

Diplomarbeit

# Entwicklung von Mikro-Membranpumpen auf CVD-Diamantschichten

Andreas Munding

April 2002



Universität Ulm

Fakultät für Ingenieurwissenschaften

Abteilung Elektronische Bauelemente und Schaltungen

# Erklärung

Die vorliegende Diplomarbeit wurde in der Abteilung Elektronische Bauelemente und Schaltungen der Universität Ulm durchgeführt.

Beginn: 29. Oktober 2001

Abgabe: 29. April 2002

Erstgutachter: Prof. Dr.-Ing. E. Kohn

Betreuer: Dipl.-Ing. Ralph Müller

Hiermit erkläre ich, daß ich die vorliegende Diplomarbeit selbständig und nur unter Verwendung der angegebenen Hilfsmittel verfaßt habe.

Ulm, den 16. Mai 2002

.....  
Andreas Munding

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Theorie und Grundlagen</b>	<b>3</b>
2.1	Definition von Strukturen . . . . .	3
2.1.1	Lithographie . . . . .	3
2.1.2	Masken und Belichtung. . . . .	3
2.2	Materialsystem Diamant . . . . .	4
2.2.1	Eigenschaften von CVD-Diamant . . . . .	4
2.2.2	Wachstum von Diamant-Schichten . . . . .	6
2.3	Mikro-Elektromechanische Grundlagen . . . . .	7
2.3.1	Strömungslehre . . . . .	7
2.3.2	Mikromechanik . . . . .	9
2.3.3	Halbleiter . . . . .	11
<b>3</b>	<b>Modellanalyse und Planung</b>	<b>13</b>
3.1	Ausführungen von Mikropumpen . . . . .	13
3.1.1	Steuerung des Flusses . . . . .	13
3.1.2	Anregungsmechanismen . . . . .	15
3.2	Simulation und Dimensionierung . . . . .	18
3.2.1	Mechanisches System – Membran . . . . .	18
3.2.2	Fluidisches System – Diffusor und Düse . . . . .	24
3.2.3	Thermoelektrisches System – Heizer . . . . .	28
3.3	Prozessentwurf und Technologietests . . . . .	31
3.3.1	Planung der Schrittfolge . . . . .	31
3.3.2	Vorversuche zur Technologie . . . . .	36
3.3.3	Versuche zur Fluidkontaktierung . . . . .	38
<b>4</b>	<b>Technologie und Herstellung</b>	<b>41</b>
4.1	Entwurf der Masken . . . . .	41
4.1.1	Vorschriften – Designrules . . . . .	41
4.1.2	Zusammenstellung des Probensatzes . . . . .	43
4.2	Technologische Durchführung . . . . .	48
4.2.1	Kupferbasierte Opferschicht . . . . .	49
4.2.2	Monolithische Integration . . . . .	51
4.2.3	2-Chip-Technologie . . . . .	58
4.3	Auswertung . . . . .	59
4.3.1	Funktionstests . . . . .	59

4.3.2	Möglichkeiten der Charakterisierung . . . . .	65
4.3.3	Optimierungspotential . . . . .	68
<b>5</b>	<b>Zusammenfassung</b>	<b>71</b>
5.1	Ergebnisse . . . . .	71
5.2	Ausblick . . . . .	72
<b>A</b>	<b>Anhang</b>	<b>73</b>
A.1	Prozessparameter . . . . .	73
A.1.1	Lithographische Prozesse . . . . .	73
A.1.2	Additive und Subtraktive Prozesse . . . . .	74
A.1.3	Ätz- und Depositionsraten . . . . .	75
A.2	Materialsammlung . . . . .	76
A.2.1	Simulationseingaben . . . . .	76
A.2.2	Prozessprotokolle . . . . .	78
A.2.3	Zeichnungen . . . . .	82

# Bilderverzeichnis

1	Stammbaum der diamantbasierten Mikrosystemtechnik . . . . .	2
2	Phasendiagramm, Kohlenstoffatom und Diamantgitter . . . . .	4
3	Dotierstoffzuführung, Bänderdiagramm mit Störstellenniveaus . . . . .	5
4	Wachstum von Diamantschichten, Anlage und Vorgänge . . . . .	6
5	Umrandete Flüssigkeitsmenge mit Randbedingungen . . . . .	8
6	Repräsentatives Balkenmodell und Randbedingungen . . . . .	11
7	Planar integrierbare passive Ventile mit und ohne bewegte Teile . . . . .	13
8	Elektronische Entsprechung der Ventiltypen (passiv, aktiv) . . . . .	14
9	Aktive Ventile mit Membran- und Blasensteuerung . . . . .	14
10	Klassifizierung von Aktoren nach Shoji . . . . .	15
11	Realisierbare Membranaktoren und Schicht-Konfiguration . . . . .	16
12	Favorisiertes Prinzip: Bimetallanregung und Diffusor/Düsen-Ventile . . . . .	18
13	Einfache Modelle verschiedener Membranmetallisierungen . . . . .	18
14	Schwelltemperatur in Abhängigkeit der Streifenposition bei Geometrie 1 . . . . .	19
15	Auswirkung der Streifenlänge auf die Schwelltemperatur bei Geometrie 1 . . . . .	20
16	Wirkung von Streifenbreite und Abstand bei Geometrie 1 . . . . .	20
17	Simulationsergebnisse für Geometrie 3 . . . . .	22
18	Biegelinien für Geometrie 1 entlang Schnitt X–X . . . . .	23
19	Biegelinien für Geometrie 2 entlang Schnitt Y–X . . . . .	23
20	Biegelinien für Geometrie 3 entlang Schnitt X–X . . . . .	24
21	Modell zur Simulation fluidischer Effekte mit ANSYS . . . . .	24
22	Ergebnisse der Fluidsimulation . . . . .	26
23	Bilanz der Volumenströme innerhalb eines Pumpzyklus. . . . .	27
24	Heizertypen: 1a (Einfach), 1b (Hantel) und 2 (Sandwich) . . . . .	28
25	Prozessfolge zum Strukturieren der SiO <sub>2</sub> -Opferschicht . . . . .	32
26	Prozessfolge zur Bildung der Membrankammer . . . . .	33
27	Technologie mit hohen Opferschichtdicken . . . . .	34
28	2-Chip-Technologie mit Membran- und Fluidchip . . . . .	34
29	Heizertypen im Querschnitt. Schichtaufbau und Stromführung . . . . .	35
30	Strukturübertragung auf SiO <sub>2</sub> mit reaktiven Fluor-Ionen (RIE) . . . . .	36
31	Strukturierung von CVD-Diamantschichten mit reaktiven Ionen (RIE) . . . . .	37
32	Herauslösen der SiO <sub>2</sub> -Opferschicht in HF, Sondierungstest . . . . .	38
33	Aluminiumplatte zur Fluidkontakterprobung, Testkanülen, Durchführung . . . . .	39
34	Abstände und Toleranzen für das Maskenlayout . . . . .	42
35	Einige typische Strukturvarianten . . . . .	44
36	Hierarchisches Layout. Zellen enthalten Zellen oder geometrische Figuren . . . . .	45

37	Anordnung der monolithischen Strukturen. Justierbewegungsraum . . . . .	45
38	Funktionale Anordnungen: Reihen-, Parallelschaltung und Mixer . . . . .	46
39	Kompletter Maskensatz für Prozessgruppe P1 mit Layern für Heizertyp 1 . . . . .	48
40	Erzeugung von tiefen Gräben mit hohem Aspektverhältnis . . . . .	49
41	Direkt-lithographisch hergestellte Strukturen mit hohem Aspektverhältnis . . . . .	50
42	Abscheideverhalten und Beschaffenheit galvanischen Kupfers . . . . .	51
43	Aufbringen und Strukturieren der Opferschicht . . . . .	52
44	Bildung des Fluidsystems: Kammern, Diffusoren und Kapillaren . . . . .	53
45	Wachstum der Kammer und der Membran . . . . .	54
46	Fertigstellung des Fluidsystems: Membran und Öffnungen . . . . .	54
47	Kontaktmetallisierung aufbringen . . . . .	55
48	Bimetallisierung der Membranfläche . . . . .	56
49	Freilegen der Membran . . . . .	57
50	Mechanisch-elektrisches System: Metallisierung und Unterätzung . . . . .	57
51	Fertige Probe „w1q3“ auf einem 1/4 2-Zoll-Wafer-Stück . . . . .	58
52	Bilder des verwendeten Messaufbaus, rechts Detail . . . . .	60
53	Kontaktierung der Probe, Fluidkontakt im Detail . . . . .	60
54	Spiegelaufnahmen der Membranbewegung in zwei Zuständen, Geometrie 2 . . . . .	62
55	Sequenz von Einzelbildern zur Membranbewegung, Geometrie 4 . . . . .	64
56	Bildersequenz zur Tropfenvermessung . . . . .	64
57	Tropfenmodell, Bestimmung der Förderrate durch Regression . . . . .	65
58	TLM-Struktur zur Charakterisierung der p <sup>++</sup> -Diamantschicht . . . . .	65
59	Messaufbau zur Flussmessung, Bestimmung des Durchsatzes . . . . .	66
60	Verfahren zur Auslenkungsmessung und Aufnahme der Frequenzkennlinie . . . . .	68

## Tabellenverzeichnis

1	Elektrische und Mechanische Eigenschaften von CVD-Diamant . . . . .	5
2	Verlustkoeffizienten für Diffusoren und Düsen mit rundem Querschnitt . . . . .	9
3	Bewertung von Silizium-Mikroaktoren nach Shoji . . . . .	17
4	Dimensionierung von Geometrie 1, Variierte und feste Größen . . . . .	21
5	Dimensionierung von Geometrie 2, Variierte und feste Größen . . . . .	21
6	Dimensionierung von Geometrie 3, Variierte und feste Größen . . . . .	22
7	Dimensionierung des Diffusors, Variierte und feste Größen . . . . .	26
8	Heizergeometrien vom Typ 1, erwartete Betriebsdaten . . . . .	30
9	Übersicht über vorhandene Materialien zur Fluidkontaktierung . . . . .	39
10	Zusammenstellung der Strukturvarianten . . . . .	44
11	Layer und lithographische Vorgaben mit Auswirkung auf die Masken . . . . .	47
12	Widerstandsmessungen an den Heizergeometrien, links U-I-Plot . . . . .	61

# Bezeichnungen

## Formelzeichen

$A$	Fläche, allg.
$a$	Seitenlänge der Membran
$a_{ni}$	Paarabstand
$b$	Breite, allg.
$C$	Konstante, Unbekannte
$c$	Wärmekapazität, allg.
$d$	Dicke, Schichtdicke
$e$	Elementarladung
$e_{ni}$	Versatz, Mittenabstand der Metallisierung
$E_{el}$	elektrische Energie
$E$	Elastizitätsmodul, elektrische Feldstärke
$F$	Kraft, allgemein
$\vec{f}$	Massenbezogene Kraft
$h$	Diffusorhöhe, Kammerwandhöhe
$I$	elektrischer Strom
$J$	Flächenträgheitsmoment eines Balkens
$j$	Stromdichte
$k$	Boltzmann-Konstante
$l$	Länge des Diffusors, Länge allg.
$M$	Moment, allg.
$N_A$	Störstellenkonzentration, Akzeptor
$n$	Flächenfaktor, Elektronenkonzentration
$m$	Masse, allg.
$P$	elektrische Leistung
$p$	Druck, Löcherkonzentration
$p_h$	Heizleistungsdichte
$Q$	Wärmemenge
$R$	elektrischer Widerstand, allgemeine Gaskonstante
$Re$	Reynolds-Zahl
$T$	Temperatur, Heizertemperatur
$t$	Zeit, allg.
$U$	elektrische Spannung
$u$	Balkenauslenkung, Membranauslenkung
$V, \dot{V}$	Volumen, Volumenstrom
$v$	Strömungsgeschwindigkeit, Geschwindigkeit allg.
$W$	Diffusorweite, auch mechanische Energie
$w$	Weite der Heizerfläche, meist Länge der Bimetallstreifen
$x, y, z$	Koordinaten, Richtungen, Variablen
$\alpha$	Öffnungswinkel des Diffusors, Längenausdehnungskoeff.
$\varepsilon$	Gleichrichtungswirkungsgrad, Diffusoreffizienz
$\varepsilon$	relative Dehnung

$\epsilon_0, \epsilon_r$	elektrische Feldkonstante, relative Dielektrizität
$\eta$	Wirkungsgrad des Diffusors, der Düse
$\eta_Q$	Wärmeverlustfaktor
$\Delta_V$	volumenbezogene spezifische Verdampfungswärme
$\mu$	Ladungsträgerbeweglichkeit
$\mu_0, \mu_r$	magnetische Feldkonstante, relative Permeabilität
$\nu$	kinematische Viskosität
$\sigma$	Leitfähigkeit
$\rho$	Dichte, allg.
$\xi$	Druckverlustkoeffizient

### Chemische Symbole

Al	Aluminium
Ar	Argon
Au	Gold
Cu	Kupfer
CF <sub>4</sub>	Freon
CH <sub>4</sub>	Methan
H <sub>2</sub>	Wasserstoff
H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	Wasserstoffperoxid
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Schwefelsäure
H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	Phosphorsäure
HF	Hydrofluoric Acid, Flusssäure
KOH	Kaliumhydroxid
N <sub>2</sub>	Stickstoff
NH <sub>4</sub> OH	Ammoniak, Ammoniak-Lösung
NMP	1-Methyl-2-Pyrrolidon
O <sub>2</sub>	Sauerstoff
Si, a-Si	Silizium, amorphes Silizium
SiO <sub>2</sub>	Siliziumoxid
Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	Siliziumnitrid
Ti	Titan
WC	Wolframkarbid

### Indizes

auf, ab	nach oben, nach unten (Klappvorgang)
in, out	am Eingang, am Ausgang
n, p	Donator, Akzeptor
neg	in negativer Richtung, vom Ausgang zum Eingang
pos	in positiver Richtung, vom Eingang zum Ausgang
di, ni	Diamant, Nickel

# 1 Einleitung

Die in zunehmendem Maße geforderte Interaktion elektronischer Systeme mit nichtelektronischen Medien, z. B. in der Optik (Lichtwellenleiter), im Mobilfunk, der Bio-Chemie (Gentechnik), oder bei autonomen Systemen (Robotik, künstliche Intelligenz), erfordert neue Ansätze bei der Signalwandlung, also der Sensorik und Aktorik, und wird in Zukunft das noch relativ neue Gebiet der Mikrosystemtechnik erschließen.

