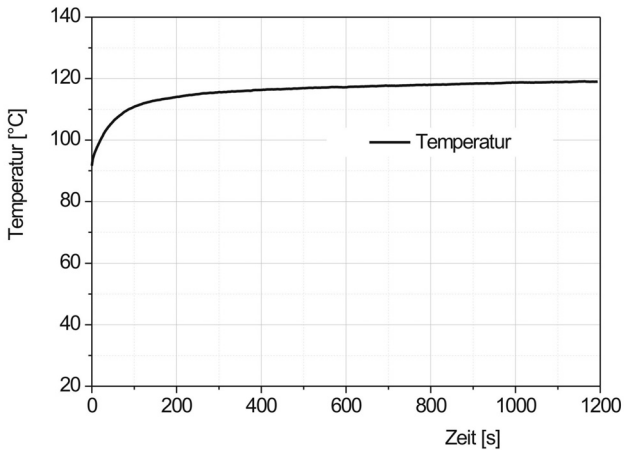
Das Nichtvorhandensein einer geeigneten kommerziellen Lösung eines Temperofens, welcher in die Anlage integriert werden kann, machte eine Eigenentwicklung erforderlich. Insbesondere der geringe Bauraum wurde von keinem kommerziell verfügbaren Ofen eingehalten.

Durch Einsatz von Halogenstrahlröhren als Heizelemente konnten hohe Aufheizgeschwindigkeiten, eine sehr gute Temperaturregelbarkeit und eine geringe Wärmespeicherkapazität des Ofens erzielt werden. Dies ermöglichte eine akzeptabel niedrige Wärmeabgabe des Ofens an die benachbarten Baugruppen. Zur Reduktion der Wärmeübertragung zwischen Substratstab und -halterung wurde eine Teflon-Hülse als Isolator eingebracht. Der während des Tempervorgangs direkt über dem Ofen befindliche Drehantrieb der Substrathalterung wurde zusätzlich mit Kühlkörper und Lüfter versehen und konnte so auf einer Temperatur  $< 60\text{ }^{\circ}\text{C}$  gehalten werden. Insgesamt wurde damit eine äußerst kostengünstige Lösung realisiert.

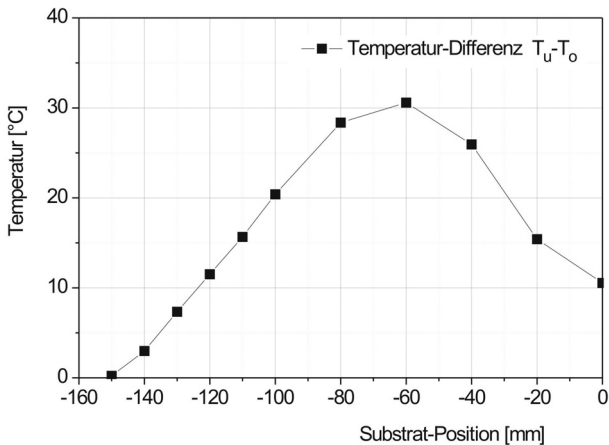


**Abbildung 30:** Baugruppe zum Tempern von Silikonelastomer- und Fotoresistschichten, Darstellung des Temperofens mit eingefahrenem Substratstab im laufenden Betrieb (links) und Darstellung ohne Reflektorschild mit eingefahrenem Substratstab (rechts): (a) Substratstab mit Temperatursensoren für Vergleichsmessungen, (b) Kontaktelement zur Messung der Ofentemperatur, (c) innere Ofenröhre aus optischem Filterglas, Begrenzung des nutzbaren Ofenvolumens, (d) Halogenröhre als Heizelement, (e) Miniaturlüfter zur Erzeugung eines konstanten Luftstromes, bessere Regelbarkeit des Ofens im unteren Temperaturbereich

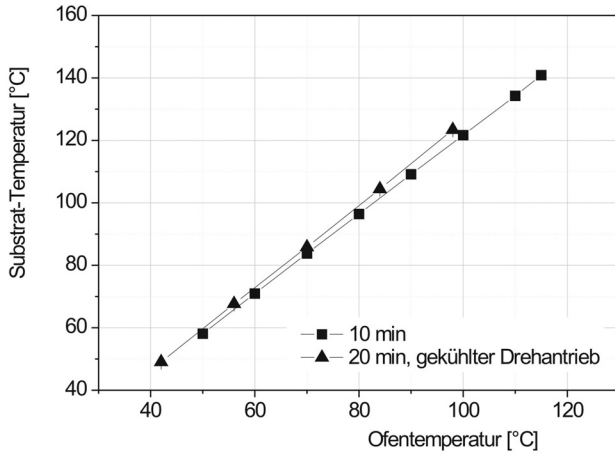
Die Regelung des Ofens erfolgt über drei Temperatursensoren (Kontaktelemente) im Ofeninneren, welche die Ofentemperatur detektieren. Da zwischen der geregelten Ofentemperatur und der sich einstellenden Substrattemperatur Abweichungen zu erwarten sind, wurden diesbezüglich Messungen durchgeführt, siehe Abbildung 31, Abbildung 32, Abbildung 33. Anhand des Abgleichs der aufgenommenen Temperatur-Zeit-Kurven konnte eine Korrekturkurve zur Anpassung der Zieltemperatur des Temperofens erstellt und in die Steuersoftware implementiert werden. Weiterhin wurde die bis zum Erreichen der Zieltemperatur vergehende Aufheizzeit als Offsetwert in die Steuersoftware aufgenommen.



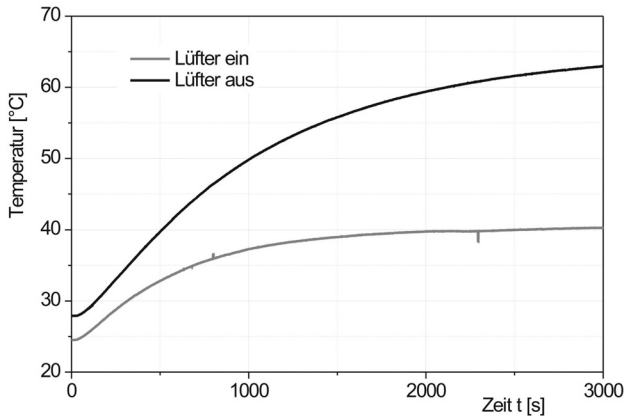
**Abbildung 31:** Temperatur am oberen Substratstabe, Zieltemperatur von 90°C (Temperatur zum Tempern des Fotoresists), Temperaturmessung mittels Pt100-Widerständen am oberen und unteren Stabe, abgedeckt mit Silikonschicht (ca. 100 µm), Kalibrierung der Temperatursensoren in Eiswasser



**Abbildung 32:** Temperaturdifferenz zwischen oberem und unterem Substratstabe, Temperofen 90°C (Tempern Fotoresist), Temperatur der Substratoberfläche gemessen nach 10 min – stabiler Zustand; Substratpositionen: untere Substratspitze auf Höhe Oberkante Ofen 0 mm, Substrat vollständig im Ofen -150 mm



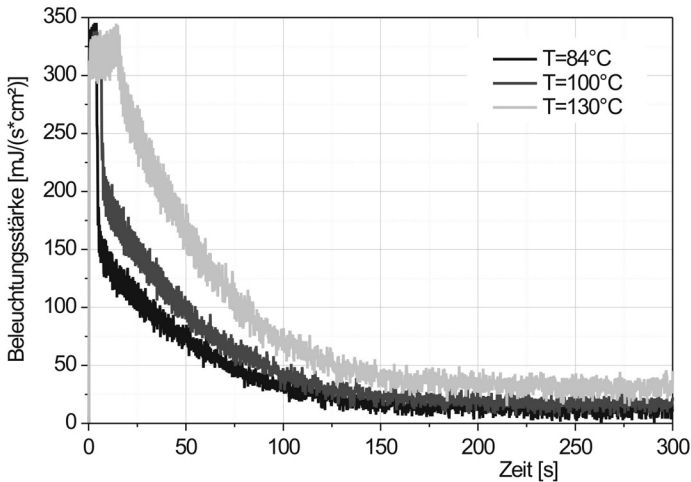
**Abbildung 33:** Temperatur (oberes Stabende, Stab komplett im Ofen) in Abh. von der Zieltemperatur; Messung nach 10 min bzw. 20 min ("gekühlter Drehantrieb" = Kühlkörper und Lüfter gem. Abbildung 30); Bestimmung der Funktion der Substrattemp. in Abh. von der Ofentemperatur = Korrekturfunktion für Steuersoftware



**Abbildung 34:** Temperatur Drehantrieb (Substratstab komplett im Ofen); Temperatur Substratstab 130°C; Temperaturmessung mittels Pt100-Widerstand am Motorgehäuse (nicht kalibriert); ermittelte Grenzwerte mit Kühlung 40°C, ohne Kühlung 65°C

Versuche zum Tempern von Silikonelastomerschichten zeigten, daß die Temperzeit der beschichteten Substratstäbe aufgrund der kurzen Aufheizzeit des Temperofens gegenüber der Verwendung des im Labor vorhandenen Trockenofens erheblich verkürzt werden kann.

Die zum Heizen verwendeten Halogenröhren stellen allerdings ein Risiko bzgl. Belichtung des Photoresists beim Tempern dar. Zur Minderung des Anteils an kritischem UV- und UV-nahem Licht im Ofen wurde die innere Ofenröhre als Glasrohr aus braunem Filterglas ausgeführt (Belichtung des Resists erfolgt im Bereich 308-450 nm, bei Beleuchtungsstärken von ca. 0,25-2 mJ/cm<sup>2</sup>, /All 98b/). Zur Überprüfung des Belichtungsrisikos wurden Messungen der Lichtleistung im Ofen für verschiedene Lichtwellenlängen im sichtbaren Bereich des Spektrums durchgeführt.



**Abbildung 35:** Messung der Beleuchtungsstärke des emittierten Lichts im Temperofen, Wellenlänge 400 nm, unterschiedliche Zieltemperaturen; höchste Beleuchtungsstärke in Aufheizphase, ermittelte Grenzwerte  $t \rightarrow \infty$ : 10, 15 und 29 mJ/(s·cm<sup>2</sup>)

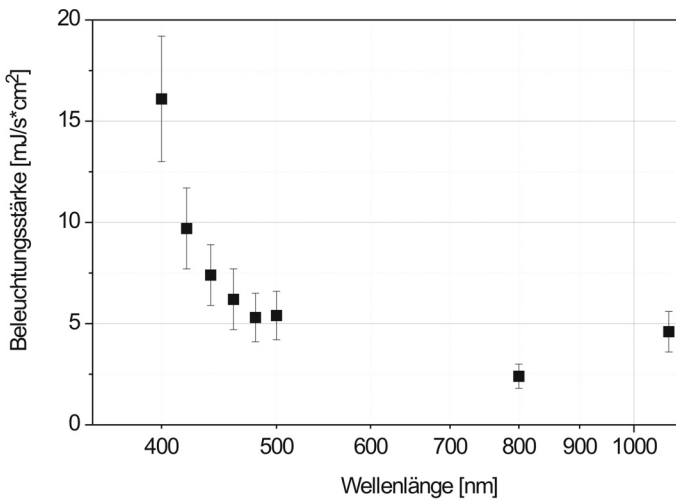


Die Messungen der Strahlungsleistung in verschiedenen Wellenlängenbereichen zeigten, daß der Temperofen im laufenden Betrieb trotz Filterglasabschirmung erhebliche Anteile an Licht im Bereich bis minimal 400 nm ins Ofeninnere emittiert. So wurden bei 84°C Ofentemperatur bereits 10 mJ/cm<sup>2</sup> pro Sekunde im Ofen bestimmt. Messungen im UV-Bereich, relevant für die Belichtung des Photoresists, konnten aufgrund fehlender Meßtechnik nicht durchgeführt werden. Allerdings ist davon auszugehen, daß auch in diesem Bereich Lichtleistungswerte auftreten, die zum Belichten des Resist führen können, womit die Resistschicht unbrauchbar wird. Aus diesem Grund konnte der Temperofen im aktiven Modus nicht zum Tempern von Resistschichten eingesetzt werden.

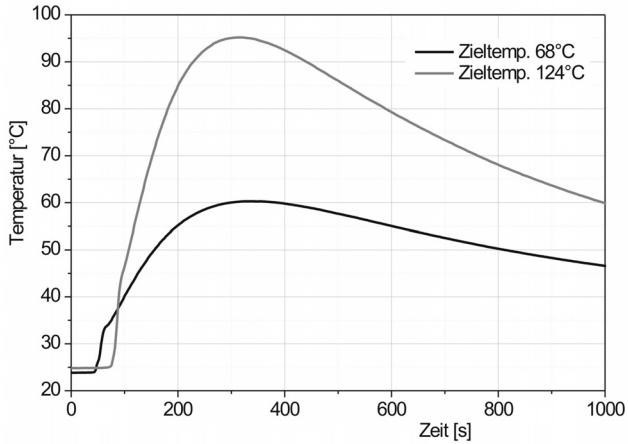
Versuche, das Problem durch Änderung des Temperablaufes und Nutzung der Speicherwärme des Temperofens zu lösen, verliefen wenig erfolgreich. Dabei wurde der Temperofen ohne Substratstab vorgeheizt, dann abgeschaltet und der Substratstab in den Heizraum eingefahren. Der Temperaturverlauf von abgeschaltetem Temperofen sowie Substratstab wurde aufgenommen. Trotz des schnellen Abkühlens des Ofens aufgrund seiner geringen Wärmekapazität konnten nutzbare Zeitfenster im Temperaturverlauf bestimmt werden. Ein praktischer Test mit einem Substratstab mit aufgebrachtener Resistschicht zeigte allerdings ein ungenügendes Temperergebnis. Von der partiell belichteten Schicht lösten sich beim Entwickeln sowohl die belichteten als auch die unbelichteten Bereiche komplett vom Substratstab ab – Anzeichen unzureichender Haftung auf der Silikonschicht aufgrund ungenügenden Temporns. Außerdem gibt der Ofen bei Vorheiztemperaturen um 200°C große Wärmemengen nach außen ab. Aufgrund der hohen Temperatur und der Vorheizdauer können benachbarte, temperaturempfindliche Baugruppen, wie die Baugruppe zur Silikonbeschichtung, nicht mehr ausreichend isoliert werden. Eine Vergrößerung der Entfernung zwischen den Baugruppen war

ebenso wie eine Verbesserung der Isolation durch den geringen Bauraum auf der Anlage nicht möglich.

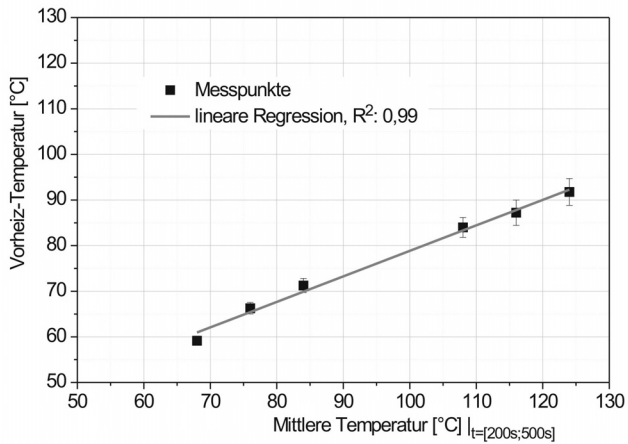
Aus diesen Gründen wurde die Verwendung eines Temperofens auf der Anlage verworfen und stattdessen ein vorhandener kommerzieller Labor-Trockenofen zum Tempern der beschichteten Substrate eingesetzt. Der damit notwendige Aus- und wieder Einbau der Substrate auf der Anlage ist als Nachteil dieses Vorgehens anzusehen.



**Abbildung 36:** Messung der Beleuchtungsstärke des Temperofens bei verschiedenen Wellenlängen nach Erreichen einer Zieltemperatur von 100 °C



**Abbildung 37:** Messung Substratstabtemperatur; Aufheizung Ofen ohne Substrat (20 min Haltezeit), dann Abschaltung und Einfahren Substrat; erreichte Max.-Temperatur ca. 60°C bzw. 95°C; "nutzbares" Zeitfenster ca. 300 s [200 s; 500 s]



**Abbildung 38:** Kennlinie für IR-Ofen, Vorheiztemperatur (Haltezeit 20 min) in Abh. von der erreichten mittleren Substratstabtemperatur – vgl. Abbildung 37; Berechnung der mittleren Substratstabtemperatur im Interval [200 s; 500 s]; Maxima der Einzelmessungen bei ca.  $t = 350$  s

### 2.2.7 Verfahrensablauf auf der Anlage

Der grundsätzliche Ablauf der Herstellung einer Sondenstruktur auf der Anlage folgt dem in Kapitel 2.2.2, Abbildung 17 beschriebenen Prinzip. Vor dem Start des Verfahrens muß eine Referenzfahrt der elektromechanischen Antriebe (OWIS-Komponenten) erfolgen. Die Steuersoftware verfügt über ein entsprechendes Unterprogramm. Die Antriebe fahren nach Vorgabe durch den Bediener eine ihrer beiden Endlagen, der jeweiligen Position wird der Wert "0" zugewiesen. Alle weiteren Positionierbefehle, die der Bediener vorgibt, werden automatisch auf diese Ausgangsposition bezogen.

Zuerst wird ein Substratstab in die entsprechende Halterung eingespannt und die Halterung samt Stab so justiert, daß der Taumelfehler des Stabes, bei voller Umdrehung, minimiert wird. Dies ist notwendig, da die Substratstäbe beim Vergleich miteinander Abweichungen bzgl. Geradheit der Stabachsen sowie Achsverkippungen zwischen Drehachse der Halterung und Stabachse aufweisen. Ist die Halterung einmal bzgl. eines bestimmten Stabes justiert, kann der Stab beliebig oft ein- und ausgespannt werden, ohne daß erneut justiert werden muß.

Zum Justieren wird die laterale Bewegung des Substratstabes bei einer vollen Umdrehung (Taumeln) um seine Achse gemessen. Dies erfolgt durch Antasten des Stabes mittels des Abstandmeßgerätes *MicroEpsilon optoNCDT1602* beim Rotieren. Die Messung wird für zwei Meßhöhen am Stab jeweils möglichst nahe einem der beiden Stabenden durchgeführt. Daraus ergibt sich die Lage des Stabachse in Bezug auf die Rotationsachse der Bewegung. Anschließend erfolgt ein Ausrichten der Stabachse mittels Justierschrauben an der Stabhalterung, welches durch erneute Messung des Taumelfehlers überprüft werden kann. Der Taumelfehler des Substratstabes läßt sich so auf weniger als 25 µm korrigieren. Abschließend kann der Taumelfehler für mehrere Meßhöhen am Stab automatisch gemessen werden. Die Steuersoftware verfügt über ein entsprechendes Unterprogramm.

### 2.2.7.1 Schritt 1 – Trennschicht erzeugen

Im ersten Verfahrensschritt wird der Substratstab im Tauchverfahren mit einer Trennschicht aus Photoresist beschichtet. Zu diesem Zweck wird der Lösungsbehälter der Tauchbeschichtungs-Baugruppe mit unverdünntem Resist gefüllt. Anschließend wird das Unterprogramm zur Tauchbeschichtung gestartet und die Beschichtungsparameter eingegeben:

- Anzahl der Tauchbeschichtungen
- Eintauchtiefe des Substratstabes (z-Achse) in den Lösungsbehälter
- Herausziehggeschwindigkeit für den Substratstab (für z-Achse und Drehachse)
- Ausgaszeit zwischen zwei Tauchbeschichtungen
- finale Ausgaszeit nach Abschluß der letzten Tauchbeschichtung

Werden keine Werte eingegeben, so kommen voreingestellte Werte zur Anwendung. Nach Freigabe der automatischen Tauchbeschichtung wird der Rührer in Bewegung gesetzt und die Beschichtungsbaugruppe mit dem Verfahrtschiff unter dem Substratstab positioniert. Der Deckel wird geöffnet und der Rührer stoppt. Der Substratstab wird mit maximaler Geschwindigkeit in die Lösung gefahren. Anschließend wird der Substratstab mit den angegebenen Parametern aus der Lösung herausgezogen und der Deckel geschlossen. Während der darauffolgenden Ausgaszeit, die dem Ausgasen des Lösungsmittels aus der aufgetragenen Schicht dient, ist der Rührer wieder aktiv. Bei mehrfacher Beschichtung wiederholt sich der Vorgang so oft, bis die vorgegebene Anzahl an Tauchbeschichtungen erreicht wird. Nach der letzten Ausgaszeit ist die Beschichtung abgeschlossen, z-Achse und Drehachse fahren ihre Referenzpositionen an. Dann kann der Substratstab ausgespannt und zum Tempern in den Trockenofen gegeben werden. Tempertemperatur und –zeit sind von den spezifischen Anforderungen des verwendeten Resists abhängig.

### 2.2.7.2 Schritt 2 – Silikonschicht erzeugen

Nach dem Tempern und Abkühlen wird der Substratstab wieder in die Halterung eingespannt und mittels Tauchbeschichten die erste von zwei Silikonschichten aufgebracht. Die Nutzung der Tauchbeschichtungs-Baugruppe erfolgt dabei analog zur Trennschichtherzeugung. Der Lösungsbehälter muß vorher mit Silikonkomponentenlösung gefüllt werden, und es werden die Beschichtungsparameter vorgegeben. Das Tempern unterscheidet sich bzgl. Temperatur und Zeitdauer vom Tempern der Trennschicht.

Die Schichtdicke der Silikonschicht kann direkt auf der Anlage bestimmt werden. Zu diesem Zweck wurde ein Meßsystem *Microepsilon optocontrol2500* integriert. Dieses bestimmt den Durchmesser des Substratstabes an beliebig vielen Positionen, unter Einhaltung gleicher axialer Abstände ("axial" = in z-Richtung), siehe Abbildung 29. Durch Bildung der Differenzen aus Durchmesser vor und nach der Beschichtung läßt sich die aufgebrachte Schichtdicke bestimmen. Nach Start des entsprechenden Unterprogramms wird die Position des unteren Stabendes automatisch ermittelt und die erforderlichen Meßparameter abgefragt:

- zu vermessender Bereich/Länge des Substratstabes in z-Richtung – ausgehend von der unteren Spitze
- Anzahl der Messungen an einer Position (zur Mittelwertbildung) – nach jeder Messung wird der Substratstab um einen entsprechenden Winkel gedreht und dann erneut gemessen, bis eine volle Umdrehung erreicht wird
- Anzahl der zu vermessenden Positionen – die zu vermessende Stablänge wird automatisch in gleiche Abstände aufgeteilt
- Meßfrequenz
- Angaben zur Bezeichnung der Messung bzw. der Meßdatei, wie Substratstab-Nr., Messdateiname, Dateikopf etc.

Werden keine Werte eingegeben, so kommen voreingestellte Werte zur Anwendung. Nach Freigabe der Messung fährt der Substratstab in den Laserlichtfächer des Meßsystems ein, um die erste Meßposition anzufahren. Die Meßdaten werden mittels Fast-Fourier-Transformation geglättet und Störfrequenzen ab 50 Hz entfernt – Tiefpaßfilter. Anschließend werden Mittelwert und Standardabweichung der Messung berechnet und gespeichert. Wenn der vorgegebene Längenbereich des Substratstabes vermessen wurde, werden die bestimmten Meßwerte in der vorgegebenen Form mit den eingegebenen Bezeichnungen und Bemerkungen in einer Meßwertdatei abgespeichert.

### **2.2.7.3 Schritt 3 – Opferschicht erzeugen**

Nach dem Tempern und Abkühlen der Silikonschicht wird der Substratstab wieder in die Halterung eingespannt und die Opferschicht aus Photoresist aufgesprüht. Dazu werden die Speicherbehälter mit Resistlösung bzw. Aceton gefüllt und die Versorgung mit komprimiertem Stickstoff und Druckluft sichergestellt. Nach Start des entsprechenden Unterprogramms werden die erforderlichen Sprühparameter eingegeben:

- Anzahl der Sprühbeschichtungen
- Eintauchtiefe des Substratstabes (z-Achse) in die Sprühkammer
- Einfahrtgeschwindigkeit für den Substratstab (z-Achse und Drehachse)
- Offsetwerte für den Startpunkt der Drehbewegung
- Ausgaszeit zwischen zwei Sprühbeschichtungen
- finale Ausgaszeit nach Abschluß der letzten Sprühbeschichtung
- Zeitdauer zum Befüllen der Sprühpistole mit Resist bzw. Aceton
- Zeitdauer zum Leersprühen der Sprühpistole nach Abschluß der Beschichtung bzw. Reinigung

Werden keine Werte eingegeben, so kommen voreingestellte Werte zur Anwendung. Nach Freigabe der automatischen Sprühbeschichtung wird die

Sprühkammer mit dem Verfahrtsch unter dem Substratstab positioniert. Der Substratstab wird durch Verfahren der z-Achse bis auf wenige Millimeter über die Sprühkammer positioniert. Anschließend wird die Sprühpistole mit Resistlösung befüllt. Dann wird der Substratstab unter gleichzeitiger Drehbewegung in die Sprühkammer eingefahren, während die Sprühpistole Resistlösung versprüht. Die Auslösung der Sprühpistole ist elektronisch an die Aktivierung des Drehantriebes gekoppelt. Dadurch ist ein zeitgleiches und kontinuierliches Sprühen während der Drehbewegung beim Einfahren garantiert. Durch die Kombination von translatorischer Bewegung des Substratstabes in z-Richtung und gleichzeitiger Drehung um die z-Achse wird der Substratstab spiralförmig besprüht. Die Geschwindigkeiten der beiden Antriebe sind so abgestimmt, daß eine gleichmäßige Überdeckung beim Sprühen erzielt wird. Durch Eingabe eines entsprechenden Offsetwertes für die Drehbewegung kann bei jedem Sprühvorgang eine Verschiebung des Anfangspunktes für das Aufsprühen auf den Substratstab festgelegt werden – eine Art Phasenverschiebung der Spiralen. Dies trägt zur weiteren Homogenisierung der Resistsschicht bei. Nachdem der Substratstab die angegebene Eintauchtiefe sowie das Ende der Drehbewegung erreicht hat, wird die Sprühpistole deaktiviert und der Substratstab zurück auf die Ausgangsposition bewegt. Die anschließend folgende Ausgaszeit dient dem Ausgasen des Lösungsmittels aus der aufgetragenen Schicht.

Die Beschichtung wird gemäß des beschriebenen automatischen Vorgangs wiederholt bis die vorgegebene Anzahl an Sprühbeschichtungen erreicht wird. Nach der letzten Ausgaszeit ist die Resistbeschichtung abgeschlossen und z-Achse und Drehachse fahren ihre Ausgangspositionen an. Dann kann der Substratstab ausgespannt und zum Tempern in den Trockenofen gegeben werden. Temperatur und Zeitdauer sind von den spezifischen Anforderungen des verwendeten Resists abhängig.



#### 2.2.7.4 Schritt 4 – Belichten der Opferschicht

Nach dem Tempern und Abkühlen des beschichteten Substratstabes sowie einer ausreichenden Akklimatisierungszeit – das Photoresist nimmt nach dem Tempern Wasser aus der Luft auf – wird der Substratstab wieder in die Halterung eingespannt. Es erfolgt die selektive bzw. strukturierende Belichtung der Resistschicht. Der UV-Laser kann bereits während der Akklimatisierungszeit aktiviert werden, da er ca. 20 min Aufwärmzeit benötigt, bis ein stabiler Betriebszustand bzgl. Kohärenz und Leistung vorliegt. Nach Start des entsprechenden Unterprogramms werden die erforderlichen Belichtungsparameter eingegeben:

- Drehgeschwindigkeit beim Belichten
- Zeilenhöhe für das zeilenweise Belichten
- Offsetwert für die Belichtungs-Startposition in Drehrichtung
- Auswahl einer Text-Datei (\*.txt), welche das Belichtungsmuster in Form einer binären 2D-Matrix darstellt

Mittels eines Software-Tools, /Lin 02/, können entsprechende Text-Dateien direkt aus den CAD-Daten (IGES-Format) einer Sonde generiert werden. Werden keine Werte eingegeben, so kommen voreingestellte Werte zur Anwendung.

Nach Freigabe der automatischen Belichtung wird der Substratstab durch Aktivierung des Verfahrtisches über einem freien Platz des Verfahrtisches positioniert. So kann der Substratstab in z-Richtung über dem gesamten Bewegungsbereich verfahren werden, ohne daß während der Belichtung Kollisionen mit Anlagenteilen auftreten. Durch anschließendes Verfahren der z-Achse und der Drehachse bei geschlossenem Shutter wird der Substratstab auf die Ausgangsposition bewegt. Die Ausgangsposition ist die Position bei der der Laserstrahl bei geöffnetem Shutter auf den Anfang der ersten Belichtungszeile am oberen Substratstabende trifft. Eine Belichtungszeile entspricht einer vollen Umdrehung des Substratstabes um seine Längsachse

ohne Bewegung der z-Achse. Die Zeilenhöhe entspricht dem Verfahrweg der z-Achse zwischen zwei benachbarten Zeilen und wird als Parameter vorgegeben. Sie sollte kleiner als der Durchmesser des Laserfokuspunktes auf der Schicht gewählt werden. Dadurch kommt es zur Zeilenüberlagerung und es wird gewährleistet, daß eine zusammenhängend belichtete Struktur entsteht. Die Belichtung erfolgt zeilenweise und gemäß der vorgegebenen binären Matrix. Dabei werden die Zeilen von der Steuersoftware in jeweils zusammenhängende zu belichtende bzw. nicht zu belichtende Abschnitte aufgeteilt. Die Länge der Abschnitte bestimmt den dabei zu durchfahrenden Drehwinkel. Die Summe aller Abschnitte bzw. Drehwinkel einer Zeile ergibt eine volle Umdrehung der Achse. Anschließend wird der Substratstab in der Reihenfolge der Abschnitte und um die entsprechenden Winkel gedreht, wobei der Shutter gemäß der binären Werte im Abschnitt geöffnet oder geschlossen ist. Der Shutter ist elektronisch an die Bewegung des Drehantriebes gekoppelt. Ist der Shutter aktiviert, öffnet er gleichzeitig mit Aktivierung des Drehantriebes und schließt zeitgleich mit Deaktivierung des Drehantriebes. Bei zu belichtenden Abschnitten bewegt sich der Drehantrieb mit der eingegebenen Geschwindigkeit für die Belichtung. Bei nicht zu belichtenden Abschnitten wird mit Maximalgeschwindigkeit gefahren. Nach einer vollen Umdrehung und somit Abarbeitung einer Zeile verfährt die z-Achse um eine Zeilenhöhe, so daß die nächste Zeile belichtet werden kann. Nach Belichtung aller Zeilen fahren z-Achse und Drehachse ihre Ausgangspositionen an und die Resistschicht kann entwickelt werden.

#### **2.2.7.5 Schritt 5 – Entwicklung der belichteten Struktur**

Für die Spülentwicklung der Resistschicht werden der Speicherbehälter der Entwicklerbaugruppe, die Versorgungsschläuche der Pumpe und die Pumpkammer mit Entwicklerlösung gefüllt. Nach Start des entsprechenden

Unterprogramms werden die erforderlichen Entwicklungsparameter eingegeben:

- Eintauchtiefe des Substratstabes (z-Achse) in das Glasgefäß
- Drehweg und damit Anzahl der Umdrehungen des Drehantriebes während der Entwicklung
- Geschwindigkeiten von z-Achse und Drehachse beim Einfahren in das Glasgefäß
- Anzahl der Entwicklungsfahrten
- Verweilzeit im Glasgefäß
- Abtropfzeit nach dem Herausziehen aus dem Glasgefäß

Die Parameter "Anzahl Entwicklungsfahrten", "Verweilzeit" und "Abtropfzeit" werden nur bei Entwicklung im Entwicklerbad benötigt. Bei Spülentwicklung wird nur eine Entwicklungsfahrt durchgeführt. Dabei wird die Entwicklungszeit über die Geschwindigkeit des Drehantriebes sowie den Drehweg gesteuert – sämtliche Zeitparameter werden zu "0" gesetzt. Werden keine Werte eingegeben, so kommen voreingestellte Werte zur Anwendung.

Nach Freigabe der automatischen Spülentwicklung wird das Glasgefäß mit dem Verfahrtisch unter dem Substratstab positioniert. Der Substratstab wird durch Verfahren der z-Achse auf eine Ausgangsposition wenige Millimeter über den Spüldüsen bewegt und die Umwälzpumpe für Entwicklerlösung eingeschaltet. Anschließend wird der Substratstab mit den angegebenen Parametern für z-Achse und Drehachse in das Glasgefäß und damit den Flüssigkeitsstrahl hineingefahren. Durch entsprechende Parameterwahl für Geschwindigkeit und Weg der Drehbewegung stoppt der Substratstab nach Erreichen der vorgegebenen z-Position seine Linearbewegung, dreht sich aber weiterhin im Flüssigkeitsstrahl. Dadurch wird ein gleichmäßiges und kontinuierliches Überspülen des Substratstabes mit Entwicklerlösung gewährleistet. Nach Beendigung der Drehbewegung verbleibt der Substratstab gemäß der eingegebenen Verweilzeit im Glasgefäß und wird anschließend auf

die Ausgangsposition gefahren. Diese Position behält der Substratstab für den Zeitraum der eingegebenen Abtropfzeit bei. Anschließend wird die Entwicklung gemäß der eingegebenen Anzahl an Entwicklungsfahrten wiederholt. Nach Abschluß der letzten Entwicklungsfahrt bewegen sich z-Achse und Drehachse auf ihre Ausgangspositionen und die Entwicklung der Resistschicht ist abgeschlossen.

Um das Fortschreiten der Entwicklung der Resistschicht durch Reste an Entwicklerlösung auf der Oberfläche der Schicht zu verhindern, wird die Resistschicht nach der Entwicklung gespült. Dies geschieht ähnlich zur Spülentwicklung unter Verwendung von destilliertem oder deionisiertem Wasser (DI-Wasser). Sowohl die dazu verwendete Baugruppe als auch das Unterprogramm sind identisch zu den Komponenten der Spülentwicklung aufgebaut. Das bedeutet, das Spülen im DI-Wasserstrahl erfolgt analog zur Spülentwicklung. Es muß somit nicht weiter erläutert werden. Allerdings kann beim Spülen der Parameter "Trocknungszeit" genutzt werden – beim Entwickeln voreingestellt auf "0" gesetzt. Gemäß der eingegebenen Trocknungszeit wartet die Anlage am Ende der Abarbeitung des Unterprogramms, wenn z-Achse und Drehachse bereits wieder ihre Ausgangspositionen erreicht haben. Danach ist das Spülen der Resistschicht abgeschlossen.

#### **2.2.7.6 Schritt 6 – Silikondeckschicht erzeugen**

Nach dem Trocknen der Resistschicht wird mittels Tauchbeschichten die zweite der beiden Silikonschichten aufgebracht. Das abschließende Tempern kann mit den Temperparametern der ersten Schicht erfolgen. Falls die Temperatur die obere Grenztemperatur für das Resist übersteigt, kann eine chemische Zersetzung des Resists stattfinden. Läßt sich das Resist anschließend nicht mehr oder nur noch langsam in Aceton lösen, kann ein spezieller Remover zur Lösung verwendet werden. Alternativ kann das

Tempern der zweiten Silikonschicht bei einer niedrigeren Temperatur und entsprechend längerer Temperzeit erfolgen.

#### ***2.2.7.7 Schritt 7 – Abschluß des Verfahrens, Anschluß an Peripheriegeräte***

Nach Tempern und Abkühlen des vollständig beschichteten Substratstabes wird der Substratstab aus der Anlage entnommen. Durch Einsatz von Aceton oder Remover wird die Trennschicht aus Resist aufgelöst und die Silikonstruktur vom Substrat entfernt und gespült. Anschließend kann das Fluidsystem mit Silikonschläuchen verbunden werden – mittels Kleben. Dann wird Aceton oder Remover durch die Silikonschläuche in das Fluidsystem gepumpt, bis das im Inneren enthaltene Resist vollständig herausgelöst ist. Die Lösung wird aus den Kanälen und Kammern abgesaugt und mit DI-Wasser gespült. Danach kann das System befüllt und in Betrieb genommen werden.



### 3 Erprobung der Anlage zur Herstellung sondenähnlicher Strukturen

In Kap 2.2.7 ist die Realisierung der einzelnen Technologieschritte in Form von Baugruppen einer Anlage beschrieben. Dabei ist erwähnt, daß eine ganze Reihe von Verfahrensparametern durch den Bediener eingestellt werden können – innerhalb der technischen Grenzen der jeweiligen Baugruppe. Auf diese Weise werden die Geometrieparameter der Sonde, wie z.B. Schichtdicke der Silikonwandung realisiert.

Im Rahmen der Erprobung der Anlage wurde der Einfluß der verschiedenen Parameter auf die erzeugte Struktur experimentell bestimmt. Im Ergebnis wurden Parameterempfehlungen ausgesprochen bzw. in Form von Voreinstellungen in die Steuersoftware implementiert. Weiterhin wurden Vorschläge zur weiteren Verbesserung der Anlage erarbeitet und umgesetzt, soweit dies im Rahmen der vorliegenden Arbeit möglich war. Für die sondenähnliche Struktur wurden zum Zeitpunkt der Anlagenerprobung durch die Arbeitsgruppe folgende Gestaltparameter favorisiert:

- Schichtdicke der unteren und oberen Silikonschicht: je ca. 100 µm
- Schichtdicke der Resistschicht und somit Höhe der Fluidkammern: ca. 10 µm
- Länge einer einzelnen Fluidkammer in axialer Richtung: 2400 µm
- Breite einer einzelnen Fluidkammer in Umfangsrichtung: 1600 µm
- Länge eines Fluidkanals in axialer Richtung: ca. 20 mm
- Breite eines Fluidkanals in Umfangsrichtung: 100 µm
- Herstellung der sondenähnlichen Struktur aus *NUSIL MED4930* – Silikonelastomer für Medizinprodukte mit dem Shore-A-Härtegrad 30

In den folgenden Kapiteln werden die Erprobung der Anlage und die verwendeten Sondenmaterialien beschrieben. Die durchgeführten Tests bzw.

Experimente werden erläutert und die Ergebnisse diskutiert. Nicht alle Gestaltparameter konnten, wie gewünscht, umgesetzt werden. Deshalb wurden in den gegebenen Fällen Ideen und Vorschläge zur weiteren Verbesserung der Anlage entwickelt.

### **3.1 Temperparameter des Silikonelastomers NUSIL®MED4930**

Die Vorversuche zur Technologieentwicklung (siehe Kapitel 2.1.1 und 2.2.3) wurden mit dem Silikonelastomer *Elastosil*®LR3003-30 der Fa. Wacker-Chemie durchgeführt. Kollegen der Arbeitsgruppe um Halmi/Huba an der Technischen Universität in Budapest, die an wurmartigen Sonden für die Koloskopie arbeiten, verfügten bereits über umfangreiche Erfahrungen mit den Silikonem der *Elastosil*®LR3003-Reihe. Im Rahmen der gemeinsamen wissenschaftlichen Arbeit der Gruppen um Zimmermann (TU Ilmenau) und Halmi/Huba (TU Budapest) konnte so an diese Erfahrungen angeknüpft werden.