Die Mikrosystemtechnik macht sich Technologien der Halbleiterfertigung zu Nutze, um elektronische Schaltkreise zusammen mit elektrischen, mechanischen, optischen oder chemischen Komponenten in *einem* Bauelement zu integrieren. Die einzelnen verschiedenartigen Komponenten beeinflussen sich gegenseitig und erfordern einen neuartigen ganzheitlichen Entwurfsansatz, dem mit den entsprechenden Simulationswerkzeugen (Finite Elemente, Monte Carlo, usw.) Rechnung getragen wird.

Ein wichtiges Teilgebiet der Mikrosystemtechnik, MEMS (*Micro-Electro-Mechanical Systems*), befasst sich vorwiegend mit der Weiterentwicklung der nichtelektronischen Komponenten, welche, als Sensoren und Aktoren eingesetzt, mit der Umwelt in Wechselwirkung treten. Die Herausforderung dabei ist die Suche nach neuartigen Werkstoffen und Herstellungsverfahren, bzw. die Anpassung bereits etablierter Batch-Prozesse an die Anforderungen von MEMS. Schichten sind hier meistens nicht nur planar, sondern auch räumlich zu strukturieren.

Ein weites Betätigungsfeld eröffnet sich der Mikrosystemtechnik durch synthetisch hergestellte Diamantschichten. Die interessanten und besonderen Eigenschaften werden von keinem anderen Material übertroffen und eröffnen dadurch neue Möglichkeiten:

Eigenschaft	Bedeutung	mögl. Anwendung
extreme Härte	mechanisch beständig	Schneidewerkzeuge
hohes E-Modul	extrem belastbar	Membrane und Biegebalken
halbleitend	isolierend bis leitend	Transistoren, Heizelemente
chemisch inert	extrem reaktionsfest	Chemische Reaktoren
extrem wärmeleitend	gute Wärmesenke	Leistungselektronik
geringer Ausdehnungskoeff.	hitzeverträglich	Hochtemperatursensorik

Die Eignung von Diamant wurde für einige der obigen Anwendungsbereiche bereits untersucht. So wurden an der Universität Ulm ein chemisches Reaktorsystem [1], Heizelemente [2], Schalter und Relais [3], [4] auf Basis von CVD-Diamant hergestellt und charakterisiert.

Besonders interessant wird der Einsatz von CVD-Diamant in der Biotechnologie und der Chemie als Sensorsubstrat zur Ionendetektion, bzw. als strukturierbare Oberfläche, die durch ihre Reaktionsträgheit unerwünschte Wechselwirkungen mit aggressiven oder empfindlichen Flüssigkeiten unterbindet. Die Ionenempfindlichkeit wasserstoffterminierter Diamant-Oberflächen [5], [6] kann z. B. den Anwendungsbereich herkömmlicher ChemFETs erweitern. Auch in der Medizintechnik bietet Diamant Vorteile, welche in Mikroheizelementen zum gezielten Erzeugen von Läsionen in krankem Gewebe Verwendung finden kann [2].

Bei der Miniaturisierung von biochemischen Analysesystemen,  $\mu$ TAS (*Micro-Total-Analysis Systems* [7], [8]) werden Kanäle, Kapillaren, Ventile, Reaktionskammern, und nicht zuletzt Pumpen

mit Methoden der Mikrosystemtechnik auf einem Chip integriert [9]. Das Verhalten von Flüssigkeiten verändert sich durch die plötzliche Relevanz deren molekularer Bestandteile und macht neben dem einfachen *downscaling* zusätzliche fluidische Untersuchungen nötig.

Als wichtige Bestandteile von  $\mu$ TAS wurden insbesondere Membranpumpen mit bewegungslosen Ventilen miniaturisiert. Die wichtigsten Arbeiten dazu wurden auf Silizium oder Glassubstraten mit relativ großen, aufgeklebten Piezoscheiben durchgeführt [10], [11]. Weitere Arbeiten befassen sich mit den als Ventile wirkenden Diffusorelementen [12], [13], [14] und der Membrananregung [15].

In dieser Arbeit sollen die für die Biotechnologie besonders günstigen Eigenschaften des Diamantmaterials mit bisher in Silizium realisierten  $\mu$ TAS kombiniert werden und damit eine neuartige Mikropumpe vorgestellt werden. Am Ende dieses Entwicklungsstranges kann ein komplett auf CVD-Diamant realisiertes  $\mu$ TAS stehen, welches den erhöhten Anforderungen im biochemischen (Gen-Analyse), aber auch im medizintechnischen (Implantation) Bereich genügt.

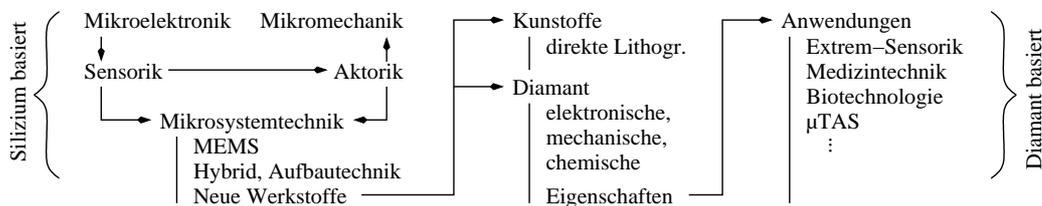


Bild 1: Stammbaum der diamantbasierten Mikrosystemtechnik

Die Reihenfolge der Überschriften entspricht der chronologischen Abfolge der bearbeiteten Teilaufgaben. Das zweite Kapitel vermittelt technologische Grundlagen zur Herstellung von Mikrostrukturen im Materialsystem Diamant. Dabei wird im besonderen auf die Eigenschaften und die Kristallstruktur von Diamant eingegangen. Abschließend wird die zum Verständnis der Funktionsweise der Pumpen nötige Theorie behandelt.

Im dritten Kapitel wird untersucht, wie sich das Vorhaben — die Realisierung einer Mikropumpe — mit den vorhandenen Mitteln am besten umsetzen lässt. Um die Frage der Dimensionierung zu konkretisieren werden zunächst mehrere Möglichkeiten vorgestellt und durch FEM-Simulationen bzw. Rechenmodelle analysiert. Auch Prozessabläufe werden in ersten Tests auf ihre Eignung geprüft. Am Ende dieses Abschnitts hat man einen Überblick der Gesamtproblematik und kann sich auf einige wesentliche Lösungsansätze beschränken.

Die herausgearbeiteten Ansätze werden in Kapitel Vier mittels CAD konkret definiert. Entwurfsvorschriften und Auswahlkriterien sorgen dafür, dass die Chipfläche sinnvoll ausgefüllt wird. Die durchgeführten Prozess-Schritte werden ausführlich erläutert und bildlich dokumentiert. Das Kapitel endet mit der Auswertung, welche die ersten Funktionstests der fertigen Membranpumpen beschreibt. Zum Abschluss werden weitere Tests und Charakterisierungsverfahren vorgestellt.

Das fünfte Kapitel fasst die Ergebnisse der Teilabschnitte nochmals zusammen und präsentiert im Ausblick das Anwendungsfeld der entwickelten Mikromembranpumpen.

## 2 Theorie und Grundlagen

Im Folgenden werden die zum Verständnis dieser Arbeit nötigen theoretischen Grundlagen behandelt und technologische Verfahren vorgestellt. Das Kapitel kann als eine kurze Einführung in die Mikrosystemtechnik mit Diamant verstanden werden.

### 2.1 Definition von Strukturen

In der Mikrosystemtechnik kommen vor allem Verfahren aus der Halbleiterherstellung zum Einsatz. Man unterscheidet additive Abscheide- oder Wachstumsprozesse und subtraktive Ätzprozesse, deren Wirkungsbereich auf dem Substrat durch Maskierungen definiert wird.

#### 2.1.1 Lithographie

Unter Lithographie versteht man das Übertragen von Strukturen aus einem bildgebenden Medium auf die zu bearbeitende Probe. Dies kann aus den unterschiedlichsten Gründen erforderlich sein: Maskierung des darunterliegenden Substrates für folgende Ätz- oder Depositionsprozesse, Abbildung auf eine weitere Maske über Lift-Off- oder Ätzverfahren, Aufbringen einer Deck- oder Isolationsschicht an definierten Stellen, usw.

Verwendet werden dabei meist Lacke und Kunststoffe, die in getrocknetem Zustand eine Photosensibilität entwickeln und durch Belichten ihr Lösungsverhalten in der Entwicklerflüssigkeit verändern. Man unterscheidet positive und negative Lacke, sowie solche, die sich über zusätzliche Schritte umkehren (*image reversal*, IR) lassen. Beim Positiv-Lack werden beim Entwickeln die belichteten Flächen entfernt, d. h. was auf der Maske durchsichtig ist, liegt nachher frei.

**Lift-Off.** Negativ-Lacke zeichnen sich meist auch noch dadurch aus, dass die entstehenden Kanten leicht unterschritten sind, was besonders bei Lift-Off-Techniken bevorzugt wird. Dabei wird die Lackschicht *vor* dem zu strukturierenden Material aufgebracht, belichtet und entwickelt. Die Abscheidungen bedecken zunächst die ganze Probenfläche, können aber durch Lösen des Lackes an den unerwünschten Stellen wieder entfernt werden.

Die negative Lackflanke ist für ein sauberes Gelingen von entscheidender Wichtigkeit, da sich dort kein Material deponieren lässt, und die Lackschicht für das Lösungsmittel zugänglich bleibt. Lithographische Prozesse mit zwei Lack-Schichten unterschiedlicher Wellenlängenempfindlichkeit ermöglichen ein negatives Stufenprofil und sind deshalb auch bei dicken Depositionsschichten noch zuverlässig.

#### 2.1.2 Masken und Belichtung.

Zur Strukturübertragung sind verschiedene Verfahren gebräuchlich, welche je nach Herstellungsziel Verwendung finden. In den Großanlagen der Massenfertigung kommen fast ausschließlich

Elektronenstrahlschreiber in Kombination mit den entsprechenden Resists zum Einsatz. Der Aufwand des manuellen Justierens von Masken ist bei den dortigen Wafergrößen und der geforderten Bearbeitungszeit pro Chip undenkbar. Das Substrat wird über die seitlich angelegten *flats* automatisch mit ausreichender Genauigkeit justiert.

In Kleinserien, wie sie im Rahmen wissenschaftlicher Arbeit üblich sind, werden meist optische Verfahren verwendet. Über Elektronenstrahlschreiber wird zunächst ein physikalisches Abbild der bisher nur in elektronisch lesbarer Form (CAD-Dateien, GDS-II-Format) vorliegenden Strukturen erstellt. Da die hier verwendeten Proben aus einem geviertelten 2-Zoll-Wafer entstehen, wird die für ganze Wafer ausgelegte Maske in Quadranten aufgeteilt, d. h. auf einer Maske lassen sich vier Layer unterbringen. Der Einfachheit halber wird im Folgenden ein auf dem Glaträger 1:1 abgebildetes Layer als Maske bezeichnet, wobei aus dem Zusammenhang klar wird, ob es sich weiterhin um eine Ätzmaste, oder die lithographische Maske zum Belichten von Lack handelt.

Die bei beim Maskenentwurf zu berücksichtigenden Besonderheiten werden in Kapitel 4.1 am Beispiel dieser Arbeit erläutert.

## 2.2 Materialsystem Diamant

Diamant hat herausragende elektrische und mechanische Eigenschaften, welche bei der Verwendung in mikroelektromechanischen Systemen (MEMS) verbesserte Performance erwarten lassen. Bei der Herstellung von funktionellen Strukturen kann auf verschiedene herkömmliche Verfahren zurückgegriffen werden.

### 2.2.1 Eigenschaften von CVD-Diamant

Diamant ist eine kristalline Modifikation des elementaren Kohlenstoffs, welche sich in der Natur nur unter hohen Drücken und Temperaturen im Erdinnern bilden kann. Mit technologischen Verfahren ist es jedoch möglich, im für Diamant metastabilen Bereich des Phasendiagramms (siehe links in Bild 2), also bei relativ niedrigen Drücken und Temperaturen, eine Synthese aus Gasphasen herbeizuführen.

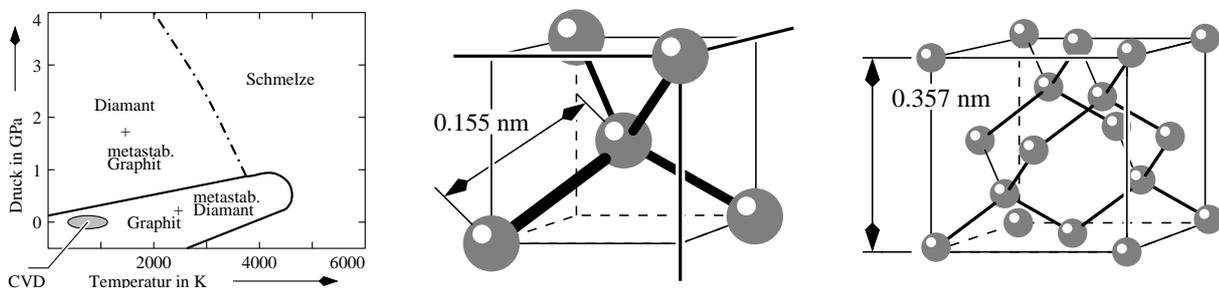


Bild 2: Phasendiagramm, Kohlenstoffatom ( $sp^3$ ) und Elementarzelle des Diamantgitters

**Physikalische Eigenschaften.** Die Kristallstruktur von Diamant setzt sich aus tetraederförmig gebundenen Kohlenstoffatomen in  $sp^3$ -Hybridisierung zusammen. Die Länge der kovalenten Bindung ist mit 0.155 nm sehr kurz und führt zu einer geringen Gitterkonstanten von 0.357 nm (rechts in Bild 2 auf der vorherigen Seite). Dies ergibt zusammen mit der tetraederförmigen Verstrebung der kovalent gebundenen C-Atome eine extreme Festigkeit des Diamantgitters.

Die Gesamteigenschaft der Festigkeit einer synthetisch hergestellten Diamantschicht hängt jedoch nicht nur vom Kristallaufbau, sondern auch von den miteingebauten Verunreinigungen und der Textur ab. CVD-Diamantschichten lassen sich je nach Orientierung der Kristallrichtung der einzelnen Körner in HOD (*high orientated*) und ROD (*randomly orientated*) einteilen. Je homogener die Orientierung, desto besser die mechanischen, wie auch elektronischen Eigenschaften (siehe Tabelle 1).

		HOD	Poly	Natur
Dichte $\rho$	in $g/cm^3$		3.387	3.515
E-Modul $E$	in GPa	< 850	< 1143	1050
Bruchspannung $\sigma_b$	in GPa	4.8	1.7	10.5
Ausdehnungskoeff. $\alpha$	in $10^{-6}/K$		1.0	0.8
therm. Leitfähigk. $\lambda$	in W/mK	1500	2000	600–2200

Tabelle 1: Elektrische und Mechanische Eigenschaften von CVD-Diamant [1]

**Elektrische Eigenschaften.** Die Energiebandlücke beträgt bei Diamant 5.45 eV (rechts in Bild 3), womit dieser in reiner Form als Isolator angesehen werden kann. Sämtliche Elektronen sind im Kristallgitter gebunden und stehen somit nicht als freie Ladungsträger zur Verfügung. Durch systematisches Zuführen von Verunreinigungen während des Wachstumsprozesses lassen sich jedoch Störstellen in das Kristallgitter einbauen und halbleitende Verhältnisse herstellen. Die Ionisierungsenergie der eingebrachten Störstellen kann je nach Dotierstoffkonzentration im Plasma um 0.38 eV bis 0 eV eingestellt werden, wodurch sich eine nahezu metallische Leitfähigkeit erzielen lässt. Bild 3 zeigt links eine Vorrichtung zur automatischen Zuführung von Bor in Drahtform.

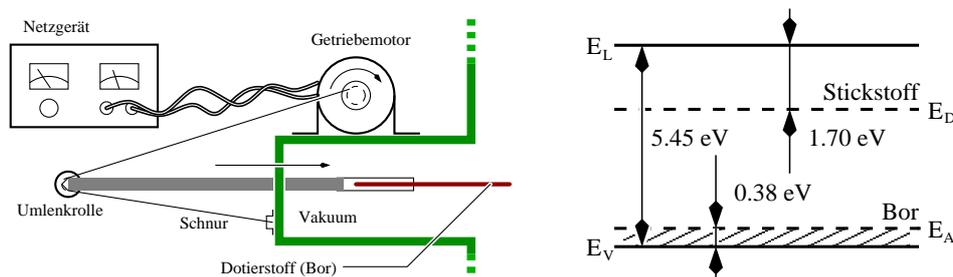


Bild 3: Dotierstoffzuführung, Bänderdiagramm mit Störstellenniveaus

Der momentan einzige technisch relevante Dotierstoff ist Bor, die Aktivierungsenergie von Stickstoffstörstellen ist zu hoch, um bei Raumtemperatur eine ausreichende Dichte von Ladungsträgern

zu generieren. Weiterhin wird die Leitfähigkeit von Diamantschichten über die Beweglichkeit  $\mu$  der Ladungsträger durch die Korngrenzenverhältnisse, und damit durch die Materialqualität beeinflusst.

### 2.2.2 Wachstum von Diamant-Schichten

Die links in Bild 4 dargestellte Anlage kann über einen Hohlleiter mit Mikrowellenleistung gespeist werden. Der in der Mitte der abgeschirmten Kammer angebrachte Substrathalter kann über eine Heizwendel auf Temperaturen um  $700\text{ }^{\circ}\text{C}$  erhitzt werden. Durch Steuerung von  $\text{H}_2$ - und  $\text{CH}_4$ -Zufluss lässt sich mit dieser Anordnung ein Plasma mit definierten Gasanteilen erzeugen.

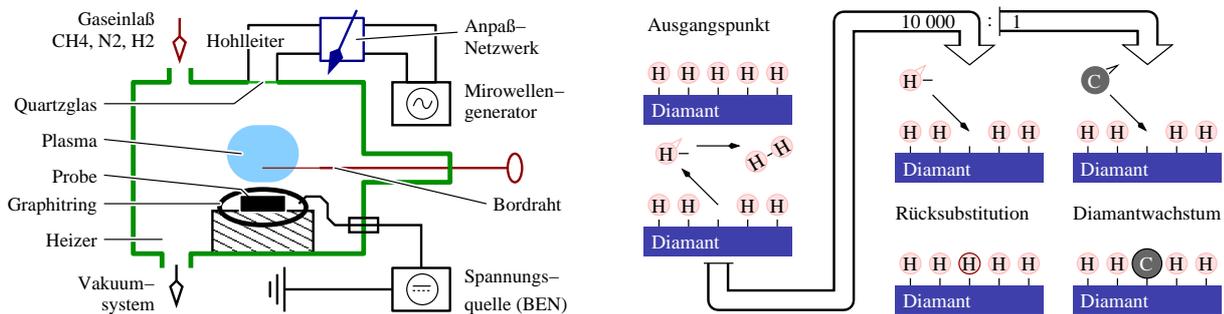


Bild 4: Wachstum von Diamantschichten, Anlage und Vorgänge

**Wachstumsmechanismus.** Die Herstellung von Diamantschichten kann mit Unterstützung eines Mikrowellen-Plasmas bei „niedrigen“ Temperaturen um  $700\text{ }^{\circ}\text{C}$  und niedrigen Drücken um 30 Torr erfolgen. Wichtig ist dabei, dass an der erwärmten wasserstoff-terminierten Oberfläche eine genügend große Konzentration von freien Valenzen zur möglichen Anlagerung von Kohlenstoff-Atomen entsteht (siehe rechts in Bild 4). Dies erfolgt auch bei optimalen Gaszusammensetzungen im Plasma nur in einem von 10 000 Fällen, was dennoch für Wachstumsraten von ca.  $0.3\text{ }\mu\text{m/h}$  auf der Substratoberfläche sorgt.

**Bekeimung.** Der beschriebene Wachstumsmechanismus kann nur auf bereits mit Diamant beschichteten Flächen funktionieren. Soll eine Schicht auf einem Fremdsubstrat wachsen, so müssen zunächst Keime „gesät“ werden, an denen sich weitere Kohlenstoffatome aus  $\text{CH}_4$ -Radikalen anlagern können. In einem Bekeimungsverfahren werden Ionen aus dem Plasma durch eine angelegte Gleichspannung (BEN, *bias enhanced nucleation*) in Richtung der Substratoberfläche beschleunigt. Treffen diese auf, so bilden sich an manchen Stellen Kristallite, welche nach einiger Zeit zu einer geschlossenen Schicht zusammenwachsen.

Andere Bekeimungsmöglichkeiten sind mechanisches Polieren der Oberfläche mit Diamantpulver, welches sich an Oberflächendefekten und Kanten absetzt, oder Behandlungen in Ultraschallbädern mit Diamantpartikel enthaltenden Flüssigkeiten.

## 2.3 Mikro-Elektromechanische Grundlagen

Zum Verständnis der Funktionsweise der Pumpenstrukturen wird in diesem Kapitel erläutert, welche physikalischen Prinzipien in welcher Weise zum Einsatz kommen. Durch geeignete Annahmen kann eine Vereinfachung erfolgen, deren Genauigkeit ausreichend ist. Oft ergeben sich jedoch Gleichungssysteme, die nur numerisch zu lösen sind (Simulationsteil).

### 2.3.1 Strömungslehre

Wie die Strömungen in zylindrischen Röhren und Zuleitungen stellt auch der Fluss des Mediums in der Pumpe selbst ein physikalisches Durchflussproblem dar und kann mit Strömungsmechanischen Mitteln untersucht werden. Von besonderem Interesse sind die Bereiche des Zu- sowie des Abflusses, die — entsprechend gestaltet — eine richtungsgebende Ventilfunktion übernehmen können.

**Navier-Stokessche Gleichungen.** Als zugrundeliegendes Medium soll hier das Modell der reibungsbehafteten ( $\nu > 0$ ) inkompressiblen ( $\rho = \text{konst}$ ) Strömungen genügen, deren Verhalten sich im wesentlichen durch die Erhaltungsgleichungen für Masse (Kontinuitätsgleichung), Impuls (Teilchenaustausch, Reibung) und thermische Energie beschreiben lassen:

$$\operatorname{div} \vec{v} = 0 \quad (1)$$

$$\frac{\partial \vec{v}}{\partial t} + \vec{v} \cdot \operatorname{grad} \vec{v} = \vec{f} - \frac{1}{\rho} \operatorname{grad} p + \nu \Delta \vec{v} \quad (2)$$

$$\frac{\partial T}{\partial t} + \vec{v} \cdot \operatorname{grad} T = -\frac{1}{\rho c_p} \operatorname{div} \vec{q} + \frac{\nu}{c_p} \Phi_\nu \quad (3)$$

Im karthesischen Koordinatensystem ergeben sich daraus fünf nichtlineare partielle Differentialgleichungen, die auch als *Navier-Stokessche* Gleichungen bekannt sind und das wichtigste System zur Beschreibung flüssiger Medien darstellt. Durch Normieren der Navier-Stokes-Gleichungen erhält man dimensionslose sog. Kennzahlen nach Euler, Froude, Stouhal und Reynolds.

Die Lösungen dieser Gleichungen sind die Druck-, Strömungs- und Temperaturverteilung einer umrandeten Flüssigkeitsmenge, wobei sich die Umrandung aus der geometrischen Form des durchströmten Bereiches ergibt und die zur Lösungsbestimmung notwendigen Rand- und Anfangsbedingungen definiert. So kann z. B. der Eingangsquerschnitt mit einer festen Strömungsgeschwindigkeit belastet, und der hydrostatische Druck am Ausgang als Referenzdruck zu Null festgesetzt werden. Aufgrund der durch Reibung an die feste Wand gekoppelten Fluidteilchen kann die Strömungsgeschwindigkeit am restlichen Außenrand nur Null sein (siehe Bild 5 auf der nächsten Seite).

**Kennzahlen und Reynolds-Zahl.** Das weitere Vorgehen bei der Bestimmung der Lösungen hängt nun sehr stark vom jeweiligen Fall ab, welcher durch Ermitteln der relevanten Kennzahlen eingestuft und bewertet werden kann. Die Kennzahlen gelten jeweils für ein bestimmtes Problem und erlauben auch den Vergleich von verschiedenen Modellen, da bei gleichen Kennzahlen ein

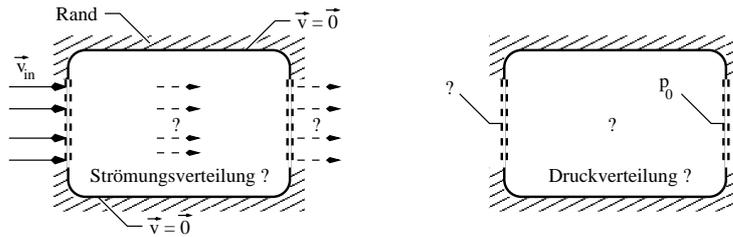


Bild 5: Umrandete Flüssigkeitsmenge mit Randbedingungen

ähnliches Flüssigkeitsverhalten zu erwarten ist. Somit können unbekannte Probleme auf bereits bekannte zurückgeführt werden.