Für die Versuche zur Herstellung sondenähnlicher Strukturen wurde zu einem Silikonelastomer der Firma NuSil gewechselt. Deren *MED49*-Reihe ist ebenfalls ein sogenanntes Flüssig-Silikonelastomer, das für den Einsatz im Spritzguß konzipiert ist. Es steht in einem weiten Shore-A-Härtebereich zur Verfügung – von 5 bis 80 – und besitzt als Werkstoff Medizinprodukte-Zulassung in den USA (Masterfile). Weiterhin wird es im Gegensatz zu *Elastosil*®LR3003/xx bei nur 150°C getempert und von NuSil auch in Labormengen von nur 0,5 l angeboten.

Da sich die meisten Resists bei den Tempertemperaturen von Silikonelastomeren thermisch zersetzen, wurden Versuche zur Absenkung der Tempertemperatur durchgeführt. Während des Temperns der verwendeten Silikonelastomere finden endotherme chemische Reaktionen statt. Die in den Ausgangskomponenten vorhandenen Monomere reagieren in einer



Additionsreaktion und bilden ein Netz aus Makromolekülen, welches die hohe Dehnbarkeit des Materials bedingt. Gemäß des Gesetzes von Arrhenius steigt die Reaktionsgeschwindigkeit einer endothermischen Reaktion exponentiell mit dem Anstieg der Temperatur.

$$k = A \cdot e^{-\frac{E_a}{R \cdot T}} \quad (1)$$

$k$  – Reaktionsgeschwindigkeit,  $A$  – Konstante,  $E_a$  – Aktivierungsenergie,  $R$  – Gaskonstante,  $T$  – Temperatur

Da Reaktionsgeschwindigkeit und Reaktionszeit in umgekehrt-proportionalen Verhältnis stehen, kann daraus folgender Zusammenhang für Temperzeit und Temperatur geschlußfolgert werden.

$$t = B \cdot e^{\frac{R \cdot T}{E_a}} \quad (2)$$

$t$  – Temperzeit,  $B$  – Konstante

Der exponentielle Zusammenhang zwischen Temperzeit und -temperatur führt dazu, daß kleine Änderungen der Temperatur zu großen Änderungen in der Temperzeit führen. Der Zusammenhang zwischen Temperatur und Temperzeit wurde für *NUSIL<sup>®</sup>MED4930* untersucht, /Mie 03/. Als Indikator für eine vollständige Vernetzung wurde das Spannungs-Dehnungs-Verhalten des Silikonelastomers gewählt.

Zu diesem Zweck wurden die Silikonkomponenten gemäß Herstellerdatenblatt im Masseverhältnis 1:1 gemischt und mit n-Hexan zu einer 30%-igen Lösung verdünnt. Die Silikonkomponentenlösung – im Folgenden nur als Silikonlösung bezeichnet – wurde in eine offene rechteckige Form gegossen und nach dem Ausgasen des n-Hexans in einem Trockenofen getempert. In Vorbereitung der Versuche wurden die Zeit bis zum Ausgasen des n-Hexans und die Aufheizzeit der Gießform im Trockenofen bestimmt, /Mie 03, S.4+5/. Aus den getemperten Silikonelastomerplatten wurden streifenförmige

Proben zur Durchführung von uniaxialen Zugversuchen geschnitten. Aufbau und Durchführung der Versuche sind in /Mie 03, S.8-10/ beschrieben. Ebenso wird auf die Grenzen bzgl. Genauigkeit der Versuche eingegangen.

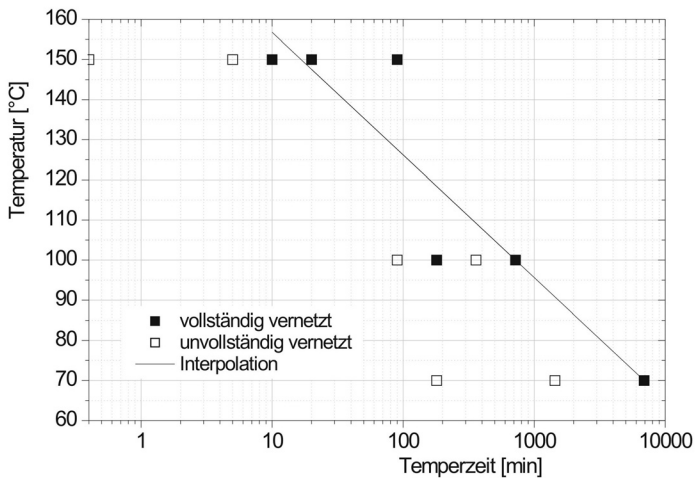
Als Referenz wurden Proben gemäß der vom Hersteller angegebenen Temperparameter – Temperatur 150°C, Temperzeit von 20 min – hergestellt. Die aus den Zugversuchen erhaltenen Meßwerte für Kraft und Verformung wurden in Spannungs-Dehnungs-Werte umgerechnet und der Kurvenverlauf mittels Ansatz nach Mooney-Rivlin interpoliert /Mie 03, S.14/. Der so bestimmte Spannungs-Dehnungs-Verlauf kennzeichnet das mechanische Verhalten des vollständig vernetzten Silikonelastomers. Er wurde für alle weiteren Versuchsreihen als Referenz zur Bewertung bzgl. vollständiger oder unvollständiger Vernetzung verwendet.

Es wurden weitere Versuche unter Varianz der Temperzeit bei Beibehaltung der Temperatur von 150°C durchgeführt. Dabei wurde für 150°C eine Temperzeit von  $\geq 10$  min als Grenzwert für eine vollständige Vernetzung des Silikonelastomers bestimmt. Weitere Versuchsreihen wurden für Temperaturen von 100°C und 70°C durchgeführt. Die gewählten Temperzeiten und –temperaturen sind inkl. Vernetzungsergebnis im Diagramm in Abbildung 39 dargestellt. Dabei fällt auf, daß bei einer Temperatur von 100°C und einer Temperzeit von 180 min das Silikonelastomer als vollständig vernetzt bewertet wurde, obwohl in einem weiteren Versuch mit längerer Temperzeit von 360 min nur unvollständige Vernetzung erzielt wurde. Vollständige Vernetzung konnte erst bei einer Temperzeit von 720 min wieder erhalten werden. Es ist also davon auszugehen, daß bei dem Versuch mit 180 min Temperzeit ein Fehler in der Versuchsdurchführung auftrat oder falsch dokumentiert wurde. Im Nachhinein konnte die Ursache nicht mehr nachvollzogen werden. Vernachlässigt man also diesen Versuch und interpoliert gemäß Gleichung (2)

über die jeweils geringsten Temperzeiten für vollständige Vernetzung so ergibt sich folgende Gleichung:

$$t = 1,158 \cdot 10^{16} \text{ s} \cdot e^{-0,07535 \cdot T \cdot \text{°C}^{-1}} \quad (3)$$

Zwischen den experimentell ermittelten Temperzeiten und denen die mittels Interpolation berechnet werden, liegen Abweichungen von wenigen Minuten. Dies ist ein weiteres Indiz dafür, daß der Versuch mit 180 min Temperzeit nicht zu berücksichtigen ist. Mit Gleichung ( 3 ) kann nun für eine beliebige Temperatur die notwendige Temperzeit bestimmt werden.



**Abbildung 39:** Tempertemperatur über Temperzeit unter Angabe des Vernetzungsergebnisses – vollständig/ unvollständig, Darstellung aus /Mie 03, S.16, Bild 5.2.4.1/

### **3.2 Erzeugung von Silikonelastomer-Schichten im Tauchverfahren (dip coating) – praktische Erfahrungen**

Wie in Kapitel 1.2 beschrieben, existieren bereits Lösungen zur Anwendung von Silikonelastomeren in der Mikrosystemtechnik. Nahezu alle vorgestellten Systeme basieren auf planaren Substraten. Die Substrate dienen entweder als Träger aufgebracht der Silikonelastomerstrukturen oder als Form im Herstellprozeß und führen zwangsläufig zu planaren Systemen aus Silikonelastomer. In allen Fällen ist die Erzeugung von Silikonschichten notwendig. Dies erfolgt zumeist durch Aufgießen von Silikonlösungen auf strukturierte Waferoberflächen, siehe /Xia 98/, /Fol 99/, /Sch 99/, /Duf 98/, /Hos 01/, /Jo 99/ und andere. In einigen Fällen wird das Aufschleudern (Spin-Coating) von Silikonlösung untersucht und angewendet, siehe /Yan 99/, /Löt 97/, /Vie 95/, /Brü 03/. Für die Erzeugung von Silikonelastomerschichten für Mikrosysteme im Tauchverfahren wurden keine Publikationen gefunden.

Bei der Technologie zur Sondenherstellung ist die Verwendung von zylinderförmigen Substratstäben vorgesehen. Eine Aufbringung der Silikonschichten durch Aufgießen oder Aufschleudern ist dabei nicht möglich. Ebenso wurde das Umspritzen des Substratstabes in einem Spritzgußverfahren ausgeschlossen. Die geringen Schichtdicken von weniger als 500 µm und die geforderte Gleichmäßigkeit der Schichtdicke über die gesamte Länge ist im Spritzguß nicht realisierbar. Tauchbeschichtung hingegen schien durchaus erfolgversprechend und wurde bei der Anlagenkonstruktion deshalb verwirklicht (Kapitel 2.2.5).

Tauchbeschichten als Verfahren ist aus der Literatur vorallem für das Aufbringen von Schichten im sogenannten Sol-Gel-Verfahren bekannt, /Bri 92/. Technische Anwendung erfährt es z.B. beim Aufbringen

anorganischer Schichten auf Glasbauteile für den Einsatz in optischen Systemen und zur Veredlung von Fenster- und Fahrzeugfrontscheiben, /Fac 95/. Dabei werden die Glasbauteile in Lösungen organischer und anorganischer Bestandteile in Wasser sowie in organischen Lösungsmitteln getaucht und anschließend mit konstanter Geschwindigkeit herausgezogen. Aus allen Veröffentlichungen geht gleichermaßen hervor, daß Herausziehgeschwindigkeit und Lösungsviskosität die maßgeblichen Parameter bzgl. Dicke der abgeschiedenen Schicht sind.

Für das Aufbringen von Silikonschichten im Tauchverfahren werden Lösungen der Silikonkomponenten in organischen Lösungsmitteln verwendet. Dies ist nur bedingt mit den in der Literatur beschriebenen Verfahren vergleichbar. Ähnlichere Anwendungen, wie die Herstellung von Kondomen oder Gummihandschuhen aus wässrigen Latex-Lösungen sind aus der Literatur nicht bekannt. Firmen wie z.B. *CONDOMI*, welche derartige Produkte herstellen, geben nur beschränkt Auskunft über ihre Herstellprozesse. Die meisten Prozeßparameter gelten als vertraulich und werden nicht weitergegeben. So werden bei *CONDOMI* Glaskörper in eine wässrige Latexlösung getaucht und mit konstanter Geschwindigkeit, unter einem Anstellwinkel von  $45^\circ$  und mit überlagerter Drehbewegung aus der Lösung gezogen. Die dabei erreichte Schichtdicke beträgt ca.  $35\ \mu\text{m}$ . Anschließend wird die Schicht getempert. Nach zweimaligem Tauchen und Tempern wird eine Schicht von ca.  $70\ \mu\text{m}$  Dicke erhalten. Die Schwankung der Schichtdicke beträgt ca.  $8\ \mu\text{m}$ , /Rie 01a/.

Bei der Erprobung der Anlage wurden, den Literaturquellen folgend, Versuche mit unterschiedlichen Herausziehgeschwindigkeiten durchgeführt. Ausgehend davon, daß ein eindeutiger Zusammenhang zwischen Konzentration an Elastomermonomeren und Viskosität der Lösung besteht, wurde anstelle der Viskosität die Konzentration der Lösungen als Parameter aufgenommen.

### 3.2.1 Silikonkomponenten-Lösung

Je nach benötigter Menge und Konzentration der Silikonlösung sind 10 bis 20 g der Silikonkomponente A – Bezeichnung lt. Hersteller – einzuwiegen und anschließend die selbe Menge an Silikonkomponente B hinzugegeben.

$$m_1 = m_{\text{Glas}}$$

$$m_2 = m_{\text{Glas}} + m_A$$

$$m_3 = m_{\text{Glas}} + m_A + m_B$$

Den Vorgaben des Herstellers folgend ist ein Masseverhältnis der Silikonkomponenten von 1:1 anzustreben.

$$Q = \frac{m_A}{m_B} \quad (4)$$

Ausgehend von einem Meßfehler der Laborwaage von  $\pm 0,1$  g kann ein relativer Fehler für das bestimmte Masseverhältnis abgeschätzt werden.

$$\delta Q = \sqrt{\delta m_A^2 + \delta m_B^2} \quad (5)$$

$$\delta Q = \sqrt{\left(\frac{2\Delta m}{m_A}\right)^2 + \left(\frac{2\Delta m}{m_B}\right)^2} \quad (6)$$

$$\delta Q = 2,8\%$$

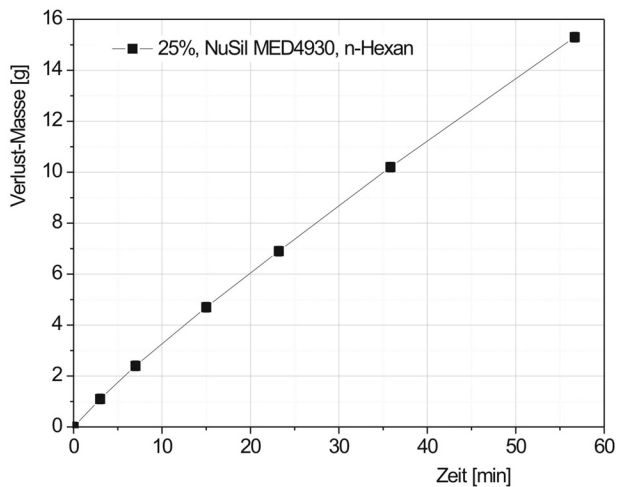
Vor Zugabe des n-Hexans zum Verdünnen des Silikonkomponentengemisches werden die Komponenten manuell vorgemischt und anschließend eine vorausbestimmte Masse an n-Hexan zugegeben.

$$m_4 = m_{\text{Glas}} + m_A + m_B + m_{\text{Hexan}} \quad (7)$$

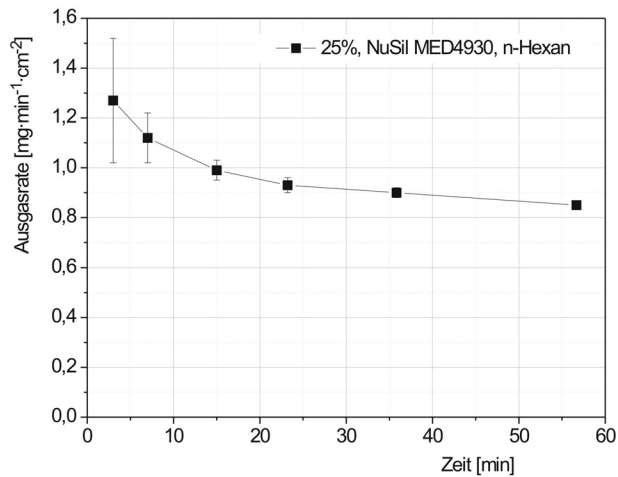
Silikonkomponenten und n-Hexan werden erst einige Minuten manuell ( $\sim 10$  min) und dann mittels eines Laborrührers 20 min gemischt, bis eine homogene Lösung vorliegt. Kontrollwiegen nach dem Mischen der Lösung

zeigt i.d.R. einen Masseverlust von 0,5 bis max. 2 g gegenüber dem Zeitpunkt der Zugabe des n-Hexans. Vernachlässigt man den Masseverlust durch anhaftende Lösungsreste an den Rührmitteln, bleibt als Hauptursache nur das Ausgasen des n-Hexans während des Mischens.

Beispielhaft wurde deshalb das Ausgasverhalten an einer 25%-igen Silikonlösung untersucht. Die Lösung wurde nach dem Mischen in eine Form aus Aluminium gegeben und die Masse der gefüllten Form bestimmt. Anschließend verblieb die Form offen im Abzug und in verschiedenen Zeitabständen wurde erneut die Masse bestimmt. Die flüchtige Masse an n-Hexan ergibt sich als Differenz der Massen zum Zeitpunkt  $t_0$  und  $t$  (siehe Abbildung 40). Aus der Differenz der Massen zum Zeitpunkt  $t_n$  und  $t_{n+1}$ , der Zeitdifferenz und der ausgasenden freien Oberfläche der Lösung in der Form läßt sich die Ausgasrate bestimmen (siehe Abbildung 41). Dabei zeigt sich ein exponentiell abnehmender Verlauf, ausgehend von einem Maximalwert zum Zeitpunkt  $t_0$ . Dies entspricht den Erwartungen und läßt sich erklären, da das n-Hexan an der Oberfläche der Lösung ausgast und somit ein Konzentrationsgefälle in der Lösung vom Grund zur Oberfläche hin auftritt. Dieser Konzentrationsunterschied in der Lösung wird durch Diffusion ausgeglichen. Die Diffusion läuft, abhängig von Konzentrationsgefälle und Diffusionsstrecke, langsamer ab als das Ausgasen des n-Hexans, somit verringert sich die Ausgasrate. Zum Zeitpunkt  $t_\infty$  erreicht die Ausgasrate den Wert null. Anhand der Meßwerte kann eine Ausgasrate für den Zeitpunkt  $t_0$  von  $1,5 \pm 0,5 \text{ mg min}^{-1} \cdot \text{cm}^{-2}$  abgeschätzt werden. Legt man diesen Wert für eine Lösung in einem 250ml-Becherglas ( $\varnothing 6,5 \pm 0,5 \text{ cm}$ ) zugrunde, ergibt sich eine Ausgasrate von ca.  $50 \text{ mg min}^{-1}$ . Bei 10-minütigem Rühren würden somit ca. 0,5 g an n-Hexan ausgasen, was den Beobachtungen bzgl. auftretendem Masseverlust beim Herstellen der Lösung entspricht. Die seltener beobachteten höheren Masseverluste können durch die Vergrößerung der ausgasenden Oberfläche durch Ausbildung der typischen Trichterform beim Rühren entstehen.



**Abbildung 40:** Masseverlust durch Ausgasen, 25%ige Silikonlösung von *NuSi®MED4930* in n-Hexan, (Raumtemp., im Luftstrom einer Abzugsbox, 289 cm<sup>2</sup> freie Oberfläche)



**Abbildung 41:** Darstellung der Ausgasrate an n-Hexan aus einer 25%igen Silikonlösung von *NuSi®MED4930* in n-Hexan bei Raumtemperatur und im Luftstrom einer Abzugsbox



Um den Masseverlust durch Ausgasen des n-Hexans während des Mischens einzuschränken wurden die Bechergläser bei Betrieb des Laborrührers mit drei Lagen *ParaFilm*<sup>®</sup> abgedeckt. Zur Vermeidung der Bildung von Gasblasen in der Lösung wurde die Rührgeschwindigkeit entsprechend niedrig eingestellt. Ähnlich wie das Mischungsverhältnis der Silikonkomponenten wird auch die Konzentration der Silikonlösung als Massenverhältnis bestimmt.

$$c = \frac{m_A + m_B}{m_A + m_B + m_{Hexan}} \quad (8)$$

$$c = \frac{m_{Sil-Komp}}{m_{Sil-Lösung}} \quad (9)$$

Es wurden Silikonlösungen mit Konzentrationen zwischen 15% und 30% für die Versuche verwendet. Nimmt man den Meßfehler der Laborwaage wieder mit  $\pm 0,1$  g an, einen Meßfehler für die Masse der fertigen Lösung von  $\pm 2$  g und geht von einer 30%-igen Silikonlösung aus (geringster n-Hexan-Anteil und damit geringste Gesamtmasse), so ergibt sich folgender relativer Fehler.

$$\delta c = \sqrt{\delta m_{Sil-Komp}^2 + \delta m_{Sil-Lösung}^2} \quad (10)$$

$$\delta c = 3,3\%$$

Dies bedeutet für die Konzentration einer 30%-igen Lösung eine Genauigkeit von  $30\% \pm 1\%$ . Da der mit Abstand größte Anteil des Meßfehlers der fertigen Lösung systematisch und einseitig durch Masseverlust infolge Ausgasens entsteht, kann er durch gezielte Überdosierung von n-Hexan verringert werden. Erhöht man die vorbestimmte Menge an n-Hexan um ein Gramm (siehe Berechnung der Masseverluste durch Ausgasen), so kann man mit guter Sicherheit von einem Meßfehler der fertigen Lösung von nur noch  $\pm 1$  g ausgehen. Damit ergibt sich für die Konzentration einer 30%-igen Lösung eine Genauigkeit von  $30\% \pm 0,6\%$ . Die Genauigkeit der Konzentration der

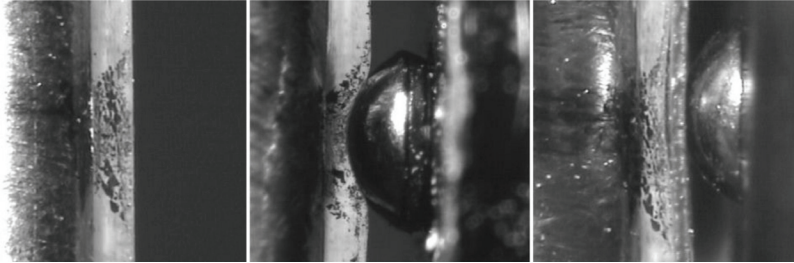
Silikonlösung kann aber ebenfalls erhöht werden, indem die Lösung nach dem manuellen Mischen zur Kontrolle gewogen und zum Ausgleich des Masseverlustes n-Hexan hinzugegeben wird. Das Mischen mit dem Laborrührer bewirkt anschließend eine Homogenisierung der Lösung bei stark eingeschränktem Ausgasen. Auf diese Weise ist es möglich, Lösungen sicher herzustellen, die sich in ihrer Konzentration um 0,5% unterscheiden.

### **3.2.2 Meßverfahren zur Bestimmung der aufgetragenen Schichtdicken**

Um die Beschichtungsparameter zum Aufbringen von Photoresist- und Silikonelastomer-Schichten experimentell oder auch theoretisch ermitteln zu können, muß die Dicke der aufgetragenen Schichten bestimmt werden. Um das Meßverfahren auch im späteren Herstellprozeß der Sonde nutzen zu können, muß die Messung zerstörungsfrei erfolgen.

Die Materialeigenschaften von Silikonelastomeren schränken die Anwendung üblicher Schichtdickenmeßverfahren stark ein. So wird die Genauigkeit mechanisch-antastender Meßverfahren durch die hohe Nachgiebigkeit des Materials reduziert. Die Kontaktkraft beim Antasten führt zur Verformung des Körpers und verfälscht damit das Meßresultat. Die Erprobung eines induktiven Meßverfahrens (*FISCHER-Dualscope*) im Rahmen einer studentischen Arbeit, /Kha 03/, führte zu keinem befriedigenden Ergebnis. Beim angewendeten Verfahren bestimmt eine Meßsonde den Abstand vom Tastkopf zu einem ferromagnetischen Substrat. Befindet sich zwischen Sondenkopf und Substrat eine nicht-ferromagnetische Schicht, wird deren Dicke bestimmt. Um das Einsinken des Sondenkopfes in die nachgiebige Silikonschicht reproduzierbar zu gestalten, wurde ein Sondenkopf mit gefederter Anpressung gewählt. Die Feder gewährleistet eine reproduzierbare Anpreßkraft des Sondenkopfes auf die Meßfläche. Außerdem wurde zur Verteilung der Flächenpressung eine Kunststoffolie zwischen Sondenkopf und

Silikonschicht eingebracht, deren Dicke zuvor gemessen wurde, siehe Abbildung 42.

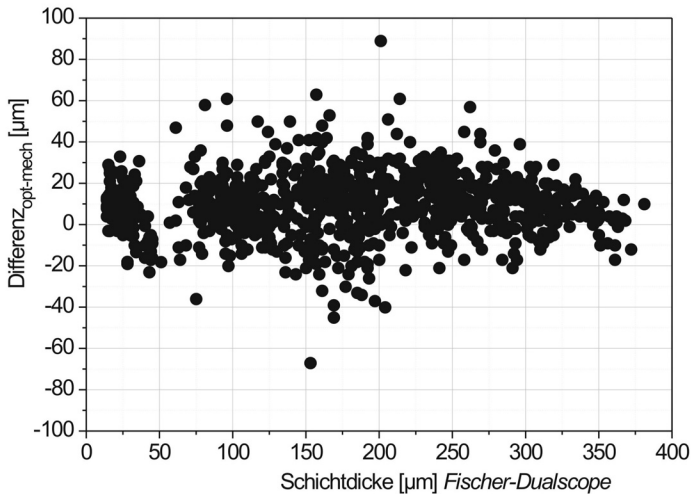


**Abbildung 42:** Schichtdickenmessung mit FISCHER-Dualscope – alle Darstellungen vergrößert; Substratstab mit Silikonschicht und Farbmarkierung (links); Deformation der Schicht durch aufgesetzten Meßkopf (Mitte); Reduktion der Schichtdeformation durch Folienauflage zwischen Schicht und Meßkopf (rechts)

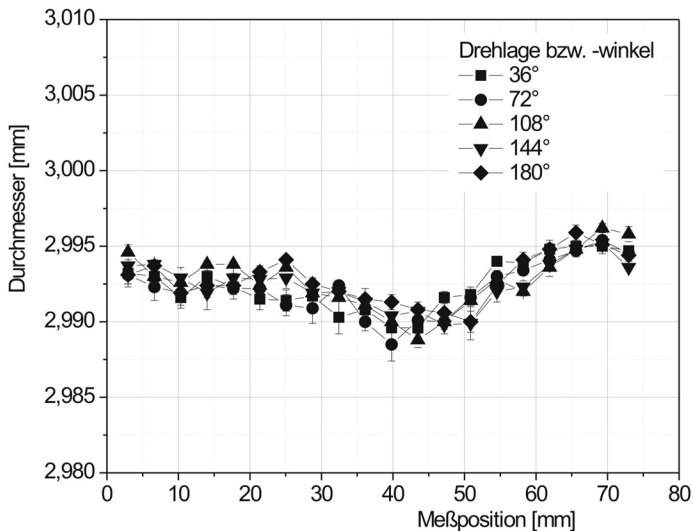
Zusätzlich wurde der Sondenkopf zur Messung auf runden Substratstäben konstruktiv angepaßt – V-Nut mit festem Meßfenster und Folienhalterung. Nach erfolgter Messung mittels mechanischer Antastung wurde die Dicke der Schicht durch Vermessung des Querschnitts im Mikroskop überprüft. Aus den Wertepaaren wurde jeweils die Differenz gebildet und über der Schichtdicke aufgetragen, um eine Korrekturfunktion für das Meßverfahren zu ermitteln, siehe Abbildung 43. Allerdings konnten keine ausreichend reproduzierbaren Meßergebnisse erzielt werden und das Verfahren wurde verworfen.

Optisch-antastende Meßverfahren scheitern zumeist an der Transparenz von Silikonelastomer. Versuche, die Schichtdicke unter Verwendung eines optischen Abstandsmeßsystems *MicroEpsilon optoNCDT1602* zu bestimmen, lieferten ebenfalls keine reproduzierbaren Ergebnisse. Dieses Meßsystem arbeitet auf Basis eines Triangulationsverfahrens. Dabei wird mittels Laser auf der anzutastenden Fläche ein kreisrunder Lichtfleck erzeugt, dessen Durchmesser vom Abstand zum Meßkopf abhängt. Der Durchmesser des Lichtflecks wird vom Meßsystem ermittelt und damit der Abstand zwischen Meßkopf und angetasteter Fläche bestimmt. Für das Funktionieren des

Meßverfahren ist es notwendig, daß die anzutastende Fläche eben und möglichst diffus-reflektierend ist. Die Versuche wurden deshalb mit planaren Stahl-Substraten durchgeführt, die durch Tauchen mit Silikonelastomer beschichtet wurden. Anschließend wurde die Silikonoberfläche mit Aluminium bedampft, damit sie vom Meßsystem erfaßt werden konnte. Allerdings konnten die optischen Eigenschaften der Aluminiumschicht nur unzureichend eingestellt werden. Dünne Aluminiumschichten weisen eine hohe Transparenz auf und werden vom Meßsystem nicht erkannt. Dicke Aluminiumschichten wiederum reflektieren spiegelnd. In beiden Fällen weist das Meßsignal starke Schwankungen auf und die Signale zeigen starkes Rauschen. Auch dieses Verfahren konnte nicht verwendet werden.



**Abbildung 43:** Differenz der Meßwerte aus mechanisch-antastender und optischer (Mikroskop) Schichtdickenmessung aufgetragen über der mechanisch antastend ermittelten Schichtdicke, eine lineare Regression wurde aufgrund der hohen Streuung der Werte nicht vorgenommen



**Abbildung 44:** Messung des Durchmessers eines Substratstabes mittels Schattenwurf-Verfahren (am Beispiel des Stabes Nr. 12), Darstellung des Durchmessers über der Stablänge mit der Drehlage als Parameter

Stattdessen wurde schließlich ein zu diesem Zeitpunkt neu-entwickeltes Meßverfahren der Fa. Micro-Epsilon eingesetzt. Das Meßgerät *optoCONTROL2500* arbeitet nach dem Schattenwurfprinzip. Mittels eines Laserstrahls wird ein schmaler Fächer aus parallelem Licht einer Wellenlänge erzeugt, der auf eine CCD-Zeile trifft und ausgewertet wird, siehe Abbildung 29. Ein Gegenstand, in den Lichtfächer eingebracht, schattet einen Teil des Lichtfächers ab, so daß anhand des Hell-Dunkel-Wechsels des CCD-Zeilen-Signals die Kanten des Gegenstandes detektiert werden können. Der Abstand der Kanten entspricht der Breite des Gegenstandes. Nach Tests mit Substratstäben mit Silikonelastomerbeschichtung und Neu-Kalibrierung des

Signals der CCD-Zeile bei der Fa. Micro-Epsilon konnten reproduzierbare Messungen erfolgreich durchgeführt werden.

**Tabelle 1:** Durchmesser der unbeschichteten Stäbe, Mittelwerte und Standardabweichungen über die gesamte Stablänge

Stab-Nr.	Mittelwert [mm]	Standard-Abw.	
		[mm]	[ $\mu\text{m}$ ]
00	2,9957	0,0024	2,4
07	2,9936	0,0038	3,8
08	2,9936	0,0035	3,5
09	2,9937	0,0021	2,1
10	2,9973	0,0023	2,3
11	2,9974	0,0024	2,4
12	2,9920	0,0044	4,4
13	2,9975	0,0023	2,3
14	2,9931	0,0026	2,6

Zur Bestimmung der Schichtdicke wurden die Durchmesser der Substratstäbe vor und nach der Beschichtung bestimmt. Die halbierte Differenz beider Werte ergibt die aufgetragene Schichtdicke. Dazu wurden an 20 Stellen in gleichem Abstand entlang der Längsachse des Substratstabes Messungen durchgeführt. Um z.B. Rundheitsabweichungen des Stabquerschnittes ebenfalls zu erfassen, wurden pro Meßstelle 10 Meßwerte aufgenommen. Dabei wurde nach jeder Einzelmessung der Substratstab um eine Zehntel-Umdrehung gedreht. Periodisch auftretende Störungen im Meßsignal konnten mittels Fast-Fourier-Analyse herausgefiltert werden (Tiefpaß bis 49 Hz). Aus den aufgenommenen und gefilterten Daten einer Einzelmessung wurden

Mittelwert und Standardabweichung berechnet und als Durchmesser und Meßfehler an der jeweiligen Position bei definierter Drehlage aufgezeichnet.

Als Referenz für die Schichtdicken-Messung wurden die unbeschichteten Substratstäbe nach oben beschriebener Methode vermessen.

Die sich ergebenden Profile der Stabdurchmesser entlang ihrer Längsachse (Beispiel – siehe Abbildung 44) weisen Streuungen um den Mittelwert von max.  $\pm 10 \mu\text{m}$  auf. Bildet man Mittelwert und Standardabweichung über alle Meßwerte eines Stabes ergeben sich Standardabweichungen  $< 5 \mu\text{m}$  (siehe Tabelle 1). Für die Bestimmung der Schichtdicke von aufgetragenen Schichten wurde der Mittelwert des Stabdurchmessers über alle Meßwerte verwendet, sowie dessen Standardabweichung zur Abschätzung des Gesamtfehlers.

### **3.2.3 Aufbringen der Trennschicht und Dickenmessung**

Zur Herstellung von sondenähnlichen Strukturen ist es notwendig, vor dem Erzeugen der ersten Silikonschicht eine Trennschicht auf dem Substratstab aufzubringen. Diese Trennschicht soll das Ablösen des gefertigten Bauteils vom Substratstab gewährleisten. Dazu wird die Trennschicht nach Abschluß des Herstellprozesses mit einem Lösungsmittel aufgelöst. Der dünnwandige Hohlzylinder aus Silikonelastomer kann durch den entstehenden Spalt und auf dem sich bildenden Lösungsmittelfilm gleitend vom Substratstab abgezogen werden. Entscheidendes Kriterium beim Entfernen des Silikonelastomer-Bauteils vom Substratstab ist, daß der Werkstoff nicht gedehnt wird. Auftretende Dehnungen führen möglicherweise zur Veränderung der Werkstoffeigenschaften und sollten nur kontrolliert auftreten.

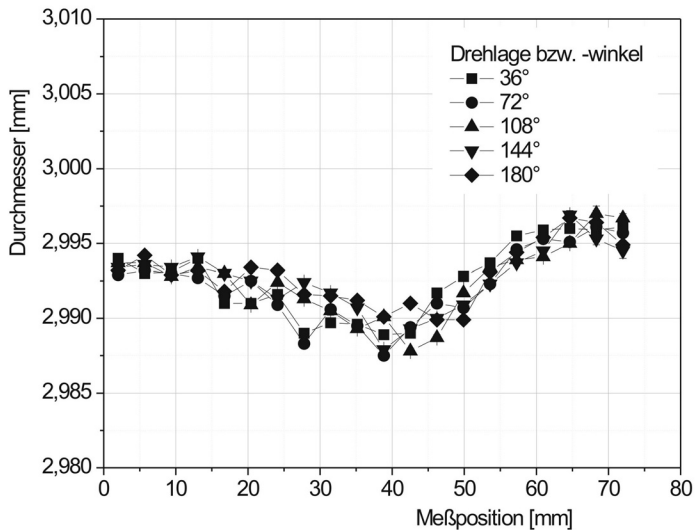
Zur Erzeugung der Trennschicht wurde das bereits verfügbare Photoresist *XAR-P1250/12.2* der Firma Allresist verwendet. Es spreitet gut auf den Substratstäben, bildet einen geschlossenen Film und läßt sich somit einfach im Tauchverfahren aufbringen. Außerdem ist es sehr gut in Aceton löslich, solange es keinen höheren Temperaturen ausgesetzt wurde. Nach Angaben des

Herstellers beginnt die Zersetzung und damit Veränderung der Löslichkeit bei ca. 120°C. Eigenen Erfahrungen zufolge ist es aber auch nach einer Temperatureinwirkung von 150°C über 30 min noch gut in Aceton löslich. Bei Aufhebung der Löslichkeit in Aceton aufgrund thermischer Zersetzung steht zur Auflösung der Photoresist-Schicht noch ein spezieller, sogenannter Remover *AR 300-70* zur Verfügung. Nach Angaben des Herstellers ist eine Lösung damit noch möglich, wenn die Schicht Temperaturen bis 180°C ausgesetzt war. Der Einsatz des Removers war bei keinem der Experimente notwendig.

Die Trennschichten wurden im Tauchverfahren aus 100%-iger Lösung von *XAR-P1250/12.2* aufgebracht. Die Ziehgeschwindigkeit, mit der die Substratstäbe aus der Lösung herausgezogen wurden, betrug für alle Experimente  $2,5 \text{ mm min}^{-1}$  (1000 Hz). Nach zehnmütigem Ausgasen wurden die Trennschichten bei 85°C für 20 min getempert und anschließend auf Raumtemperatur abgekühlt.

Die Messungen zur Schichtdickenbestimmung zeigten keine signifikante Zunahme des Stabdurchmessers über der gesamten Stablänge im Vergleich zu den Ergebnissen unbeschichteter Substratstäbe, siehe Abbildung 45. Die Dicke der aufgetragenen Schicht an Photoresist liegt demzufolge im Bereich der Standardabweichung der Messung und verschwindet im Rauschen. Die Schichtdicke der Trennschicht kann also  $< 5 \mu\text{m}$  angenommen werden. Dennoch erfüllen die aufgetragenen Trennschichten ihre Funktion. Durch Lösung in Aceton ließen sich nach Durchlauf des Herstellverfahrens die Silikonelastomer-Bauteile bei allen Versuchen gut manuell von den Substratstäben entfernen. Die Bauteile wurden beim Entfernen kaum mechanisch belastet, kritische Dehnungen traten nicht auf.





**Abbildung 45:** Messung des Durchmessers eines Substratstabes mit Photoresistschicht (am Beispiel des Stabes Nr. 12), Aufbringen der Resistschicht im Tauchverfahren durch einmaliges Tauchen, Darstellung des Durchmessers über der Stablänge mit der Drehlage als Parameter

**Tabelle 2:** Mittlere Schichtdicken bei Beschichtung von Substratstäben mit Photoresist im Tauchverfahren; die ermittelten geringen Schichtdicken liegen im Bereich der Standardabweichung des Meßverfahren – deshalb können negative Mittelwerte auftreten und die Standardabweichungen übersteigen betragsmäßig die Mittelwerte ( $C_{Resist} = 100\%$ ,  $v_{Zieh} = 2,5\text{mm/s}$ , 1-fach getaucht, getempert  $85^\circ\text{C}/20\text{min}$ )

	Mittelwert [ $\mu\text{m}$ ]	StdAbw. [ $\mu\text{m}$ ]
Versuch 1	1,0	1,1
Versuch 2	0,0	1,1
Versuch 3	-0,7	0,8

Die Erzeugung einer Trennschicht durch Tauchbeschichten mit Photoresist aus 100%-iger Lösung kann somit im Rahmen des Herstellverfahrens zur Anwendung kommen. Die Dicke der Trennschicht ist gering und liegt im Bereich der Standardabweichung des Meßverfahren. Bei Berechnung der mittleren Schichtdicke werden um null streuende Werte erreicht, die Standardabweichung übersteigt den Mittelwert. Beispiele der Dicke von Photoresistschichten sind in Tabelle 2 aufgeführt. Daraus folgend, kann die Dicke der Trennschicht bei der Bestimmung einer Silikonschichtdicke, welche im Bereich mehrerer 10 bis 200  $\mu\text{m}$  liegt, vernachlässigt werden. Auf die Bestimmung der Schichtdicke der im Tauchverfahren aufgetragenen Trennschicht wird deshalb im Herstellprozeß verzichtet.

Für die Trennschicht-Erzeugung ist keine zusätzliche Baugruppe auf der Anlage vorgesehen. Für diesen Verfahrensschritt wird die Baugruppe zur Silikonbeschichtung verwendet. Ein mit 100%-iger Photoresist-Lösung gefüllter Glasbehälter wird in die Baugruppe manuell eingesetzt und nach dem Beschichten wieder entnommen. Die Photoresist-Lösung kann nur für kurze Zeit bei Versuchen wiederverwendet und muß dann entsorgt werden. Um die Umrüstung der Anlage während eines Herstellvorganges zu vermeiden und Photoresist-Lösung einzusparen wurden Versuche durchgeführt, die Sprühbeschichtungs-Baugruppe der Anlage zur Trennschicht-Erzeugung zu nutzen.

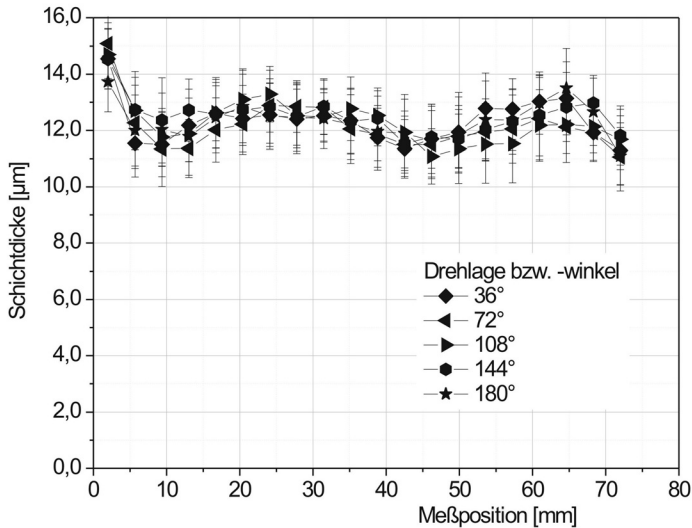
Zu diesem Zweck wurde der Substratstab gemäß den in Kapitel 3.3 beschriebenen Verfahrensparametern mit Photoresist-Lösung besprüht, nach dem Ausgasen getempert und anschließend die Schichtdicke bestimmt, siehe Abbildung 46 und Tabelle 3. Das Sprühen erfolgte bis zur Ausbildung einer geschlossenen und glatten Resistschicht. Dabei wird erwartungsgemäß eine deutlich höhere Schichtdicke der Trennschicht erzielt. Die erzeugten mittleren Schichtdicken betragen zwischen 8 und 13  $\mu\text{m}$ , Standardabweichung  $< 1,5 \mu\text{m}$ . Diese höheren Schichtdicken der Trennschicht sind gegenüber den

angestrebten Silikonschichtdicken nicht mehr vernachlässigbar. Somit sind die im Sprühverfahren aufgetragenen Trennschichten im späteren Herstellprozess zu bestimmen und bei der Messung der Silikonschichtdicken zu berücksichtigen.

Die größeren Schichtdicken führen zu einer weiter verbesserten Ablösbarkeit des Silikonelastomer-Bauteils vom Substratstab. Allerdings bildet sich ein Schichtprofil aus, im Querschnitt wirkt die Schicht wellig mit Amplituden im Bereich der Standardabweichung. Es ist weiterhin davon auszugehen, daß dieses Profil bei der Beschichtung mit Silikonelastomer abgebildet wird. Im Vergleich zwischen getauchter und gesprühter Trennschicht wird die Innenform der sondenähnlichen Struktur somit bei gesprühter Trennschicht größere Abweichungen von der idealen Zylinderform aufweisen. Für die spätere Sondenherstellung ist deshalb abzuwägen, welcher Eigenschaft höhere Wichtung zukommt. Möglicherweise kann jedoch auch die Schichterzeugung durch Aufsprühen weiter verbessert werden, z.B. durch Einsatz höherwertiger Sprühkomponenten bzw. Regelung des Absaugstromes (siehe auch Kap. 3.3).

**Tabelle 3:** Mittlere Schichtdicken bei Beschichtung von Substratstäben mit Photoresist im Sprühverfahren; ( $c_{Resist} = 100\%$ ,  $v_{Zieh} = 2,5\text{mm/s}$ , 25-fach besprüht, getempert  $85^\circ\text{C}/20\text{min}$ )

	Mittelwert [ $\mu\text{m}$ ]	StdAbw. [ $\mu\text{m}$ ]
Versuch 1	8,0	1,3
Versuch 2	12,5	0,8
Versuch 3	12,7	1,1



**Abbildung 46:** Messung des Durchmessers eines Substratstabes mit Photoresistschicht, Aufbringen der Resistschicht im Sprühverfahren, Darstellung des Durchmessers über der Stablänge mit der Drehlage als Parameter, ( $c_{Resist} = 50\%$ ,  $v_{Zieh} = 10\text{mm/s}+0,25\text{U/s}$ , 25-fach besprüht, getempert  $85^\circ\text{C}/20\text{min}$ )

### 3.2.4 Erzeugung von Silikonelastomer-Schichten

Die Erzeugung von Silikonelastomer-Schichten soll durch Eintauchen des Substratstabes in eine Silikonlösung und späteres Tempern erfolgen. Durch Eintauchen und Herausziehen des Stabes wird eine Schicht aus Silikonlösung aufgebracht. Nach Ausgasen des Lösungsmittels verbleibt das Silikonkomponenten-Gemisch als gleichmäßige Schicht auf der Staboberfläche. Durch erneutes Eintauchen, Herausziehen und anschließendes Ausgasen wird eine weitere Schicht aufgebracht bzw. die Schichtdicke an Silikonkomponenten-Gemisch vergrößert. Voraussetzung für die Superposition der Schichten ist, daß durch wiederholtes Eintauchen die bereits

aufgebrachte Schicht aus Silikonkomponenten-Gemisch nicht erneut in Lösung geht. Nach den Erfahrungen der Gruppe Halmai/Huba an der TU Budapest ist diese Voraussetzung bei Lösungen von Silikonkomponenten-Gemischen z.B. für *Elastosil*<sup>®</sup>LR 3003/xx und *NuSil*<sup>®</sup>MED49xx gegeben.

Gemäß /Bri 92/ und /Fac 95/ werden im sogenannten Sol-Gel-Tauchverfahren Schichten z.B. zur Beeinflussung der optischen Eigenschaften auf Glasoberflächen aufgebracht. Dabei werden die Glasbauteile in entsprechende Lösungen getaucht und mit gleichförmiger Geschwindigkeit wieder herausgezogen. Auf der Glasoberfläche verbleibt beim Herausziehen aus der Lösung eine Lösungs- oder Fluidschicht. Beim Herausziehen und danach nimmt der Lösungsmittelanteil in der Schicht durch Ausgasen ab. Gegebenenfalls treten chemische Reaktionen der gelösten Ausgangsstoffe auf, so daß sich die gewünschte optisch-wirksame Schicht bildet.

Nach /Bri 92/ und /Fac 95/ oder auch /Kro 00/ kann die Schichtdicke der sich ausbildenden Fluidschicht nach der sogenannten Landau-Levich-Gleichung berechnet werden.

$$d = 0,944 \cdot \left( \frac{\eta \cdot v_{Zieh}}{\delta} \right)^{\frac{1}{6}} \cdot \left( \frac{\eta \cdot v_{Zieh}}{\rho \cdot g} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (11)$$

$d$  – Fluidschichtdicke nach dem Herausziehen,  $\eta$  – Viskosität,  
 $\rho$  – Dichte der Lösung,  $\delta$  – Oberflächenspannung der Lösung,  
 $g$  – Gravitationskonstante,  $v_{Zieh}$  – Ziehgeschwindigkeit

Das heißt mit zunehmender Viskosität und zunehmender Ziehgeschwindigkeit vergrößert sich die Schichtdicke, der auf dem Substrat verbleibenden Fluidschicht. Während zunehmende Oberflächenspannung und zunehmende Lösungsdichte die Schichtdicke mindern. Werden Ausgasen und Bildung der festen Schicht mit in die Betrachtung einbezogen, so kann gemäß /Fac 95/ die Dicke der verbleibenden Schicht wie folgt berechnet werden (Gleichung nach Strawbridge und James)

$$d = J \cdot \left( \frac{\rho - \rho_{LM}}{\rho_{Schicht} - \rho_{LM}} \right) \cdot \left( \frac{\eta \cdot v_{Zieh}}{\rho \cdot g} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (12)$$

$d$  – Schichtdicke der verfestigten Schicht,  $\rho_{LM}$  – Dichte des Lösungsmittels,  $\rho_{Schicht}$  – Dichte der Schicht,  $J$  – Konstante

Nach /Bri 92/ nimmt der Vorgang der Schichtbildung beim Sol-Gel-Tauchverfahren nach wenigen Sekunden einen stabilen Zustand ein und es bildet sich eine gleichmäßige Schicht aus. Schwankungen der Schichtdicke über die betrachtete beschichtete Länge werden nicht berichtet.

Die Parameter Ziehgeschwindigkeit und Lösungstemperatur haben nach /Fac 95/ den wesentlichsten Einfluß auf die sich ausbildende Schichtdicke. Wobei der Einfluß der Lösungstemperatur in ihrer direkten Wirkung auf die Viskosität der Lösung begründet ist. Somit stellen Ziehgeschwindigkeit und Viskosität die Parameter mit größtem Einfluß auf die Schichtdicke dar. Als weitere Parameter mit geringerem Einfluß werden nach den Untersuchungen in /Fac 95/ die relative Luftfeuchte sowie die Absaugung in den Ziehkammern und Temperparameter der Schichten genannt.

Offen bleibt, ob das Sol-Gel-Tauchverfahren direkt auf das Tauchbeschichten mit Silikonlösung übertragbar ist. Spezifische Untersuchungen zu diesem Thema außerhalb der Arbeitsgruppe "Peristaltische Sonde" wurden bisher nicht publiziert. Offen bleibt auch, welche Auswirkungen das Aufbringen mehrerer Schichten durch wiederholtes Tauchen, jeweils nach erfolgtem Ausgasen des Lösungsmittels, hat. In der bestehenden Literatur finden sich keine diesbezüglichen Quellen. Und es bleibt offen, ob die in der Literatur beschriebenen Modelle Gültigkeitsgrenzen bzgl. des Verhältnisses von Dicke der abgeschiedenen Schicht zu Dicke/Durchmesser des Substrats haben. Diese Fragestellung ist in der Literatur nicht erwähnt.

Erste praktische Versuche wurden ohne vorherige Schichtdicken-Kalkulation durchgeführt. Zur Bestimmung von Viskosität und Oberflächenspannung der

Silikonlösung stand während der Versuche keine geeignete Meßtechnik zur Verfügung. Spezielle, an diese Meßaufgabe angepaßte Meßmittel sind für Messungen mit Silikonlösungen allerdings unbedingt notwendig. Der Einsatz konventioneller Meßmittel wurde verworfen, da aufgrund der spezifischen Eigenschaften von Silikonlösung ein nicht zu akzeptierendes Risiko der Schädigung des Meßmittels besteht. Hauptsächliches Problem dabei ist die gute Benetzung der meisten Oberflächen durch die Lösung und die schon bei Raumtemperatur auftretende Vernetzung des Silikonkomponenten-Gemisches. Vernetztes oder teilvernetztes Silikonelastomer ist in handelsüblichen Lösungsmitteln wie z.B. Aceton, Ethanol, Toluol oder Xylol nicht löslich und kann ohne direkte mechanische Einwirkung nicht entfernt werden. Auflösung von Silikonelastomer ist gemäß eigener Erfahrungen problemlos nur in Flußsäure möglich. Gemäß /Ari 01/ oder /Xu 99b/ kann Silikonelastomer in einer Lösung aus Tetrabutylammoniumfluorid (TBAF) und Tetrahydrofuran (THF) gelöst werden. Ein derartiges Reinigungsverfahren setzt allerdings voraus, daß die Bestandteile des Meßgerätes resistent gegenüber dem Lösungsmittel sind. Dies konnte bei beiden Ansätzen nicht garantiert werden.

Als Lösungsparameter wurde deshalb die Konzentration der Silikonlösung bestimmt. Es kann davon ausgegangen werden, daß ein eindeutiger Zusammenhang zwischen Konzentration und Viskosität der Silikonlösung bei konstanter Temperatur besteht. Dieser Zusammenhang kann z.B. im Rahmen einer weiteren Anlagenverbesserung bestimmt werden.

#### **3.2.4.1 Bestimmung der Beschichtungsparameter – Tauchlösungen der Konzentration 25%**

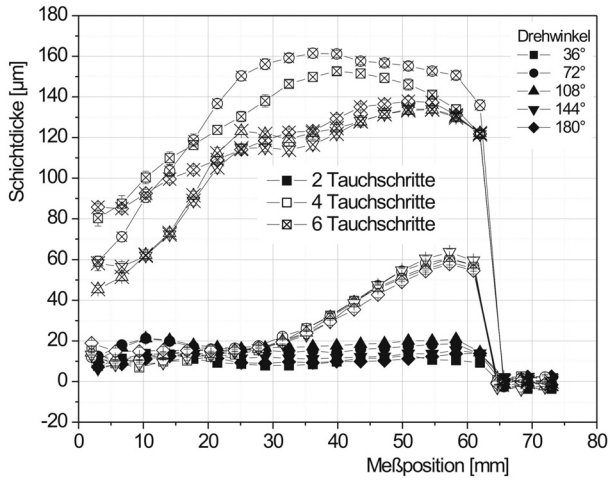
Gemäß Gleichung (12) haben die Parameter Viskosität (Lösungskonzentration) und Ziehgeschwindigkeit direkten Einfluß auf die Schichtdicke einer, in einem einzelnen Tauchversuch aufgetragenen Silikonkomponenten-

schicht. (Die Dichte des Lösungsmittels sowie des Silikonkomponentengemisches können als konstant vorausgesetzt werden. Dichteunterschiede der Silikonlösung innerhalb des verwendeten Konzentrationsbereiches werden vernachlässigt.)

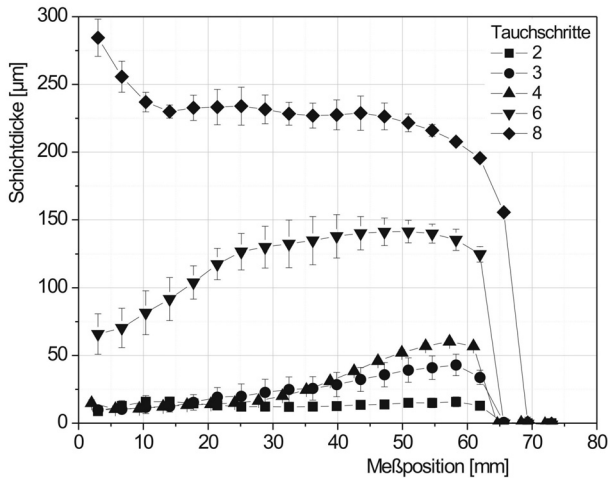
Weiterhin ist davon auszugehen, daß durch mehrfaches Tauchen eine Abscheidung mehrerer Silikonkomponentenschichten aufeinander erfolgt und somit eine Erhöhung der Schichtdicke auftritt. Zwischen den Tauchschritten ist ausreichend Zeit zum Ausgasen des Lösungsmittels vorzusehen, welches in der abgeschiedenen Schicht unmittelbar nach dem Tauchen noch vorhanden ist.

In ersten Versuchsreihen sollte deshalb der Einfluß der bereits benannten Parameter Lösungskonzentration, Anzahl Tauchschriffe und Ziehgeschwindigkeit untersucht werden. Zu diesem Zweck wurden Versuche durchgeführt mit konstanter Lösungskonzentration, konstanter Ziehgeschwindigkeit und unterschiedlicher Anzahl an Tauchschriffen. Die für die ersten Versuchsreihen gewählte Konzentration der Silikonlösung wurde anhand der Erfahrungen mit manuellem Tauchbeschichten – siehe Herstellung eines Makromodells, Kapitel 2.1.1 – auf 25% festgelegt. Die Ziehgeschwindigkeit betrug 2,5 mm/s (Antriebsfrequenz: 1000 Hz). Bei allen Versuchsreihen der Kapitel 3.2.4.1 bis 3.2.4.6 betrug die Ausgaszeit zwischen zwei Tauchvorgängen 5 min. Die finale Ausgaszeit nach dem letzten Tauchschriff wurde ebenfalls für alle Versuche mit 5 min festgelegt. Weitere Parameter wie Alter der Silikonlösung, Lot-Nummer der Silikonkomponenten, Justage des Substratstabes, Taumelfehler der Substratstabachse, Eintauchgeschwindigkeit und Eintauchtiefe wurden zusätzlich für alle Versuche erfaßt. Nach Abschluß der Beschichtung wurden die Silikonschichten bei 150°C für 30 min getempert. Nach dem Abkühlen wurden die Schichtdicken für die einzelnen Substratstäbe, wie in Kapitel 3.2.2 beschrieben, bestimmt.



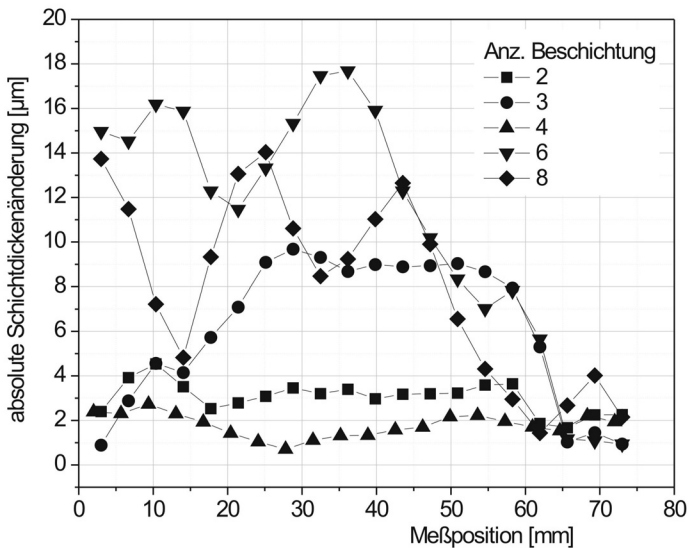


**Abbildung 47:** Dicke von Silikonschichten über der Stablänge bei unterschiedlicher Anzahl an Tauchschrirten, Drehlage des Stabes zus. Parameter ( $c_{\text{Sil.sg}} = 25\%$  (3d),  $v_{\text{Zieh}} = 2,5 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ ,  $T_{\text{Tempem}} = 150^\circ\text{C}$ ,  $t_{\text{Tempem}} = 30 \text{ min}$ )



**Abbildung 48:** Dicke von Silikonschichten über der Stablänge bei unterschiedlicher Anzahl an Tauchschrirten, Mittelwerte über voller Drehung aus Abbildung 47

Auffällig an den ermittelten Schichtdicken bei Betrachtung der einzelnen Substratstäbe sind die Schwankungen der Meßwerte über Umfang und Länge der Stäbe (siehe Abbildung 47). Außerdem bildet sich nicht die erwartete gleichmäßige Schichtdicke über der Länge des Stabes aus sondern ein Schichtdickenprofil, welches seine größte Dicke am oberen Stabende aufweist. Die absolute Schwankung bzw. Änderung der Schichtdicke über dem Umfang eines Stabes nimmt mit der Anzahl der Tauchschritte zu, siehe Abbildung 49.



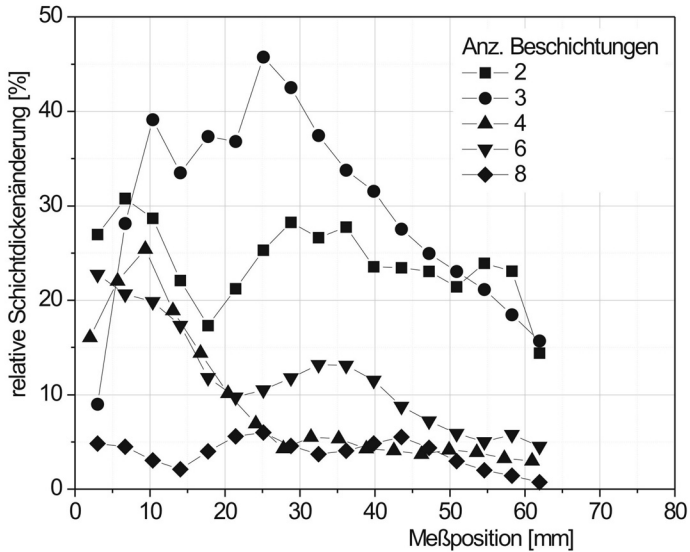
**Abbildung 49:** Änderung der Schichtdicke über dem Umfang absolut unter Verwendung der Daten aus Abbildung 48

Allerdings nimmt die absolute Schichtdicke mit mehreren Tauchschritten ebenfalls zu. Also wurde die Schwankung der Schichtdicke mit der mittleren Schichtdicke ins Verhältnis gesetzt. Betrachtet man diese relative Schwankung

bzw. Änderung der Schichtdicke über dem Umfang eines Stabes so nimmt diese mit der Anzahl der Tauchschrte ab, siehe Abbildung 50.

Die Ausbildung eines Schichtprofils mit der größten Schichtdicke am oberen Substratstabe könnte auf einen Konzentrationsgradienten in der Lösung hindeuten. Lokal erhöhte Lösungskonzentration an der Oberfläche der Silikonkomponentenlösung würde zu lokal ebenfalls erhöhter Viskosität und somit zur Erhöhung der abgeschiedenen Schichtdicke in diesem Bereich führen. Eine Ursache für die Änderung der Lösungskonzentration kann das Ausgasen von Lösungsmittel während des einzelnen Tauchversuches sein. Zwischen den verschiedenen Arbeitsschritten auf der Anlage und während der Ausgasphasen für die abgeschiedenen Schichten verschließt ein automatisch betätigter Deckel den Lösungsbehälter. Findet ein Tauchversuch statt, muß der Deckel aber für die Zeit des gesamten Tauchvorganges geöffnet bleiben, damit der Substratstab in die Lösung ein- und wieder ausfahren kann. Während dieser Zeit kann an der Oberfläche der Silikonlösung unbehindertes Ausgasen des Lösungsmittels auftreten.

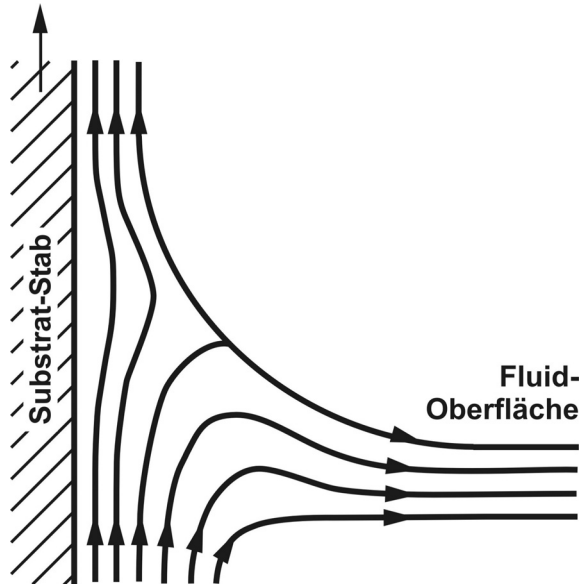
Durch das hohe Aspektverhältnis zwischen Höhe und Durchmesser des Lösungsbehälters (siehe Kapitel 2.2.5) wird die ständige Mischung und Homogenisierung der Lösung, mittels Rührmagneten am Behältergrund, eingeschränkt. Durch das Ausgasen des Lösungsmittels an der Behälteröffnung kann sich die Silikonkonzentration an der Lösungsoberfläche erhöhen. Da der Konzentrationsausgleich aufgrund der eingeschränkten mechanischen Mischung nur über Diffusion erfolgt, stellt sich möglicherweise ein Konzentrationsverlauf zwischen Oberfläche und Behältergrund ein. Sicherlich ist wie bei allen Ausgleichsvorgängen von einer starken Konzentrationsänderung im oberflächennahen Bereich und geringen Konzentrationsänderungen im tieferen Behälterbereich auszugehen. D.h. die erhöhte Konzentration an der Lösungsoberfläche erreicht mit zunehmender Tiefe sehr schnell wieder die vorausgesetzte Lösungskonzentration.



**Abbildung 50:** Änderung der Schichtdicke über dem Umfang relativ – bezogen auf die mittlere Schichtdicke unter Verwendung der Daten aus Abbildung 48

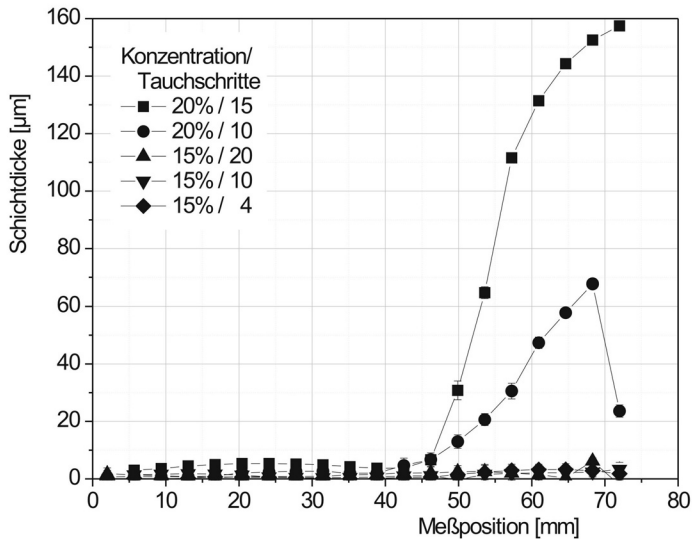
Vor dem Herausziehen des Substratstabes befindet sich dieser steuerungsbedingt in der Lösung für einen kurzen Moment in Ruhe. Beim Herausziehen des Stabes bewegt sich die dem Stab anhaftende Schicht mit dem Stab aus der Lösung. An der Lösungsoberfläche führen Schwerkraft und Oberflächenspannung zum Abtrennen eines Teils der anhaftenden Lösungsmenge, der in die Lösung zurückfließt, siehe Abbildung 51. Die Menge an anhaftender Lösung hängt dabei von der Lösungsviskosität ab. Aufgrund der erhöhten Konzentration/ Viskosität an der Lösungsoberfläche bildet sich möglicherweise am oberen Stabende eine dickere Schicht aus als am Rest des Stabes. Durch mehrfaches Tauchen gleicht sich dieser Effekt wieder aus, wie anhand der Ergebnisse für 6- bzw. 8-faches Beschichten

geschlußfolgert werden kann (siehe Abbildung 48). Allerdings kann diese Modellvorstellung nicht die Schwankungen der Schichtdicke über dem Umfang in ein und derselben Meßhöhe des Stabes erklären. Aus diesem Grund wurde bei anschließenden Versuchen weiterhin die Homogenität der Schicht über dem Umfang mitbetrachtet.



**Abbildung 51:** Modellvorstellung zum Strömungsverhalten an der Fluidoberfläche beim Tauchbeschichten im Sol-Gel-Verfahren, das Substrat fördert durch seine Bewegung Fluid zur Oberfläche, wo sich ein Gleichgewicht aus mitgenommenem und abfließendem Fluidanteil ausbildet, nach /Bri 92, S.1234, Fig.1b/

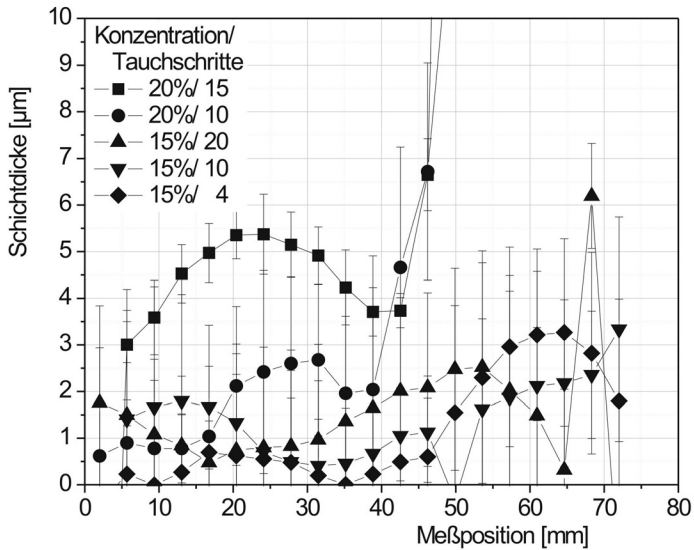
In einer weiteren Versuchsreihe wurden Tauchversuche mit verschiedenen Konzentrationen der Silikonlösung durchgeführt. Zu diesem Zweck wurden Lösungen mit Konzentrationen von 20% und 15% verwendet. Aufgrund der dabei zu erwartenden geringeren Schichtdicken wurde die Anzahl an Tauchschritten erhöht.



**Abbildung 52:** Dicke von Silikonschichten über der Stablänge bei unterschiedlichen Lösungskonzentrationen und unterschiedlicher Anzahl an Tauchschritten, ( $c_{\text{Sil.sg}} = 15\%$  (6d) und  $c_{\text{Sil.sg}} = 20\%$  (7d),  $v_{\text{Zieh}} = 2,5 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ ,  $T_{\text{Tempern}} = 150^\circ\text{C}$ ,  $t_{\text{Tempern}} = 30 \text{ min}$ )

Auch bei diesen durchgeführten Versuchen bildete sich am oberen Stabende eine signifikant höhere Schichtdicke als am verbleibenden Stabende aus. In diesem Fall konnte ebenfalls eine Zunahme der Schichtdicke am oberen Stabende mit Zunahme der Anzahl an Tauchschritten beobachtet werden. Eine Vergleichmäßigung der Schichtdicke mit zunehmender Anzahl an Tauchschritten fand nicht statt. Für die Schichtdicke im Bereich des verbleibenden unteren Stabendes ist ebenfalls eine Erhöhung der Schichtdicke mit Zunahme der Anzahl der Tauchversuche ermittelbar. Allerdings liegt die erzielte Schichtdicke im Bereich von weniger als  $10 \mu\text{m}$  und damit an der Meßbarkeitsgrenze. Weiterhin liegt die erhaltene Schichtdicke damit weit unter

den Anforderungen für die Sondenherstellung. Dennoch kann mit den Versuchsergebnissen die erwartete Abhängigkeit der Schichtdicke von der Konzentration der Silikonkomponentenlösung bestätigt werden. So wird bei 10-fachem Tauchen mit in 15%-iger Silikonlösung eine geringere Schichtdicke erzielt als bei 10-fachem Tauchen in 20%-iger Silikonlösung – siehe Abbildung 53.



**Abbildung 53:** Dicke von Silikonschichten, gemäß Abbildung 52, Ordinatenkalierung auf 10 µm begrenzt

Insgesamt wurden mit den verwendeten Konzentrationen an Silikonkomponentenlösung auch bei vergleichsweise hoher Anzahl an Tauchversuchen zu geringe Silikonschichtdicken erzielt. Aus diesem Grund wurden weitere Versuche mit Silikonlösungen mit Konzentrationen unter 20% als nicht sinnvoll erachtet und nicht weiter durchgeführt.

Um den Einfluß der Ziehgeschwindigkeit auf die Ausbildung von Schichtdicke (und Schichtprofil) zu untersuchen wurden Versuche mit konstanter Konzentration der Silikonkomponentenlösung, konstanter Anzahl an Tauchsritten bei Variation der Ziehgeschwindigkeit durchgeführt. Zusätzlich wurde die Vorstellung überprüft, nach der sich die Konzentration der Silikonlösung im Lösungsbehälter durch Ausgasen des Lösungsmittels während des Tauchversuches ändert. Das heißt, es wurde überprüft, ob die Konzentration der Lösung von Tauchsritt zu Tauchsritt zunimmt, wenn die Behälterfüllung zwischen den Tauchsritten nicht gewechselt wird. Zu diesem Zweck die Versuche mit Variation der Ziehgeschwindigkeit ohne Wechsel der Behälterfüllung durchgeführt. Zwischen zwei Versuchen mit variiertes Ziehgeschwindigkeit wurden Referenzversuche gefahren. Diese Referenzversuche verwendeten immer dieselbe Ziehgeschwindigkeit.

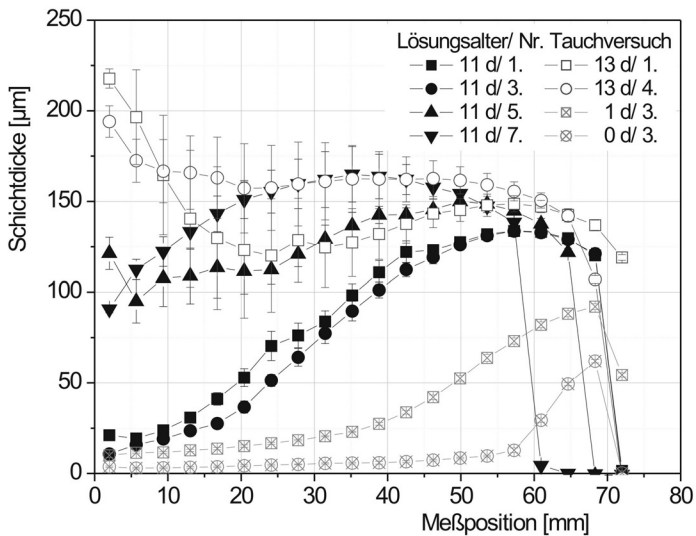
Die bei den Referenzversuchen erzielten Schichtdicken sind in Abbildung 54 dargestellt. Insbesondere sind das Alter der verwendeten Silikonkomponentenlösung und die Nr. des Tauchversuches angegeben. Das Alter der Lösung bezieht sich auf die Zeitspanne zwischen Herstellung der Lösung und Verwendung im jeweiligen Experiment. Die Nr. des Tauchversuches kennzeichnet, wieviele Tauchversuche bereits mit der jeweiligen Behälterfüllung auf der Anlage durchgeführt wurden. Der erste Tauchversuch nach einer neuen Füllung des Lösungsbehälters besitzt die Nr. 1, weitere Versuche sind entsprechend fortlaufend numeriert.

Die einzelnen Schichtdickenprofile der Referenzversuche weisen wider Erwarten trotz der konstanten Versuchsparameter signifikante Unterschiede bzgl. Schichtdicke und Profilverlauf auf. Zieht man die Parameter Alter des Lösungsansatzes und Nummer des Tauchversuches (siehe Abbildung 54) in die Betrachtung ein, so können folgende Schlußfolgerungen gezogen werden:

- mit zunehmendem Alter der Lösung nimmt die erhaltene Schichtdicke zu



- mit zunehmendem Alter der Lösung nimmt die Schwankung der Schichtdicke über dem Umfang zu
- mit zunehmender Anzahl an Tauchversuchen mit derselben Behälterfüllung nimmt die erhaltene Schichtdicke zu.



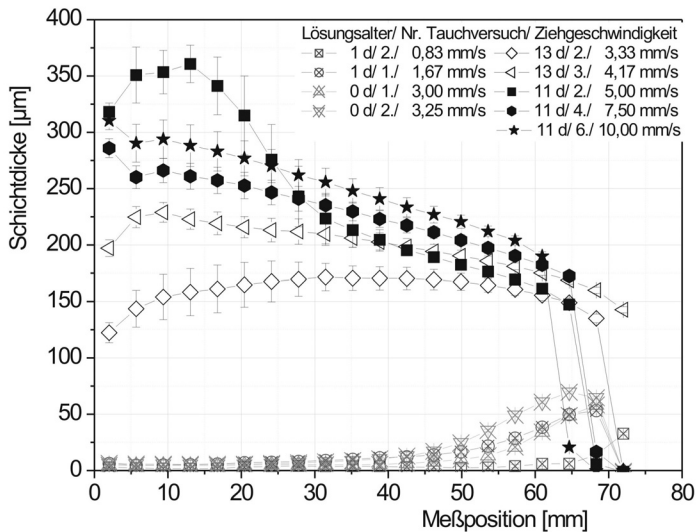
**Abbildung 54:** Dicke von Silikonschichten über der Stablänge bei Variation des Alters der Silikonlösung sowie der Abfolge der Tauchversuche, ( $c_{\text{Sil,lg}} = 25\%$ ,  $v_{\text{Zieh}} = 2,5 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ , Tauchschritte: 6,  $T_{\text{Tempern}} = 150^\circ\text{C}$ ,  $t_{\text{Tempern}} = 30 \text{ min}$ )

Sowohl bei steigendem Alter der angesetzten Lösung als auch bei steigender Anzahl an Tauchversuchen treten ähnliche Effekte auf. Die erhaltene Schichtdicke steigt bei Konstanz der übrigen Parameter, und der Verlauf des Schichtdickenprofils wird ungleichmäßiger. Als mögliche Ursache kommt einerseits der Verlust an Lösungsmittel durch Ausgasen in betracht. Infolgedessen steigt die Konzentration und somit die Viskosität der Lösung an und die Dicke der bei Tauchversuchen zu erwartenden Schicht nimmt zu,

siehe Gleichung (12). Andererseits ist bei zunehmendem Alter der Lösung zu berücksichtigen, daß eine Reaktion der in der Lösung enthaltenen Monomere auftreten kann. Durch Lagerung bei niedrigen Temperaturen (ca. 5 bis 10°C) wird die Reaktion der Monomere verlangsamt aber nicht gestoppt. Teilvernetztes Silikonelastomer – Cluster von räumlich-vernetzten Silikonmolekülen – könnte auch die zunehmende Inhomogenität der Schicht über dem Umfang verursachen.

Bemerkenswert ist neben der zunehmenden Inhomogenität bei zunehmendem Alter der Lösung bzw. Anzahl der Tauchversuche auch die Veränderung des Schichtdickenprofils. So zeigt sich bei den größeren Schichtdicken ( $> 50 \mu\text{m}$ ) durchaus die Tendenz zur Ausbildung einer konstanten Dicke. Weiterhin sind solche Schichtdicken bei niedrigeren Konzentrationen ( $\leq 20\%$ ) nur in Form lokaler Maxima am oberen Stabende aufgetreten. Somit ist zu vermuten, daß bei höheren Konzentrationen der Silikonlösung konstantere Schichtdicken zu realisieren sind. Die beste Konstanz oder Homogenität der Schichtdicke über dem Umfang wurde bei Beschichtung mit Lösungsansätzen geringen Alters und neuer Füllung des Lösungsbehälters auf der Anlage erzielt.