Für die Lösung von Durchströmungsproblemen ist die Reynolds-Zahl von besonderer Wichtigkeit, denn sie gibt Aufschluss über den Einfluss der viskosen Reibungskräfte im Vergleich zu den Trägheitskräften. Demnach bedeutet eine hohe Reynolds-Zahl  $Re$ , daß die Reibungskräfte innerhalb der Flüssigkeit gegenüber den Randraibungskräften an den Wänden vernachlässigt werden können. Das Verhalten der Flüssigkeit hängt dann in grösserem Maße von der Randbegrenzung ab, man spricht von Grenzschichtströmungen (Siehe hierzu auch [18]).

Mit zunehmendem  $Re$  wird die Strömung jedoch auch instabil und es bilden sich 3-dimensionale Verwirbelungen und Turbulenzen, ein 2-dimensionales Modell reicht zur Beschreibung nicht mehr aus. Bei sehr kleinen Reynolds-Zahlen  $< 1$  können die Trägheitskräfte gegenüber den Reibungskräften vernachlässigt werden, es handelt sich dann um sog. Stokessche Schichtenströmungen. Der Einfluss der Reynolds-Zahl auf das zu verwendende Strömungsmodell ist in der folgenden Tabelle nochmals dargestellt:

$Re$	Strömungsmodell
$< 1$	Stokessche Schichtströmung
$> 1$	Schichtströmung, laminare Strömung
$\gg 1$	Grenzschichtströmung, turbulente Strömung (instabil)

**Lösungswege für Feldverteilungen.** Im allgemeinen ist eine analytische Lösung mit den gesuchten Feldverteilungen als Funktionen des Ortes erstrebenswert, kann aber nur in besonderen Fällen angegeben werden. Ist das Strömungsfeld von der Reynolds-Zahl unabhängig, so ist dies gemäss Zierep und Bühler [18] meist möglich. Können jedoch auch Turbulenzen auftreten, was oft nicht vorhersehbar ist, so kann eine Lösung nur auf numerischem Wege ermittelt werden.

Für einfache Diffusoren- und Düsenelemente wurden in verschiedenen Arbeiten (Gerlach [11], [12]; Olsson [13], [14]) bereits analytische Ausdrücke für quadratische und runde Querschnitte hergeleitet. Dabei wurde das untersuchte Element in drei Bereiche aufgeteilt und jedem Bereich ein auf Erfahrungen basierender dimensionsloser Verlustkoeffizient  $\xi$  zugeordnet. Die Gesamtcharakteristik ergibt sich dann aus der Summe der Einzelbereiche (siehe Tabelle 2).

Für die Bewertung der Diffusoren- bzw. Düsenelemente genügt es, den Wirkungsgrad  $\eta$  auszurechnen. Ein Zusammenhang zwischen der sich aufbauenden Druckdifferenz zwischen Eingang

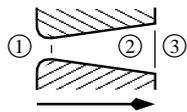
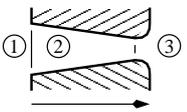
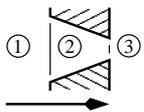
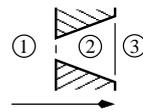
	Diffusor		Düse	
Maße:	$\alpha = 10^\circ, d = 80\mu\text{m}, l = 1\text{ mm}$		$\alpha = 70^\circ, d = 80\mu\text{m}, l = 1\text{ mm}$	
Richtung:	positiv	negativ	positiv	negativ
				
1: $\xi_{\text{in}} =$	0.05	0.009	0.004	0.4
2: $\xi_{\text{mid}} =$	0.21	0.0006	0.0007	1.05
3: $\xi_{\text{out}} =$	0.02	1.0	1.0	0.01
$\Sigma$ : $\xi_{\text{ges}} =$	0.28	1.009	1.005	1.46
$\eta = \frac{\xi_{\text{neg}}}{\xi_{\text{pos}}} =$	$\frac{1.009}{0.28} = 3.6$		$\frac{1.46}{1.005} = 1.45$	

Tabelle 2: Verlustkoeffizienten für Diffusoren und Düsen mit rundem Querschnitt [12], [14]

und Ausgang und der mittleren Strömungsgeschwindigkeit lässt sich mit Gleichung (4) angeben. Die Koeffizienten sind auf den Durchmesser der Engstelle normiert, weshalb auch  $\bar{v}$  an dieser Stelle zu entnehmen ist:

$$\Delta p = \xi \frac{1}{2} \rho \bar{v}^2. \quad (4)$$

Die Koeffizienten  $\xi$  aus Tabelle 2 gelten jedoch nur für die angegebenen Abmessungen. Ein analytischer Ausdruck in Abhängigkeit des Winkels  $\alpha$  und anderer geometrischer Parameter ist dagegen schwer zu finden. Hier kommt man nur mit numerischen Simulationen am Rechner weiter.

### 2.3.2 Mikromechanik

Die mechanische Beschreibung von Membranen und deren Verhalten unter äußeren Belastungen erfolgt in der theoretischen Mechanik meist über vereinfachte geometrische Grundelemente wie Platten (eben) oder Schalen (gekrümmt). Zunächst werden Grundgleichungen für die an den Elementen wirkenden Kräfte und Momente aufgestellt, was zumeist Bilanz- oder Gleichgewichtsbetrachtungen beinhaltet. Im Allgemeinfall wird untersucht, wie äußere Kräfte auf differentielle Volumenelemente wirken. Die Aufteilung in flächen- und linienbezogene Belastungsgrößen wie Spannungen, Lagerkräfte und Momente ermöglicht in der Regel Vereinfachungen, welche z. B. als Momentengleichung eine hinreichend genaue Bestimmung der gesuchten Größen zulässt.

**Bistabilität und kritische Dicke.** Zum Verständnis der theoretischen Zusammenhänge sollen hier nur eindimensionale Balken beispielhaft erläutert werden, für 3-dimensionale Membran-Betrachtungen stehen numerische Verfahren zur Verfügung. Die Momentengleichung für zweiseitig eingespannte Balken kann nach [4] wie folgt aufgestellt werden:

$$M_y(x) = -M_E + Fu(x). \quad (5)$$

Das Biegemoment an einer beliebigen Stelle des Balkens setzt sich zusammen aus einem Moment  $M_E$  durch die Rückstellkraft der Einspannung, sowie einem Moment, welches aus der lokalen Auslenkung  $u(x)$  und der achsenparallelen Kraft  $F$  resultiert (Bild 6 auf der nächsten Seite). In Erwägung der mechanischen Festigkeit, d. h. der Verkopplung der Auslenkungen erhält man gemäß Biegetheorie (siehe hierzu [19]):

$$EJ_y \frac{d^2 u(x)}{dx^2} = -M_y(x) = M_E - Fu(x), \quad (6)$$

mit dem querschnittsabhängigen Flächenträgheitsmoment  $J_y$  und dem E-Modul  $E$ . Nach dem Auswerten des Lösungsansatzes und den Randbedingungen  $u(x) = 0$  und  $u'(x) = 0$  an den eingespannten Balkenenden ergibt sich folgende Biegelinie:

$$u(x) = \frac{M_E}{F} \left( 1 - \cos \frac{2\pi}{l - \Delta l} x \right). \quad (7)$$

Die Größen  $F$  und  $M_E$  sind unbekannt, da messtechnisch nicht zugänglich. Über die im Balken gespeicherte elastische Energie

$$W = \frac{Ebd}{2l^3} \left( (C^2 \pi^2 - l \Delta l)^2 + \frac{2}{3} \pi^4 C^2 d^2 \right) \quad (8)$$

kann jedoch ein Ausdruck für die Konstante  $C = M_E/F$  gefunden werden. Gleichung (8) enthält viele technologisch zugängliche geometrische Parameter wie die Balkenlänge  $l$ , die Dicke  $d$  und die Breite  $b$ , deren Untersuchung auf Zustände niedriger elastischer Energie (Minima) nach einiger Rechnung gemäß [4] auf folgende Zusammenhänge führt:

$$C = 0 \quad \text{für} \quad d > \frac{l}{\pi} \sqrt{3\varepsilon} \quad (9)$$

$$C = \pm l \sqrt{\frac{\varepsilon}{\pi^2} - \frac{1}{3} \left( \frac{d}{l} \right)^2} \quad \text{für} \quad d < \frac{l}{\pi} \sqrt{3\varepsilon}. \quad (10)$$

Dies bedeutet, dass der Balken ab einer bestimmten Stärke  $d = d_k$ , welche bei konstanter Länge  $l$  im wesentlichen von der technologisch bedingten Stauchung  $\varepsilon = \Delta l/l$  abhängt, eine stabile Ruhelage einnimmt. Wird  $d_k$  unterschritten, so können sich zwei komplementäre Biegelinien ausbilden, der Balken kennt dann zwei stabile Ruhelagen. Die Balkenbreite beeinflusst dieses Verhalten nicht.

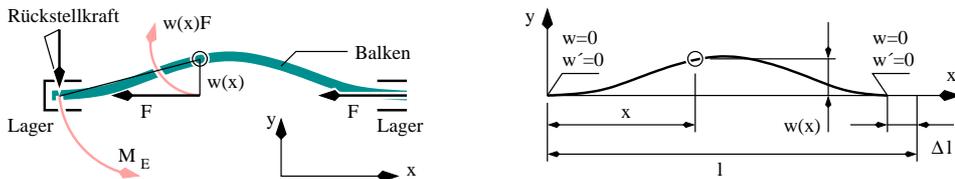


Bild 6: Repräsentatives Balkenmodell und Randbedingungen

Diese Bistabilität kann insbesondere bei Aktoren mit hohem statischem Stromverbrauch eingesetzt werden um Schalt- oder Bewegungszustände dauerhaft aufrecht zu erhalten. Zur Überwindung der mechanischen Vorspannung genügt dann ein kurzer Aktivierungsimpuls, dessen Energie während des Klappvorgangs kinetisch umgesetzt wird und in der anderen Position wieder in Form von elastischer Energie „gespeichert“ wird.

**Übertragung auf Membrane.** Wie bei den eindimensionalen Balken kann auch bei 2-dimensionalen Membranen die Hüllkurve analytisch ermittelt und energetisch untersucht werden. Dies soll jedoch nicht Teil dieser Arbeit sein, zumal mit der Methode der finiten Elemente mehrdimensionale Differentialgleichungssysteme numerisch einfacher zu lösen sind. Entsprechende Simulationsprogramme wie z. B. ANSYS erlauben neben der Analyse rein mechanischer Systeme auch Untersuchungen an gekoppelten Modellen, was insbesondere für die Mikrosystemtechnik von entscheidender Wichtigkeit ist.

So lassen sich Schichtfolgen unterschiedlicher elektrischer, mechanischer oder thermischer Eigenschaften modellieren und deren Verhalten unter verschiedenen Randbedingungen untersuchen.

### 2.3.3 Halbleiter

Die halbleitende Eigenschaft von Diamant kann, wie in Abschnitt 2.2.1 auf Seite 5 beschrieben, durch Erzeugen von Störstellen während des Wachstumsvorgangs beeinflusst werden.

**Leitfähigkeit.** Der Mechanismus elektrischer Leitung entsteht in Metallen durch die freien Elektronen, welche als Ladungsträger im elektrischen Feld kinetische Energie aufnehmen. Die Leitfähigkeit hängt damit direkt mit der Verfügbarkeit von Ladungsträgern, also deren Konzentration und Beweglichkeit zusammen. In homogen dotierten Halbleitern stehen zwei komplementäre Mechanismen zur Verfügung: Elektronenleitung und Löcherleitung,

$$\vec{j} = \vec{j}_n + \vec{j}_p = e(n\mu_n + p\mu_p) \cdot \vec{E} = \sigma \vec{E}. \quad (11)$$

Dies entspricht dem ohmschen Gesetz in differentieller Form, da  $j$ ,  $n$  und  $p$  auf Flächen-, bzw. Volumenelemente bezogene Größen sind. Das elektrische Feld  $E$  entsteht durch die angelegte Spannung zwischen den Kontakten und bewirkt einen Stromfluss der Dichte  $j$  durch das Halbleitermaterial der Leitfähigkeit  $\sigma$ .

**Schichtwiderstände.** Aus der differentiellen Form gelangt man durch Integration über die an der Leitung beteiligten Volumenelemente zum allgemeinen ohmschen Gesetz. Betrachtet man die Stromführenden Volumenelemente als zusammenhängende Quader der Stirnfläche bzw. Querschnittsfläche  $A$ , der Länge  $l$  und der Breite  $b$ , so erhält man aufgrund der homogenen Stromdichte:

$$I = \int_A \vec{j} d\vec{A} = \sigma EA = \frac{\sigma wd}{l} U. \quad (12)$$

Damit ergibt sich nach Einführung des Schichtwiderstandes  $R_S$  für den Gesamtwiderstand des betrachteten Quaders der Leitfähigkeit  $\sigma$ :

$$R = \frac{l}{\sigma wd} = R_S \cdot \frac{l}{w}. \quad (13)$$

Berücksichtigt man in der Leitfähigkeit noch die Halbleitereigenschaften, d. h. die von der Aktivierungsenergie des Dotierstoffes (siehe Abschnitt 2.2.1 auf Seite 5) und der Störstellendichte  $N_A$  abhängigen Ladungsträgerkonzentration  $p$ , so erhält man

$$R = \frac{l}{wd} \cdot \frac{1}{q\mu_p N_A} e^{\frac{E_A}{kT}}, \quad \text{mit} \quad R_S = \frac{1}{dq\mu_p N_A} e^{\frac{E_A}{kT}}, \quad (14)$$

da durch die p-Dotierung die Löcherleitung überwiegt. Der Schichtwiderstand ist also von der Schichtdicke  $d$ , stärker jedoch von der Temperatur und der Aktivierungsenergie  $E_A$  abhängig.