In Abbildung 55 sind schließlich die Schichtdickenprofile der Tauchversuche dargestellt, bei denen die Ziehgeschwindigkeit variiert wurde. Dabei zeigen sich wieder inhomogene und vorallem unterschiedliche Profilverläufe. Die Schichten aus null bzw. einen Tag alten Lösungsansätzen folgen dem bekannten Verlauf, mit einer signifikant erhöhten Schichtdicke am oberen Stabende. Die Schichten aus 11 bzw. 13 Tage alten Lösungsansätzen zeigen ein gleichmäßigeres Profil mit hohen Schichtdicken ( $> 100 \mu\text{m}$ ). Hier nimmt die Schichtdicke zum unteren Stabende hin fast linear zu. Prinzipiell könnte man ein Zunehmen der Schichtdicke bei zunehmender Ziehgeschwindigkeit schlußfolgern, was den Erwartungen gemäß Gleichung (12) entspräche. Allerdings tritt dabei zwischen 3,25 und 3,33 mm/s ein Sprung von  $> 100 \mu\text{m}$ , der eher mit dem Lösungsalter als mit der Ziehgeschwindigkeit korreliert.



**Abbildung 55:** Dicke von Silikonschichten über der Stablänge bei Variation von Herausziehgeschwindigkeit, Abfolge der Tauchversuche und Alter der angesetzten Silikonlösung, Graustufen und Symbole wie Abbildung 54, ( $c_{\text{Sil,sg}} = 25\%$ , Tauchschritte: 6,  $T_{\text{Temper}} = 150^\circ\text{C}$ ,  $t_{\text{Temper}} = 30 \text{ min}$ )

Berücksichtigt man also die starken Inhomogenitäten, die Ergebnisse der Referenzversuche und den erwähnten Sprung, so ist davon auszugehen, daß die Parameter Lösungsalter und Anzahl an Tauchversuchen dominant sind. Insbesondere das Lösungsalter übt einen starken Einfluß aus und ist als Störgröße bei weiteren Versuchen auszuschließen bzw. konstant zu halten. Die Anzahl an Tauchversuchen pro Behälterfüllung scheint ebenfalls bei zunehmender Anzahl eine Zunahme der Schichtdicke zu bewirken. Allerdings wurde dies im folgenden noch einmal separat untersucht.

### **3.2.4.2 Weitere Untersuchungen, Variation der Anzahl Tauchversuche und Lösungskonzentration**

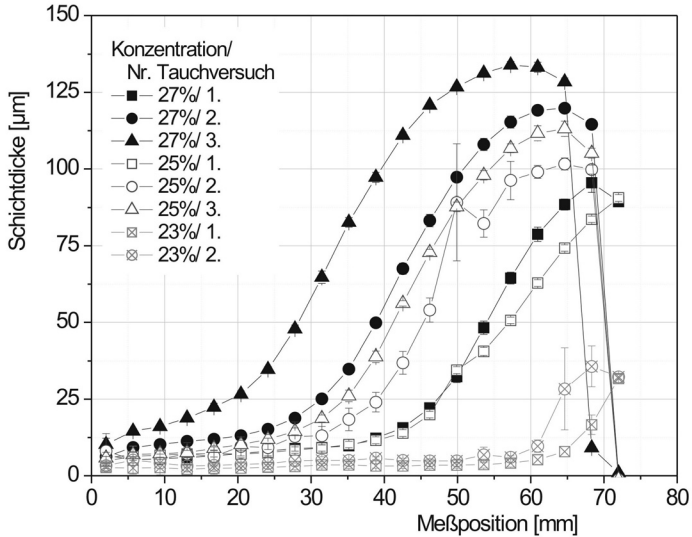
Weitere Versuche zur Bestimmung des Einflusses der Anzahl an Tauchversuchen pro Behälterfüllung auf die Ausbildung von Schichtdicke und -profil wurden durchgeführt. Dabei wurden außerdem verschiedene Lösungskonzentrationen einander gegenübergestellt. Die kinematischen Parameter des Beschichtungsvorgangs wurden konstant belassen.

Um mögliche Störgrößen bei der Herstellung der Silikonlösung auszuschließen, wurden alle Lösungsvarianten (Konzentration) aus einem Ansatz hergestellt. Das heißt, es wurde ein Ansatz mit der höchsten Konzentration (27%) hergestellt, aus dem weitere Ansätze mit niedrigerer Konzentration (25% und 23%) durch Zugabe an Lösungsmittel gewonnen wurden. Die Versuche wurden an aufeinanderfolgenden Tagen durchgeführt, wobei das höchste Alter eines Lösungsansatzes  $< 2$  d war. Mit den Lösungsansätzen wurden je bis zu drei Tauchversuche mit einer Behälterfüllung durchgeführt.

Die ermittelten Schichtdicken sind in Abbildung 56 dargestellt. Dabei zeigen sich wieder inhomogene Profilverläufe, welche dem bereits bekannten Verlauf entsprechen – signifikant erhöhte Schichtdicke am oberen Stabende. Die Zone höherer Schichtdicke ist umso länger je höher die Konzentration der Silikonkomponentenlösung ist. Weiterhin zeigt sich ein deutlicher Einfluß der Anzahl an Tauchversuchen: Mit Zunahme der Anzahl an Tauchversuchen nimmt die Schichtdicke zu. Je höher dabei die Ausgangskonzentration der Silikonlösung ist, desto höher fällt die absolute Schichtdickenzunahme von Tauchversuch zu Tauchversuch aus.

Weiterhin ist zu erkennen, daß die Länge der Zone mit höherer Dicke am oberen Stabende mit Zunahme der Tauchversuche ebenfalls zunimmt. Dies stützt die Vorstellung, daß im Behälter mit der Silikonlösung durch Ausgasen des Lösungsmittels eine Konzentrationsänderung auftritt. Bei zunehmender

Anzahl an Tauchversuchen steigt die Konzentration der Lösung an und die Viskosität nimmt zu. Dadurch wird beim Tauchen eine höhere Schichtdicke ausgebildet.



**Abbildung 56:** Schichtdicke über der Stablänge bei Variation der Abfolge ("Startnummer") der Tauchversuche und der Konzentration der Silikonlösung (Lösungsalter < 2 d,  $v_{\text{Zieh}} = 2,5\text{mm/s}$ , Tauchschritte: 6,  $T_{\text{Tempern}} = 150^\circ\text{C}$ ,  $t_{\text{Tempern}} = 30\text{ min}$ )

Inwiefern dabei ein Konzentrationsgradient in der Lösung auftritt, kann nicht geklärt werden. Vergleicht man die Schichtdicken, bei unterschiedlicher Lösungskonzentration und gleicher Anzahl Tauchversuche, so ist ebenfalls eine Zunahme der Schichtdicke und der Länge der Zone am oberen Stabende mit zunehmender Lösungskonzentration zu erkennen.

Weiterhin konnte durch Verwendung von Lösungsansätzen geringen Alters (< 2 d) die Schwankung der Schichtdicke über dem Umfang reduziert werden. Bezieht man die absolute Schwankung (Standardabweichung) auf die

Schichtdicke, so lag die relative Schwankung insbesondere im Bereich der interessanten Schichtdicken (50 bis 100  $\mu\text{m}$ ) bei weniger als 2%.

Aus dem Versuch ergeben sich folgende Schlußfolgerungen:

- Die Verwendung von Lösungsansätzen geringen Alters ( $< 2$  d) reduziert die Schwankung der Schichtdicke über dem Umfang.
- Bei zunehmender Lösungskonzentration steigen Schichtdicke und Länge der Zone hoher Schichtdicke am oberen Stabende. Möglicherweise bilden sich bei weiterer Steigerung der Konzentration homogenere Schichtprofile aus, wie sie bereits bei den Versuchen in Kapitel 3.2.4.1 erhalten wurden.

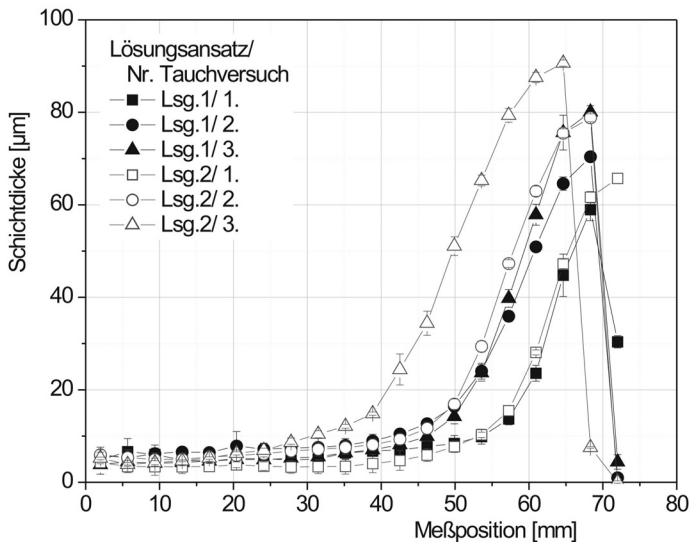
In einer weiteren Versuchsreihe zur Untersuchung des Einflusses der Anzahl an Tauchversuchen auf die Schichtdicke wurde die Reproduzierbarkeit der Beschichtung überprüft.

Zu diesem Zweck wurden zwei Silikonkomponentenlösungen gleicher Konzentration hergestellt. Die Erzeugung der Lösungsansätze erfolgte unabhängig voneinander, wurde aber zeitlich unmittelbar nacheinander durchgeführt. Mit beiden Lösungsansätzen wurden noch am Herstellttag unmittelbar nacheinander, drei Tauchversuche mit je einer Behälterfüllung auf der Anlage durchgeführt. Die Versuchsparameter für die Anlage wurden auf jeweils identische Werte gesetzt.

Die Ergebnisse bzgl. der erhaltenen Schichtdicken sind in Abbildung 57 grafisch dargestellt. Erwartungsgemäß tritt ein inhomogener Profilverlauf mit deutlich erhöhter Schichtdicke am oberen Stabende auf. Bisherige Versuche werden ebenfalls dadurch bestätigt, daß Schichtdicke und Länge der Zone erhöhter Dicke am oberen Stabende mit der Anzahl der Tauchversuche pro Behälterfüllung zunehmen.

Auffällig ist, daß die beiden ersten Tauchversuche zu nahezu identischen Schichtdicken und Profilverläufen führen. Die zweiten und dritten Tauchversuche weisen demgegenüber größere Abweichungen auf, wobei die

Abweichungen zwischen Tauchversuchen Nr. 2 und Nr. 3 zunehmen. Das bedeutet, die Reproduzierbarkeit von Schichtdicke und Profilverlauf nimmt mit zunehmender Anzahl an Tauchversuchen pro Behälterfüllung ab. Wahrscheinlich wird das Ausgasen des Lösungsmittels während und zwischen den Tauchversuchen von Parametern beeinflusst, die im Versuch nicht konstant gehalten werden. Das somit unspezifische Ausgasen von Lösungsmittel führt zu einer zufälligen Veränderung der Lösungskonzentration bzw. Viskosität der Lösung. Für die weiteren Versuche zur Erzeugung homogener Silikonschichten sollte somit die Behälterfüllung nach jedem Versuch erneuert werden.



**Abbildung 57:** Dicke von Silikonschichten über der Stablänge bei Variation der Abfolge ("Startnummer") der Tauchversuche ( $c_{Lsg1} = c_{Lsg2} = 25\%$  (0d);  $v_{Zieh} = 2,5$  mm/s, Tauchschritte: 6,  $T_{Temper} = 150^{\circ}\text{C}$ ,  $t_{Temper} = 30$  min)

Die nicht im Versuch verwendeten Reste der Lösungsansätze wurden für fünf Tage bei 5 bis 10°C gelagert. Anschließend wurde erneut ein Tauchversuch mit jeweils einer Behälterfüllung durchgeführt. Die dabei erzeugten Schichtdicken sind in Abbildung 58 dargestellt. Gemäß der Erfahrungen aus Kapitel 3.2.4.1 besteht ein signifikanter Unterschied zu den Schichtdicken, welche aus null Tage alter Silikonlösung hergestellt wurden. Die Schichten aus fünf Tage alter Lösung weisen generell eine höhere Schichtdicke auf. Außerdem ist die Zone erhöhter Schichtdicke am oberen Stabende länger. Auffällig ist aber auch hier die gute Übereinstimmung der Schichtdicken und Profile der Silikonschichten, hergestellt aus fünf Tage alter Lösung im jeweils ersten Tauchversuch. Die "Alterung" der Silikonlösung, d.h. chemische Reaktion der Silikonmonomere sowie Ausgasen und Verlust an Lösungsmittel trat bei beiden Lösungsansätzen in gleichem Maß auf. Mögliche, unbekannte Einflußfaktoren wirkten also auf beide Lösungsansätze in gleicher Höhe.

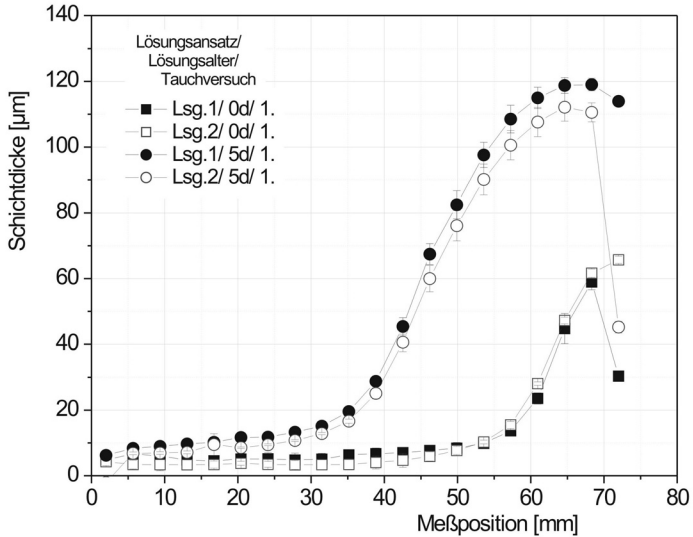
Da aber unklar bleibt, wie reproduzierbar der Prozeß der "Alterung" abläuft und sich kein denkbarer Vorteil aus der Verwendung zeitlich definiert gelagerter Lösung ergibt, sollte für weitere Versuche und zur späteren Herstellung von Sonden Silikonlösung unmittelbar vor dem Versuch hergestellt werden. Die Verwendung gelagerter Lösung (> 2 d) ist zu vermeiden.

Bei fast allen bis dahin durchgeführten Versuchen zur Erzeugung von Silikonschichten wurde eine lokal erhöhte Schichtdicke am oberen Stabende beobachtet. Als mögliche Ursache wurden zwei Effekte vermutet:

- Infolge des Ausgasen des Lösungsmittels an der Lösungsoberfläche während der Tauchschritte tritt möglicherweise eine lokale Erhöhung der Konzentration der Silikonlösung auf.
- Bei der Bewegungsumkehr des Substratstabes nach dem Eintauchen, vor dem Herausziehen aus der Lösung tritt steuerungsbedingt ein Stillstand (Totzeit  $\approx 1$  s) des Stabes auf. In diesem Moment könnte



adhäsionsbedingtes Anhaften von Molekülen auftreten, welches der Schichtbildung beim gleichmäßig-bewegten Herausziehen überlagert wird.

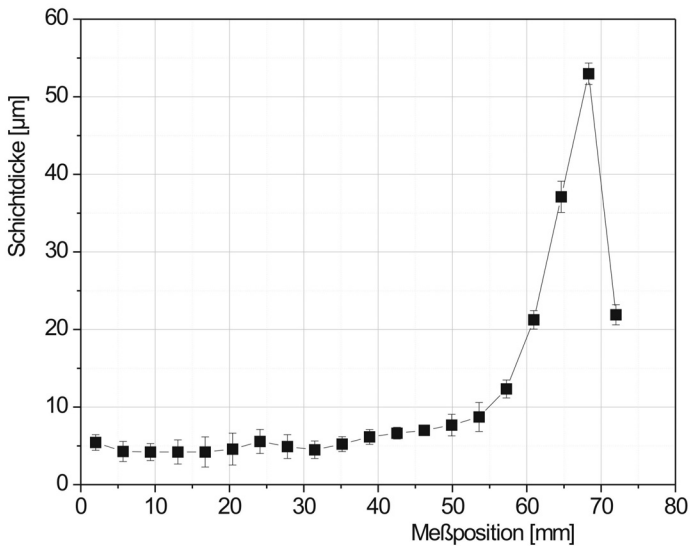


**Abbildung 58:** Schichtdicken für Tauchversuche mit zwei Silikonlösungen gleicher Konzentration und gleichen Alters (0 d und 5 d) – Versuchsbedingungen siehe Abbildung 57

Zur Überprüfung vorallem der zweiten Vermutung wurde ein Versuch durchgeführt, bei dem der Substratstab während des Herausziehens mehrfach angehalten wurde. Das Herausziehen wurde in drei gleiche Bewegungsabschnitte unterteilt (Länge eines Abschnittes ca. 38 mm). Nach Herausziehen des Stabes, d.h. eines einzelnen Stababschnitts, wurde der Stab für ca. eine Sekunde gestoppt.

Die Ergebnisse des Versuches sind in Abbildung 59 dargestellt. Das Schichtprofil weist die bekannte Zone größerer Dicke am oberen Stabende

auf. Weitere Zonen größerer Dicke, wie sie im Abstand von jeweils 38 mm zu erwarten sind, treten nicht auf. Die Vermutung, daß Konzentrationsgradient und Stillstandszeit zur Ausbildung des inhomogenen Profils mit erhöhter Schichtdicke am oberen Stabende führen, wird durch die Versuchsergebnisse nicht bestätigt. Deshalb wurde für alle weiteren Versuche die Tauchbeschichtung mittels kontinuierlicher, nicht unterbrochener Herausziehbewegung beibehalten. Ein Herausziehen in Teilschritten wurde nicht weiter verfolgt.



**Abbildung 59:** Dicke der Silikonschicht über Stablänge bei zweifacher Unterbrechung der Herausziehbewegung (Abstand der Stop-Punkte auf dem Stab: ca. 38 mm, ( $C_{Lsg} = 25\%$  (0d);  $v_{Zieh} = 2,5\text{mm/s}$ , Tauchschritte: 6;  $T_{Tempern} = 150^\circ\text{C}$ ;  $t_{Tempern} = 30\text{ min}$ )

### 3.2.4.3 *Versuche mit Tauchlösungen der Konzentration 30%*

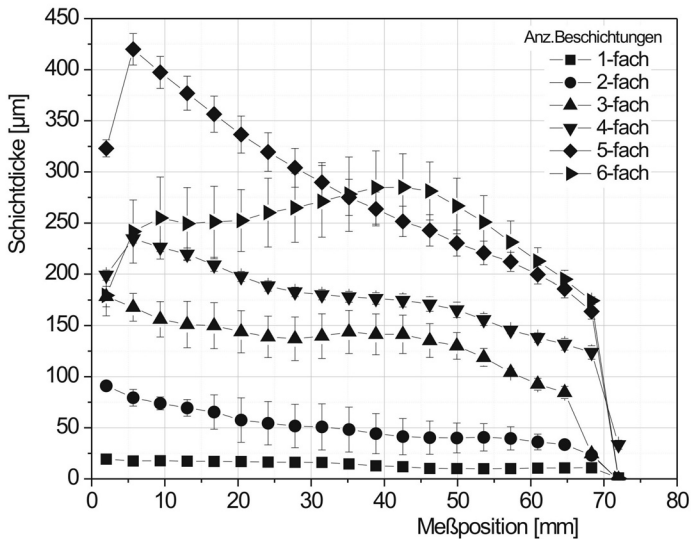
Die bisher durchgeführten Beschichtungsversuche führten zumeist zur Ausbildung von inhomogenen Schichtprofilen mit lokal größerer Schichtdicke am oberen Stabende. Als Einflußfaktoren der Schichtdicke konnten Konzentration (Viskosität) der Silikonlösung und Ziehgeschwindigkeit bestätigt werden. Als Störgrößen wurden das Alter der Silikonlösung und die Anzahl der Tauchversuche pro Behälterfüllung identifiziert. Diese Störgrößen führen zur Änderung der Lösungskonzentration und/ oder zum Vernetzen des Silikongemisches in der Lösung. In weiteren Versuchen wurden deshalb die identifizierten Störgrößen soweit wie möglich ausgeschlossen bzw. deren Einfluß konstant gehalten.

Basierend auf den Erfahrungen der vorangegangenen Versuche mit Konzentrationen der Silikonlösung zwischen 15% und 27% wurden Beschichtungen mit 30%-iger Lösung durchgeführt. Bei diesen wurde, zur Reduktion des Störgrößeneinflusses, der Behälter für Silikonlösung auf der Anlage vor jedem Versuch neu befüllt. Die Versuche wurden unter Variation der Anzahl an Tauchschritten durchgeführt. Die Anzahl der Tauchschriffe wurde von eins bis sechs gewählt.

Die Ergebnisse des Versuchs sind in Abbildung 60 dargestellt. Die erhaltenen Schichtprofile sind inhomogen, weisen aber nicht wie bisher eine Zone größerer Dicke am oberen Stabende auf – im Folgenden als Profiltyp 1 bezeichnet. Stattdessen steigt die Schichtdicke nach einem erwartungsgemäßen Sprung am oberen Stabende nahezu linear an – Profiltyp 2. Lediglich die durch 6-faches Tauchen erzeugte Schicht weicht davon ab und steigt mit der Entfernung vom oberen Stabende erst an, um dann zum unteren Ende des Stabes hin abzunehmen. Eine Ursache für diese Abweichung konnte nicht identifiziert werden.

Allerdings bestätigt der Versuch die in Kapitel 3.2.4.2 aufgestellte These, daß bei Verwendung höherer Lösungskonzentrationen keine lokal-erhöhte

Silikonschichtdicke am oberen Stabende auftritt. Stattdessen nimmt die Silikonschichtdicke zum unteren Stabende hin, unabhängig von der Anzahl an Tauchschritten, kontinuierlich zu. Betrachtet man den Anstieg der Profilverläufe so fällt auf, daß der Anstieg mit der Anzahl an Tauchschritten ebenfalls zunimmt. Betrachtet man weiterhin die Differenz der Schichtdicken in Abhängigkeit von den Tauchschritten, so wird geschlußfolgert, daß beim ersten Tauchschriff eine geringere Silikonkomponentenschicht aufgetragen wird als bei den weiteren Schritten.

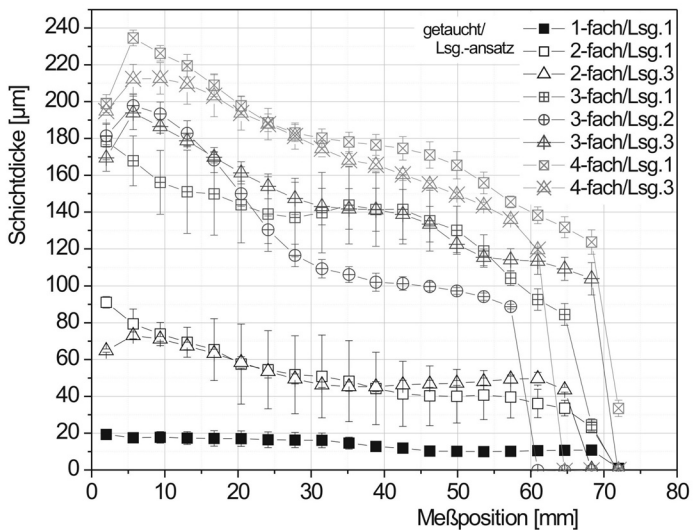


**Abbildung 60:** Dicke der Silikonschichten über der Stablänge für unterschiedliche Anzahl Tauchschriffe; Erneuerung der Behälterfüllung auf der Anlage nach jedem Versuch; ( $c_{Lsg} = 30\%$  (0d);  $v_{Zieh} = 2,5\text{mm/s}$ ,  $T_{Tempern} = 150^\circ\text{C}$ ;  $t_{Tempern} = 30\text{min}$ )

Die Schwankung Schichtdicke über dem Umfang (Standardabweichung) variiert ohne erkennbaren Zusammenhang zur Anzahl an Tauchschriffen. Bei

der durch 6-faches Tauchen erzeugten Schicht treten die größten Standardabweichungen auf..

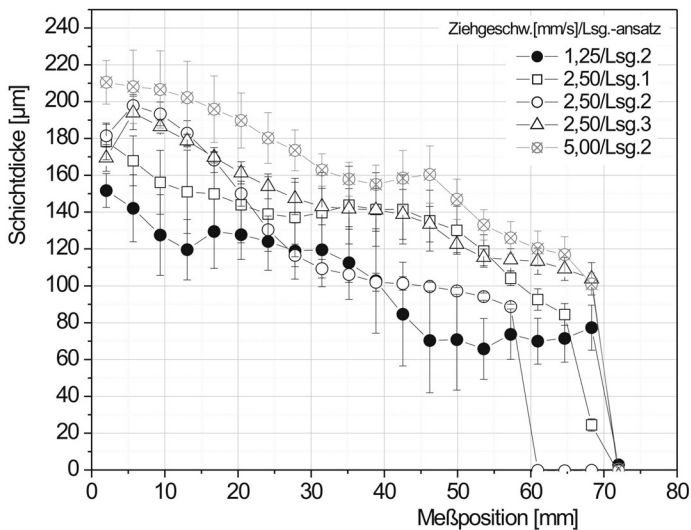
Zur Überprüfung der Reproduzierbarkeit der erhaltenen Schichtdicken bzw. -profile wurden weitere Versuche unter Verwendung weiterer Lösungsansätze mit der selben Konzentration durchgeführt. Bei den Versuchen wurden Substratstäbe bis zu viermal getaucht. Die erhaltenen Schichtdicken sind in Abbildung 61 dargestellt.



**Abbildung 61:** Dicke von Silikonschichten über der Stablänge bei verschiedenen Lösungsansätzen selber Konzentration und Variation der Anzahl an Tauchschritten; Erneuerung der Behälterfüllung auf der Anlage nach jedem Versuch; ( $c_{l,sg} = 30\%$  (0d);  $v_{Zieh} = 2,5\text{mm/s}$ ,  $T_{Temper} = 150^\circ\text{C}$ ;  $t_{Temper} = 30\text{ min}$ )

Wie in den oben beschriebenen Versuchen weisen sie ebenfalls eine zum unteren Stabende hin kontinuierlich zunehmende Schichtdicke auf. Ebenfalls zeigt sich, daß die im ersten Tauchschritt auf den blanken Stab aufgebraachte Schicht eine geringere Dicke aufweist als die weiteren Schichten.

Allerdings trat je nach absoluter Schichtdicke im Versuch eine Streuung über dem Umfang von bis zu 30% auf. Auch Schichtdicke und -profil von Schichten, welche mit der selben Anzahl an Tauchschritten erzeugt wurden, weisen starke Abweichungen bzw. unzureichende Reproduzierbarkeit auf. Insbesondere die Versuche mit drei bzw. vier Tauchschritten weichen stark voneinander ab – Differenz bis zu 50  $\mu\text{m}$  – und zeigen große Abweichungen von einem linearen Verlauf. Eine Bestimmung der Funktion der Dickenzunahme in Abhängigkeit von der Anzahl an Tauchschritten und der Meßhöhe auf dem Stab wurde deshalb nicht durchgeführt.



**Abbildung 62:** Dicke von Silikonschichten über der Stablänge bei verschiedenen Lösungsansätzen selber Konzentration und Variation der Herausziehgeschwindigkeit; Erneuerung der Behälterfüllung auf der Anlage nach jedem Versuch; ( $c_{Lsg} = 30\%$  (0d); Tauchschritte: 3,  $T_{Temper} = 150^{\circ}\text{C}$ ,  $t_{Temper} = 30\text{ min}$ )

Trotz problematischer Reproduzierbarkeit wurden weitere Versuche unter Variation der Ziehgeschwindigkeit durchgeführt. Dabei wurden die jeweiligen Substratstäbe dreimal getaucht. Die erhaltenen Schichtdicken sind in Abbildung 62 dargestellt.

Auch hier weisen die Schichtdicken über dem Umfang hohe Schwankungen auf (Standardabweichung an Einzelpositionen bis zu 40%). Auch die Profilverläufe weisen stärkere Schwankungen auf, dennoch wurde eine lineare Regression der Kurvenverläufe vorgenommen. Dabei ergibt sich ein durchschnittlicher Anstieg der Funktion der Schichtdicke in axialer Richtung von  $1,5 \mu\text{m}/\text{mm}$ . Berücksichtigt man die Ziehgeschwindigkeit so ist festzustellen, daß der Anstieg der Funktion mit Zunahme der Ziehgeschwindigkeit ebenfalls steigt (von min. 1,3 auf max.  $1,7 \mu\text{m}/\text{mm}$ ). Die absolute Schichtdicke wird jedoch im wesentlichen von der Verschiebung der Funktion bestimmt. Diese liegt im Durchschnitt bei  $190 \mu\text{m}$ . Betrachtet man die Verschiebung der Funktion bei Verdoppelung bzw. Vervierfachung der Ziehgeschwindigkeit, so ergibt sich bei Vervierfachung der Geschwindigkeit eine Verdopplung der Verschiebung. Dies entspricht sehr gut dem Zusammenhang aus Gleichung (12), wonach die Schichtdicke proportional zur Quadratwurzel der Ziehgeschwindigkeit ist.

Folgende Schlußfolgerungen können aus den Versuchen mit 30%-iger Silikonlösung gezogen werden:

- Beim Tauchbeschichten aus 30%-iger Silikonlösung bilden sich Schichten deren Dicke ausgehend vom oberen Stabende zum unteren Stabende hin zunehmen. Schwankungen über Umfang und Länge treten weiterhin auf.
- Der Verlauf des Schichtdickenprofils ist in den meisten Fällen nahezu linear.

- Schon nach zwei Tauchschritten werden Schichtdicken über 50  $\mu\text{m}$  erreicht. Die Anforderung für die Sondenherstellung wird nach ca. drei Tauchschritten erreicht.
- Silikonschichten aus Lösungen mit Konzentrationen  $<27\%$  führen zu einem anderen qualitativen Profilverlauf (Profiltyp 1) als bei Verwendung von Lösungen mit 30% (Profiltyp 2). Der für die Sondenherstellung erforderliche konstante Profilverlauf sollte also qualitativ zwischen beiden vorgenannten Profiltypen liegen. Somit müßte im Intervall  $[27\%;30\%]$  eine Konzentration existieren, die zur Herstellung einer Schicht mit konstantem Profilverlauf führt.

In einem iterativen Vorgehen muß also die geeignetste Lösungskonzentration experimentell ermittelt werden. Dabei liegt der gesuchte Arbeitspunkt offensichtlich zwischen 27% und 30%. Zu diesem Zweck wurden weitere Versuche durchgeführt, bei denen die Lösungskonzentration ausgehend von 30% schrittweise vermindert und die jeweils erhalten Schichten bewertet wurden.

#### ***3.2.4.4 Versuche mit Tauchlösungen der Konzentration 29%***

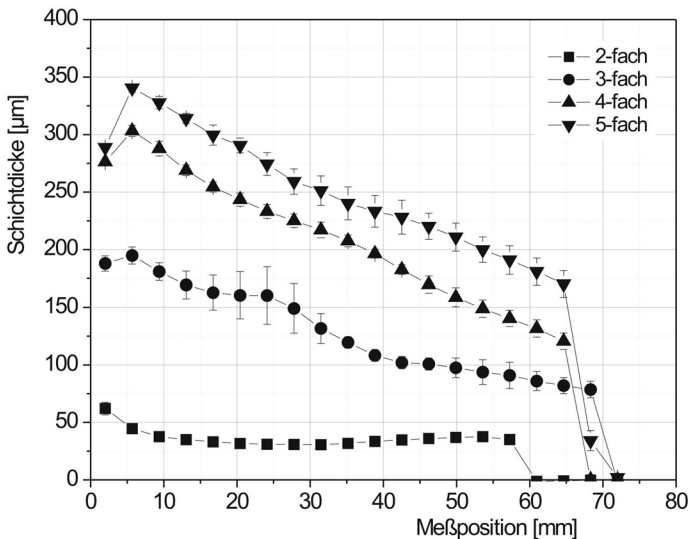
Unter Berücksichtigung der Schlußfolgerungen aus Kapitel 3.2.4.3 wurden Versuche Silikonlösung mit einer Konzentration von 29% durchgeführt. Dabei wurden Substratstäbe bis zu fünf Mal tauchbeschichtet. Der Behälter für Silikonkomponentenlösung auf der Anlage wurde für jeden neuen Stab neu befüllt bzw. getauscht. Die Ergebnisse der Versuche sind in Abbildung 63 dargestellt.

Die erhaltenen Profilverläufe entsprechen Profiltyp 2, d.h. die Schichtdicke steigt mit zunehmender Entfernung vom oberen Stabende an. Dabei wird schon nach 3-fachem Tauchen eine Mindestdicke von 100  $\mu\text{m}$  erreicht. Aufgrund des linear-ansteigenden Profilverlaufs erreicht sie bei 3-fachem



Tauchen aber im Maximum fast 200  $\mu\text{m}$ . Die Schichten sind für die Sondenherstellung somit ebenfalls nicht nutzbar.

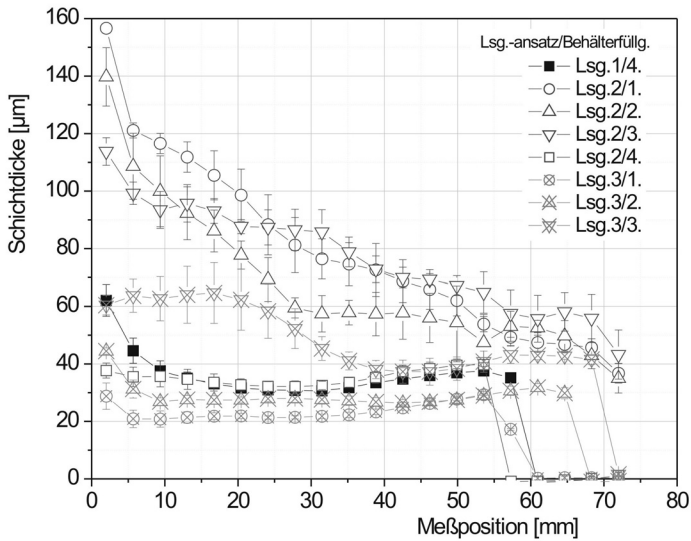
Auffällig ist das Schichtprofil, welches sich im Versuch mit 2-fachem Tauchen ausgebildet hat. Der Profilverlauf ist ausgehend vom oberen Stabende über ca. 50 mm Länge nahezu konstant. Die Schichtdicke schwankt zwischen 30 und 40  $\mu\text{m}$ . Auch wenn die Schichtdicke nicht den Anforderungen zur Herstellung der Sonde genügt, so würde ein derart konstanter Profilverlauf für die ersten Fertigungsversuche und als Startpunkt für die weitere Verfahrensverbesserung ausreichen.



**Abbildung 63:** Dicke von Silikonschichten über der Stablänge bei Variation der Anzahl an Tauchschritten; ( $c_{1,sg} = 29\%$  (0d);  $v_{Zieh} = 2,5\text{mm/s}$ ;  $T_{Tempern} = 150^\circ\text{C}$ ;  $t_{Tempern} = 30\text{ min}$ )

Vor der weiteren Ursachensuche bzgl. der unterschiedlichen Profilverläufe – 2-faches vs. mehrfachem Tauchen – wurden weitere Versuche durchgeführt.

Dabei sollte die Reproduzierbarkeit der Ergebnisse nach 2-fachem Tauchen überprüft werden. Zu diesem Zweck wurden zwei weitere Silikonlösungen einer Konzentration von 29% hergestellt. Jeweils direkt anschließend wurden vier bzw. drei Versuche durchgeführt, bei denen die Substratstäbe durch 2-faches Tauchen beschichtet wurden. Die Ergebnisse der Versuchsreihe sind in Abbildung 64 dargestellt.



**Abbildung 64:** Dicke von Silikonschichten über der Stablänge bei Variation der Lösungsansätze;  
 $(c_{Lsg} = 29\% (0d); v_{Zieh} = 2,5\text{mm/s}, \text{Tauchschritte: } 2; T_{Tempern} = 150^\circ\text{C};$   
 $t_{Tempern} = 30 \text{ min})$

Dabei zeigten sich deutliche Unterschiede sowohl im Profilverlauf als auch in den erhaltenen Schichtdicken. Der erste Lösungsansatz führte im Versuch bei 2-fachem Tauchen, wie bereits erwähnt, zu einem nahezu konstanten Profilverlauf mit einer Schichtdicke zwischen 30 und 40 µm.

Die Versuche mit dem zweiten Lösungsansatz führten in drei von vier Fällen zu stetig ansteigenden Profilverläufen – Profiltyp 2. Die Schichtdicke am oberen Stabende beträgt dabei ca. 40  $\mu\text{m}$  und steigt auf bis zu 160  $\mu\text{m}$  am unteren Stabende. Im vierten Versuch mit dem zweiten Lösungsansatz wurde wiederum ein nahezu konstanter Profilverlauf mit einer Schichtdicke zwischen 30 und 40  $\mu\text{m}$  erzielt. Das Schichtprofil verläuft nahezu parallel zum Profil aus dem ersten Lösungsansatz, inkl. Schwankungen der Schichtdicke innerhalb der angegebenen Bandbreite.

Die Versuche mit dem dritten Lösungsansatz führten in allen drei Fällen zu nahezu konstanten Profilverläufen, allerdings in einer größeren Bandbreite bzgl. der Schichtdicke. Insbesondere beim dritten Versuch traten große Schwankungen der Schichtdicke über Umfang und Stablänge auf. Während die Schichtdicken aus den ersten beiden Versuchen zwischen 20 und 40  $\mu\text{m}$  liegen, schwankt sie beim dritten Versuch zwischen 30 und 70  $\mu\text{m}$ . Tendenziell zeigt sich beim Profil aus dem dritten Versuch auch ein Ansteigen der Schichtdicke zum unteren Stabende hin, wobei es nicht als linear bezeichnet werden kann.

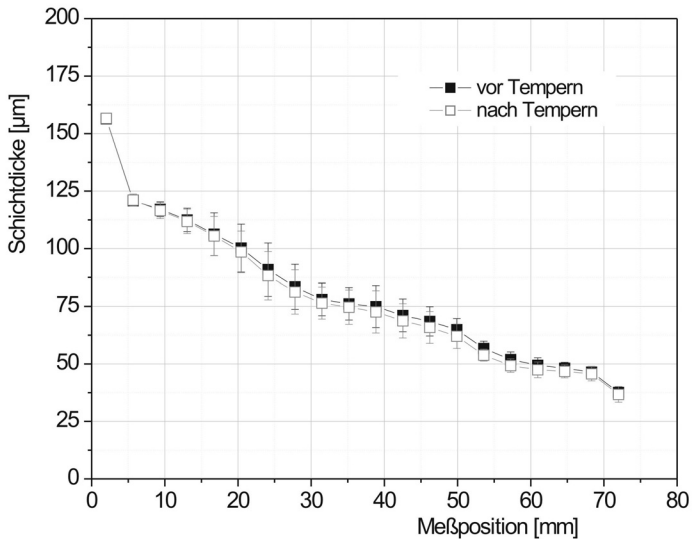
Um mögliche Ursachen der geringen Reproduzierbarkeit bzw. der unterschiedlichen Profilverläufe zu finden, wurden alle dokumentierten Versuchsparameter überprüft. Dabei fiel auf, daß die Füllhöhe im Behälter für die Silikonlösung bei den Versuchen, welche zu konstanterem Profilverlauf führten, niedriger war als bei denen, die zu Profilen gemäß Profiltyp 2 führten. Insbesondere der vierte Versuch mit dem zweiten Lösungsansatz wies eine deutlich geringere Füllhöhe auf als die ersten drei – um dies zu kompensieren wurde in dem Versuch sogar die Eintauchtiefe des Stabes in den Behälter um 7,5 mm erhöht. Beim dritten Lösungsansatz wurden die ersten beiden Versuche mit geringerer Füllhöhe als der dritte durchgeführt (30 bzw. 20 mm unter dem oberen Behälterrand gegenüber 12 mm). Im dritten Versuch ergab sich, wie erwähnt, wieder ein inhomogeneres Profil mit Tendenz zu

Profiltyp 2. Die Füllhöhe stellt somit einen möglichen Einflußparameter bzgl. des Schichtprofils dar.

Inwiefern die Füllhöhe die Ausbildung der Schicht auf dem Stab beeinflusst, kann nur vermutet werden. Bei geringerer Füllhöhe steht der Gefäßrand weiter über der Oberfläche der Silikonlösung. Möglich ist, daß der Gefäßrand die Lösung dabei stärker gegen äußere Luftströmungen abschirmt. Dadurch ergeben sich an der Oberfläche, also dort wo der Stab aus der Lösung gezogen wird, vielleicht konstantere Bedingungen bzgl. Ausgase des Lösungsmittels. Dies bedeutete aber ebenfalls, daß das Ausgasen des Lösungsmittels ein sehr empfindlicher Prozeß ist und daß dieser Prozeß signifikant auf die Schichtausbildung wirkt. Möglicherweise führen bereits geringe Schwankungen der Umgebungsbedingungen zu starken Schwankungen bzgl. der ausgasenden Menge an Lösungsmittel. Und das wiederum könnte zu starken Schwankungen der sich ausbildenden Schichtdicke führen.

In Konsequenz dieser empirischen Erkenntnisse wurde die Füllhöhe im Behälter für alle weiteren Versuche auf 20 mm unter dem oberen Behälterrand festgelegt. Weiterhin wurde die Behälteröffnung durch einen Zwischendeckel mit reduziertem Öffnungsdurchmesser ( $\varnothing$  7 mm) eingeschränkt. Der Zwischendeckel wurde so mit dem Behälter verbunden, daß er auch beim Öffnen des oberen Deckels, beim Beschichten, dicht auf dem Behälterrand verbleibt.

Ein weiteres Ergebnis der Versuche soll hier kurz erwähnt werden: Um Einflüsse des Temperns auf die Schichtdicke auszuschliessen, wurden Schichtdicke und Profilverlauf auf einem Stab sowohl vor als auch nach dem Tempern bestimmt. Die Ergebnisse – Gegenüberstellung des Profilverlaufs vor und nach dem Tempern – sind in Abbildung 65 dargestellt. Es zeigen sich keine signifikanten Unterschiede – weder im Profilverlauf noch bei Gegenüberstellung der Einzelwerte der Meßpositionen.



**Abbildung 65:** Dicke einer Silikonschicht vor und nach dem Tempern; ( $c_{Lsg} = 29\%$  (0d);  $v_{Zieh} = 2,5\text{mm/s}$ ; Tauchschritte: 2;  $T_{Tempern} = 150^\circ\text{C}$ ;  $t_{Tempern} = 30\text{ min}$ )

### 3.2.4.5 Versuche mit Tauchlösungen der Konzentration 28%

Die Beschichtungsversuche mit 29%-iger Silikonlösung führten zu unterschiedlichen Ergebnissen. Die meisten der erzeugten Silikonschichten zeigten Profilverläufe gemäß Profiltyp 2, wie sie auch unter Verwendung 30%-iger Silikonkomponentenlösung erzeugt wurden. Allerdings konnten bei Versuchen mit 2-fachem Tauchen in einigen Fällen konstante Schichtverläufe erzeugt werden. Außerdem wurden weitere Störgrößen identifiziert.

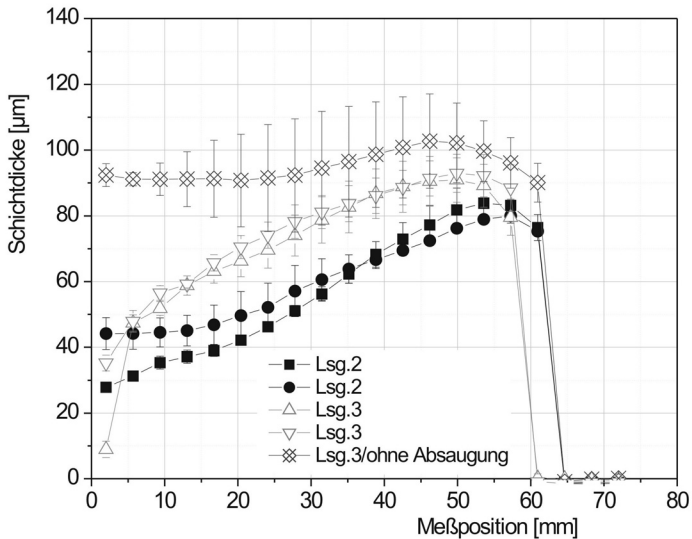
Zur weiteren Annäherung an die Lösungskonzentration, welche zur Herstellung konstanter Profilverläufe geeignet ist, wurden Versuche mit einer Lösungskonzentration von 28% durchgeführt. Dabei wurden die in Kapitel

3.2.4.4 aufgeführten Maßnahmen zur Minderung des Einflusses von Störgrößen umgesetzt.

Es wurden zwei Lösungsansätze hergestellt und Substratstäbe durch 4-faches Tauchen beschichtet. Die Anzahl an Tauchschritten wurde anhand bisheriger Ergebnisse so abgeschätzt, daß mit ca. 100 µm Schichtdicke zu rechnen war. Beim letzten Versuch wurde, neben den beschriebenen Maßnahmen zur Stabilisierung der atmosphärischen Bedingungen über der Lösungsoberfläche, die Luftabsaugung über der Anlage abgeschaltet. Die Ergebnisse der Versuchsreihe sind in Abbildung 66 dargestellt.

Bei Auswertung der Ergebnisse zeigt sich, daß der Profilverlauf bei Beschichtung aus 28%-iger Silikonlösung zu Profilen gemäß Profiltyp 1 führt. Im Vergleich zu den Versuchen mit geringerer Lösungskonzentration tritt nur ein geringer Abfall der Schichtdicke zum unteren Stabende hin auf. Dies ist als deutliche Verbesserung zu werten. Weiterhin stimmen Schichten, welche aus ein und demselben Lösungsansatz erzeugt wurden, in Dicke und Profil gut überein. Die Dickenunterschiede zwischen verschiedenen Schichten sind über den größten Teil des Stabes < 10 µm. Allerdings weisen Schichten, welche aus verschiedenen Lösungsansätzen erzeugt wurden, größere Dickenunterschiede bei ähnlichem Profilverlauf auf. Der lokale Dickenunterschied liegt bei ca. 20 µm.

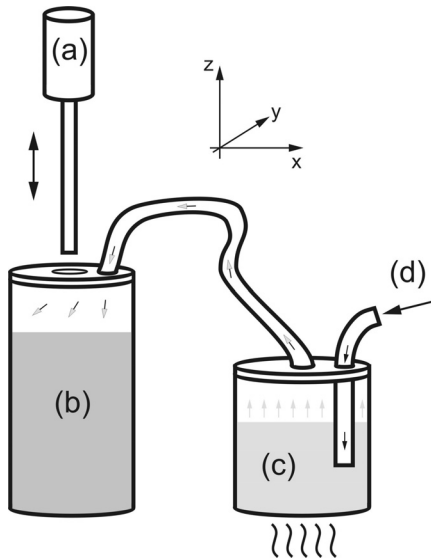
Komplett abweichend dazu sind Dicke und Profilverlauf der Schicht, welche bei deaktivierter Absaugung erzeugt wurde. Der Profilverlauf ist nahezu konstant. Die Schichtdicke schwankt im Mittel zwischen 90 und 105 µm, liegt also im Bereich der Anforderungen für die Sondenherstellung! Allerdings treten starke Schwankungen der Schichtdicke über dem Umfang auf. Dies ist noch näher zu untersuchen.



**Abbildung 66:** Dicke von Silikonschichten über der Stablänge bei Variation der Lösungsansätze; ein Versuch mit deaktivierter Luftabsaugung durchgeführt ( $c_{l,sg} = 28\%$  (0d);  $v_{Zieh} = 2,5\text{mm/s}$ , Tauchschritte: 4;  $T_{Tempem} = 150^\circ\text{C}$ ;  $t_{Tempem} = 30\text{min}$ )

Parallel dazu wurden weitere Versuche durchgeführt, bei denen während des Tauchbeschichtens auf die Oberfläche der Silikonlösung ein mit Lösungsmittel gesättigtes Luftgemisch geblasen wurde. Dadurch sollte das unkontrollierte Ausgasen von Lösungsmittel an der Oberfläche der Lösung und der aufgetragenen Schicht weiter reduziert werden. Zu diesem Zweck wurde ein Luftstrom durch erhitztes Lösungsmittel geblasen. Die so angereicherte Luft wurde durch einen Schlauch geleitet und, auf Raumtemperatur abgekühlt, über eine Öffnung im Zwischendeckel dem Behälter mit Silikonlösung zugeführt, siehe Abbildung 67. Während des Betriebs kondensiert ein Teil des Lösungsmittel im Schlauch, d.h. es kann von einer Sättigung der Luft mit dem Lösungsmittel ausgegangen werden.

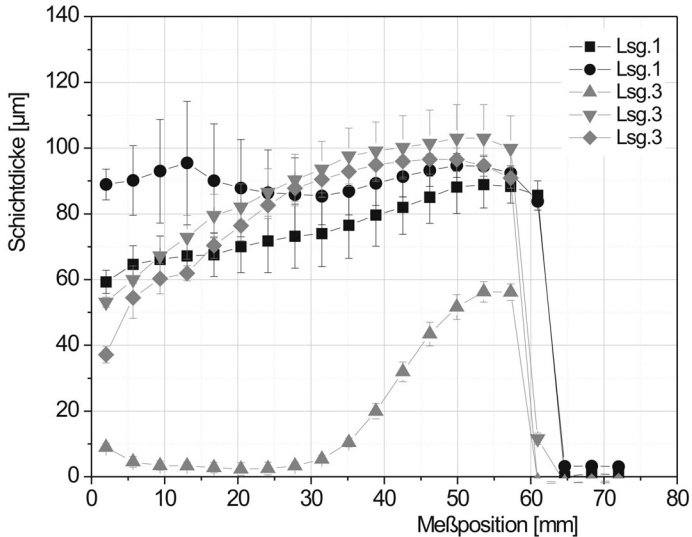
Die Ergebnisse dieser Versuchsreihe sind in Abbildung 68 dargestellt. Eine Verbesserung der Reproduzierbarkeit oder der Homogenität des Profilverlaufs wurden dadurch nicht erreicht. Schichten, welche aus ein und demselben Lösungsansatz erzeugt wurden, weisen untereinander zumeist höhere Dickenabweichungen auf ( $> 10 \mu\text{m}$ ) als in den zuvor beschriebenen Versuchen. Bei Schichten, welche aus verschiedenen Lösungsansätzen erzeugt wurden, sind die Dickenabweichungen ebenfalls höher ( $> 20 \mu\text{m}$ ). Auffallend sind auch die hohen Schwankungen der Dicke über dem Umfang, welche in fast allen Fällen auftreten. Ein Profilverlauf weicht komplett von allen anderen ab.



**Abbildung 67:** Prinzipdarstellung des Versuchsaufbaus zum Tauchbeschichten von Substratstäben unter zuströmender Lösungsmittelatmosphäre, Einzelkomponenten: (a) Substratstab, (b) Behälter mit Silikonlösung, (c) Behälter mit erhitztem Lösungsmittel (d) Luftstrom



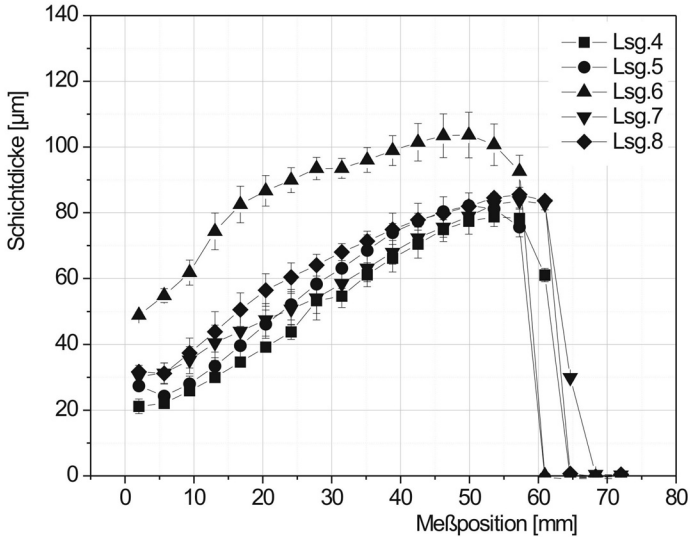
Offensichtlich kommen bei Zuführung von Lösungsmittelatmosphäre ein oder mehrere Einflußfaktoren hinzu, welche bei den Versuchen nicht konstant gehalten werden konnten. Da die Manipulation von erhitztem n-Hexan zudem ein hohes Gefahrenpotential mit Gesundheitsrisiko darstellt, wurden keine weiteren Versuche in dieser Richtung unternommen.



**Abbildung 68:** Dicke von Silikonschichten über der Stablänge bei Variation der Lösungsansätze und unter Zustrom von mit Lösungsmittel gesättigter Luft; ( $c_{1,sg} = 28\%$  (0d);  $v_{Zieh} = 2,5\text{mm/s}$ , Tauchschritte: 4;  $T_{Temp} = 150^\circ\text{C}$ ;  $t_{Temp} = 30\text{ min}$ )

Basierend auf dem auffälligen Versuchsergebnis bei Beschichtung eines Substratstabes unter Abschaltung der Luftabsaugung – siehe Abbildung 66 – wurden weitere Versuche durchgeführt. Zu diesem Zweck wurde in fünf Versuchen jeweils ein Ansatz an Silikonkomponentenlösung der Konzentration 28% hergestellt und damit je ein Substratstab durch 4-faches Tauchen beschichtet. Während des Tauchvorganges wurde die Luftabsaugung

der Anlage deaktiviert, so daß auftretende Luftströmungen reduziert wurden. Türen und Fenster waren ebenfalls geschlossen. Die Ergebnisse der Versuchsreihe sind in Abbildung 69 dargestellt.



**Abbildung 69:** Dicke von Silikonschichten über der Stablänge bei Variation der Lösungsansätze – 5 Versuche mit 5 unterschiedlichen Lösungsansätzen – Luftabsaugung an Versuchsanlage in allen Fällen deaktiviert; ( $C_{Lsg} = 28\%$  (0d);  $v_{Zieh} = 2,5\text{mm/s}$ , Tauchschritte: 4;  $T_{Tempern} = 150^\circ\text{C}$ ;  $t_{Tempern} = 30\text{ min}$ )

Bei Auswertung der Ergebnisse bzgl. Schichtdicke und Verlauf zeigt sich bis auf einen Ausreißer eine gute Reproduzierbarkeit. Die Profilverläufe entsprechen Profiltyp 1 und liegen im selben Bereich wie bei den Versuchen mit 29%-iger Silikonlösung. Das Maximum der Schichtdicke liegt um 80 µm am oberen Stabende und das Minimum bei 20 bis 30 µm am unteren Stabende. Die Unterschiede bzgl. der mittleren lokalen Schichtdicke liegen über alle Versuche dieser Reihe bei weniger als 20 µm. Der erwähnte Ausreißer ist

anhand der aufgenommenen Versuchsparameter nicht erklärbar. Dennoch übertreffen die Ergebnisse dieser Versuchsreihe bzgl. der Reproduzierbarkeit alle vorherigen Versuche. Für alle weiteren Versuche wurde somit eine Deaktivierung der Luftabsaugung während des Tauchvorganges festgelegt, um störende Einflüsse weiter zu minimieren.

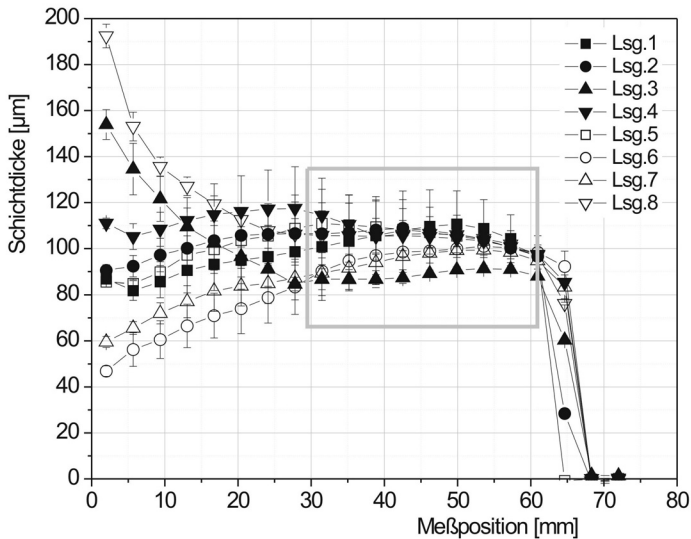
Bei Verwendung von 28%-iger Silikonlösung treten Profilverläufe des Typ 1 auf, während bei 29%-iger Silikonlösung zu Profiltyp 2 führt. Somit kann darauf geschlossen werden, daß der gesuchte Arbeitspunkt im Intervall [28%;29%] liegt. Mit einer Verwendung von Silikonlösung der Konzentration 28,5% wird die Auflösungs Grenze des Herstellverfahrens für Silikonlösung erreicht – siehe Fehlerbetrachtung in Kapitel 3.2.1, letzter Absatz. Eine feinere Abstufung der Lösungskonzentration ist mit den vorliegenden Geräten und nicht möglich.

#### ***3.2.4.6 Versuche mit Tauchlösungen der Konzentration 28,5%***

Zur Annäherung an den Arbeitspunkt bzgl. Lösungskonzentration zur Herstellung konstanter Profilverläufe wurden, unter Ausschöpfung der möglichen Reproduzierbarkeit, Versuche mit Silikonlösung der Konzentration 28,5% durchgeführt. Zu diesem Zweck wurden in einer Versuchsreihe acht Lösungsansätze hergestellt und Substratstäbe jeweils durch 4-faches Tauchen beschichtet. Basierend auf den Ergebnissen aus Kapitel 3.2.4.5 wurde so eine Schichtdicke von ca. 100 µm angestrebt.

Die Herstellung der Lösungsansätze erfolgte zu unterschiedlichen Zeitpunkten, da nach Abschluß jedes Beschichtungsversuches weitere Untersuchungen am beschichteten Stab durchgeführt wurden. So wurden z.B. Versuche zum Aufsprühen von Photoresistschichten auf Silikonschichten durchgeführt, siehe Kapitel 3.3. Erst nach Abschluß dieser nachfolgenden Versuche wurde ein erneuter Beschichtungsversuch mit Herstellung eines neuen Lösungsansatzes gestartet. Somit erfolgten die Beschichtungsversuche

absolut seriell und mit zeitlichen Abständen, der Gesamtversuchszeitraum betrug ca. 6 Wochen. Bei allen Versuchen wurde während des Tauchprozesses die Luftabsaugung über der Anlage abgeschaltet. Die Ergebnisse der Versuchsreihe sind in Abbildung 70 dargestellt.



**Abbildung 70:** Dicke von Silikonschichten über der Stablänge bei Variation der Lösungsansätze – 8 Versuche mit 8 unterschiedlichen Lösungsansätzen – Luftabsaugung an Versuchsanlage in allen Fällen deaktiviert; für Sondenherstellung nutzbare Länge (*grau*) ( $c_{Lsg} = 28,5\%$  (0d);  $v_{Zieh} = 2,5\text{mm/s}$ , Tauchschritte: 4;  $T_{Tempern} = 150^\circ\text{C}$ ;  $t_{Tempern} = 30\text{ min}$ )

Die Dickenprofile der erzeugten Silikonschichten zeigen ausgehend vom oberen Stabende über mehr als die halbe Stablänge annähernd konstanten Verlauf! Zum unteren Stabende hin treten willkürliche Übergänge zu Profiltyp 1 – Abfall der Schichtdicke – oder Profiltyp 2 – Anstieg der Schichtdicke – auf. Dabei sind Abfall bzw. Anstieg der Schichtdicke in einigen

Fällen so gering, daß der Verlauf auch bis zum unteren Stabende als nahezu konstant bezeichnet werden kann.

Auf jeden Fall ergibt sich zwischen den Meßhöhen 30 bis 60 mm ein nahezu konstanter Profilverlauf. In diesem Abschnitt liegen die mittleren Schichtdicken über alle Versuche im Bereich von 85 bis 115  $\mu\text{m}$  und genügen damit den Anforderungen an die Sondenherstellung von ca. 100  $\mu\text{m}$ . Die Schwankung der Schichtdicke über der Stablänge liegt in diesem Abschnitt im Bereich von 10  $\mu\text{m}$ , in einem Fall bei 15  $\mu\text{m}$ . Auffallend ist die in einigen Fällen immer noch hohe Schwankung über dem Umfang. In allen Fällen wurden Schichtdicke, Profilverlauf und nutzbare Länge auf dem erwähnten Stababschnitt für geeignet befunden, um weitere Prozeßschritte zur Herstellung einer sondenähnlichen Struktur durchzuführen. So wurden z.B. Beschichtungen mit Photoresist, Belichtung etc. bis hin zu einer fertigen, hydraulisch aktivierbaren Kissenstruktur durchgeführt, siehe Kapitel 4. In Tabelle 4 sind die mittleren Dicken der Silikonschichten in den erwähnten Stababschnitte aufgeführt.

**Tabelle 4:** Mittelwert und Standardabweichung der Dicke von Silikonschichten; Bestimmung über alle Meßwerte des jeweiligen Stababschnittes zwischen den Meßhöhen 30 bis 60 mm; Daten aus Abbildung 70

	Mittelwert [ $\mu\text{m}$ ]	StdAbw. [ $\mu\text{m}$ ]	StdAbw. [%]
Lösungsansatz 1	106	16	15
Lösungsansatz 2	105	11	10
Lösungsansatz 3	89	3	3
Lösungsansatz 4	105	9	9
Lösungsansatz 5	106	10	9
Lösungsansatz 6	97	11	11
Lösungsansatz 7	95	9	9
Lösungsansatz 8	104	3	3

### 3.2.4.7 *Fazit und Ausblick zur Tauchbeschichtung von Substratstäben*

Im Rahmen der Versuche wurden die Einflüsse einer ganzen Reihe von Parametern auf die Ausbildung von Schichtdicke und Profilverlauf ermittelt. Ausgehend von Gleichung (12) wurden vorallem Ziehgeschwindigkeit und Konzentration der Silikonlösung als Einflußparameter vorausgesetzt. Dabei ist davon auszugehen, daß ein eindeutiger Zusammenhang zwischen der Lösungskonzentration und ihrer Viskosität sowie ihrer Dichte besteht.

$$\eta = f(c_{Lsg}) \text{ und } \rho = f(c_{Lsg})$$

Folgende Störgrößen wurden identifiziert: das Alter der angesetzten Silikonlösung, das unkontrollierte Ausgasen an Lösungsmittel und unkontrollierte Luftströmungen beim Herausziehen des Stabes aus der Lösung. Diese Störgrößen wirken sich vorallem negativ auf die Homogenität der sich bildenden Schicht aus. Weitere Störgrößen sind zu vermuten, da auch am gefundenen Arbeitspunkt Ausreißer bzgl. Homogenität und Reproduzierbarkeit auftreten, die nicht begründet werden können.

Allerdings wurden für die Einstellparameter Werte gefunden, deren Anwendung mit ausreichender Zuverlässigkeit zur Erzeugung einer bzgl. Schichtdicke, Profilverlauf und Abschnittslänge nutzbaren Silikonschicht auf dem Substratstab führt. Damit können sondenähnliche Strukturen hergestellt werden.

Zur weiteren Verbesserung des Verfahrens müssen vorallem die Anforderungen an die Silikonschichten seitens der Sondengestaltung genauer definiert werden:

- Welche Schichtdicke oder -dicken werden konkret benötigt?
- Welchen Toleranzen muß die jeweilige Schichtdicke genügen?
- Welche Schwankungen darf die Schichtdicke über den Profilverlauf und über dem Umfang aufweisen?

Alle diese Geometrieparameter haben Einfluß auf das Verformungsverhalten der Sonde bei hydraulischem Antrieb und Ausführung der peristaltischen Bewegung. Und sie beeinflussen die Höhe des Aufwands, der bei der Verfahrensverbesserung betrieben werden muß. So lassen Untersuchungen der mechanischen Eigenschaften des verwendeten Silikonelastomers (/Mei 03/, /Mei 05/) und Finite-Elemente-Simulationen der Sonde (/PAD 05/) den Schluß zu, daß Schwankungen der Wandstärke der Sonde zu unzureichendem Verformungsverhalten führen können. Werden z.B. mehrere Kammern der Sonde gleichzeitig mit Fluid befüllt, d.h. mit Druck beaufschlagt, so wird die Kammer mit der geringsten Wandstärke die größte Verformung aufweisen. Dies kann im Extrem zu einer starken Verformung nur einer Kammer führen, während alle weiteren kaum expandieren. Aus diesem Grund erscheint es realistisch, daß sich bei Präzisierung der Anforderungen an das Verfahren u.a. die Notwendigkeit ergibt, die Dickenschwankungen auf unter 2% der Schichtdicke zu senken. Eine solche Verfahrensverbesserung ist aus heutiger Sicht auf der bestehenden Versuchsanlage nicht möglich. Ist eine derartige Verbesserung notwendig, wird der Aufbau eines eigenen Versuchsstandes für die Tauchbeschichtung vorgeschlagen. Dabei in betracht zu ziehende Details sind in Tabelle 5 zusammengefaßt.

Desweiteren wird vorgeschlagen, die Silikonlösung weiteren Untersuchungen zu unterziehen. So ergaben sich neben den untersuchten und zusätzlich entdeckten Verfahrensparametern Fragen, die im Rahmen der Versuchsreihen nicht beantwortet werden konnten. So ist fraglich, ob sich Silikonlösungen bei Betrachtung im Mikrometerbereich physikalisch genauso verhalten wie die in der Literatur untersuchten Lösungen für Sol-Gel-Verfahren, siehe /Bri 92/, /Fac 95/, /Kro 00/. So wurde in einer Quelle die Aussage gefunden, daß Silikonlösungen ohne äußere mechanische Störung zum "Erstarren" neigen. Möglicherweise liegt das am chemischen Aufbau der Silikonmonomere: langkettige Silizium-Sauerstoff-"Backbones" mit organischen Außenketten, die

vielleicht zu Wasserstoffbrücken oder lokalen Dipolen führten. Dies sind zwar schwache Bindungen, sie könnten aber in Lösungen, also in flüssiger Phase, zur Bildung von Molekül-Verbänden führen, welche die sonst übliche Teilchenbewegung einschränken. Die Lösung wäre bei Betrachtung im Mikrometerbereich nicht mehr homogen. Lokale Unterschiede bzgl. der Viskosität hätten dann entsprechende Folgen für die Schichtausbildung auf dem Substratstab.

**Tabelle 5:** Vorschläge zur Verfahrensverbesserungen durch Aufbau und Nutzung eines separaten Versuchsstandes zur Tauchbeschichtung

Vorschlag	Begründung
Kapselung des Versuchsraumes, Einstellung der Parameter Temperatur, Luftfeuchte und Gehalt der Luft an Lösungsmittel	Ausschluß äußerer Luftströmungen und Kontrolle der Störgrößen bzgl. Ausgasen des Lösungsmittels
Verwendung längerer Substratstäbe	Vergrößerung der Zone zwischen oberem und unterem Stabende, in der ein konstantes Herausziehen stattfindet – oberes und unteres Stabende sind in diesem Sinn "Übergangszonen" ohne konstante Bedingungen
Verwendung eines größeren Volumens an Silikonlösung	Meßfehler bei der Herstellung wirken sich geringer aus $\Rightarrow$ Abstufung der Lösungskonzentration kann genauer erfolgen, außerdem wirken sich Konzentrationsänderungen während des Tauchbeschichtens weniger aus
Verbesserung der Durchmischung der Silikonlösung während des Tauchvorganges	lokale Konzentrationsänderungen während des Tauchbeschichtens werden vermieden, außerdem kann so die Lösung bei Bedarf in Bewegung gehalten werden



Die Literatur enthält keine Aussagen, ob die gegebenen Funktionen ( 11 ) und ( 12 ) Beschränkungen in Definitions- oder Wertebereich besitzen, z.B. für Viskosität oder Schichtdicke. Dies ist von Bedeutung, da die Viskosität von Silikonlösungen die Viskosität der in der Literatur betrachteten wässrigen Lösungen der Sol-Gel-Verfahren sicherlich deutlich übersteigt.

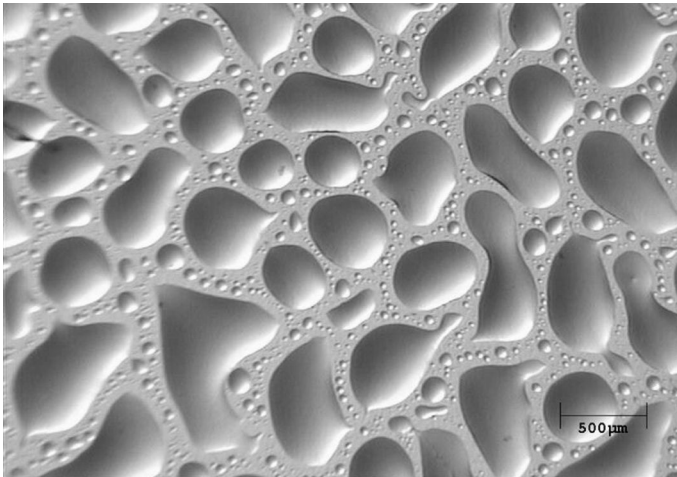
### **3.3 Erzeugung von Photoresist-Schichten auf Silikonelastomer-Oberflächen im Sprühverfahren (spray coating)**

Die Sprühbeschichtung von Silikonelastomeroberflächen wird in einer vom Autor angeleiteten Arbeit in /Mey 03/ ausführlich dargestellt. Die Kernaussagen daraus werden im Folgenden wiedergegeben.

Bereits bei den in Kapitel 2.2.3 beschriebenen Versuchen mußte festgestellt werden, daß Photoresistlösungen auf Silikonelastomeroberflächen keine geschlossenen Schichten bilden. Die geringe Oberflächenenergie von Silikon – siehe auch /Mor 90/, /Cha 91/, /Cha 92/, /Del 97a/, /Kim 00/ – führt dazu, daß aufgebrachte Resistlösung die Silikonoberfläche nur unvollständig benetzt. Die Lösung spreitet kaum und agglomeriert zu größeren Tropfen, welche an senkrechten Oberflächen unter Einwirkung der Schwerkraft herunterrinnen.

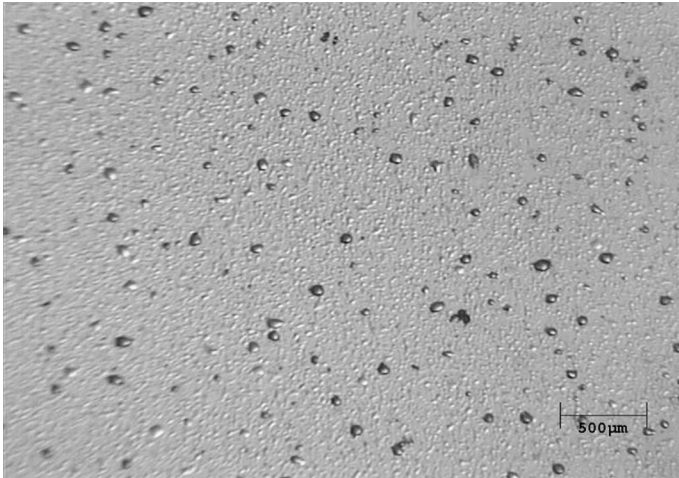
Um dieses Problem zu lösen wurde von der Fa. Allresist ein experimentelles Photoresist *XAR-P1250/12.2* mit schnell ausgasendem Lösungsmittel *AR 300-12* bereitgestellt. Das Experimentalresist wird durch Sprühen aufgebracht. Dabei geben die nebelfeinen Resisttropfen auf dem Weg zwischen Sprühdüse und Substrat, einen Teil des Lösungsmittels an die umgebende Luft ab. Die Viskosität des Resists steigt an und es bildet nach dem Auftreffen auf die Silikonoberfläche keine Agglomerate sondern eine geschlossene Schicht. Zu diesem Zweck müssen die Einflußparameter Lösungskonzentration, Sprühabstand, Sprühdauer, Sprühdruck, Anzahl

Sprühwiederholungen, Ausgaszeit nach einmaligem Sprühen und finale Ausgaszeit passend zueinander gewählt werden. Sind ein oder mehrere Parameterwerte ungünstig gewählt kann z.B. der Lösungsmittelgehalt der Sprühtropfen beim Auftreffen auf das Substrat zu hoch oder zu niedrig sein. Ist er zu hoch, agglomerieren die Tropfen zu größeren Formationen und bilden keine geschlossene Schicht aus, siehe Abbildung 71. Ist er zu niedrig, haften die Tropfen nur unzureichend an der Silikonoberfläche. Einige lagern sich als einzelne feste Partikel an der Oberfläche an, siehe Abbildung 72, während der überwiegende Teil wie Resiststaub durch das Sprühen von der Oberfläche geblasen wird.

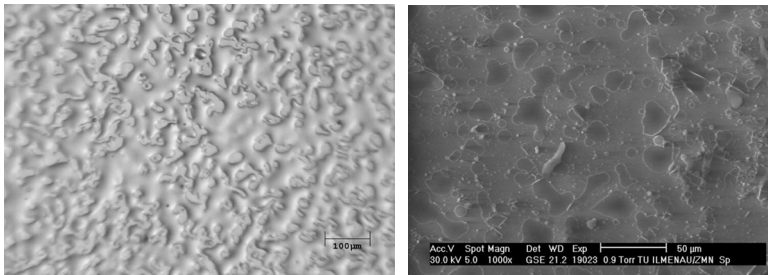


**Abbildung 71:** Ist der Gehalt an Lösungsmittel der Sprühtropfen beim Auftreffen auf die Silikonoberfläche zu hoch, agglomerieren diese zu größeren Formationen anstatt zu einer geschlossenen Schicht zu überlagern, /Mey 03, S.8/

Im prozeßfähigen Intervall ist der Gehalt an Lösungsmittel im Tropfen ausreichend, um ein gutes Anhaften auf der Silikonoberfläche zu ermöglichen und gleichzeitig unzureichend für ein Agglomerieren der Tropfen, siehe Abbildung 73.



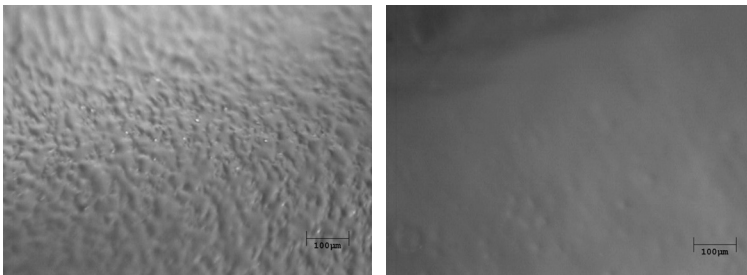
**Abbildung 72:** Ist der Gehalt an Lösungsmittel der Sprühtropfen beim Auftreffen auf die Silikonoberfläche zu gering, lagern sich diese nur in geringer Menge und wie Partikel mit loser Anbindung auf der Silikonoberfläche an, eine geschlossene Schicht bildet sich nicht.



**Abbildung 73:** Bei ausreichend niedrigem Gehalt an Lösungsmittel der Sprühtropfen, verbleiben diese am Punkt des Auftreffens auf der Silikonoberfläche. Berühren sich Tropfen beim Auftreffen, verbinden sie sich an ihren Grenzflächen. Insbesondere bei hoher Vergrößerung (rechts) erkennt man einzelne Tropfen neben Feldern von verbundenen Tropfen, /Mey 03, S.9/

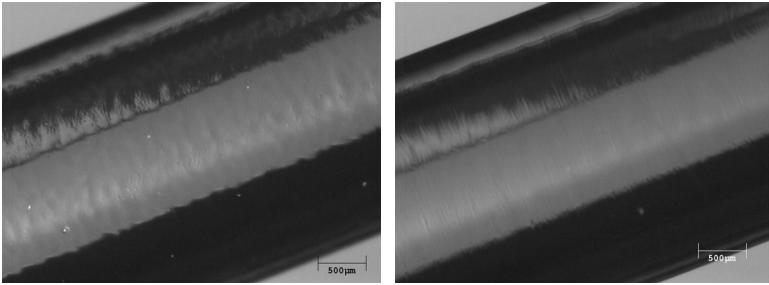
Tropfen, die auf der Oberfläche aufeinander treffen, vermischen sich lediglich an ihren Grenzflächen. Die stochastische Verteilung der Tropfen auf der Oberfläche führt zu vollständiger Bedeckung der Oberfläche nach

ausreichender Sprühzeit bzw. ausreichender Anzahl an Sprühwiederholungen, siehe Abbildung 74. Durch den schrittweisen Aufbau der Schicht aus einzelnen Tropfen, die sich in ihren Kontaktzonen miteinander verbinden, entsteht eine zumindest lichtmikroskopisch sichtbare, wellige Oberflächenstruktur. Ebenfalls können selten kleinste Lufteinschlüsse in der Schicht auftreten, die ebenfalls im Lichtmikroskop sichtbar sind, siehe Abbildung 75, links. Die wellige Oberflächenstruktur nimmt aber deutlich ab, wenn das Resist gemäß der Empfehlung des Herstellers nach dem Ausgasen einer thermischen Behandlung bzw. einem Temperschritt unterzogen wird – sogenanntes "prebake". Im Lichtmikroskop erscheint die Oberfläche anschließend homogen glatt bzw. eben, siehe Abbildung 75, rechts. Lufteinschlüsse lassen sich dadurch ebenfalls beseitigen bzw. reduzieren.



**Abbildung 74:** Mit Zunahme der Anzahl an auftreffenden Sprühtropfen steigt der Anteil der mit Resist beschichteten Silikonoberfläche (links, /Mey 03, S.16/) bis eine geschlossene Resistschicht (rechts) gebildet wird.