## 3 Modellanalyse und Planung

Zunächst wird eine Auswahl von Modellen beschrieben, welche mittels FEM-Simulationen und Testreihen auf ihre Eignung untersucht und gegebenenfalls optimiert werden. Anschließend werden Möglichkeiten der Umsetzung vorgestellt.

### 3.1 Ausführungen von Mikropumpen

Pumpaktoren können auf verschiedenen Prinzipien basieren. Wir beschränken uns hier auf den rein mechanischen nichtrotierenden Flüssigkeitstransport, d. h. auf Pumpen, welche durch (Membran-) Hub Drücke erzeugen, die über Steuerelemente (Ventile) in einem gleichgerichteten Fluss resultieren. Ein Vorteil in der Mikrosystemtechnik sind hierbei Effekte, die erst im Mikro- und Nanometerbereich wirksame Kräfte entfalten, für Anwendungen im Makrobereich jedoch ohne Wirkung bleiben. Durch die kleinen Abmessungen können besonders grosse Feldstärken und Momente erzielt werden.

#### 3.1.1 Steuerung des Flusses

Ventile lassen sich auf unterschiedliche Weise realisieren, jedoch sind nicht alle mit vertretbarem technologischem Aufwand umsetzbar. In diesem Abschnitt wird untersucht, ob sich die betrachteten Ventiltypen zur planaren Integration eignen, d. h. ob sie mit der Membran in einer Ebene untergebracht werden können. Planar bedeutet hier auch, dass der vertikale Aufbau nicht zu komplex ausfallen sollte, da hierzu die technologischen Mittel bei hohen Schichtdicken fehlen.

**Passive Ventile.** Dieser Typus lässt sich weiterhin gliedern in solche mit beweglichen Teilen wie Klappen, Platten, Kugeln, etc. und solche ohne bewegliche Teile. Allgemein versteht man unter passiv, dass die Ventile ohne externe Zuführung von Energie den Fluss in eine Richtung lenken, also *gleichrichten*. Das Umschalten der beweglichen Steuerelemente — wenn vorhanden —, und der Erhalt des Schaltzustandes geschieht durch Entnahme von kinetischer Energie aus der Strömung selbst, bzw. durch die potentielle Energie der sich aufbauenden hydrostatischen Druckdifferenz.

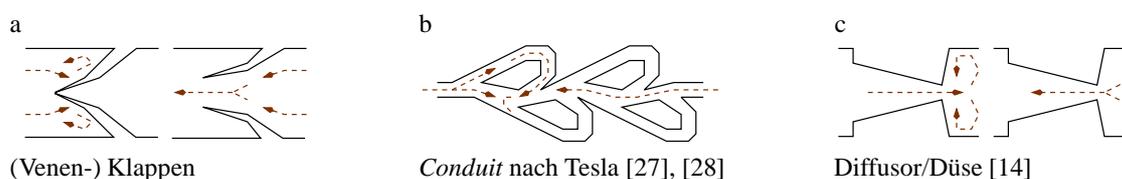


Bild 7: Planar integrierbare passive Ventile mit (a) und ohne bewegte Teile (b, c)

Ventile ohne bewegte Teile (No-moving-parts valves [29], fixed valves, [28]) sind solche, bei denen eine Strömungsrichtung bevorzugt wird, die andere jedoch nicht vollkommen abgedichtet wird. Da die Funktion eines Ventils immerhin gegeben ist, scheint der Zusatz *ohne bewegte Teile* passender als die von Olsson und Stemme [13], [14] geprägte Bezeichnung *valve-less*. Die von Gerlach eingeführte Bezeichnung *dynamic passive valves* scheint ebenfalls irreführend, da hier auch passive

Klappenventile gemeint sein könnten. Als kürzere, trotzdem passende Bezeichnung im Deutschen, soll in dieser Arbeit im Folgenden der Begriff *immobile Ventile* verwendet werden.

Das Prinzip der immobilen Ventile beruht auf dem richtungsabhängigen Hervorrufen von Wirbelfeldern, welchen zur Aufrechterhaltung der Strömung mehr Energie in Form von Druck zugeführt werden muss. Die Wirbel können je nach Modell bzw. Typ durch Strahlteilung und Umlenkung (Tesla [27]), oder durch Strahlablösung von der Innenwand (Diffusor, Bild 7 auf der vorherigen Seite) erfolgen. Im Abschnitt 3.2.2 dieses Kapitels wird der Diffusor als mögliche Variante numerisch analysiert. Elektronisch können immobile Ventile als Dioden mit Leckströmen verstanden werden (Ersatzschaltbild links in Bild 8).

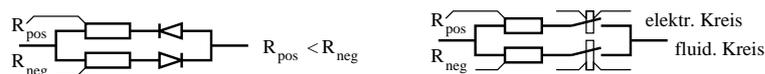


Bild 8: Elektronische Entsprechung der Ventiltypen (passiv, aktiv)

Aufgrund der von Stemme [10], Gerlach [11] und Olsson [14] bereits erfolgreich durchgeführten Arbeiten scheint der immobile Ventiltypus für erste funktionale Evaluationen aufgrund seiner einfachen Struktur am besten geeignet. Diffusoren haben eine einfache Struktur, die sich im Aufbau nur geometrisch von der Membran unterscheidet und deshalb hervorragend planar auf einem Chip integrieren lässt. Ventile mit losen Teilen wie Platten, Kugeln oder Kegeln kommen deshalb hier nicht in Betracht. Der Typus nach Tesla ist ebenfalls denkbar, wurde hier aber nicht weitergehend untersucht.

**Aktive Ventile.** Aktive Ventile sind aufgrund der Komplexität für dieses Vorhaben noch nicht vorgesehen, aber durchaus denkbar, wenn sich ein geeignetes Anregungsprinzip bewährt hat. Nach van den Berg und Lammerink [7] können aktive Ventile nach der Wirkungsrichtung der mechanischen Teile relativ zur Flussrichtung in vier Gruppen eingeteilt werden: Typ A bezeichnet Ventile, die den Fluss senkrecht zur Strömungsrichtung beeinträchtigen. Typ B wirkt parallel zur Strömungsrichtung, und Typ C hat Wirkungskomponenten in beide Richtungen. Anders als bei den anderen Typen wird bei D eine Wirkung durch das Verhalten der Flüssigkeit selbst hervorgerufen: Durch Zuführung oder Entzug von Wärme entsteht ein Hindernis in Form einer Blase bzw. eines festen Phasenanteils.

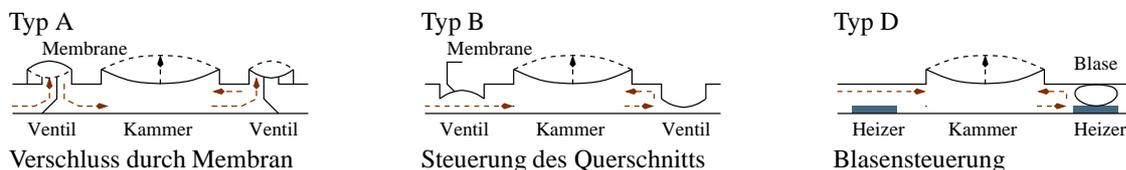


Bild 9: Aktive Ventile mit Membran- (A, B) und Blasensteuerung (D), [7]

Auf diese Arbeit bezogene Beispiele hierzu finden sich in Bild 9, eine elektronische Repräsentation ist als Ersatzschaltbild rechts in Bild 8 dargestellt.

### 3.1.2 Anregungsmechanismen

Ein Aktor verrichtet mechanische Arbeit, d. h. er wandelt elektrische Energie in kinetische (Bewegung) oder potentielle Energie (Positionswechsel) um. Durch Miniaturisierung können elektrostatische, elektromagnetische und thermische Effekte über einfache Strukturen wirkungsvoll eingesetzt werden. Aktoren können auf verschiedene Weise klassifiziert werden. Shoji [8] unterscheidet z. B. zunächst zwischen herkömmlichen makroskopischen Antrieben und miniaturisierten Mikroaktoren, welche mit Verfahren aus der Halbleitertechnologie gefertigt werden und damit neue Möglichkeiten erschließen (Bild 10).

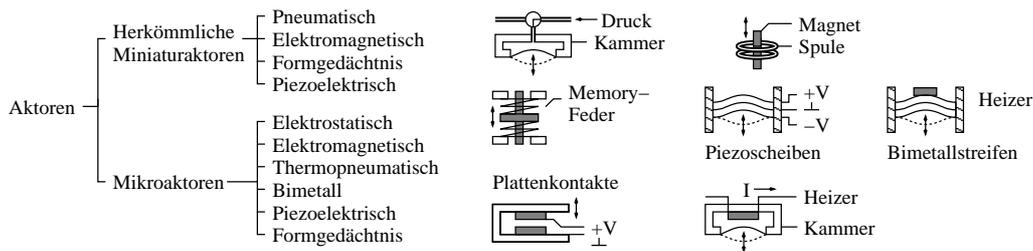


Bild 10: Klassifizierung von Aktoren nach Shoji [8]

**Elektrostatische Anregung.** Elektrostatisch wirkende Aktoren bestehen meist aus einer fest verankerten flächigen Elektrode und einer an einem flexiblen Balken oder einer Membran angebrachten Gegenelektrode (Bild 11 auf der nächsten Seite). Durch Ladungstrennung, d. h. durch Aufbringen bzw. Abziehen von Ladungsträgern über Kontakte, erreicht man gegensätzliche, sich anziehende Pole. Mit den mikroskopisch kleinen Abmessungen erzielt man dabei Feldstärken die groß genug sind, um an der Membran Wirkung zu zeigen. Gemäß

$$F_{\text{akt}} = \frac{1}{2} \epsilon_0 \epsilon_r E^2 A = \frac{1}{2} \epsilon_0 \epsilon_r \frac{U^2}{d^2} A \quad (15)$$

hängt die Anziehungskraft der Elektroden quadratisch von deren Nähe  $1/d$ , jedoch nur linear von der Elektrodenfläche  $A$  ab. Die Nähe  $1/d$  begrenzt damit die maximale Auslenkung, welche nur auf Kosten der Anziehungskraft oder zum Nachteil einer höheren Versorgungsspannung erhöht werden kann. Eine Kompensation dieses Effekts über die Fläche resultiert nach

$$C = \epsilon_0 \epsilon_r \frac{A}{d}, \quad \text{und} \quad U(t) = U_0 \left( 1 - e^{-\frac{t}{RC}} \right) \quad (16)$$

in einer größeren Kapazität und damit einem längeren Ansprechverhalten (große Zeitkonstante), schließlich müssen die Plattenladungen auch umgeladen werden. Nicht zuletzt wirkt sich eine größere Elektrodenfläche auch negativ auf die Integrationsdichte aus.

Das elektrostatische Prinzip fand bereits in Diamantschaltern [3] an Biegebalken Verwendung, ist also technologisch hinreichend bekannt, doch ist unklar, ob die erzielten Kräfte zum Verdrängen von Flüssigkeit ausreichen.

**Elektromagnetische Anregung.** Derartige Aktoren beruhen auf der Kraftwirkung eines äußeren Magnetfeldes auf Dauermagneten, weichmagnetische Materialien oder stromdurchflossene Leiter. Die Wirkungsrichtung ist bei Leitern nach Lorentz physikalisch festgelegt auf die Richtung senkrecht zur von Stromfluss und Magnetfeld aufgespannten Ebene. Äußere Magnetfelder können durch planare Spulen erzeugt werden, welche jedoch nur bei senkrecht dazu angeordneten Membranen die richtige Kraftwirkung entfalten können:

$$\vec{F}_{\text{akt}} = I_i \cdot (\vec{l} \times \vec{B}_a) \quad \text{mit} \quad B_a = \mu_r \mu_0 \frac{n_a I_a}{2R}. \quad (17)$$

Damit steht man vor einem 3-dimensionalen Integrationsproblem, welches auf der vorgesehenen Miniaturisierungsstufe im Materialsystem Diamant nur mit hier nicht vertretbarem Aufwand (mindestens 3 Chiplagen) gelöst werden kann.

Weichmagnetische (magnetisierbare) Materialien können in der Spulenebene so angeordnet werden, dass die Kraftwirkung aus der Ebene heraus gerichtet ist und direkt zum Auslenken einer Membran eingesetzt werden kann (Bild 11b). Jedoch muss die magnetische Schicht in ausreichender Stärke aufgebracht werden, was wiederum die Flexibilität der Membran beeinträchtigen und die Auslenkung verringern wird. Genauere Untersuchungen hierzu wurden im Rahmen dieser Arbeit nicht angestellt, könnten aber durchaus die Wirksamkeit dieser Methode belegen.

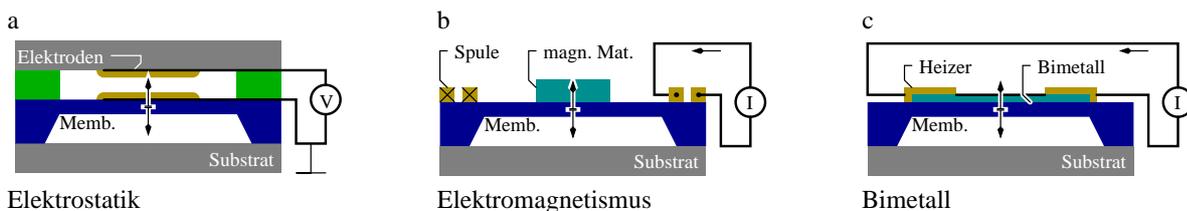


Bild 11: Realisierbare Membranaktoren und Schicht-Konfiguration

**Thermische Aktoren.** Die Ausdehnung von Medien unter Wärmeeinwirkung ist ein weiteres Prinzip zur Umwandlung elektrischer Energie in Bewegung. Bei einer thermopneumatischen Umsetzung ist die Membran in eine fest versiegelte Druckkammer integriert, welcher über einen Heizer Wärme zugeführt werden kann. Das eingeschlossene Gas erwärmt sich, dehnt sich aus und drückt die Membran durch. Die auf die Membran wirkende Kraft ergibt sich aus dem dabei angestiegenen Druck (Volumenänderung vernachlässigbar) zu

$$F_{\text{akt}} = p \cdot A \quad \text{und} \quad p(T) = p_0 \cdot e^{\frac{-\Lambda_v}{RT}}, \quad (18)$$

wobei  $p_0$ ,  $\Lambda_v$  und  $R$  der Anfangs, bzw. Umgebungsdruck, die spezifische Verdampfungswärme des Gasmenges und die allgemeine Gaskonstante bezeichnen.

Die erreichbaren Kräfte und Auslenkungen, sowie das Ansprechverhalten scheinen hier günstig, jedoch ist es technologisch nicht sehr einfach eine Heizerstruktur hermetisch dicht in eine den Anforderungen entsprechende Druckkammer zu integrieren, zumal die Gesamtstruktur vermutlich aus mehreren Lagen zusammengesetzt werden muss. Vorteilig könnte hier jedoch technologisches Wissen bezüglich der hinreichend bekannten Heizerstrukturen, sowie die Bondingtechnologie aus den thermofluidischen Reaktoren [21] zum Einsatz kommen.

Ein weiteres thermisches krafterzeugendes Verfahren resultiert aus dem Bimetalleffekt, nach welchem zunächst zwei Materialien unterschiedlicher Wärmeausdehnung fest aneinandergefügt werden. Bei Wärmezufuhr entsteht dann eine Verspannung entlang der Grenzfläche, welche schließlich eine dazu orthogonale Kraftwirkung hervorruft (Bild 11c). Gemäß Biegetheorie (Mikromechanik, [19]) gilt:

$$F_{\text{akt}} \sim (\alpha_{\text{ni}} - \alpha_{\text{di}}) \Delta T. \quad (19)$$

Hier ist mit Nickel und Diamant, also einer Kombination mit sehr unterschiedlichem Wärmeausdehnungsverhalten eine optimale Materialkombination gefunden worden. Das Prinzip ist an Biegebalken schon simuliert, und auch technologisch realisiert worden [4]. Durch eine günstige Wahl der geometrischen Parameter kann die zur Bewegung nötige Erwärmung gering gehalten werden.

**Bewertung.** Tabelle 3 zeigt eine von Shoji [8] für das Silizium-Materialsystem erstellte Beurteilung der aufgezählten und beschriebenen Aktoren. Für Diamant muss das Bewertungsschema aufgrund der besonderen Eigenschaften jedoch überarbeitet werden: Bei elektrostatischen Diamantaktoren ist aufgrund des höheren E-Moduls (vgl. Tabelle 1 auf Seite 5) mit noch kleineren Auslenkungen bzw. nicht ausreichenden Kräften zu rechnen. Die Zuverlässigkeit von thermopneumatischen Aktoren wird aufgrund der bereits besprochenen technologischen Schwierigkeiten vermutlich niedriger ausfallen, und zu elektromagnetischen Aktoren liegen im Diamant-Materialsystem noch keine Erfahrungswerte vor.

Aktor	Druck	Auslenkung	Ansprechen	Zuverlässigkeit
Elektrostatisch	klein	sehr klein	sehr schnell	sehr hoch
Thermopneumatisch	gross	mittel	mittel	hoch
Elektromagnetisch	klein	gross	schnell	hoch
Bimetallisch	gross	klein	mittel	genügend

Tabelle 3: Bewertung von Silizium-Mikroaktoren nach Shoji [8]

Es kann davon ausgegangen werden, dass die über das Bimetall-Prinzip erreichbaren Kräfte im Diamant-System aufgrund des E-Moduls eher größer, die Auslenkung ausreichend, und das Ansprechverhalten durch die höhere Wärmeleitfähigkeit vermutlich schneller ausfallen werden. Es ist deshalb naheliegend, die Membran über einen bimetal-basierten Aktor anzuregen.

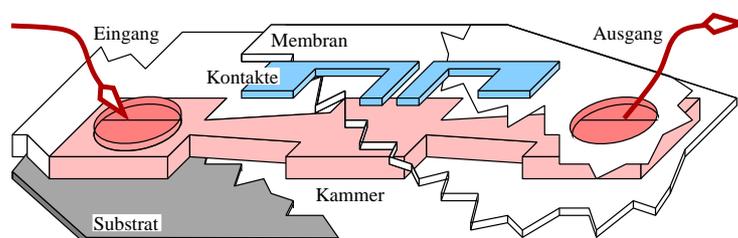


Bild 12: Favorisiertes Prinzip: Bimetallanregung und Diffusor/Düsen-Ventile

Bild 12 auf der nächsten Seite zeigt das Ergebnis der bisher in diesem Kapitel angestellten Betrachtungen: Die Flüssigkeit wird mit einer über Diffusorelemente nach außen verbundenen Kavität, welche ihr Volumen durch die oben abschließende bimetallisch erregte Membran verändert, transportiert. Dieses Gesamtmodell ist Ausgangspunkt für die weiteren Betrachtungen dieses Kapitels.

## 3.2 Simulation und Dimensionierung

Das komplexe Gesamtmodell wird aufgeteilt in drei Subsysteme, welche jeweils getrennt analysiert werden. Dazu werden die Modelle weiterhin vereinfacht und mit Hilfe der Methode der finiten Elemente (FEM) mit dem Programm ANSYS optimiert. Die Simulationsergebnisse finden sich jeweils am Ende des Unterkapitels und stellen die Basis für den Layoutentwurf dar. Im Anhang ist als Beispiel für die verwendeten Steuerbefehle die Eingabe zu Geometrie 1 als Datei abgedruckt.

### 3.2.1 Mechanisches System – Membran

Je nach Membranmodell (Bild 13) ergibt sich eine unterschiedliche Anzahl von Parametern (Längen, Breiten, Höhen, Dicken usw. ), deren Einfluss auf die Temperatur, die Durchbiegung und die maximale Membranauslenkung zu bestimmen ist. Dazu wurden ANSYS-Eingabedateien (Anhang A.2.1 auf Seite 76) erstellt, die in mehreren Schritten das Membranmodell in einen definierten Ausgangszustand versetzen (nach oben durchgedrückt) und für die Metallstreifen jeweils eine Temperaturrampe durchfahren. ANSYS berechnet dann für jeden Belastungsschritt die Membranverbiegung und deren Maximum. Da die Abarbeitung einer solchen Eingabedatei mit zehn Temperaturschritten pro Streifen etwa 20 Minuten dauert, wurde in einem ersten Durchlauf zunächst im groben Raster simuliert, dann in einem zweiten Schritt an den relevanten Stellen in Schritten von 1 °C nachgerechnet.

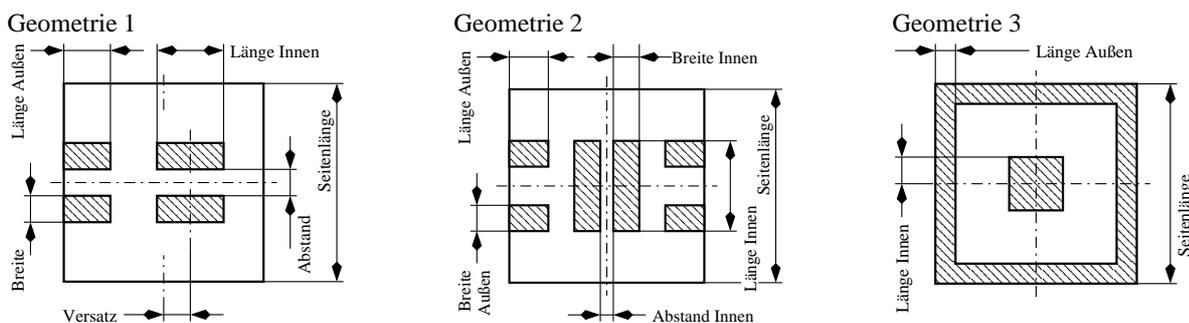


Bild 13: Einfache Modelle verschiedener Membranmetallisierungen

**Simulationskriterien.** Die Menge der errechneten Daten ist enorm, da die Verbiegung und andere geometrische Informationen für jeden Knotenpunkt des Modells gespeichert werden. Um sinnvoll arbeiten zu können, muss ein Mittelweg zwischen Netzdichte, (Festplatten-) Speicherbedarf, Rechenzeit und Genauigkeit gefunden werden. Nicht alle dieser Daten sind jedoch relevant,

da für diese Arbeit nur jene Temperatur, bei der die Membran in die andere stabile Lage wechselt (Schwelltemperatur) interessant ist.

Ziel der Simulationen ist es, die Geometrieparameter so zu bestimmen, dass sich die Membran mit dem geringsten Kraftaufwand aus ihren stabilen Lagen klappen lässt. Um diese Suche zu vereinfachen ist es nützlich, zunächst ein paar Kriterien zur Bewertung des Simulationserfolges aufzustellen:

$T_{ab} \approx T_{auf}$ ,	Schwelltemperatur für beide Streifen etwa gleich;
$T_{ab} = T_{auf} = \min$ ,	Temperatur möglichst gering;
$u_{z,ab} - u_{z,auf} = \max$ ,	Membranhub möglichst groß.

Ausgehend von zunächst grob durch „Ausprobieren“ ermittelten Startparametern wird nun in iterativen Schritten jeweils ein Parameter variiert, während die anderen unverändert bleiben. Die dabei ermittelten Schwelltemperaturen wurden wie in Bild 14 gezeigt, für beide Zustände über der variierten Größe aufgetragen. Zusätzlich wurde gemäß den Kriterien jeweils die Differenz der Ruheauslenkungen als Membranhub ermittelt und dargestellt (siehe Legende).

**Geometrie 1.** Aus der ersten Simulationsreihe kann damit der optimale Mittenabstand des inneren Streifenpaares (Versatz) ermittelt werden. Um den Kriterien zu genügen, sucht man im Diagramm in Bild 14 zunächst nach Schnittpunkten, und entscheidet sich für den, der tiefer (niedrigere Schwelltemperatur) liegt. Um dem dritten Kriterium zu genügen wird dann ein  $x$ -Wert gewählt, für den der Hub etwas größer als am Schnittpunkt ist. Der Wert  $e_{ni}$  stellt hier also einen Kompromiss zwischen ähnlichen Schwelltemperaturen (Schnittpunkt) und hohem Membranhub dar (Tabelle 4 auf Seite 21).

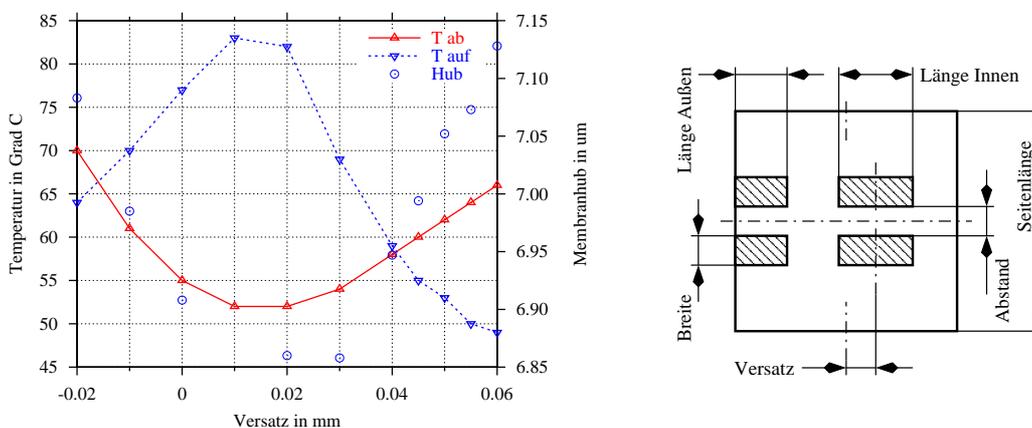


Bild 14: Schwelltemperatur in Abhängigkeit der Streifenposition bei Geometrie 1

Mit diesem neuen Wert für  $e_{ni}$  wird nun in der selben Weise die Länge der inneren Bimetallstreifen bestimmt, bzw. unter den Simulationskriterien optimiert. Der Kurvenverlauf für das äußere Streifenpaar ist sehr flach, man kann mit der Länge der inneren Streifen also sehr gut die Schwelltemperatur für die Aufwärtsbewegung einstellen, da die andere Temperatur davon kaum betroffen ist (Bild 15). Im Diagramm daneben wird die Länge des äußeren Streifenpaares variiert, wobei

zu erkennen ist, dass innerhalb eines Intervalls die Temperatur für das Hochklappen annähernd konstant bleibt. Es lässt sich hier also  $T_{ab}$  separat einstellen. Die Wahl der Länge fällt hier leicht, da Schnittpunkt und Minimum zusammenfallen, und auch der Hub dort ein lokales Maximum aufweist.