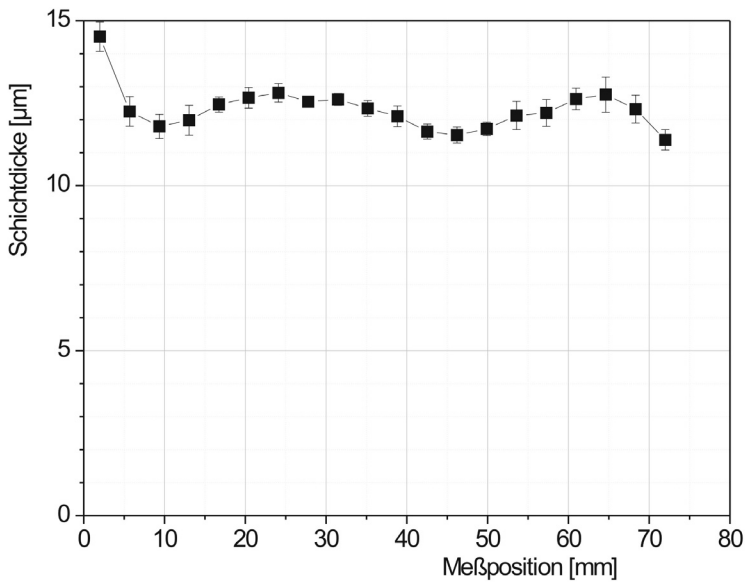
Die Versuche zur Ermittlung passender Prozeßparameter wurden vor Inbetriebnahme der Versuchsanlage an planaren Substraten durchgeführt. Es wurde auf einen festen Punkt des mit Silikon beschichtetem Substrates gesprüht und die obenaufgeführten Parameter passend eingestellt. Nach Erzielen geschlossener Resistschichten wurde die Schichtdicke bestimmt und die Parameter weiter verbessert, bis Schichtdicken  $\leq 10 \mu\text{m}$  erzeugt wurden.



**Abbildung 75:** Durch Tempern der Resistschicht glättet sich deren Oberfläche und Störungen (z.B. Lufteinschlüsse) werden beseitigt oder vermindert – vor dem Tempern (links); nach dem Tempern (rechts), /Mey 03, S.18/.

Nach Inbetriebnahme der Versuchsanlage wurden die Versuche, ausgehend von den bis dahin gefundenen Parametern, auf die Anlage übertragen. Bei der Beschichtung der planaren Substrate wurde an einer definierten Stelle des Substrates eine Resistschicht erzeugt. Beim Sprühen auf der Anlage soll jedoch bei einem Sprühschritt in einem dynamischen Prozeß der gesamte Substratstab besprüht werden. Zu diesem Zweck führt der Stab während des Sprühens eine translatorische Bewegung in z-Richtung überlagert mit einer Rotation um die z-Achse (Längsachse) aus, siehe Abbildung 22 in Kapitel 2.2.5. Dadurch wird jeder Punkt der Staboberfläche einmal durch den Sprühstrahl geführt. Die dabei auftretende Geschwindigkeit eines Punktes auf der Staboberfläche beim Durchqueren des Sprühstrahls wurde vor Aufnahme der Versuche berechnet. Sie ergibt sich aus der Sprühdauer der Versuche mit planaren Substraten und dem vom betreffenden Oberflächenstück auf dem Substratstab zurückgelegten Weg. Die so berechneten Parameter sind: Geschwindigkeit in z-Richtung 12,5 mm/s (5000 Hz) und Rotationsgeschwindigkeit 18,75 U/min (625 Hz). Allerdings übersteigt die Geschwindigkeit in z-Richtung die zulässige Höchstgeschwindigkeit des Aktors LIMES90 – eigene Versuche zeigten stabilen Betrieb bis 4500 Hz, siehe Kapitel 2.2.5. Deshalb wurden die Geschwindigkeitsparameter entsprechend reduziert auf Geschwindigkeit in z-Richtung 10 mm/s (4000 Hz) und Rotationsgeschwindigkeit 15 U/min

(500 Hz). Versuche mit diesem Parametersatz haben gezeigt, daß damit ebenfalls geschlossene, homogene Schichten erzeugt werden können. Weitere Parameter sind: Konzentration der Resistlösung 50%Vol., Sprühdruk des Sprühgases 2,5 bar, Anzahl Wiederholungen bzw. Anzahl Sprühschritte 25, Ausgaszeit nach dem jeweiligen Sprühschritt 60 s, finale Ausgaszeit nach Durchführung aller Sprühschritte 10 min. Diese Parameter und die diversen Parameter zur Vorbereitung und zur abschließenden Reinigung der Vorrichtung wurden als Voreinstellungs-Werte in der programmierten Steuersoftware hinterlegt.



**Abbildung 76:** Beispiel der Dicke der Resistschicht über der Stablänge, gemessen im Rahmen der Herstellung von Prototypen, siehe auch Kap. 4 ( $c_{Res} = 50\%Vol$ ; Anz. Wiederholg.: 25;  $T_{Temper} = 85^{\circ}C$ ;  $t_{Temper} = 20\ min$ )

In Abbildung 76 ist ein Beispiel der Dicke der Resistschicht dargestellt, gemessen im Rahmen der Herstellung eines Prototypen. Die Dicke von durchschnittlich  $12\ \mu\text{m}$  verläuft ausreichend homogen mit einer Toleranz im Arbeitsfeld von  $\pm 1\ \mu\text{m}$ . Messungen an mehreren anderen Proben zeigten nahezu identische Verläufe.

### **3.4 Parameterfindung für Laser-Lithografie**

Nachdem mittels Aufsprühen und Tempern homogene Photoresistschichten reproduzierbar erzeugt werden konnten, standen somit Proben für die Parameterfindung des nachfolgenden Prozessschrittes der Laser-Lithografie zur Verfügung. Die Parameterermittlung erfolgte dabei in einer Kombination aus analytischem und empirischem Vorgehen.

Es galt Parameter für zwei Teilprozesse zu definieren: die Belichtung der Resistschicht und die sogenannte Entwicklung. Beim Belichten erfolgen durch einfallendes UV-Licht chemische Umbaureaktionen in dem Teil des Photoresists, der der UV-Strahlung ausgesetzt ist. Der so belichtete Teil des Resists besitzt anschließend eine andere chemische Struktur als der unbelichtete Teil. Beim Entwickeln wird dann der belichtete Teil des Resists aufgrund seiner veränderten chemischen Struktur durch den Entwickler gelöst und anschließend beim Spülen in DI-Wasser rückstandsfrei entfernt.

Gemäß Herstellerangaben wurden Parameter für Belichtung ( $100\ \text{mJ}/\text{cm}^2$  Belichtungsenergie für Schichten der Dicke  $4\ \mu\text{m}$ ) und Entwicklung (Vorgabe Entwicklungszeit) empfohlen. Allerdings konnten diese nicht direkt angewendet werden, da die vorliegenden Resistschichten signifikant dicker als  $4\ \mu\text{m}$  sind und die Entwicklung nicht im sogenannten Bad sondern in einem umlaufenden Fluidstrom erfolgt. Damit war zu erwarten, daß die benötigte Belichtungsenergie der vorliegenden Schichten höher als die Empfohlene ist, während die Entwicklung durch den Fluidstrom deutlich effektiver erfolgt und somit geringere Entwicklungszeit notwendig ist.

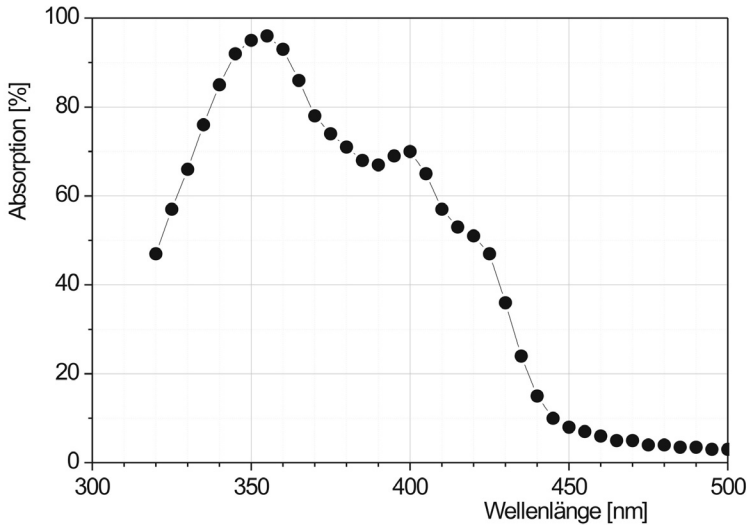
Eine Annäherung der Parameter erfolgte durch meßtechnische Bestimmung der wesentlichen Eigenschaften des Lithografie-Lasers. Anschließend wurde durch Versuche an realen Bauteile eine weitere Verbesserung der Parameter vorgenommen.

### **3.4.1 Belichtung der Resistschicht**

Maßgebliche Größe für die Belichtung eines Photoresists ist die Belichtungsenergie, der die Schicht ausgesetzt werden muß. Wie bereits erwähnt, wird vom Hersteller des Resists eine Energie von  $100 \text{ mJ/cm}^2$  für eine  $4 \mu\text{m}$  dicke Schicht empfohlen. Da Photoresists üblicherweise in der Mikrosystemtechnik auf Siliziumwafern angewendet werden, ist davon auszugehen, daß sich die Empfehlung auf ebenjene Verwendung des Resists auf Siliziumwafern bezieht. Wafer sind fast ideal planar und haben andere Parameter bzgl. Reflexion und Absorption von UV-Licht als der vorliegende Untergrund – Silikonschichten auf runden Metallstabs substraten. Die vorliegenden Resistschichten sind mit ca.  $10 \mu\text{m}$  dicker als die Vorausgesetzten, und die Schichtgeometrie sowie das Trägermaterial führen zu deutlich mehr Lichtstreuung. Somit ist davon auszugehen, daß die benötigte Belichtungsenergie deutlich über der Empfohlenen liegt.

Basierend auf der Belichtungsenergie kann unter Berücksichtigung der Lichtleistung des Lithografie-Lasers die Belichtungszeit abgeschätzt werden. Laut Herstellerangaben des Lasers stehen am Laserausgang mindestens  $30 \text{ mW}$  Lichtenergie zur Verfügung – üblicherweise  $35 \text{ mW}$ , /TOP 01/. Allerdings ist zu berücksichtigen daß alle passiven optischen Systeme zur Lenkung und Bündelung des Strahles auch zu Energieverlusten durch Absorption führen. Selbiges trifft zu, wenn der Strahl lange Wege in Luft zurücklegen muß, was auf den vorliegenden Aufbau allerdings nicht zutrifft.





**Abbildung 77:** Absorptionsgrad des Photoresist in Abhängigkeit von der Wellenlänge; die höchste Empfindlichkeit bzgl. Belichtung des Resists besteht demnach bei ca. 355 nm, der effektive Arbeitsbereich ist ca. 320..430 nm

Da der Laser nicht unmittelbar an die Anlage zur Herstellung der Sonden angekoppelt werden konnte, wird zur Heranführung des Strahles ein Lichtleitkabel verwendet. Auch wenn dieses aus UV-Licht-durchgängigem Quarzglas gefertigt wurde, ist mit deutlichem Lichtleistungsverlust aufgrund Absorption zu rechnen. Weiterhin wurde die Fokussierung des Strahles mittels einfachen Sammellinsen in betracht gezogen, um die Auflösung des Lithografie-Prozesses zu verbessern. Daraus ergeben sich drei mögliche Kombinationen der optischen Elemente, die zum Einsatz kommen könnten:

1. Der Laserstrahl wird durch das Lichtleitkabel an die Anlage heran-geführt und direkt auf die Resistoberfläche geleitet. Der Durchmesser

des Laser-Lichtflecks auf der Resistoberfläche reicht aus, um die gewünschten Resiststrukturen darzustellen.

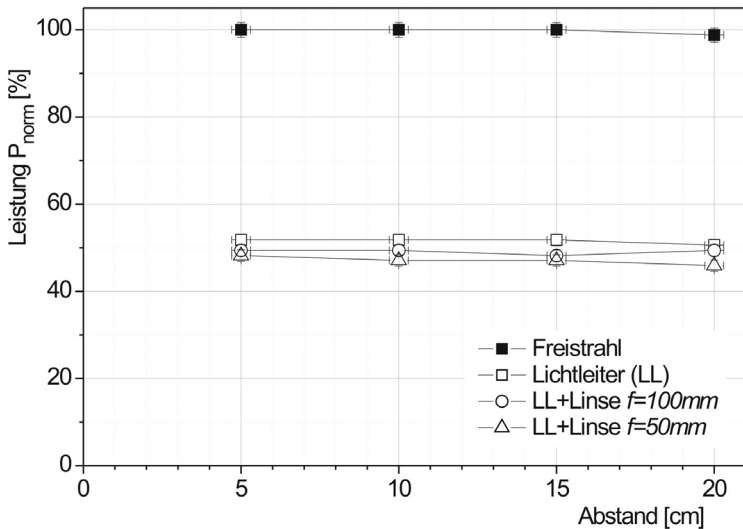
2. Der Laserstrahl wird durch das Lichtleitkabel an die Anlage herangeführt und mittels einer Sammellinse (Brennweite  $f = 100 \text{ mm}$ ) auf die Resistoberfläche fokussiert.
3. Der Laserstrahl wird durch das Lichtleitkabel an die Anlage herangeführt und mittels einer Sammellinse (Brennweite  $f = 50 \text{ mm}$ ) auf die Resistoberfläche fokussiert.

Für alle drei Kombinationen wurde die am Ausgang, d.h. auf der Resistoberfläche, zur Verfügung stehende Laserlichtleistung gemessen und mit der Leistung des freien Laserstrahls am Ausgang des Lasers verglichen. Die Messung erfolgte mittels *Newport Power/EnergyMeter Model1825-C* und dem Meßkopf *SensorModel 818-SL*. Der Meßkopf verfügt über einen ausreichend großes Meßfeld um den gesamten Laserlichtfleck zu erfassen. Die lokalen Unterschiede im Modenprofil des Lasers werden damit durch Integration der Leistung über der Fläche des gesamten Meßfeldes berücksichtigt. Der Meßkopf wurde um ca.  $5^\circ$  gegen die optische Achse des Strahlenganges gekippt um Rückreflexionen des Laserlichtes in den Laser hinein zu verhindern. Die Rückreflexionen könnten zu Schwankungen der emittierten Leistung führen.

Um mit dem Meßkopf, welcher auf eine Wellenlänge von  $632 \text{ nm}$  kalibriert war, eine Leistungsbewertung des Laserlichtes (Wellenlänge von  $325 \text{ nm}$ ) durchführen zu können, wurden die gemessenen Werte der drei untersuchten optischen Systeme auf die gemessene Leistung des Freistrahles am Ausgang des Lasers normiert. Die Ergebnisse sind in Abbildung 78 dargestellt.

Erwartungsgemäß sinkt die zur Verfügung stehende Leistung mit dem zurückgelegten Lichtweg, dabei spielt die Absorption in Luft nur eine geringe Rolle, der geringe Leistungsabfall im Abstand  $20 \text{ cm}$  ist nicht signifikant und eher auf Streueffekte zurückzuführen. Hingegen wird beim Durchgang des

Strahles durch die Glaskomponenten ein signifikanter Anteil des Laserlichts absorbiert. Der höchste Verlust tritt erwartungsgemäß durch das Lichtleitkabel auf, welches fast 50% der Ausgangsleistung absorbiert. Ursache dafür ist der verglichen mit den Linsen extrem lange Lichtweg – der Transmissionsgrad der verwendeten Gläser ist im Bereich der Laserwellenlänge sicherlich vergleichbar. Beim Strahldurchgang durch die Linsen treten nur noch geringe Verluste auf, wobei die Linse mit kürzerer Brennweite aufgrund ihrer größeren Dicke mehr Licht absorbiert.

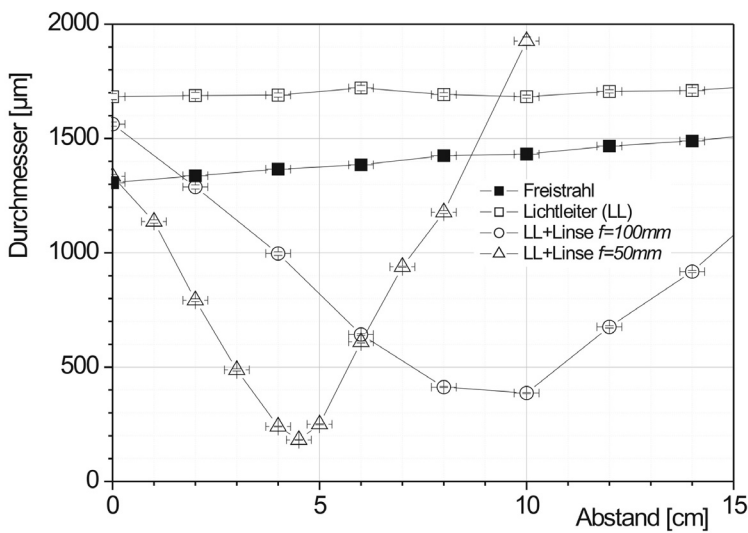


**Abbildung 78:** Normierte Leistung des Laserstrahles in Abhängigkeit vom Abstand zwischen Optik und Meß- oder Projektionsebene; Laser ohne zus. optische Elemente – Freistrah, Strahl nach Auskopplung aus Lichtleitkabel – Lichtleiter, Strahl nach Auskopplung aus Lichtleiter mittels Linse fokussiert –  $f = 100\text{ mm}$  und  $f = 50\text{ mm}$

In Summe ist festzustellen, daß der Laserstrahl nach dem Durchgang durch eines der beiden optischen Systeme mit Linse noch über ca. 45..50% seiner

ursprünglichen Lichtleistung verfügt. Dieser Wert kann zur Abschätzung der Belichtungsenergie bzw. -zeit herangezogen werden.

In einem zweiten Schritt wurde mittels *DATA RAY BeamScope Phase 5* und der Meßfassungs- und Auswerte-Software *BeamScope v5.10* der Laserstrahldurchmesser für alle drei Kombinationen in Abhängigkeit vom Abstand vermessen. Das Meßgerät verfügt über einen automatisch-ausfahrenden Sensorkopf, der beim orthogonalen Durchfahren des Strahls die lokale Lichtleistung erfaßt, so daß ein Leistungsprofil des Strahls erstellt wird. Auf diese Weise lassen sich auch die Abmessungen des Strahles ermitteln. Die Ergebnisse der Durchmesserbestimmung sind in Abbildung 79 dargestellt.



**Abbildung 79:** Durchmesser des Laserstrahles in Abhängigkeit vom Abstand zwischen Optik und Meß- oder Projektionsebene; Laser ohne zus. optische Elemente – Freistrah, Strahl nach Auskopplung aus Lichtleitkabel – Lichtleiter, Strahl nach Auskopplung aus Lichtleiter mittels Linse fokussiert –  $f = 100\text{ mm}$  und  $f = 50\text{ mm}$

Gemäß der Messergebnisse des Freistrahles hat der Laser einen Strahldurchmesser von ca. 1,3 mm am Ausgang und eine Divergenz von ca. 2,6 mrad – diese Werte stimmen gut mit den Herstellerangaben überein: < 1,9 mm und 2,5 mrad. Wird nur der Lichtleiter als optisches System verwendet, ergibt sich ein Strahldurchmesser von ca. 1,7 mm bei einer Divergenz von 1 mrad. Bei zusätzlicher Verwendung der Linsen ergeben sich die kleinsten Strahldurchmesser im jeweiligen Fokuspunkt mit ca. 400  $\mu\text{m}$  ( $f = 100 \text{ mm}$ ) und ca. 180  $\mu\text{m}$  ( $f = 50 \text{ mm}$ ). Auch wenn die Linse mit Brennweite  $f = 50 \text{ mm}$  bezüglich einer möglichst hohen Auflösung des Verfahrens die bessere Alternative darstellt, wurde entschieden, die Linse mit Brennweite  $f = 100 \text{ mm}$  zu verwenden. Dies ist dem geringen Bauraum geschuldet, der unmittelbar am Substratstab zur Verfügung steht. Bei Verwendung der Linse mit kürzerer Brennweite könnte das gesamte optische System nicht stationär installiert werden, weil sonst bei anderen Prozeßschritten Kollisionen mit beweglichen Komponenten auftreten.

Mit den ermittelten Werten für Strahldurchmesser und Lichtleistung läßt sich die Belichtungszeit abschätzen. Laut Herstellerempfehlung für dünne Schichten (4  $\mu\text{m}$ ) muß das Resist mit 100  $\text{mJ}/\text{cm}^2$  Lichtenergie bestrahlt werden. Ein Laserstrahl mit dem Durchmesser 400  $\mu\text{m}$  belichtet eine Fläche von  $1,26 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^2$ . Diese Fläche muß also gemäß Herstellerempfehlung mit mindestens 126  $\mu\text{J}$  Lichtenergie belichtet werden. Bei einer durchschnittlichen Lichtleistung des Laserstrahles von 50% der nominellen Leistung – gemäß Herstellerangaben ca. 30  $\text{mW}$  – wird die benötigte Lichtenergie in weniger als 9 ms aufgebracht.

Soll der Laserstrahl zum Belichten einer größeren Fläche in Bahnen über die Resistoberfläche geleitet werden, muß jeder Punkt der Fläche mind. 9 ms dem Laserlicht ausgesetzt sein. Die maximale Geschwindigkeit des Laserlichtflecks auf der Resistoberfläche beträgt somit 44  $\text{mm}/\text{s}$ . Diese Geschwindigkeit liegt

deutlich über den maximalen Verfahrensgeschwindigkeiten der Antriebe des Substratstabes.

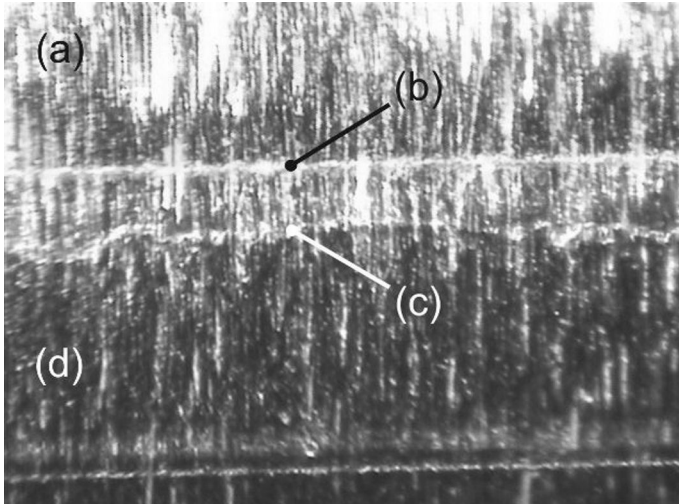
Wie bereits erwähnt, übersteigen die Schichtdicken der gesprühten Resistschicht mit  $10\ \mu\text{m}$  deutlich die Schichtdicken, denen die Belichtungsempfehlung des Resistherstellers gilt. Um wirksame Parameter für den Lithografie-Prozeß der Anlage zur Sondenherstellung zu definieren, mußten praktische Versuche durchgeführt werden. Diese erfolgten in Kombination mit der Parametersuche für die Entwicklung der Resistschicht.

### **3.4.2 Entwickeln und Spülen der Resistschicht**

Die weiteren Arbeiten zur Ermittlung der Parameter für Belichtung und Entwicklung der Resistschicht erfolgten direkt auf der Anlage unter Nutzung der zuvor getroffenen Abschätzungen. Zu diesem Zweck wurden mit dem Laser axial verlaufende Linien auf die mit Silikon und Resist beschichteten Substratstäbe belichtet – unter Variation der Verfahrensgeschwindigkeit des Substratstabes. Beim Entwickeln der so belichteten Stäbe wurde mit Bad- und Spülentwicklung experimentiert. Es zeigte sich, daß Spülentwicklung nicht nur eine deutlich kürzere Entwicklungszeit benötigt sondern auch zu homogeneren Ergebnissen führt. Die verwendete Entwicklerlösung wurde gemäß der Herstellerempfehlung angesetzt, die Lösungskonzentration wurde nicht verändert.

In Abbildung 80 und Abbildung 81 sind Beispiele belichteter und entwickelter Resistschichten dargestellt. Die Grenze zwischen belichtetem und unbelichtetem Bereich der Resistschicht ist im Lichtmikroskop gut als nahezu ideale gerade Linie zu erkennen. Ebenfalls gut zu sehen ist ein Übergangsbereich mit unregelmäßig verlaufender Grenze, der sich bei unvollständiger Entwicklung der belichteten Zone ausbildet. Ziel der Versuche war es somit, einen Parametersatz zu definieren, der bei Strukturierung der Resistschicht zur Ausbildung scharfer Übergänge mit geradem Grenzverlauf führt. Der gesuchte

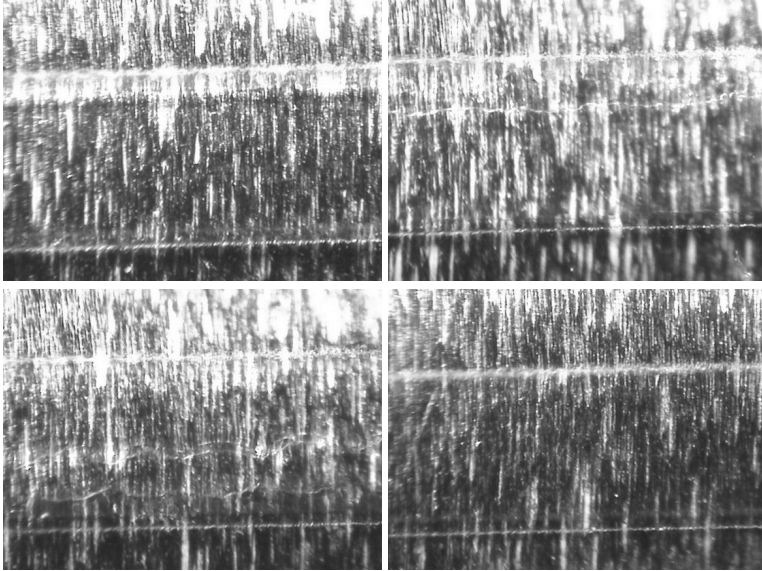
Arbeitspunkt wurde durch Paramtervariation zielgerichtet angenähert und die Ergebnisse im Lichtmikroskop bewertet. Für die Belichtung wurde eine Verfahrensgeschwindigkeit des Substratstabes von 2,5 mm/s bei ortsfestem Laserstrahl als optimal ermittelt – so wird eine kontinuierliche Bewegung des Laserlichtflecks auf der Resistschicht erzeugt.



**Abbildung 80:** Belichtete und entwickelte Resistschicht – 80-fache Vergrößerung; Belichtung mit einzelner, axialer Linie; Verfahrensgeschw. Substrat in z-Richtung: 10 mm/s; Linienbreite entspr. Strahl-Ø; Badentwicklung: 5 min; (a) unbelichteter Bereich, (b) nahezu ideal geradlinige Grenzlinie zw. unbelichtetem und belichtetem Bereich, (c) Grenzlinie zw. unvollst. und vollständig entwickeltem Bereich verläuft stark schwankend, (d) vollständig belichteter und entwickelter Bereich, freiliegende Silikonschicht

Für die Entwicklung durch Überspülen des Substratstabes inkl. Resistschicht wurde eine Entwicklungszeit von 4 min als optimal ermittelt. Vermessungen der Breite der belichteten Linienstrukturen ergaben einen Wert von 450 µm. Die Breite liegt damit ca. 10% über dem gemessenen Durchmesser des Laserstrahls. Dies ist möglicherweise auf Reflexion und demzufolge Streuung des Laserlichts auf der Substratstaboberfläche zurückzuführen. Die gemessene

Linienbreite wurde als Auflösungsgrenze des Verfahrens bei allen weiteren Versuchen, insbesondere zur Erzeugung komplexer Strukturen, berücksichtigt.

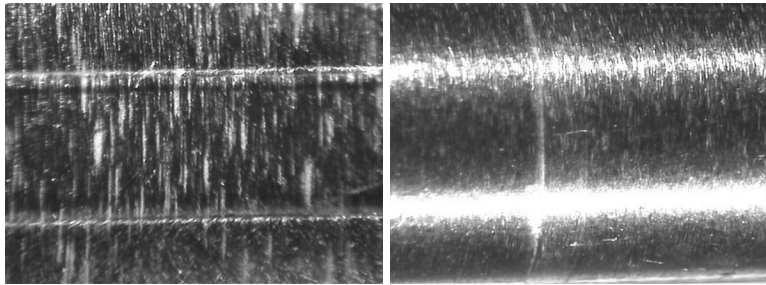


**Abbildung 81:** Belichtete und entwickelte Resistschicht – 64-fache Vergrößerung; konstante Verfahrensgeschwindigkeit bei Belichtung – Variation der Entwicklungszeit; (o.l.) im belichteten Bereich fast vollst. freiliegende Silikonschicht, Grenzlinie aber unregelmäßig; (o.r.) größerer Übergangsbereich mit Resten an Resist, vgl. Abbildung 80; (u.l.) nur kleiner Bereich mit freiliegender Silikonschicht, sehr unregelmäßig; (u.r.) Belichtungsgrenzen noch gut zu erkennen, aber kaum Resist beim Entwickeln gelöst, Resistschicht noch geschlossen

Um die Resistschicht komplexer zu strukturieren – nicht nur axiale Linien – wurde ein "Abzeilen" der Resistoberfläche mittels Laser favorisiert. Dabei verlaufen die Zeilen in Umfangsrichtung auf dem beschichteten Substratstab. Die Zeilenhöhe entspricht dabei maximal dem Durchmesser des Laserlichtflecks bzw. dem Durchmesser der kreisrunden Resiststruktur, welche nach statischer singulärer Belichtung mit dem Laserstrahl erhalten wird.



Die Verfahrensgeschwindigkeit in z-Richtung von 2,5 mm/s, die als optimal für die Belichtung mit dem Laserstrahl ermittelt wurde, läßt sich unter Berücksichtigung des Kreisumfangs der Resistschicht in eine Rotationsbewegung des Drehantriebs des Substratstabes umrechnen. Zur Belichtung einer Zeile auf dem Substratstab ist demnach eine Drehgeschwindigkeit von 90°/s optimal. Durch Kontrollversuche konnte dies bestätigt werden. Abbildung 82 zeigt vollständig belichtete und entwickelte Resiststrukturen im Vergleich: einmal als axiale Linie, belichtet durch Verfahren des Substratstabes in z-Richtung bei auftreffendem Laserstrahl und dann als Linie (Zeile) in Umfangsrichtung des Stabes, belichtet durch Rotation des Stabes bei auftreffendem Laserstrahl.



**Abbildung 82:** Belichtete und entwickelte Strukturen: (l.) axiale Linie in 64-facher Vergr., (r.) Zeile in Umfangsrichtung in 20-facher Vergr.; Belichtung und Entwicklung vollst., scharfe und gerade Begrenzungslinien; Linienbreite: 450 µm

Die ermittelten Parameter für Belichtung und Entwicklung der Resistschicht wurden als voreingestellte Werte in der Steuersoftware der Anlage zur Sondenherstellung hinterlegt.

Für das Spülen wurden die selben Werte (hauptsächlich: Zeitdauer) hinterlegt wie für das Entwickeln. Zweck des Spülers ist es, die auf der Resistoberfläche verbliebenen Entwicklerreste zu entfernen. Diese Reste an Entwicklerlösung sind auf der Resistoberfläche auch nach dem eigentlichen Entwicklungsschritt chemisch aktiv und können somit zur lokalen Nachentwicklung führen, z.B.

Anlösen unbelichteter Resistbereiche. Das Spülen mit DI-Wasser erfolgt unmittelbar nach dem Entwickeln und wird für die selbe Zeitdauer durchgeführt wie das eigentliche Entwickeln. Damit werden Entwicklerreste zuverlässig entfernt. Es kann davon ausgegangen werden, daß auch eine kürze Zeitdauer ausreichen würde.

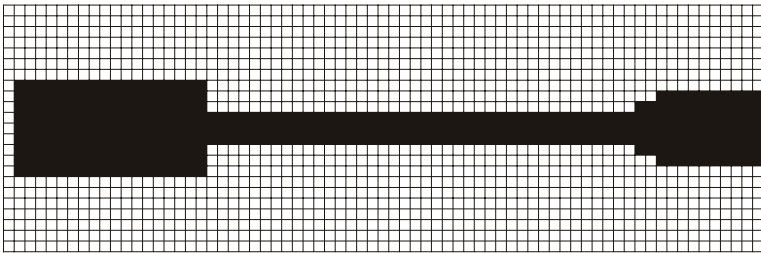
## **4 Herstellung und Funktionstest einer Fluidkammer eingebettet im Mantel eines Silikon-Hohlzylinders**

Wie in Kapitel 2.2.1 beschrieben, soll die Sonde aus einem Hohlzylinder aus Elastomer bestehen, in dessen dünnwandigen Zylindermantel Fluidkammern inkl. entsprechender Zuläufe integriert sind. Werden diese Fluidkammern im Einsatz zyklisch mit Druck beaufschlagt, erfolgt eine ebenso zyklische Expansion der Kammern, die in Summe aller Kammern zur wurmartigen Bewegung der Sonde führt. Ausgehend davon wurde ein Prototyp entworfen und gefertigt, welcher aus einem Hohlzylinder aus Elastomer mit integrierter Fluidkammer mit Zulauf (Fluidkanal) und Schlauchanschluß besteht, um die prinzipielle Funktion des Verfahrens und der Anlage zu zeigen.

Auf einem Substratstab wurden gemäß der Verfahrensschritte und Parameter, die in den Kapiteln 3.1 bis 3.4 beschrieben sind, zuerst eine Trennschicht aus Photoresist, darauf eine Schicht aus Silikonelastomer und darauf wiederum eine strukturierbare Photoresistschicht erzeugt. Die außenliegende Photoresistschicht wurde anschließend mittels Laserlicht strukturiert. Die Belichtungsmatrix, welche von der Steuerungssoftware gelesen und verarbeitet wurde, um das Resist strukturiert zu belichten, ist in Abbildung 83 dargestellt.

Die Erstellung der Matrix erfolgte ausgehend vom Durchmesser des Laserpunktes auf der Resistoberfläche ( $\varnothing$  450  $\mu\text{m}$ , siehe Kap. 3.4.2) und dem Umfang des beschichteten Substratstabes (Stabdurchmesser + ca. 100  $\mu\text{m}$  Silikonschicht + ca. 12  $\mu\text{m}$  Resistschicht). Der so erhaltene Stabumfang entspricht einer Strecke aus 22,5 bzw.  $\approx$  23 aneinandergereihten Laserpunkten. Eine Zeile der Matrix besteht somit aus 23 Informationsbits bzgl. Belichtung oder Nichtbelichtung.

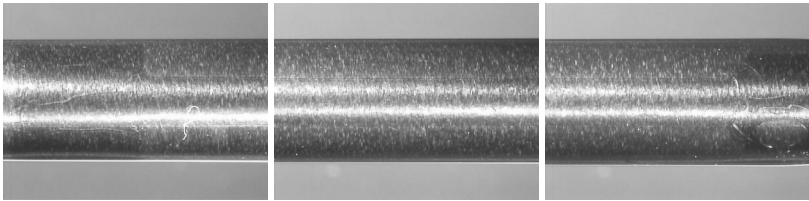
Die Verarbeitung der Matrixinformationen durch die Steuerungssoftware erfolgt in umgekehrter Reihenfolge. Die Gesamtanzahl der Bits einer Zeile wird einer kompletten Umdrehung des Substratstabes zugeordnet, d.h. auf  $360^\circ$  aufgeteilt. Vorteil der Steuerung mittels Winkelvorgaben ist, daß die Steuerung unabhängig vom Durchmesser des beschichteten Substratstabes erfolgt. Schwankungen des Durchmessers im Bereich der Fertigungstoleranzen, haben somit keinen Einfluß auf die Symmetrie bzw. die Verteilungsverhältnisse der Strukturierung. Wenn auf dem Umfang drei Kammern zu erzeugen sind, von denen jede die Breite eines Sechstels des Umfangs haben soll, werden diese Verhältnisse exakt nachgebildet, d.h. alle Kammern sind gleich groß, symmetrisch verteilt und haben eine Breite von ca. einem Sechstel des Umfangs.



**Abbildung 83:** Belichtungsmatrix zur Erzeugung eines Prototyps: Fluidkammer (l.) mit Zulauf (M.) und Schlauchanschluß (r.); Matrix zur besseren Darstellung um  $90^\circ$  gedreht, d.h. Belichtungszeilen verlaufen hier von unten nach oben; jedes Karo entspricht einem Bit; weiß = 0 =belichtet, schwarz = 1 = unbelichtet

In Abbildung 83 repräsentiert ein Bit ein Winkelsegment von  $15,7^\circ$ . Bezogen auf den Durchmesser des beschichteten Substratstabes entspricht das einer Bogenlänge von  $440 \mu\text{m}$  – kleiner als der Durchmesser des Laserpunktes. Durch Rundung bei Umrechnung von Umfang und Anzahl an Laserpunkten entstehen zwangsläufig Abweichungen, die die Abbildungsgenauigkeit kleiner und komplexer Strukturen einschränken bzw. welche beim Entwurf der Struktur berücksichtigt werden müssen.

Die Zeilenhöhe kann der Steuerungssoftware vom Bediener vorgegeben werden, sollte aber immer kleiner als der Laserpunktdurchmesser gewählt werden. Ansonsten verbleibt jeweils zwischen zwei belichteten Zeilen ein Steg unbelichteten Resists. Im konkreten Fall wurde die Zeilenhöhe in allen Versuchen auf  $225\ \mu\text{m}$  gesetzt. Das entspricht dem halben Laserpunktdurchmesser und führt bei zwei benachbarten Zeilen zu 50%-iger Überdeckung. Einerseits sollte dadurch das Verbleiben von Resistresten auf belichteten Flächen mit hoher Sicherheit vermieden werden. Andererseits sollte es das "Ausfransen" axial verlaufender Kanten der unbelichteten Bereich mindern. Darauf wird im folgenden noch bezug genommen.



**Abbildung 84:** Prototyp in 10-facher Vergr.; Hohlzylinder aus Silikonelastomer mit integrierter Struktur aus Photoresist, welches als Platzhalter für Fluidkammer (l.) mit Zulauf (M.) und Schlauchanschluß (r.) dient

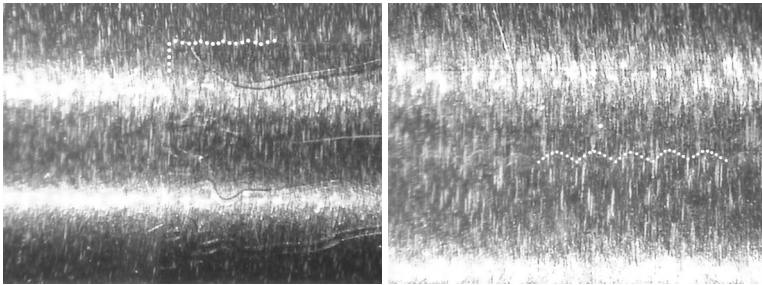
Gemäß Vorgabe der Belichtungsmatrix weist die Fluidkammer eine Länge von 3,83 mm bei einer Breite von 3,98 mm auf. Die Breite des geplanten Zulaufs beträgt 1,33 mm.

Nach Entwicklung, Spülen und Trocknen der strukturierten Resistschicht wurde eine weitere Schicht aus Silikonelastomer auf der Oberfläche des beschichteten Substratstabes erzeugt. Dadurch ist die strukturierte Resistschicht komplett von Silikonelastomer umschlossen. Das so erhaltene Verbundteil ist in Ausschnitten in Abbildung 84 zu sehen – noch auf dem Substratstab befindlich. Durch Vermessung im Lichtmikroskop wurde die Länge der Fluidkammer mit 3,83 mm und die Breite des Zulaufs mit 1,43 mm bestimmt. Die Breite der Fluidkammer kann aufgrund der Krümmung der

Oberfläche des Zylinders nicht ermittelt werden. Während die Länge der Fluidkammer ausgehend von der Belichtungsmatrix sehr exakt abgebildet wird, zeigt die Breite des Zulaufs ca. 8% Abweichung auf. D.h. in axialer Richtung erzielt das Verfahren eine sehr hohe Genauigkeit, während in Umfangsrichtung von Abweichungen auszugehen ist. Die Ursachen der Abweichungen in Umfangsrichtung liegen darin, daß

- die absolute Ausdehnung der Strukturen in Umfangsrichtung direkt vom Durchmesser des beschichteten Substratstabes abhängt.
- die axial-verlaufenden Strukturgrenzen einen welligen Verlauf aufweisen, so daß keine exakte Abgrenzung für die Messung der Strukturbreite möglich ist, siehe Abbildung 85.

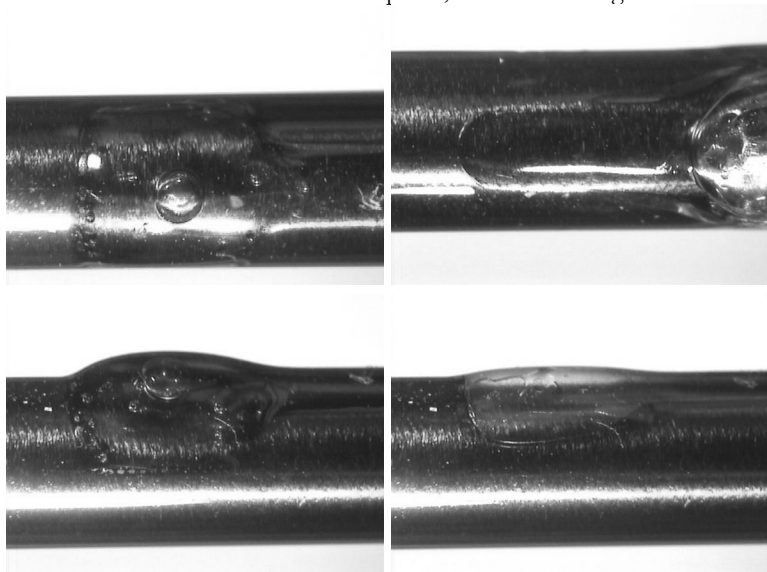
In Summe aller Toleranzen von Stabdurchmesser und Schichtdicken kann der Gesamtdurchmesser um mehr als 100 µm vom angenommenen Mittelwert abweichen. Diese Abweichung von > 3% überträgt sich direkt auf die Strukturausdehnung in Umfangsrichtung.



**Abbildung 85:** Prototyp in 20-facher (l.) und 32-facher Vergr. (r.); deutlich zu erkennen sind die regelmäßig-gewellten Verläufe der waagerechten Grenzlinien (siehe Punktlinien); insbesondere bei 32-facher Vergr. erkennt man, daß es sich dabei um das Abbild aneinandergereihter kreisrunder Laserpunkte handelt

Bei vergrößerter Betrachtung zeigt sich der wellige Verlauf der Strukturgrenze als direktes Abbild aneinander-gereihter Laserpunkte, d.h. der Endpunkte der Bahnen des zeilenweisen Belichtens.

Nach erfolgter Fertigstellung des Prototyps wurde das Ende des Hohlzylinders im Bereich des vorgesehenen und als Resiststruktur abgebildeten Schlauchanschlusses abgetrennt. Das unbelichtete Resist ist dadurch im Bereich des Schlauchanschlusses zugänglich und kann lokal mittels Lösungsmittels AR 300-12 entfernt werden. In den offenliegenden Schlauchanschluß wurde ein Schlauchende eingeklebt – im konkreten Fall eine Metallkanüle mit angeschlossenem Silikonschlauch. Über den Schlauchanschluß konnte weiter Lösungsmittel in die Struktur eingefüllt werden, um schrittweise das unbelichtete Resist zu lösen und auszuspülen, siehe Abbildung 86.



**Abbildung 86:** Lösen des verbliebenen, unbelichteten Resists durch Einfüllen des Lösungsmittels (LM) AR 300-12 in die Kammerstruktur in 10-facher Vergr.; (o.r.) Ausbreitung des LM im Zulauf bis (o.l.) zum Erreichen und Ausbreiten in der Fluidkammer, (u.l.) Fluidkammer mit LM gefüllt und leicht expandiert und (u.r.) nach Absaugen des LM

Abschließend wurde die Struktur aus Fluidkammer mit Zulauf und Schlauchanschluß mit DI-Wasser gespült, um Lösungsmittel- und Resistreste

zu entfernen. Lichtmikroskop-Aufnahmen während des Befüllens mit Lösungsmittel als auch beim Spülen zeigen, daß bei allen Schritten immer auch Luftblasen in der Struktur zugegen sind, siehe Abbildung 86 und folgende. Diese Luftblasen sind wahrscheinlich die Ursache, daß der Prototyp auch nach dem Spülen Anzeichen von Resistresten zeigt. Die mechanische Funktion des Prototyps wurde dadurch allerdings nicht eingeschränkt.

Nach dem Entfernen des Resists aus der Kammerstruktur wurde die Trennschicht aus Resist zwischen Substratstab und erster Silikonschicht ebenfalls unter Nutzung des Lösungsmittels gelöst, so daß der Silikonhohlzylinder vom Substratstab abgezogen werden konnte. Anschließend wurden Funktionstests mit dem Prototyp durchgeführt.

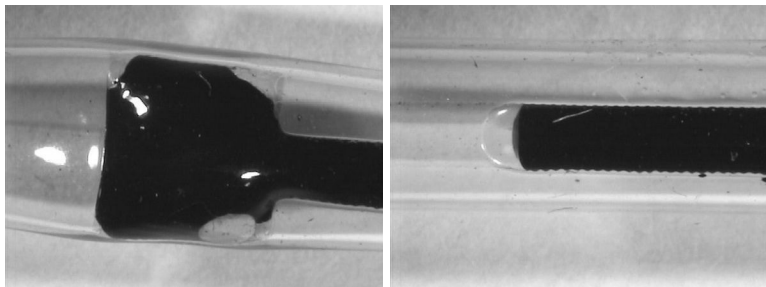
Die vorgesehene Funktion des Prototyps besteht im Gegensatz zur Sonde nicht im Erzeugen einer Fortbewegung durch zyklische Expansion einer ganzen Reihe an symmetrisch angeordneten Fluidkammern. Aufgabe des Prototyps ist lediglich der Nachweis, daß ein Sondenaufbau mittels des beschriebenen Verfahrens und der entwickelten Anlage möglich ist. Bei dem gefertigten Prototyp galt es also zu testen, inwiefern die enthaltene Fluidkammer über den Zulauf mit Fluid gefüllt und durch weiteren Zustrom von Fluid expandiert werden kann. Dabei sollten die Elemente dicht bleiben, d.h. keine Leckage auftreten. Und es sollte keine Trennung der Silikonschichten auftreten, d.h. das Fluid darf sich nicht über die Geometriegrenzen der ursprünglichen Resiststruktur hinaus zwischen den Silikonschichten ausbreiten.

Um die Funktion des Prototyps zu testen, wurde die Fluidkammer über den Zulauf und angeschlossenen Schlauch mit Wasser gefüllt, siehe Abbildung 87. Für die peristaltische Sonde ist ein Antrieb mittels steriler, isotonischer Kochsalzlösung vorgesehen, der Prototyp wurde hingegen mit DI-Wasser getestet, welches mit einem Farbstoff versetzt wurde. Die geringen physikalischen Unterschiede zwischen beiden Flüssigkeiten haben mit hoher



Wahrscheinlichkeit keinen Einfluß auf das Verhalten des Prototyps bzw. der Sonde. Die Einfärbung des DI-Wassers wurde vorgenommen, um die Verformung der Kammer und evtl. auftretende Leckage besser beobachten zu können.

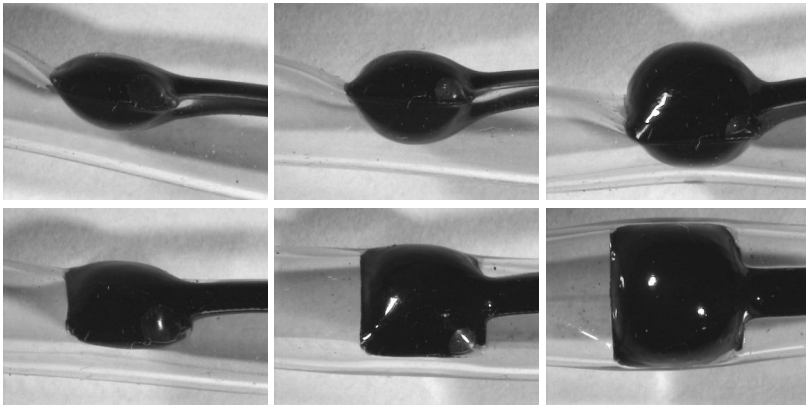
Abbildung 87 zeigt das Befüllen von Zulauf und Fluidkammer mit Wasser. Dabei treten wie bereits beim Lösen des Resist und Spülen Luftblasen auf – schon beim Einfüllen schiebt der Fluidstrom im Zulauf eine Luftblase vor sich her. Ursache dafür sind Lufteinschlüsse im Zuleitungsschlauch, die nicht vollständig entfernt werden konnten und Lufteinschlüsse an der Klebestelle des Schlauchanschlusses.



**Abbildung 87:** Befüllung der Teststruktur mit eingefärbtem DI-Wasser in 10-facher Vergr.; deutlich sichtbar sind Luftblasen, die in die Struktur eingeschlossen sind, weiterhin sichtbar sind Reste an Resist (braune Färbung), die offensichtlich bei der Herstellung durch das Spülen nicht vollständig entfernt wurden

Ebenfalls gut zu erkennen ist die wellige Grenzlinie der ehemaligen Resiststruktur, Abbildung 87 rechts. Da das Wasser im Zulauf bis in diese wellige Struktur hinein eindringt und sie sichtbar macht, ist davon auszugehen, daß das Resist auch in diesen feinen Strukturen sehr gut gelöst und entfernt wurde. Weiterhin zeigt es, daß die Silikonschichten außerhalb der durch Resist getrennten Flächen eine feste Verbindung eingehen und sich nicht voneinander lösen.

Abbildung 88 zeigt schließlich die Fluidkammer bei Druckbeaufschlagung bzw. bei stetig steigendem Zustrom an Wasser. Wie vorgesehen, tritt eine Expansion bzw. Verformung der Kammer auf. Aufgrund der relativ gleichen Schichtdicken von innerer und äußerer Silikonelastomerschicht findet die Verformung nach innen und außen im getesteten Verformungsbereich relativ gleich statt.

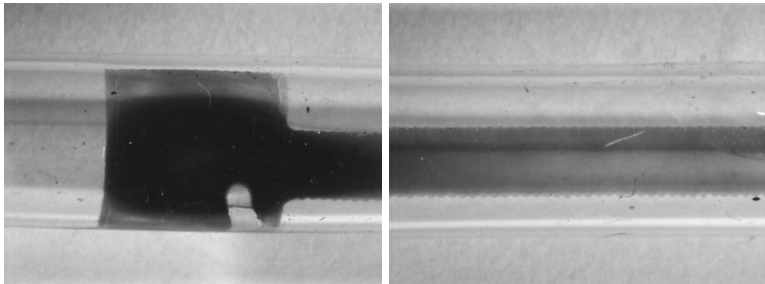


**Abbildung 88:** Expansion der Fluidkammer bei Druckbeaufschlagung mittels gefärbtem Wasser in 10-facher Vergr.; die gleichmäßige Verformung der oberen und unteren Silikonschicht zeigt, daß offensichtlich keine lokalen Inhomogenitäten in den Schichten vorliegen

Fluidkammer, Zulauf und Schlauchanschluß waren bei allen Belastungszuständen bis hin zur extremen Verformung der Fluidkammer dicht – siehe Abbildung 88, oben und unten rechts. Es wurden keine Anzeichen von Leckagen gefunden. Es wurden weiterhin keine Schäden, wie z.B. ein Ablösen der beiden Silikonschichten voneinander oder ein Auftreten von Rissen, am Prototyp beobachtet.

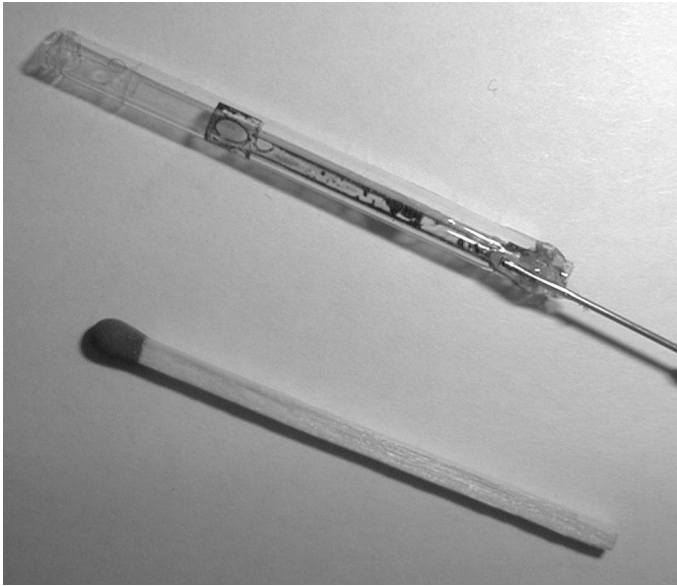
Nach dem Absaugen des Wassers ging die Verformung der Kammer und des Zulaufs fast vollständig zurück und die Struktur wurde erneut auf das Auftreten von Schäden untersucht. Auch dabei zeigte sich, daß der Prototyp

vollständig intakt war, siehe Abbildung 89. Auch mehrfache Wiederholung des Belastungs- und Entlastungszyklus führte nicht zu sichtbaren Schäden bzw. Lecks am Prototypen. Das Verformungsverhalten des Prototypen blieb auch nach mehrfacher Belastung sichtbar gleich.



**Abbildung 89:** Prototyp nach Absaugen des gefärbten Wassers in 10-facher Vergr., die Fluidstruktur weist keine Anzeichen von Schäden auf; insbesondere die weiterhin sehr gute Abbildung der welligen Strukturgrenze des Zulaufs läßt darauf schließen, daß kein Ablösen von oberer und unterer Silikonschicht stattgefunden hat, ansonsten wäre Flüssigkeit zwischen die Schichten eingedrungen und sichtbar

Abbildung 90 zeigt schließlich den Prototyp nach Durchführung und erfolgreichem Abschluß der Funktionstests. Reste an gefärbtem Wasser wurden im Prototyp belassen und nicht ausgespült, damit die Kammerstruktur sichtbar bleibt. Der Größenvergleich zu einem handelsüblichen Streichholz vermittelt schließlich einen Eindruck bzgl. der Miniaturgröße der erzeugten Strukturen.



**Abbildung 90:** Prototyp nach erfolgten Funktionstests – im Größenvergleich zu einem handelsüblichen Streichholz.

## 5 Zusammenfassung und Ausblick

Im Rahmen der Entwicklung einer *Peristaltischen Sonde mit haptischem Sensorarray* wurde eine Struktur in Form eines dünnwandigen Hohlzylinders aus Elastomer mit integrierten Fluidkammern mittels modellbasierter Simulation als Funktionslösung bestimmt. Die vorliegende Arbeit stellt das Verfahren und einen Anlagenprototyp zur Herstellung solcher Elastomerstrukturen dar.

Bei dem vorgestellten Verfahren wird auf einen Metallstab durch Tauchen (Dip-Coating) eine lösbare Trennschicht aus Photoresist aufgebracht. Anschließend wird auf der Trennschicht und ebenfalls durch Tauchen eine erste, die innere Schicht aus Silikonelastomer erzeugt. Diese Silikonschicht wird durch Aufsprühen (Spray-Coating) unter Nutzung spezieller Prozeßparameter mit Photoresist beschichtet, welches anschließend mittels Laser-Lithografie belichtet wird. Nach dem Entwickeln, Spülen und Trocknen verbleiben auf der Oberfläche der Silikonschicht Resiststrukturen, die die späteren Fluidkammern und Zuläufe repräsentieren. Diese Resiststrukturen sind Platzhalter für das innere, später mit Fluid gefüllte Volumen, wenn in einem weiteren Schritt erneut durch Tauchen die äußere Silikonelastomerschicht aufgebracht wird. In Anlehnung an die klassische Gießerei- und an die Mikrosystemtechnik können die Resiststrukturen auch als Opferstrukturen bezeichnet werden. Anschließend wird der entstandene Silikonkörper mit entsprechenden Schlauchzuleitungen verbunden und über diese wird Lösungsmittel zugeführt, welches die Resiststrukturen auflöst. Nach dem Spülen der Kammern und Zuläufe können diese mit dem Arbeitsfluid (z.B. sterile, isotonische Kochsalzlösung) befüllt werden.

Der erste Schritt im Verfahren, das Aufbringen der Trennschicht, unterliegt nur geringen Anforderungen und funktioniert bereits auf dem Anlagenprototyp zuverlässig. In allen Fällen konnte der auf der Trennschicht erzeugte Elastomerkörper einfach entfernt werden, nachdem der Substratstab

kurzzeitig in ein Bad aus Resistlösungsmittel eingelegt wurde. Die Schichtdicke der Trennschicht ist im Vergleich zu den Silikonschichten gering und sie ist ausreichend homogen. Verbesserungsbedarf an diesem Verfahrensschritt besteht somit kaum.

Der zweite Schritt im Verfahren, das Aufbringen der Silikonelastomerschicht, wird in identischer Form auch als fünfter Schritt im Verfahren angewendet. Es erwies sich als problematischster Verfahrensschritt und weist dementsprechend das größte Verbesserungspotential auf. Es konnte nach vielen Versuchen ein Arbeitspunkt bzw. Prozeßfenster definiert werden, so daß mit ausreichender Zuverlässigkeit Silikonschichten der geforderten Schichtdicke erzeugt werden können. Allerdings ist die nutzbare axiale Länge des Silikonkörpers, auf der die Schichten ausreichend homogen sind, derzeit auf ca. 30 mm beschränkt. Außerhalb dieser Zone treten größere Abweichungen auf. Konkrete Vorschläge bzgl. weiterer Untersuchungen des Verfahrens und möglicher Verbesserungen wurden in Kapitel 3.2.4.7 unterbreitet und sollen hier nicht im Detail wiederholt werden. Wesentlich für die Weiterentwicklung ist die Konkretisierung der Anforderungen, z.B. Festlegung notwendiger Toleranzen, zu verwendender Schichtmaterialien und der notwendigen Länge der Sonde.

Der dritte Schritt im Verfahren, das Aufbringen der Photoresistschicht, funktioniert zuverlässig und führt zur Erzeugung homogener Schichten von ca. 12 µm Dicke. Damit wird die Anforderung aus Kap. 3 von ca. 10 µm um 20% überschritten. Im Rahmen der weiteren Sondenentwicklung ist somit zu prüfen, ob dies aus Sicht der Funktion der Sonde akzeptabel ist. Möglicherweise muß die Anforderung sogar nach unten korrigiert werden. In diesem Fall ist weitere Entwicklungsarbeit zur Reduktion der Resistschichtdicke notwendig. Es ist zu erwarten, daß der ebenfalls empirisch gewonnene Parametersatz bei konstruktiven Veränderungen der Baugruppe angepaßt werden muß. Die Versuche zur Adaptierung, der ursprünglich

manuell ermittelten Parameter, auf die automatisierte Sprühgruppe der Anlage haben jedoch eine gute Reproduzierbarkeit und Robustheit des Verfahrensschrittes gezeigt. Es wird also davon ausgegangen, daß weitere Parameteranpassungen mit überschaubarem Aufwand vorgenommen werden können.

Der vierte Schritt im Verfahren, das Belichten und Entwickeln (inkl. Spülen und Trocknen) funktioniert ebenfalls zuverlässig und führt zum Erhalt nutzbarer Resiststrukturen. Die geforderte Auflösung von  $100\ \mu\text{m}$  – für die Breite eines Fluidkanals in Umfangsrichtung – wurde nicht erreicht. Allerdings bestehen inzwischen erhebliche Zweifel, ob ein Fluidkanal mit  $100\ \mu\text{m}$  Breite und  $10\ \mu\text{m}$  Höhe überhaupt für einen effektiven Betrieb der Sonde nutzbar ist, d.h. ob durch diesen Kanalquerschnitt ausreichend Fluidvolumen in begrenzter Zeit bewegt werden kann /Obe 03/, /Obe 07/. Für eine Auflösung von  $100\ \mu\text{m}$  ist eine Verbesserung des optischen Systems zur Fokussierung des Laserstrahles notwendig. Dies kann durch Verwendung eines entsprechenden Objektivs anstatt der einfachen Sammellinse realisiert werden. Zu beachten ist allerdings, daß sich dadurch die zur Verfügung stehende Lichtleistung reduziert und evtl. der Belichtungsparameter *Verfahrgeschwindigkeit* anzupassen ist. Dies läßt sich aber abschätzen, wenn Lichtleistung und Strahlprofil nach Einbau der Optik, wie in Kap. 3.4.1 dargestellt, vermessen und mit den vorhandenen Werten abgeglichen werden.

Die mehrfach dargestellte wellige Kontur der axial verlaufenden Grenzlinien der Resiststrukturen begrenzt ebenfalls die Auflösung des Verfahrens. Dies kann jedoch komplett vermieden werden, wenn die Steuersoftware wie folgt umprogrammiert wird: Statt des bisher verwendeten "Abzeilens" der Resiststruktur kann auf ein mäanderförmiges Abfahren der Resiststruktur umgestellt werden. Dies erfordert einen höheren mathematischen Aufwand bei der Verarbeitung der Belichtungsmatrix, ist jedoch machbar. Es ist sogar davon auszugehen, daß dadurch die Prozeßzeit beim Belichten sinkt. Beginnen

sollte die mäanderförmige Belichtung mit einem absatzlosen Abfahren der Außenkontur der nicht zu belichtenden Resiststruktur. Diese erhält dadurch umlaufende und unabhängig von der Ausbreitungsrichtung wellenfreie Grenzlinien.

Der fünfte Schritt im Verfahren ist das Aufbringen der zweiten äußeren Silikonschicht – siehe oben.

Der sechste und letzte Schritt im Verfahren ist das Anbinden externer Zuleitungen, Auflösen der Resiststrukturen und Spülen der Fluidkammern und –kanäle. Gegebenenfalls kann eine Befüllung des Systems mit dem Arbeitsfluid dazugezählt werden. Die Zuleitungen der Prototypen wurden manuell durch Kleben gekoppelt, was einiges an Geschick erfordert. Eine Automatisierung dieses Schritts ist allerdings an erheblichen Aufwand gebunden und lohnt sich nur bei kommerziellem Einsatz der Systeme mit entsprechenden Stückzahlen. Im vorliegenden experimentellen Stadium ist die manuelle Anbindung das Mittel der Wahl und hat sich auch als unkritisch herausgestellt, d.h. dadurch traten keine Schäden am Bauteil oder mangelhafte Eigenschaften auf. Problematischer ist hingegen das ebenfalls erwähnte Auftreten von Luftblasen im System sowohl beim Lösen des Resists als auch beim Spülen und Befüllen. Dies läßt sich verhindern, wenn die Luft initial durch Anlegen von Vakuum entfernt wird und man anschließend die Sonde komplett in fluidischer Umgebung beläßt. Das heißt, das System und die lösbare Koppelstelle am Zuleitungsschlauch verbleiben auch beim Anschlußwechsel im Fluidbad und es werden nur blasenfreie Schläuche angekoppelt. Zwischenzeitliches Trocknen des Systems, z.B. nach dem Spülen, ist möglich. Die anschließend Befüllung startet wieder mit Evakuierung der Luft im Vakuum. Für eine langfristige Lagerung des Systems im anwendungsbereiten Zustand erscheint es sinnvoll, das System in einem Fluidbad zu lagern, welches identisch mit dem Arbeitsfluid ist. Dadurch wird jegliche Diffusion vermieden, die sonst zum



Verlust von Arbeitsfluid oder Auftreten von Luft in der Fluidstruktur führen könnte.

Der erfolgreiche Test der Prototypen zeigt, daß das entwickelte Verfahren geeignet ist, um dünnwandige Hohlzylinder aus Silikonelastomer mit integrierten Mikrofluidstrukturen zu erzeugen. Damit ist die Basis geschaffen, um eine peristaltische Sonde in Form eines solchen dünnwandigen Hohlzylinders zu entwickeln und herzustellen. Es bedarf weiterer Verbesserungen des Verfahrens verbunden mit Verbesserungen am Anlagenprototyp, um z.B. Reproduzierbarkeit und Genauigkeit zu erhöhen aber auch um Prozeßzeit und notwendigen Bedieneringriff (Rüstzeit) zu vermindern. Sollen signifikante Verbesserungen der Konstruktion des Anlagenprototyps vorgenommen werden, so haben aus Sicht des Autors folgende Punkte das größte Verbesserungspotential bzw. die höchste Priorität:

- Verwendung deutlich längerer und ausreichend gerader Substratstäbe (Länge  $> 20$  mm, Geradheit der Stabachse  $< 10$   $\mu\text{m}$ ) verbunden mit einer konstruktiven Änderung der Stabeinspannung am Drehantrieb, so daß der Stab aus- und wieder eingespannt werden kann, ohne daß eine erneute Justierung des Stabes notwendig ist.
- Verwendung eines deutlich größeren Volumens an Silikonkomponentenlösung auf der Anlage, d.h. größerer Behälter mit besserer Durchmischung der Lösung. Außerdem sollten Behälter und Substratstab beim Beschichten vollständig eingekapselt bzw. von einem Gehäuse umschlossen sein, in dessen Innenraum möglichst alle Umgebungsparameter eingestellt werden können, z.B. Temperatur, Luftfeuchtigkeit und Luftströmung.
- Anmischen der Silikonkomponentenlösung in der Form, daß die beiden Komponenten zuerst und jeweils separat mit dem Lösungsmittel gemischt werden, so daß zwei Lösungen der Komponenten zur Verfügung stehen. Diese Ansätze können lange

(mehrere Tage bis Wochen) vor der eigentlichen Silikonkomponentenlösung hergestellt werden und verfügen durch die Standzeit über eine bessere Homogenität. Dies begünstigt auch die Homogenität der Silikonkomponentenlösung und reduziert deren Herstellzeit.

- Sollte sich der Tauchbeschichtungsprozeß für Silikonelastomere nicht ausreichend verbessern lassen, kann auch eine Sprühbeschichtung mit Silikonkomponentenlösung in betracht gezogen werden. Die Sprühbeschichtung mit Photoresist führt, wie gezeigt, zu ausreichend gleichmäßigen Schichtdicken mit Dickenschwankungen über der Stablänge von ca. 10%. Allerdings ist mit erheblichem Aufwand für die Reinigung eines solchen Sprühsystems zu rechnen.

Wie vergleichbare internationale Arbeiten zeigen, ordnet sich der entwickelte Anlagenprototyp in die Versuche der Mikrostrukturierung von Elastomeren zur Realisierung von miniaturisierten, mobilen Lokomotionssystemen ein. Mit dem Anlagenprototyp sind die im Patent /Pre Pa/ formulierten Ideen erstmalig technisch umgesetzt worden. Wie die kritische Bewertung der Prozeßschritte (s.o.) zeigt, sind bis zu einer ausgereiften Technologie und dem kommerziellen Einsatz einer solchen Anlage weiterführende Arbeiten notwendig.

## Literaturverzeichnis

- /Aba 04/ Abaza, K.; Meier, P.; Oberthür, S.; Preuß, R.; Zeidis, I.; Zimmermann, K.: Biomimetische Bewegungssysteme basierend auf undulatorischer Lokomotion – Entwicklung eines künstlichen Wurms für die Wirbelsäulenchirurgie. Bionik: Innovationsimpulse aus der Natur, Bremen, 29./30. Oktober 2004
- /All 96/ ALLRESIST GmbH: EG-Sicherheitsdatenblatt Verdünner AR 300-12. (1996)
- /All 98a/ ALLRESIST GmbH: EG-Sicherheitsdatenblatt Photoresistserie X AR-P 1200. (1998)
- /All 98b/ ALLRESIST GmbH: Experimentalmusterbeschreibung für die Positiv-Photoresists zur Tauch- und Sprühbeschichtung X AR-P 1200/6 und 1300/6. (1998)
- /All 99/ ALLRESIST GmbH: EG-Sicherheitsdatenblatt Remover AR 300-70. (1999)
- /Als 97/ Alscher, C.; Beyn, W.J.; Wadepuhl, M.: A dynamical model of the leech. Motion Systems, Jena, 29.09.-02.10.1997, S.90-91
- /And 00/ Anderson, J.R.; Chiu, D.T.; Jackman, R.J.; Cherniavskaya, O.; McDonald, J.C.; Wu, H.; Whitesides, S.H.; Whitesides, G.M.: Fabrication of Topologically Complex Three-Dimensional Microfluidic Systems in PDMS by Rapid Prototyping. In: Analytical Chemistry (2000), Vol. 72, S. 3158-3164
- /Aos 93/ Aoshima, S.; Tsujimura, T.; Yabuta, T.: A Miniature Mobile Robot Using Piezo Vibration for Mobility in a Thin Tube. In: Transactions of the ASME, Vol. 115, S. 270-278
- /Ari 01/ Arias, F.; Oliver, S.R.J.; Xu, B.; Holmlin, R.E.; Whitesides, G.M.: Fabrication of Metallic Heat Exchangers Using Sacrificial Polymer Mandrills. In: Journal of Microelectromechanical Systems (2001), Vol. 10, S. 107-112
- /Bai 99/ Bailey, S.A.; Cham, J.G.; Cutkosky, M.R.; Full, R.J.: Biomimetic Robotic Mechanisms via Shape Deposition Manufacturing. In: Robotics Research: The Ninth International Symposium. London: Springer, 2000

- /Bec Pa/ Becker, R.: Aufblasbarer Folienbeutel, insbesondere für Verpackungszwecke und Verfahren zu dessen Herstellung. DE 39 22 802
- /Bee 98/ Beer, R.D.; Chiel, H.J.; Quinn, R.D.; Ritzmann, R.E.: Biorobotic Approaches to the Study of Motor Systems. In: Current Opinion in Neurobiology (1998), Vol. 8, S. 777-782
- /Bho 01/ Bhowmick, A.K.; Stephens, H.L.: Handbook of Elastomers. New York: Dekker, 2001
- /Bie 03/ Biebuyck, H.; Larsen, N.B.; Delamarche, E.; Michel, B.: Lithography beyond light: Microcontact printing with monolayer resists. In: IBM Journal of Research and Development (2003), Vol. 41, S. 159-170
- /Bli 01/ Blickhan, R. et al.: Motion Systems. Aachen: Shaker, 2001
- /Boe Pa/ Boehme, K.; Gawehn, H.; Menges, G.; Mohren, P.: Verlorener Formkern zur Herstellung von Hohlkörpern aus Kunststoff. DE 38 20 574
- /Bor 97/ Borgen, M.; Washington, G.; Kinzel, G.: Design of Swimming Vehicles Using Smart Material Actuation. Mechatronics Forum International Conference, Atlanta, 06.-08. September, 1997
- /Bög 95/ Bögelsack, G.: Nachgiebige Mechanismen in miniaturisierten Bewegungssystemen. 9th World Congress IFToMM, Milano, 1995, S.3101-3104
- /Bög Pa/ Bögelsack, G.: Mechanismus zur Bewegungs- und Kraftübertragung. DE 44 32 253
- /Böh 01/ Böhm, H.: Sonde für die minimal-invasive Wirbelsäulenchirurgie – med. Randbedingungen und ingenieurtechn. Herausforderungen (Vortrag). Forschungskolloquium des Fachgebietes Technische Mechanik (TU Ilmenau), Heyda, 27. Februar 2001
- /Bre 04/ Breisch, S.; de Heij, B.; Löhr, M.; Stelzle, M.: Slective chemical surface modification of fluidic microsystems and characterisation studies. In: Journal of Micromechanics and Microengineering (2004), Vol. 14, S. 497-505
- /Brä 99/ Bräunl, T.: Research Relevance of Mobile Robot Competitions. In: IEEE Robotics and Automation Magazine (1999), Dec., S. 32-37

- /Bri 92/ Brinker, C.J.; Hurd, A.J.; Schunk, P.R.; Frye, G.C.; Ashley, C.S.: Review of sol-gel thin film formation. In: Journal of Non-Crystalline Solids (1992), Vol. 147, S. 424-436
- /Bri 94/ Brinker, C.J.; Hurd, A.J.: Fundamentals of sol-gel dip-coating. In: Journal de Physique III (1994), Vol. 4, S. 1231-1242
- /Brü 03/ Bründel, M.: Titel unbekannt. Ilmenau, TU Ilmenau, Projektarbeit, 2003
- /Car 97/ Carrozza, M.Ch.; Granieri, G.C.; Attanasio, S.D.; Lazzarini, R.; Lencioni, L.; Dario, P.: A Sensorised Robotic System for Computer-Assisted Colonoscopy. IARP - 2nd Workshop on Medical Robotics, Heidelberg, 10-12 November 1997, S.26-33
- /Car 03/ Carrozza, M.Ch.; Arena, A.; Accoto, D.; Menciassi, A.; Dario, P.: A SMA-actuated miniature pressure regulator for a miniature robot for colonoscopy. In: Sensors and Actuators A (2003), Vol. 105, S. 119-131
- /Cha 01/ Chabinyk, M.L.; Chiu, D.T.; McDonald, J.C.; Stroock, A.D.; Christian, J.F.; Karger, A.M.; Whitesides, G.M.: An Integrated Fluorescence Detection System in Poly(dimethylsiloxane) for Microfluidic Applications. In: Analytical Chemistry (2001), Vol. 73, S. 4491-4498
- /Cha 02/ Cham, J.G., Bailey, S.A.; Clark, J.E.; Full, R.J.; Cutkosky, M.R.: Fast and Robust: Hexapedal Robots via Shape Deposition Manufacturing. In: Internat. Journal of Robotics Research (2002), Vol. 21(10-11), S. 869-882
- /Cha 58/ Chapman, G.: The Hydrostatic Skeleton in the Invertebrates. In: Biological Reviews (1958), Vol. 33, S. 338-371
- /Cha 91/ Chaudhury, M.K.; Whitesides, G.M.: Direct Measurement of Interfacial Interactions between Semispherical Lenses and Flat Sheets of Poly(dimethylsiloxane) and Their Chemical Derivates. In: Langmuir (1991), Vol. 7, S. 1013-1025
- /Cha 92/ Chaudhury, M.K.; Whitesides, G.M.: Correlation Between Surface Free Energy and Surface Constitution. In: Science (1992), Vol. 255, S. 1230-1232
- /Cho Pa/ Choy, D.: Self Propelled Conduit Traversing Device. US 3,895,637

- /Chr 72/ Christen, H.R.: Grundlagen der organischen Chemie. Frankfurt: Sauerländer, 1972
- /Cor 03/ Cortez, M.A.: Development of complex cardiovascular models: Using rapid prototyping technology to manufacture silicone molds of a descending aorta and a pig aorta and graft. SHPE National Technical and Career Conference, New Orleans, January 2003
- /Dar 96a/ Dario, P.; Carrozza, M.Ch.; Allotta, B.; Guglielmelli, E.: Micromechatronics in Medicine. In: IEEE/ ASME Transactions on Mechatronics (1996), Vol. 1, S. 137-148
- /Dar 96b/ Dario, P.; Carrozza, M.Ch.; Attanasio, S.D.; Lencioni, L.; Magnani, B.: SMA-Based Pneumatic Mini-Valve For Medical Microrobot System. Workshop on Micromachining, Micromechanics and Microsystems - Micromechanics Europe - MME, Barcelona, 1996, S.212-215
- /Dar 96c/ Dario, P.; Guglielmelli, E.; Allotta, B.; Carrozza, M.Ch.: Robotics for Medical Applications. In: IEEE Robotics & Automation Magazine (1996), Vol. 3, S. 44-59
- /Dar 99/ Dario, P.; Carrozza, M.Ch.; Pietrabissa, A.: Development and In Vitro Testing of a Miniature Robotic System for Computer-Assisted Colonoscopy. In: Computer Aided Surgery (1999), Vol. 4, S. 1-14
- /Dar 00/ Dario, P.; Carrozza, M.Ch.; Marcacci, M.; Attanasio, S.D.; Magnani, B.; Tonet, O.; Megali, G.: A Novel Mechatronic Tool for Computer-Assisted Arthroscopy. In: IEEE Transactions on Information Technology in Biomedicine (2000), Vol. 4, S. 15-29
- /Dar 03a/ Dario, P.; Carrozza, M.Ch.; Benvenuto, A.; Menciassi, A.: Microsystems in biomedical applications. In: Journal of Micromechanics and Microengineering (2003), Vol. 10, S. 235-244
- /Dar 03b/ Dario, P.; Ciarletta, P.; Menciassi, A.; Kim, B.: Modelling and Experimental Validation of the Locomotion of Endoscopic Robots in the Colon. In: Journal of Micromechanics and Microengineering (2003), Vol. 1, S. 445-454
- /Dau Pa/ Daum, W.: Steuerbarer Instrumentenkanal. DE 44 08 730 (1995)