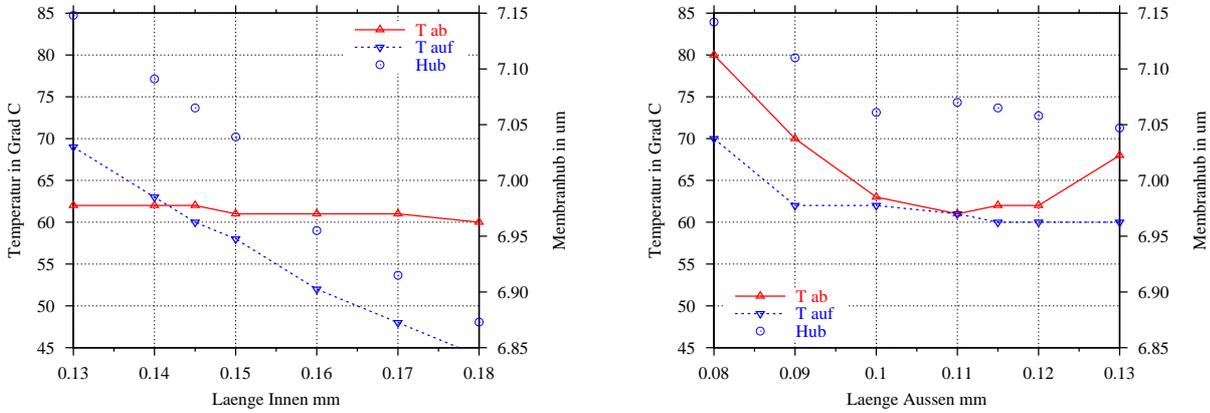


Bild 15: Auswirkung der Streifenlänge auf die Schwelltemperatur bei Geometrie 1

Beide Temperaturen  $T_{auf}$  und  $T_{ab}$  sind in gleichem Maße von der Streifenbreite abhängig, die Steigungen sind fast gleich (Bild 16). Will man also die Arbeitstemperatur des Gesamtsystems verändern, so kann dies über die Breite  $b_{ni}$  erfolgen. Das rechte Diagramm in Bild 16 lässt erkennen, dass sich die beiden Temperaturen mit dem Paarabstand der Streifen kaum beeinflussen lassen. Allein der Membranhub zeigt ein sehr starkes Abhängigkeitsverhalten (große Steigung).

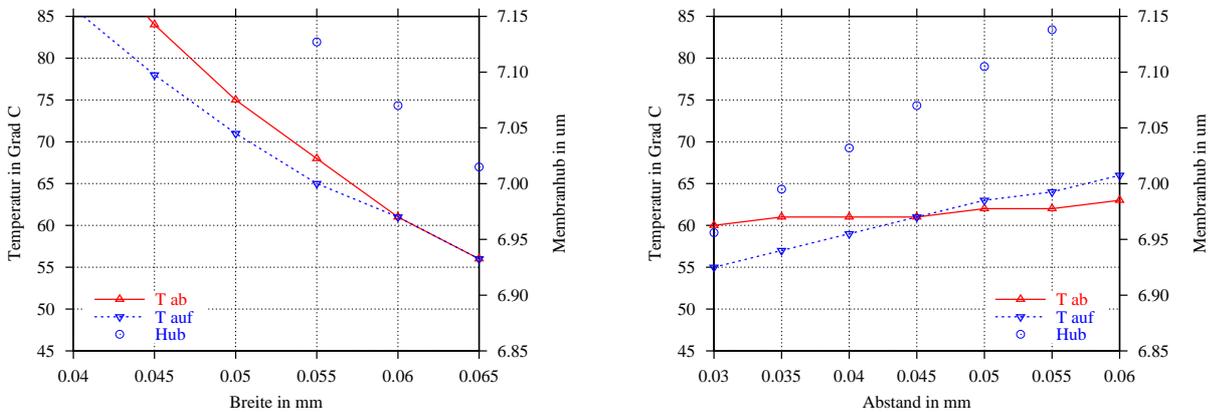


Bild 16: Wirkung von Streifenbreite und Abstand bei Geometrie 1

Tabelle 4 fasst die anhand der Startwerte iterativ optimierten Parameter nochmals in Tabellenform zusammen und stellt nun den Ausgangspunkt für den Entwurf der lithographischen Masken dar. Die Werte in der rechten Tabelle wurden während der Simulationsreihen verändert und sind hier der Vollständigkeit wegen ebenfalls aufgelistet. Im Anhang finden sich zudem noch Tabellen mit den simulationsrelevanten Materialdaten.

Maß		beeinflusste Größe	Wert	Maß		Wert
Versatz	$e_{ni}$	$\Delta T = T_{auf} - T_{ab}$	$45 \mu m$	Seitenlänge	$a$	$500 \mu m$
Innenstreifen	$l_i$	$T_{auf}$	$145 \mu m$	Di-Schicht	$d_{di}$	$2 \mu m$
Außenstreifen	$l_a$	$T_{ab}$	$110 \mu m$	Nickeldicke	$d_{ni}$	$3 \mu m$
Streifenbreite	$b_{ni}$	$T_{auf}$ und $T_{ab}$	$60 \mu m$	Verspannung	$eps$	$0.2 N/m$
Paarabstand	$a_{ni}$	$\Delta u = u_{z,ab} - u_{z,auf}$	$45 \mu m$			
Hubvolumen	$V_{hub}$	Fördermenge $\dot{V}$	$520 pl$			

Tabelle 4: Dimensionierung von Geometrie 1, Variierte und feste Größen

**Geometrie 2.** Hier kann bei den Simulationen als Symmetrieachse zusätzlich die  $y$ -Achse ausgenutzt, und damit die Simulationszeit bei gleicher Knotendichte erheblich verkürzt werden.

Ähnlich wie im Beispiel oben (Geometrie 1) kann auch das Verhalten dieser Metallisierungsvariante bis ins Detail analysiert werden. Mit Blick auf die Anzahl der Parameter und den zu betreibenden Aufwand beschränken wir uns in diesem Fall nur auf das Ermitteln sinnvoller Startwerte, die so gut wie möglich unsere Kriterien auf Seite 19 erfüllen. Der Ergebnisteil beschränkt sich bei diesem Modell also auf die Angabe dieser suboptimalen Werte, welche durchaus eine Funktionalität erwarten lassen (siehe Tabelle 5).

Für die Abschätzung der Fördermenge (Abschnitt 3.2.2 auf Seite 26) wird für jedes Modell das im Gesamten bewegte Volumen  $V_{hub}$  durch Integration der Teilvolumen unter der Membranhüllkurve ermittelt. Aus den in der ANSYS-Ausgabedatei gespeicherten Daten kann zu den finiten Elementen der Membranunterseite jeweils die Auslenkung und die Elementfläche ermittelt werden. Die Flächen-Auslenkungsprodukte über die gesamte Membranunterseite aufsummiert ergeben das Volumen der Hüllkurve. Das charakteristische Hubvolumen  $V_{hub}$  ist nun als Differenz der Hüllkurvenvolumina in den beiden Ruhelagen definiert.

Maß		beeinfl. Größe	Wert	Maß		Wert
Versatz	$e_{ni}$	nicht ermittelt	$45 \mu m$	Seitenlänge	$a$	$500 \mu m$
Innenstreifen	$l_i$	n. e.	$195 \mu m$	Diamantschicht	$d_{di}$	$2 \mu m$
Außenstreifen	$l_a$	n. e.	$80 \mu m$	Nickeldicke	$d_{ni}$	$3 \mu m$
Streifenbreite	$b_{ni}$	n. e.	$55 \mu m$	Verspannung	$eps$	$0.2 N/m$
Abstand Innen	$a_{ni}$	n. e.	$35 \mu m$			
Hubvolumen	$V_{hub}$	Fördermenge $\dot{V}$	$310 pl$			

Tabelle 5: Dimensionierung von Geometrie 2, Variierte und feste Größen

**Geometrie 3.** Bei diesem Modell werden am meisten Symmetrien ausgenutzt, die Metallisierung besteht aus einem äußeren Gürtel und einer inneren Fläche zur Rückholung der Membran (siehe Bild 13 auf Seite 18). Bei der Simulation wurde, wie in den anderen Fällen, von einer bistabilen Membran ausgegangen, d. h. durch eine beim Aufbringen der Diamantschicht entstehende Verspannung weicht die Membran aus der Mittelstellung in die obere oder untere Lage aus (Mikromechanik, Abschnitt 2.3.2 auf Seite 9).

Hebt sich diese Eigenschaft aufgrund von Verspannungen in der Metallisierung auf, so kann die Membran nur in eine Richtung, nach unten, ausgelenkt werden und das innere Streifenpaar bzw. die innere Bimetallfläche kann entfallen. Weiterhin wird angenommen, dass für diesen monostabilen Fall keine weitere Optimierung der geometrischen Parameter erfolgen muss, das Durchbiegungsverhalten nach unten prinzipiell also gleich bleibt.

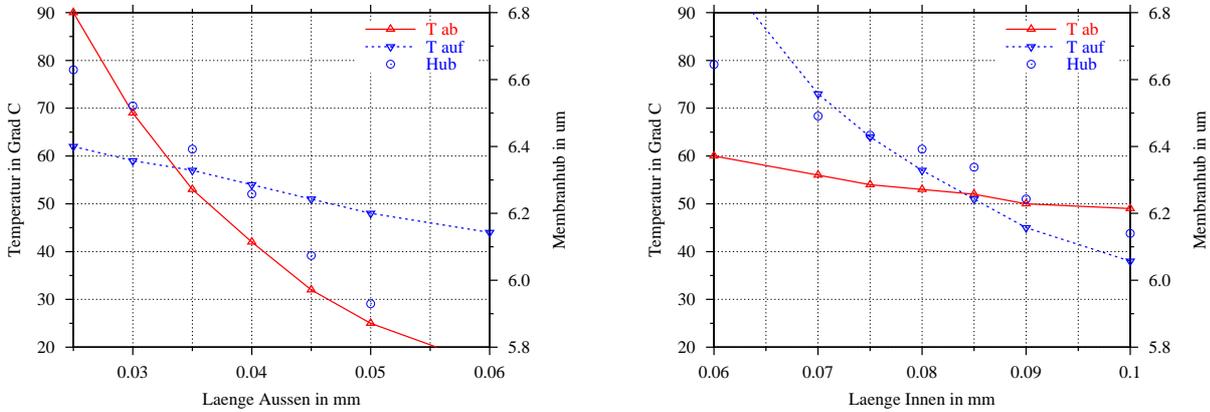


Bild 17: Simulationsergebnisse für Geometrie 3

Ebenso wie bei Geometrie 1 werden auch hier, mit vernünftigen Startwerten beginnend, die geometrischen Parameter iterativ optimiert. Hier allerdings kann die gesamte Metallisierung mit nur 2 Parametern ( $l_i$  und  $l_a$ ) beschrieben werden, der Aufwand ist also viel geringer.

Die Kurven in Bild 17 zeigen den Verlauf der Schwelltemperatur für diese beiden Parameter. Man kann auch hier vereinfachend annehmen, dass für die flachere der Kurven eine Unabhängigkeit vom jeweiligen Parameter vorliegt, d. h. die Schwelltemperatur hängt beim Hochklappen im Wesentlichen nur von  $l_i$ , sowie beim Herunterklappen nur von  $l_a$  ab. Die Ergebnisse aus dieser Simulationsreihe sind in Tabelle 6 zusammengefasst.

Maß	beeinfl. Größe	Wert
Innenstreifen	$l_i$	$T_{auf}$
Außenstreifen	$l_a$	$T_{ab}$
Hubvolumen	$V_{hub}$	Fördermenge $\dot{V}$

Maß	Wert
Seitenlänge	$a$
Diamantschicht	$d_{di}$
Nickeldicke	$d_{ni}$
Verspannung	$eps$

Tabelle 6: Dimensionierung von Geometrie 3, Variierte und feste Größen

**Zusammenfassung.** In den Bildern 18 bis 20 wird das Membranverhalten jeweils nochmals anschaulich für die interessanten Temperaturen dargestellt. Im Bereich unter 50 °C ist deutlich die Auswirkung der Biegestreifen auf die Membranhüllkurve zu erkennen. Ab einer Temperaturdifferenz von 100 °C zeigen sich keine erheblichen Verbiegungen mehr, die Membranwölbung nimmt asymptotisch die gezeigte Form an. Beim Betrieb der Pumpen mit höheren Heizströmen als zum Umklappen erforderlich, könnte also ein maximales Volumen ausgeschöpft werden, sicherlich aber relativiert sich dieser Effekt durch die erhöhte Abkühlzeit.