- /Del 97a/ Delamarche, E.; Bernard, A.; Schmid, H.; Michel, B.; Biebuyck, H.: Patterned Delivery of Immunoglobulins to Surfaces Using Microfluidic Networks. In: Science (1997), Vol. 276, S. 779-781
- /Del 97b/ Delamarche, E.; Schmid, H.; Michel, B.; Biebuyck, H.: Stability of Molded Polydimethylsiloxane Microstructures. In: Advanced Materials (1997), Vol. 9, S. 741-746
- /Der 64/ Deryagin, B.V.; Levi, S.M.: Film Coating Theory. London: Focal, 1964
- /Dha 00/ Dharmatilleke, S.; Henderson, H.T.; Bhansali, Sh.; Ahn, Ch.H.: Three-dimensional silicone microfluidic interconnection scheme using sacrificial wax filaments. In: SPIE Proceedings (2000), Vol. 4177, S.90-97
- /Die 97/ Dietrich, F.: Darm und Coelom im konstruktiven Zusammenhang. Frankfurt/ Main, Johann Wolfgang Goethe Universität. Diplomarbeit. 1997
- /Die 02/ Dietrich, J.; Meier, P.; Grabow, J.; Preuß, R.; Voges, D.; Zimmermann, K.: Investigating and mechanically modelling the material properties of biological tissues forming the vertebral column. Conference of Micro and Nanostructures of Biological Systems, Halle, 2002, S. 20-22
- /Die 03/ Dietrich, J.; Meier, P.; Oberthür, S.; Preuß, R.; Voges, D.: Tissue studies through modal analysis. ESEM 2003, Halle, 2003
- /Die 04/ Dietrich, J.; Meier, P.; Oberthür, S.; Preuß, R.; Voges, D.; Zimmermann, K.: Development of a peristaltically actuated device for the minimal invasive surgery with a haptic sensor array. In: Micro- and Nanostructures of Biological Systems. Halle: Shaker, 2004
- /Dör Pa/ Dörnhöfer, Th.; Husslein, B.; Meyer, Chr.; Starck, E.; Zscheeg, H.: Angioplasty catheter for expanding and/or opening blood vessels. US 6 007 530
- /Dud 97/ Dudeney, W.L.; Jackson, M.R.: An Introduction to Robotic Tunneling with Biological Inspiration. In: Control and Configuration aspects of mechatronics: CCAM proceedings. Ilmenau, ISLE, 1997
- /Duf 98/ Duffy, D.C.; McDonald, J.C.; Schueller, O.J.A.; Whitesides, G.M.: Rapid Prototyping of Microfluidic Systems in

- Poly(dimethylsiloxane). In: Analytical Chemistry (1998), Vol. 70, S. 4974-4984
- /Duf 99a/ Duffy, D.C.; Jackman, R.J.; Vaeth, K.M.; Jensen, K.F.; Whitesides, G.M.: Patterning Electroluminescent Materials with Feature Sizes as Small as 5  $\mu\text{m}$  Using Elastomeric Membranes as Masks for Dry Lift-Off. In: Advanced Materials (1999), Vol. 11, S. 546-552
- /Duf 99b/ Duffy, D.C.; Schueller, O.J.A.; Brittain, S.T.; Whitesides, G.M.: Rapid prototyping of microfluidic switches in poly(dimethylsiloxane) and their actuation by electro-osmotic flow. In: Journal of Micromechanics and Microengineering (1999), Vol. 9, S. 211-217
- /Edw 96/ Edwards, C.A.; Bohlen, P.J.: Biology and Ecology of Earthworms. London: Chapman, 1996
- /Fac 95/ Facht, R.: Korrelationen zwischen Solstruktur, Beschichtungsparametern und Schichteigenschaften beim Sol-Gel-Tauchverfahren. Jena, Friedrich-Schiller-Universität, Dissertationsschrift, 1995
- /Fat 97/ Fatikow, S.; Rembold, U.: Microsystem Technology and Microrobotics. Heidelberg: Springer, 1997
- /Fol 99/ Folch, A.; Ayon, A.; Hurtado, O.; Schmidt, M.A.; Toner, M.: Molding of Deep Polydimethylsiloxane Microstructures for Microfluidics and Biological Applications. In: Journal of Biomechanical Engineering (1999), Vol. 121, S. 28-34
- /Fra Pa/ Frazer, R.E.: Apparatus for endoscopic examination. US 4 176 662
- /Fre 84/ Freudenberg, K.; Plieninger, H.: Organische Chemie. Heidelberg: Quelle, 1984
- /Fuk 94/ Fukuda, T.; Guo, Sh.; Kosuge, K.; Arai, F.; Negoro, M.; Nakabayashi, K.: Micro Active Catheter System with Multi Degrees of Freedom. IEEE International Conference on Robotics and Automation, San Diego, 08.-13. Mai 1994, S.2290-2295
- /Fuk 95a/ Fukuda, T.; Hosokai, H.; Uemura, M.: Rubber Gas Actuator Driven by Hydrogen Storage Alloy for In-pipe Inspection Mobile Robot with Flexible Structure. IEEE International Conference on



- Robotics and Automation, Scottsdale, 14.-19. Mai 1989, S.1847-1852
- /Fuk 95b/ Fukuda, T.; Kawamoto, A.; Arai, F.; Matsuura, H.: Steering Mechanism of Underwater Micro Mobile Robot. IEEE International Conference on Robotics and Automation, Nagoya, May 1995, S.363-368
- /Fuk 99/ Fukuda, T.; Kurashige, K.; Arai, F.: Recent topics on robotics actuation technologies. International Conference on Walking and Climbing Robots, Portsmouth, 1999, S.3-15
- /Fur Pa/ Furihata, H.: Endoscope with Expansible Cuff Member and Operation Section. US 4,224,929
- /Gar 00/ Gardner, J.F.; Frecker, M.: Modeling and Control of Miniature Inchworm Actuators. Mechatronics Forum International Conference, Atlanta, 06.-08. September 2000
- /Gra 86/ Graber, V.: Die äußeren mechanischen Werkzeuge der wirbellosen Tiere. Leipzig: Freytag, 1886
- /Gra 99/ Gray, B.L.; Jaeggi, D.; Mourlas, N.J.; van Driehenhuizen, B.P.; Williams, K.R.; Maluf, N.I.; Kovacs, G.T.A.: Novel interconnection technologies for integrated microfluidic systems. In: Sensors and Actuators A (1999), Vol. 77, S. 57-65
- /Gro 98/ Grosjean, C.; Lee, G.B.; Hong, W.; Tai, Y.C.; Ho, C.M.: Micro Balloon Actuators for Aerodynamic Control. In: Proceedings of the International Workshop of Micro Electro Mechanical Systems. Heidelberg, Januar 1998, S. 166-171
- /Gru 80/ Gruber, E.: Polymerchemie. Darmstadt: Steinkopff, 1980
- /Gru Paa/ Grundfest, W.S.; Burdick, J.W.; Slatkin, A.B.: Robotic Endoscopy. US 5 337 732
- /Gru Pab/ Grundfest, W.S.; Burdick, J.W.; Slatkin, A.B.: Robotic Endoscopy. US 5 662 587
- /Guo 95/ Guo, Sh.; Fukuda, T.; Kosuge, K.; Arai, F.; Oguro, K.; Negoro, M.: Micro Catheter System with Active Guide Wire. IEEE International Conference on Robotics and Automation, Nagoya, May 1995, S.79-84
- /Guo 98/ Guo, Sh.; Fukuda, T.; Kato, N.; Oguro, K.: Development of Underwater Microrobot Using ICPF Actuator. IEEE

- International Conference on Robotics and Automation, Leuven, 16.-20. May 1998, S.1829-1834
- /Guo 03/ Guo, Sh.; Fukuda, T.; Asaka, K.: A New Type of Fish-Like Underwater Microrobot. In: IEEE/ ASME Transactions on Mechatronics (2003), Vol. 8, S. 136-141
- /Hau Pa/ Haugs, A.: Arrangement for pivot link forming means. WO 90/15697
- /Heg 82/ Hegler, W.; Hegler, R.-P.: Flach-Hohlkörper, insbesondere Lüftungs- und Drainage- bzw. Absorber-Platte. DE 30 27 045
- /Hid 69/ Hidaka, T.; Kuriyama, H.; Yamamoto, T.: The mechanical properties of the longitudinal muscle in the earthworm. In: The Journal of Experimental Biology (1969), Vol. 50, S. 431-443
- /Hoe 00/ Hoeg, H.D.; Slatkin, A.B.; Burdick, J.W.; Grundfest, W.S.: Biomechanical Modeling of the Small Intestine as Required for the Design and Operation of a Robotic Endoscope. IEEE International Conference on Robotics and Automation, San Francisco, 23.-28. April 2000, S.1599-1606
- /Hol 95/ Hollemann A.F.; Wiberg E.: Lehrbuch der Anorganischen Chemie. 101 (1995)
- /Hom 00/ Homa, R.: Bewegung eines elastischen Elementes im menschlichen Körper. Budapest, Technische Universität, Diplomarbeit, 2000
- /Hon 09/ Hong, D.W.; Ingram, M.; Lahr, D.: Whole Skin Locomotion Inspired by Amoeboid Motility Mechanisms. In: Journal of Mechanisms and Robotics (2009), Vol. 1(1), 011015
- /Hos 99/ Hosokawa, K.; Fujii, T.; Endo, I.: Handling of Picoliter Liquid Samples in a Poly(dimethylsiloxane)-Based Microfluidic Device. In: Analytical Chemistry (1999), Vol. 71, S. 4781-4785
- /Hos 01/ Hosokawa, K.; Maeda, R.: Low-Cost Technology for High-Density Microvalve Arrays using Polydimethylsiloxane (PDMS). IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems, Interlaken, 21.-25. January 2001, S.531-534
- /Hub 02a/ Huba, A.; Molnár, L.; Takács, Á.: Hohlräumsonde mit wurmförmiger Bewegung. First International Symposium on Mechatronics, Chemnitz, 21.-22. März 2002, S.466-470

- /Hub 02b/ Huba, A.; Molnár, L.; Keskeny, J.: Neue dynamische Materialmodelle für die Silikon-Elastomere mit Hilfe der System-Synthese. 47. Internationales Wissenschaftliches Kolloquium, Ilmenau, 23.-26. September 2002
- /Hub 03a/ Huba, A.; Molnár, L.: Dynamic Models of Silicone Rubbers Based on the Synthesis Method. In: Materials Science Forum (2003), Vol. 414, S. 95-100
- /Hub 03b/ Huba, A.; Molnár, L.; Valenta, L.; Halas, J.: Sensor and Actor Silicon Rubbers - Old Material in New Application forms for Mechatronics. 4th International Workshop on Research and Education in Mechatronics, Bochum, 9.-10. Oktober 2003, S.107-114
- /Idd 00/ Iddan, G.; Meron, G.; Glukhovsky, A.; Swain, P.: Wireless capsule endoscopy. In: Nature (2000), Vol. 405, S. 417-417
- /Iku 88/ Ikuta, K.; Tsukamoto, M.; Hirose, Sh.: Shape Memory Alloy Servo Actuator System With Electric Resistance Feedback And Application For Active Endoscope. IEEE International Conference on Robotics and Automation, Philadelphia, 24.-29. April 1988, S.427-430
- /Ing 06/ Ingram, M.: Whole Skin Locomotion Inspired by Amoeboid Motility Mechanisms: Mechanics of the Concentric Solid Tube Model. Virginia, Polytechnic Institute and State University, Master Thesis, 2006.
- /Jo 99/ Jo, B.-H.; Beebe, D.J.: Fabrication of Three-Dimensional Microfluidic Systems by Stacking Molded Polydimethylsiloxane (PDMS) Layers. SPIE Proceedings 3877, Part of the SPIE Conference on Microfluidic Devices and Systems II, Santa Clara, September 1999, S.222-229
- /Jo 00/ Jo, B.-H.; van Lerberghe, L.; Motsegood, K.M.; Beebe, D.J.: Three-Dimensional Micro-Channel Fabrication in Polydimethylsiloxane (PDMS) Elastomer. In: Journal of Microelectromechanical Systems (2000), Vol. 9, S. 76-81
- /Kan 97/ Kaneko, Sh.; Asaoka, N.; Tosaka, H.; Ohta, R.; Yanagisawa, K.: Monolithic Fabrication of Flexible Film and Thinned Integrated Circuits. IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems, Nagoya, 26.-30. Januar 1997, S.471-476

- /Kim 00/ Kim, J.; Chaudhury, M.K.; Owen, M.J.: Hydrophobic Recovery of Polydimethylsiloxane Elastomer Exposed to Partial Electrical Discharge. In: Journal of Colloid and Interface Science (2000), Vol. 226, S. 231-236
- /Kis 97/ Kistler, S.; Schweizer, P.: Liquid Film Coating – Scientific principles and their technological implications. London: Chapman&Hall, 1997
- /Kha 03/ Khader, S: Titel unbekannt. Ilmenau, TU Ilmenau, Projektarbeit, 2003
- /Kle 00/ Klenz, U.: Herstellung von PEGA-Synthescharrays auf mikrostrukturierten Glasoberflächen für die kombinatorische Chemie, deren Funktionalisierung und Charakterisierung. Jena, Friedrich-Schiller-Universität, Diplomarbeit, 2000
- /Koh Pa/ Kohl, M.; Schwörer, M.: Mikrofluidischer Schwenkaktor. DE 196 28 766
- /Kra Pa/ Krauter, A.I.: Walking borescope. US 4 934 786
- /Kro 00/ Krozel, J.W.; Palazoglu, A.N.; Powell, R.L.: Experimental observation of dip-coating phenomena and the prospect of using motion control to minimize fluid retention. In: Chemical Engineering Science (2000), Vol. 55, S. 3639-3650
- /Kum 00/ Kumar, S.; Kassim, I.M.; Asari, V.K.: Design of a vision-guided microrobotic colonoscopy system. In: Advanced Robotics (2000), Vol. 14, S. 87-104
- /Kun 99/ Kunz, H.; Keoschkerjan, R.: Technische Beschreibung peristaltischer Fortbewegungsprinzipien. 44. Int. Wiss. Kolloquium, Ilmenau, 20.-23. September 1999
- /Kun 00/ Kunz, H.: Finite Deformations of an Earthworm Segment. 16. Int. Conference on Computational Mechanics, Plzen, 2000, S.251-258
- /Kun 01/ Kunz, H.: Aspects of the design of deformable actuators at the example of earthworms' movement. Motion Systems, Jena, 17.-18. Juli 2001, S.23-27
- /Lan 05/ Lang, M.; Vasev, N.; Meier, P.: Schichtdicke und Benetzungsverhalten von Silikonelastomeren. 50. Int. Wiss. Kolloquium, Ilmenau, 19.-23. September 2005

- /Lim 01/ Lim, Y.M.; Lee, Ji.; Park, Ji.; Kim, B.; Park, J.-O.; Kim, S.H.; Hong, Y.-S.: A Self-Propelling Endoscopic System. IEEE/ RSJ International Conference on Intelligent Robots and Systems, Maui, 29. Okt.-03. Nov. 2001, S.1117-1122
- /Lin 97/ Lin, L.; Pisano, A.P.; Howe, R.T.: A Micro Strain Gauge with Mechanical Amplifier. In: Journal of Microelectromechanical Systems (1997), Vol. 6, S. 313-321
- /Lin 02/ Lindner, A.: Titel unbekannt. Ilmenau, TU Ilmenau, Projektarbeit, 2002
- /Liu 06/ Liu, W.; Menciassi, A.; Scapellato, S.; Dario, P.; Chen, Y.: A biomimetic sensor for a crawling minirobot. In: Robotics and Automation (2006), Vol. 54, S. 513-528
- /Löt 97/ Lötters, J.C.; Olthuis, W.; Veltink, P.H.; Bergveld, P.: The mechanical properties of the rubber elastic polymer polydimethylsiloxane for sensor applications. In: Journal of Micromechanics and Microengineering (1997), Vol. 7, S. 145-147
- /Löw Pa/ Löwe, H.; Küpper, M.; Schenk, R.: Verfahren zum Entfernen mindestens eines organischen Stoffs von einer metallischen Oberfläche. DE 198 13 235
- /Luo 03/ Luo, Ch.; Garra, J.; Schneider, Th.W.; White, R.; Currie, J.; Paranjape, M.: Determining local residual strains of polydimethylsiloxan using ink dots, and stiffening polydimethylsiloxan using SU-8 particles. In: Journal of Micromechanics and Microengineering (2003), Vol. 12, S. 677-680
- /Lyd Pa/ Lyddy, Jr.J.E.; Penland, W.Z.; Sugarbaker, P.H.: Medical apparatus. US 4 690 131
- /Lys 04/ Lysenko, V.; Zimmermann, K.: Entwurfsmethode für die Entwicklung mobiler Roboter basierend auf einer interaktiven morphologischen Matrix (Interaction Invention Cubic – IIC). 49. Int. Wiss. Kolloquium, Ilmenau, 27.-30. September 2004
- /Lys 07/ Lysenko, V.; Minchenya, W.; Zimmermann, K.: Minimization of the number of actuators in legged robots using biological objects. 52. Int. Wiss. Kolloquium, Ilmenau, 10.-13. September 2007
- /Mah 04/ Mahadevan, L.; Daniel, S.; Chaudhury, M.K.: Biomimetic ratcheting motion of a soft, slender sessile gel. In: Proceedings of

the National Academy of Sciences of the United States of America (2004), Vol. 101(1), S. 23-26

- /McD 02a/ McDonald, J.C.; Chabinyk, M.L.; Metallo, St.J.; Anderson, J.R.; Stroock, A.D.; Whitesides, G.M.: Prototyping of Microfluidic Devices in Poly(dimethylsiloxane) Using Solid-Object Printer. In: Analytical Chemistry (2002), Vol. 74, S. 1537-1545
- /McD 02b/ McDonald, J.C.; Whitesides, G.M.: Poly(dimethylsiloxane) as a Material for Fabricating Microfluidic Devices. In: Accounts of Chemical Research (2002), Vol. 35, S. 491-499
- /Mei 03/ Meier, P.; Khader, S.; Preuß, R.; Dietrich, J.; Voges, D.: Uniaxial and equi-biaxial tension tests of silicone elastomer. In: Constitutive Models for Rubber III. Lisse: Swets, 2003, S. 99-106
- /Mei 04/ Meier, P.; Oberthür, S.; Preuß, R.; Dietrich, J.; Heermann, L.: PADeMIS – Peristaltically actuated device for minimal invasive surgery. Ilmenau, Technische Universität, Präsentation zur Vorstellung der Arbeitsgruppe, 2004
- /Mei 04b/ Meier, P.; Preuß, R.; Oberthür, S.: Development of an artificial worm for minimal invasive surgery. 38. DGBMT Jahrestagung, Ilmenau, 22.-24. September 2004
- /Mei 05/ Meier, P.; Lang, M.; Oberthür, S.: Reiterated tension testing of silicone elastomer. In: Plastics, Rubber and Composites (2005), Vol. 34(8), S. 372-377
- /Men 03/ Menciassi, A.; Dario, P.: Bio-inspired solutions for locomotion in the gastro-intestinal tract: background and perspectives. In: Philosophical Transactions of the Royal Society A (2003), Vol. 361(1811), S. 2287-2298
- /Men 04/ Menciassi, A.; Gorini, S.; Pernorio, G.; Dario, P.: A SMA Actuated Artificial Earthworm. In: Proc. of the 2004 IEEE Intern. Conference on Robotics and Automation, ICRA 2004. New Orleans, 26 Apr – 1 May, 2004, S. 3282-3287
- /Mey 03/ Meyer, F.Chr.: Herstellung homogener Photolackschichten auf Silikonoberflächen. Ilmenau, Technische Universität, Projektarbeit, 2003
- /Mic 93/ Michaeli, W.; Greif, H.; Kretzschmar, G.; Kaufmann, H.; Bertuleit, R.: Technologie des Spritzgießens. München: Hanser, 1993

- /Mic 03/ Miesen, Ph.: Ohne Titel. Ilmenau, Technische Universität, Belegarbeit, 2003
- /Mit 00/ Mittal, K.L.: Polymer Surface Modification: Relevance to Adhesion. Utrecht: VSP, 2000
- /Miy Pa/ Miyanaga, H.; Uenishi, N.; Nagayoshi, M.; Sato, T.; Sakiyama, K.; Ueda, Y.; Adachi, H.: Intra-tube travelling apparatus. US 5 144 848
- /Mol 02/ Molnár, L.; Huba, A.: Hydraulic Capacity of Varying-volume Tanks. 47. Internationales Wissenschaftliches Kolloquium, Ilmenau, 23.-26. September 2002
- /Mor 90/ Morra, M.; Occhiello, E.; Marola, R.; Garbassi, F.; Humphrey, P.; Johnson, D.: On the Aging of Oxygen Plasma-Treated Polydimethylsiloxan Surfaces. In: Journal of Colloid and Interface Science (1990), Vol. 137, S. 11-24
- /Mor 99/ Moraleda, J.; Ollero, A.; Orte, M.: A Robotic System for Internal Inspection of Water Pipelines. In: IEEE Robotics and Automation Magazine (1999), Sep., S. 30-41
- /Mor 04/ Morris, T.: Worming a way into 'pleasurable' endoscopy. [http://www.innovations-report.de/html/berichte/medizin\\_gesundheit/bericht-37468.html](http://www.innovations-report.de/html/berichte/medizin_gesundheit/bericht-37468.html), 2010
- /Nak 06/ Nakamura, T.; Kato, T.; Iwanaga, T.; Muranaka, Y.: Peristaltic Crawling Robot Based on the Locomotion Mechanism of Earthworms. In: Proc. of the 4<sup>th</sup> IFAC Symposium on Mechatronic Systems, Heidelberg, 12.-14. September 2006
- /Ng 02/ Ng, J.M.K.; Gitlin, I.; Stroock, A.D.; Whitesides, G.M.: Components for integrated poly(dimethylsiloxane) microfluidic systems. In: Electrophoresis (2002), Vol. 23, S. 3461-3473
- /Nit 97/ Nietzsche, K.: Schichtmeßtechnik. Würzburg: Vogel, 1997
- /Noc Pa/ Nocielli, L.: Method of making double layer sheet metal panels with ducts formed by inflation. US 4 563 230
- /OBr 01/ O'Brien, J.; Hughes, P.J.; Brunet, M.; O'Neill, B.; Alderman, J.; Lane, B.; O'Riordan, A.; O'Driscoll, C.: Advanced photoresist technologies for microsystems. In: Journal of Micromechanics and Microengineering (2001), Vol. 11, S. 353-358
- /Obe 98/ Oberbach K.: Kunststoff - Taschenbuch. München: Hanser, 1998

- /Obe 03/ Oberthür, S.: mndl. Kommunikation bzgl. Fluidkanalquerschnitt, Druckdifferenz und Fluidstrom. TU Ilmenau, Fakultät Maschinenbau, 2003
- /Obe 07/ Oberthür, S.: Bewertung der Ergebnisse des Projektes PADeMIS für Antrag auf Folgeprojekt. TU Ilmenau, Fakultät Maschinenbau, 27.03.2007
- /Ort Pa/ Ortiz, M.S.; Stubbs, J.B.: Lumen traversing device. US 5 398 670
- /PAD 05/ Nachwuchsgruppe Peristaltische Sonde mit haptischem Sensorarray für die minimal-invasive Wirbelsäulen Chirurgie. Abschlußbericht 2001-2005
- /Pan 05/ Pang, C.; Cham, J.G.; Nenadic, Z.; Tai, Y.C.; Burdick, J.W., Andersen, R.A.: A New Neural Recording Electrode Array With Parylene Insulating Layer. In: Proc. of the 9<sup>th</sup> International Conference on Miniaturized Systems for Chemistry and Life Sciences, Boston, 9-13 October 2005
- /Par 99/ Park, K.-T.; Esashi, M.: An Active Catheter With Integrated Circuit For Communication and Control. IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems, Orlando, 17.-21. Januar 1999, S.400-405
- /POL 01/ POLYTEC GmbH: Silikone – für die Medizintechnik, NuSil Silicone Technology. Katalog. (2001)
- /Phe 97/ Phee, S.J.; Ng, W.S.; Chen, I.M.; Seow-Choen, F.; Davies, B.L.: Locomotion and Steering Aspects in Automation of Colonoscopy. In: IEEE Engineering in Medicine and Biology Magazine (1997), Vol. 16, S. 85-96
- /Phe 02/ Phee, L.; Accoto, D.; Menciassi, A.; Stefanini, C.; Carrozza, M.Ch.; Dario, P.: Analysis and Development of Locomotion Devices for the Gastrointestinal Tract. In: IEEE Transactions on Biomedical Engineering (2002), Vol. 49, S. 613-616
- /Pre 01/ Preuß, R.; Stubenrauch, M.: Miniaturization of fully compliant, worm-like motions systems. Motion Systems, Jena, 17.-18. Juli 2001, S.58-62
- /Pre 04/ Preuß, R.; Oberthür, S.; Dietrich, J.; Meier, P.; Heermann, L.: Peristaltisch-angetriebene Sonde mit haptischem Sensorarray für die minimal-invasive Wirbelsäulen Chirurgie. Symposium



- "Wirbelsäulenchirurgie – Neue Möglichkeiten, Bewährte Verfahren, Langzeitergebnisse", Bad Berka, 18.-20. März 2004
- /Pre Pa/ Preuß, R.; Stubenrauch, M.; Zimmermann, K.: Formteil mit komplex-gestalteten Hohlräumen mit mikroskopischen Abmessungen und Verfahren zu dessen Herstellung. DE 102 31 057
- /Qu 02/ Qu, D.; Ramé, E.; Garoff, St.: Dip-coated films of volatile liquids. In: Physics of Fluids (2002), Vol. 14, S. 1154-1165
- /Qua 00/ Quake, St.R.; Scherer, A.: From Micro- to Nanofabrication with Soft Materials. In: Science (2000), Vol. 290, S. 1536-1540
- /Qui 98/ Quillin, K.J.: Ontogenetic scaling of hydrostatic skeletons: geometric, static stress and dynamic stress scaling of the earthworm *Lumbricus Terrestris*. In: The Journal of Experimental Biology (1998), Vol. 201, S. 1871-1883
- /Qui 00/ Quillin, K.J.: Ontogenetic scaling of burrowing forces in the earthworm *Lumbricus Terrestris*. In: The Journal of Experimental Biology (2000), Vol. 203, S. 2757-2770
- /Rei Pa/ Reinhardt, L.: Coloskop mit mehrfachem, programmgesteuerten, mechanisch-pneumatischem Vorschub. DE 36 31 352
- /Rey 96/ Reynaerts, D.; Peirs, J.; van Brussel, H.: Design of a shape memory actuated gastrointestinal intervention system. International Conference on New Actuators, Bremen, 26.-28. Juni 1996, S.409-412
- /Rie 99/ Riemer, D.; Kallenbach, E.: Miniatur-Wurmodell + Linearantrieb nach muskulärem Vorbild. Hannover-Messe, 1999
- /Rie 01a/ Riemer, D.: Besuch bei der Firma Condomi in Erfurt. Ilmenau, Technische Universität, Gesprächsprotokoll, 2001
- /Rie 01b/ Riemer, D.; Kallenbach, E.; Gramsch, T.: Novel linear drives - Biology as a model. Motion Systems, Jena, 17.-18. Juli 2001, S.18-22
- /Rog 98/ Rogalla, A.: Analyse des Spritzgießens mikrostrukturierter Bauteile aus Thermoplasten. Aachen, RWTH, Institut für Kunststoffverarbeitung, Technisch-Wissenschaftliche Berichte, 1998

- /Sag 02/ Saghir, H.El; Böhm, H.:Surgical options in the treatment of the spinal disorder in ankylosing spondylitis. In: Clinical and Experimental Rheumatology (2002), Vol. 20(suppl.28), S. 101-105
- /Sag 03/ Saghir, H.El; Böhm, H.: Möglichkeiten der Wirbelsäulenchirurgie bei der Behandlung der Spondylitis ankylosans. In: Morbus-Bechterew-Journal (2003), Vol. 95
- /Sag 04/ Saga, N.; Nakamura, T.: Development of peristaltic crawling robot using magnetic fluid on the basis of the locomotion mechanism of the earthworm. In: Smart Materials and Structures (2004), Vol. 13(3), S. 566-569
- /Sai Pa/ Saito, N.: Flexible beam structure. US 3 284 964
- /Sas 97/ Sastry, S.S.; Cohn, M.; Tendick, F.: Milli-robotics for remote, minimally invasive surgery. In: Robotics and Autonomous Systems (1997), Vol. 21, S. 305-316
- /Sch 01/ Schilling, C.; Keoschkerjan, R.; Wurmus, H.: Aspects of bionics in design of micro-mechanical systems. Motion Systems, Jena, 17.-18. Juli 2001, S.49-52
- /Sch 99/ Schueller, O.J.A.; Zhao, X.-M.; Whitesides, G.M.; Smith, St.P.; Prentiss, M.: Fabrication of Liquid-Core Waveguides by Soft Lithography. In: Advanced Materials (1999), Vol. 11, S. 37-41
- /Sch 00/ Schulz, S.; Pylatiuk, C.: Eine neue Klasse flexibler Fluidaktoren und ihre Anwendung in der Medizintechnik. In: FZKA-Nachrichten (2000), Vol. 32(1-2), S. 77-80
- /Sch 05a/ Schulz, S.; Pylatiuk, C.; Kargov, A.; Oberle, R., Klosek, H.; Werner, T.; Rößler, W.; Breitwieser, H.; Bretthauer, G.: Fluidically driven robots with biologically inspired actuators. In: Proc. of the 8<sup>th</sup> International Conference on Climbing and Walking Robots (2005), London, 13-15 September 2005, S. 39
- /Sch 05b/ Schulz, S.; Pylatiuk, C.; Kargov, A.: Persitaltic Colonoscope Feeding Unit as Disposable Adapter. 13<sup>th</sup> United European Gastroenterology Week (UEGW), Kopenhagen/Malmö, 15-19 October 2005, S. 229
- /Sch 08/ Schulz, S.; Pylatiuk, C.; Kargov, A.; Werner, T.; Gaiser, I.; Reischl, M.; Oberle, R.: Design and preliminary experience with fluidhand MK III. Myoelectric Controls Symposium 2008, Fredericton (CDN), 13-15 August 2008, S. 197-199

- /Sch Paa / Schulz, St.: Wurmförmiger Arbeitsmechanismus. DE 198 33 340
- /Sch Pab/ Schulz, St.: Verfahren zur planaren Herstellung von pneumatischen und fluidischen Miniaturmanipulatoren. DE 196 17 852
- /Sey 69/ Seymour, M.K.: Locomotion and coelomic pressure in Lumbricus Terrestris L. In: The Journal of Experimental Biology (1969), Vol. 51, S. 47-58
- /Shi Pa/ Shishido, Y.; Adachi, H.; Hibino, H.; Yamamoto, T.; Miyanaga, H.; Takayama, S.; Ueda, Y.; Aoki, Y.; Yamaguchi, S.: Pipe-inspecting apparatus having a self propelled unit. US 5 090 259
- /Ste 97/ Steigenberger, J.: Mathematical approach to worm-like locomotion. Motion Systems, Jena, 29. Sept.-02. Okt. 1997, S.114-115
- /Ste 00/ Steigenberger, J.; Zimmermann, K.; Schulte, U.: On large deformations of elastic rings via phase-plane discussion. In: Archive of Applied Mechanics (2000), Vol. 70, S. 489-507
- /Suz 91/ Suzumori, K.; Iikura, Sh.; Tanaka, H.: Development of Flexible Microactuator and Its Applications to Robotic Mechanisms. IEEE International Conference on Robotics and Automation, Sacramento, 09.-11. April 1991, S.1622-1627
- /Suz 96/ Suzumori, K.; Koga, A.; Kondo, F.; Haneda, R.: Integrated flexible microactuator systems. In: Robotica (1996), Vol. 14, S. 493-498
- /Tak 02/ Takács, Á.; Huba, A.: Konstruktionsfragen einer selbstbewegenden Hohlraumsonde. 47. Internationales Wissenschaftliches Kolloquium, Ilmenau, 23.-26. September 2002
- /Tak 99/ Takizawa, H.; Tosaka, H.; Ohta, R.; Kaneko, Sh.; Ueda, Y.: Development of a Microfine Active Bending Catheter Equipped with MIF Tactile Sensors. IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems, Orlando, 17.-21. Januar 1999, S.412-417
- /Tom 90/ Tomanek, A.: Silicone und Technik - Ein Kompendium für Praxis, Lehre und Studium. München: Hanser, 1990
- /TOP 01/ TOPAG Lasertechnik GmbH: Helium-Cadmium Laser. Katalog. (2001)

- /Ung 02/ Unger, M.A.; Chou, H.P.; Thorsen, T.; Scherer, A.; Quake, St.R.: Monolithic Microfabricated Valves and Pumps by Multilayer Soft Lithography. In: Science (2002), Vol. 288, S. 113-116
- /Ung Pa/ Unger, M.A.; Chou, H.P.; Thorsen, T.; Scherer, A.; Quake, St.R.: Microfabricated elastomeric valve and pump systems. EP 1 065 378
- /Uts Paa/ Utsugi, M.: Tubular medical instrument having a flexible sheath with cuffs. US 4 066 070
- /Uts Pab/ Utsugi, M.: Tubular medical instrument having a flexible sheath driven by a plurality of cuffs. US 4 148 307
- /Vai 00/ Vaidyanathan, R.; Chiel, J.H.; Quinn, R.D.: A hydrostatic robot for marine applications. In: Robotics and Autonomous Systems (2000), Vol. 30, S. 103-113
- /Vie 95/ Vieider, Chr.; Öhman, O.; Elderstig, H.: A Pneumatically Actuated Micro Valve With A Silicone Rubber Membrane For Integration With Fluid-Handling Systems. Transducers '95 - Eurosensors IX, Stockholm, 25.-29. Juni 1995, S.284-286
- /Wal 96/ Walde, H.: Beitrag zum vollautomatischen Spritzgießen von Flüssigsilikonkautschuk. Aachen, RWTH, Dissertation, 1996
- /War Pa/ Warnecke, I.: Balloon Catheter. US 4,456,011
- /Wec 01/ Weck, M. et al.: 3. Symposium: Neue Technologien für die Medizin. Aachen: Shaker, 2001
- /Weh 98/ Wehrsdorfer, E.; Borchhardt, G.; Pertsch, P.; Karthe, W.: Piezoelektrischer Mikrostoßantrieb. In: F&M (1998), Vol. 106, S. 212-217
- /Xia 98/ Xia, Y.; Whitesides, G.M.: Soft Lithography. In: Angewandte Chemie International (1998), Vol. 37, S. 551-575
- /Xu 99a/ Xu, B.; Arias, F.; Brittain, S.T.; Zhao, X.-M.; Grzybowski, B.; Torquato, S.; Whitesides, G.M.: Making Negative Poisson's Ratio Microstructure by Soft Lithography. In: Advanced Materials (1999), Vol. 11, S. 1186-1189
- /Xu 99b/ Xu, B.; Arias, F.; Whitesides, G.M.: Making Honeycomb Microcomposites by Soft Lithography. In: Advanced Materials (1999), Vol. 11, S. 492-495
- /Yam 96/ Yamagata, Y.; Higuchi, T.; Ohmichi, O.: A micro mobile mechanism driven by impulsive inertial force. International

- Conference on New Actuators, Bremen, 26.-28. Juni 1996, S.68-71
- /Yan 99/ Yang, X.; Grosjean, C.; Tai, Y.C.: Design, Fabrication and Testing of Micromachined Silicone Rubber Membrane Valves. In: Journal of Microelectromechanical Systems (1999), Vol. 8, S. 393-402
- /Zei 00/ Zeidis, I.; Zimmermann, K.: Ein mathematisches Modell für die peristaltische Bewegung als Grundlage für das Design wurmartiger Mikroroboter. In: Technische Mechanik (2000), Vol. 20, S. 73-80
- /Zie 01/ Ziegmann, Chr.: Kunststofftechnische Prozesse für die Mikromontage. Aachen, RWTH, Dissertation, 2001
- /Zie Pa/ Ziegmann, Chr.; Wollbold, J.: Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung von Kunststoff-Formteilen mit Hohlräumen, Hinterschnidungen oder Kanälen mit mikroskopischen Abmessungen. DE 198 50 046
- /Zim 95/ Zimmermann, K.; Petkun, S.: Modellierung und Simulation der Verformung stoffkohärenter nachgiebiger Mechanismen (Compliant Mechanisms). In: Technische Mechanik (1995), Vol. 15, S. 295-302
- /Zim 99/ Zimmermann, K.; Zeidis, I.: Ein mathematisches Modell für peristaltische Bewegung als Grundlage für das Design wurmartiger Mikroroboter. 44. Int. Wiss. Kolloquium, Ilmenau, 20.-23. September 1999
- /Zim 00a/ Zimmermann, K.; Kunz, H.; Preuß, R.: Autonome Lokomotionssysteme auf der Basis nachgiebiger Strukturen - Entwurf und Simulation. 16. Fachgespräch Autonome Mobile Systeme, Karlsruhe, 21.-22. November 2000
- /Zim 00b/ Zimmermann, K.; Preuß, R.; Lysenko, V.: Lokomotions- und Manipulationssysteme für die Mikrorobotik auf der Basis nachgiebiger Strukturen. In: Robotik 2000, VDI-Berichte 1552 (2000), S. 491-496
- /Zim 01a/ Zimmermann, K.; Zeidis, I.; Lysenko, V.: An approach to the modelling of peristaltic motion using continuum mechanics - First steps in technical realisation. Motion Systems, Jena, 17.-18. Juli 2001, S.53-57

- /Zim 01b/ Zimmermann, K.; Zeidis, I.; Huang, J.; Steigenberger, J.: An approach to the modelling of worm-like motion systems with finite degree of freedom - First steps in technical realization. 4. Int. Conference on Walking and Climbing Robots, Karlsruhe, 24.-26. September 2001
- /Zim 07/ Zimmermann, K.; Zeidis, I.; Steigenberger, J.; Behn, C.; Böhm, V.; Popp, J.; Kolev, E.; Naletova, V.A.: Worm-like Locomotion Systems (WLLS) – Theory, Control and Prototypes. In: Climbing and Walking Robots – Towards New Applications. (Ed. H.Zhang), Vienna: I-tech Ed.&Pub., 2007
- /Zim 09/ Zimmermann, K.; Zeidis, I.; Behn, C.: Mechanics of Terrestrial Locomotion – With a Focus on Non-pedal Motion Systems. Berlin: Springer, 2009
- /Zim Paa/ Zimmermann, K.; Jäger, G.; Harnisch, A.; Frühauf, D.; Preuß, R.: Opto-thermo-mechanischer Antrieb. DE 199 43 017
- /Zim Pab/ Zimmermann, K.; Lysenko, V.; Preuß, R.: Fluidischer, peristaltischer Antrieb. DE 100 27 447
- /Zim Pac/ Zimmermann, K.; Walkling, P.; Steigenberger, J.; Preuß, R.: Mobil zur Bewegungserzeugung durch Ausnutzung nichtholonomer Zwangsbedingungen. DE 100 16 038
- /Zim Pad/ Zimmermann, K.; Zeidis, I.; Böhm, V.; Popp, J.; Naletova, V.A.; Turkov, V.A.; Bayburtskiy, F.S.; Stepanov, G.V.: Verfahren und Vorrichtung zur Erzeugung einer apedalen translatorischen Bewegung. DE 10 2006 059 537
- /Zou 04/ Zou, J.; Wang, X.; Bullen, D.; Ryu, K.; Liu, Ch.; Mirkin, Ch.A.: A mould-and-transfer technology for fabricating scanning probe microscopy probes. In: Journal of Micromechanics and Microengineering (2004), Vol. 14, S. 204-211