Die planaren geometrischen Verhältnisse sind mit der Maske definiert und können nachträglich nicht mehr verändert werden. Durch die Simulationen haben wir nun Werte gefunden, die zumindest ähnliche Schwelltemperaturen implizieren. Die Höhe dieser Temperaturen kann in der Herstellung später zwar durch die Schichtdicken beeinflusst werden, eine für jedes Streifenpaar separate Angleichung ist jedoch nicht mehr möglich.

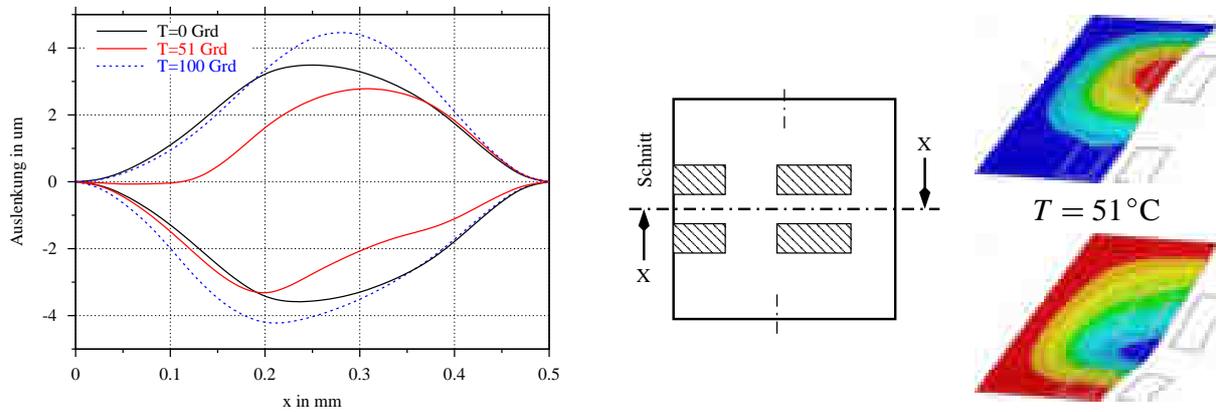


Bild 18: Biegelinien für Geometrie 1 entlang Schnitt X-X

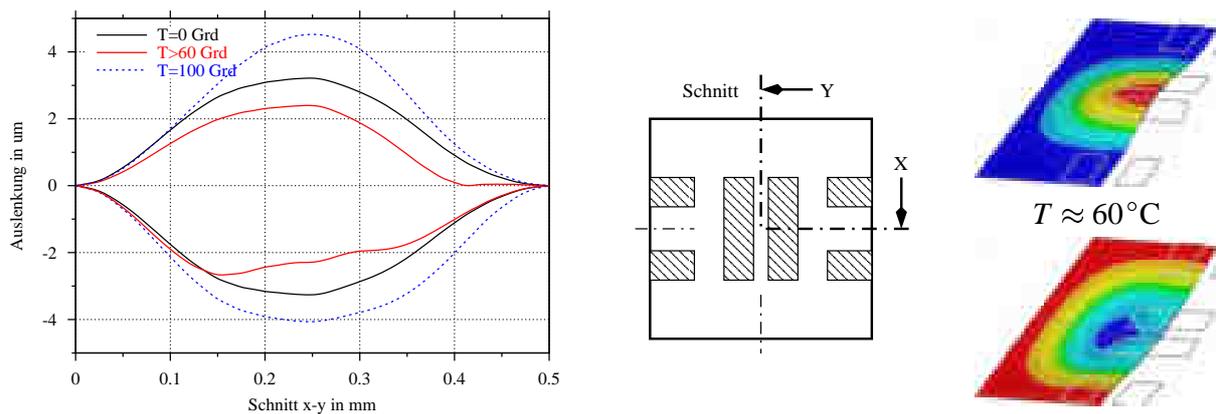


Bild 19: Biegelinien für Geometrie 2 entlang Schnitt Y-X

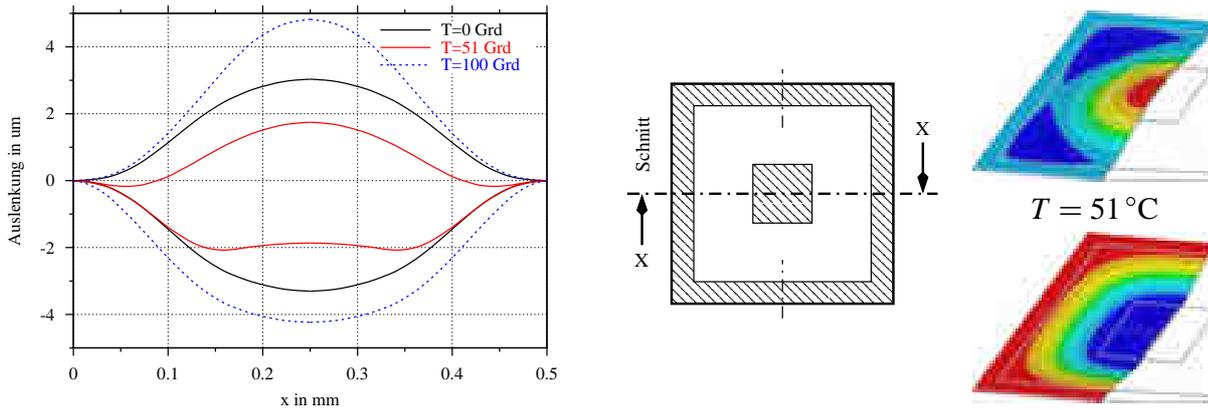


Bild 20: Biegelinien für Geometrie 3 entlang Schnitt X–X

### 3.2.2 Fluidisches System – Diffusor und Düse

Für die Untersuchung und Optimierung der Ventilelemente, d. h. der Diffusoren ist der Öffnungswinkel  $\alpha$  von entscheidender Wichtigkeit. In der Literatur lassen sich für verschiedene Kanalquerschnitte die entsprechenden Anhaltswerte finden:

Gerlach [12] beschreibt pyramidische Diffusoren mit anisotrop in Silizium geätzten Flanken, die einen optimalen Öffnungswinkel  $\alpha$  von ca.  $5^\circ$  aufweisen. Nach Olsson et al. [14] ist für planare Diffusoren mit quadratischem Querschnitt gemäß Bild 21 der messtechnisch ermittelte Wirkungsgrad bei Öffnungswinkeln um  $7^\circ - 10^\circ$  am größten. Die dort mit ANSYS erstellten Simulationsergebnisse weichen jedoch z. T. erheblich davon ab. Die Ergebnisse aus fluidischen Simulationen mit ANSYS sind demnach nicht immer stimmig, wohl aber ausreichend, um bestimmte Tendenzen zu erkennen.

Für diese Arbeit ist es nun wichtig herauszufinden, inwiefern sich die Modelle nach Olsson und Gerlach miniaturisieren lassen und welche weiteren Probleme dabei auftreten können. Dazu werden, ähnlich wie im vorigen Abschnitt, verschiedene Parameter in vernünftigen Grenzen variiert und die gewonnenen Daten nach bestimmten Kriterien bewertet. Die wichtigsten Parameter sind hier neben dem Öffnungswinkel  $\alpha$  die Kanalhöhe  $h$  (bei fester Weite  $W$ ), die Übergangslänge  $l$  und der Verengungsradius  $r_{in}$  (siehe Bild 21).

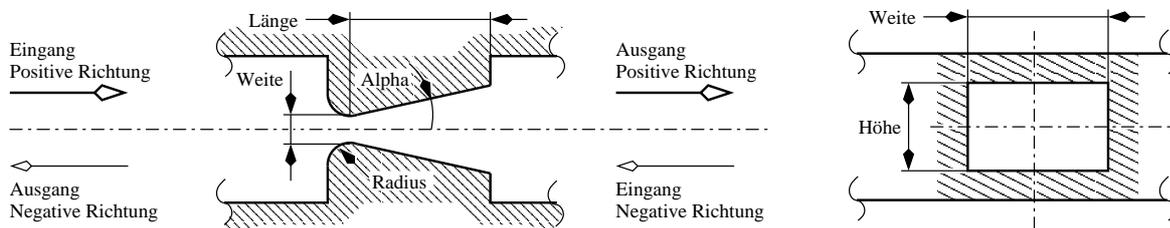


Bild 21: Modell zur Simulation fluidischer Effekte mit ANSYS

Da für diese Veränderlichen in der Literatur kein brauchbarer analytischer Ausdruck zur Lösung der Navier-Stokesschen Gleichungen (Abschnitt 2.3.1 auf Seite 7) gefunden werden konnte, wird

das Druck- und das Strömungsfeld mittels finiter Elemente mit der ANSYS-Erweiterung FLOTRAN simuliert.

**Wirkungsgrad als Kriterium.** Der Wirkungsgrad  $\eta$  ergibt sich gemäß [14] aus dem Quotienten der Druckverlustkoeffizienten  $\xi$  in den beiden Strömungsrichtungen:

$$\eta = \frac{\xi_{\text{neg}}}{\xi_{\text{pos}}}, \quad \text{wobei mit } \Delta p = \xi \frac{1}{2} \rho \bar{v}^2 \quad \text{folgt: } \eta = \frac{\Delta p_{\text{neg}}}{\Delta p_{\text{pos}}}. \quad (20)$$

Hierbei wurde mit  $\Delta p$  der Druckverlust, mit  $\bar{v}$  die mittlere Strömungsgeschwindigkeit an der Engstelle und mit  $\rho$  die Flüssigkeitsdichte bezeichnet. Zur Normierung von  $\xi$  ist  $\bar{v}$  an der Engstelle (*Weite* in Bild 21 auf der vorherigen Seite) zu entnehmen. Bei den Simulationen mit ANSYS wird der Eingang mit einem konstanten Fluss belastet und das Programm errechnet daraus die resultierende Druckverteilung. Wird der Druck am Ausgang zu Null normiert, so lässt sich am Eingang die Druckdifferenz  $\Delta p$  als maximaler Druck entnehmen, und damit der Wirkungsgrad bestimmen.

**Geometrieparameter.** Das Simulationsergebnis aus dieser Arbeit (Bild 22 auf der nächsten Seite) weist ein lokales Maximum des Wirkungsgrades bei  $\alpha = 10^\circ$  auf, die Werte oberhalb davon sind vermutlich aufgrund unberücksichtigter Randeffekte nicht mehr annehmbar, zumal nach Olsson [13] der Druckverlust bei Winkeln  $\alpha$  um  $40^\circ$  rasch ansteigt, der Wirkungsgrad in diesem Bereich also sehr klein sein müsste. Insgesamt ist auch festzustellen, dass an den fluidisch interessanten Stellen um  $\alpha = 10^\circ$  verstärkt Konvergierungsprobleme auftraten.

Verlässt man sich also auf die messtechnisch ermittelten Parameterwerte für planare Diffusoren nach Olsson, so liegt der Winkel für optimal arbeitende Diffusoren zwischen  $7^\circ$  und  $10^\circ$ . Die Simulationsergebnisse aus dieser Arbeit dürfen gegenüber der Praxis also auf keinen Fall überbewertet werden. Für den Entwurf des Layouts sind deshalb zwar vorwiegend Winkel um  $10^\circ$  vorzusehen, jedoch sollten auch andere Winkel untersucht werden können.

Besonders interessant ist die in Tabelle 2 auf Seite 9 vorhergesagte Umkehrung der bevorzugten Pumprichtung bei Winkeln um  $70^\circ$ , und ob dies auch in dieser Arbeit praktisch bestätigt werden kann.

Weiterhin lässt sich aus Bild 22 auf der nächsten Seite ableiten, dass das maßgebende Kriterium, der Wirkungsgrad, mit abnehmender Kanalhöhe (kleines Aspektverhältnis) sehr stark abnimmt. Entscheidend ist beim *downscaling* also die Beibehaltung des quadratischen Öffnungsquerschnitts, welches gleichermaßen die technologische Grenze darstellt (Opferschichtdicken  $> 3\mu\text{m}$  sind schwer realisierbar, Abschnitt 3.3.1 auf Seite 32).

Die Länge des schrägen Übergangsbereichs hat nur wenig Einfluss auf den Wirkungsgrad, dennoch lässt sich in der Simulation ein kleines Maximum um  $550\mu\text{m}$  ausmachen. Die Länge des  $10^\circ$ -Diffusors kann also im Bedarfsfall ohne grosse Verluste auf ca. ein Drittel verkürzt werden (Verringerung des Platzbedarfs).

Ohne Eingansradius ( $r_{\text{in}} = 0$ ) sind die Druckunterschiede in den beiden Strömungsrichtungen annähernd gleich, der Wirkungsgrad liegt also nur bei 1. Bei vorhandener Eingangsrundung ist in positiver Richtung eine deutlich geringere Druckdifferenz erkennbar. Der Radius unterstützt also den Fluss in positiver Richtung, während in negativer Richtung nur geringfügige Veränderungen

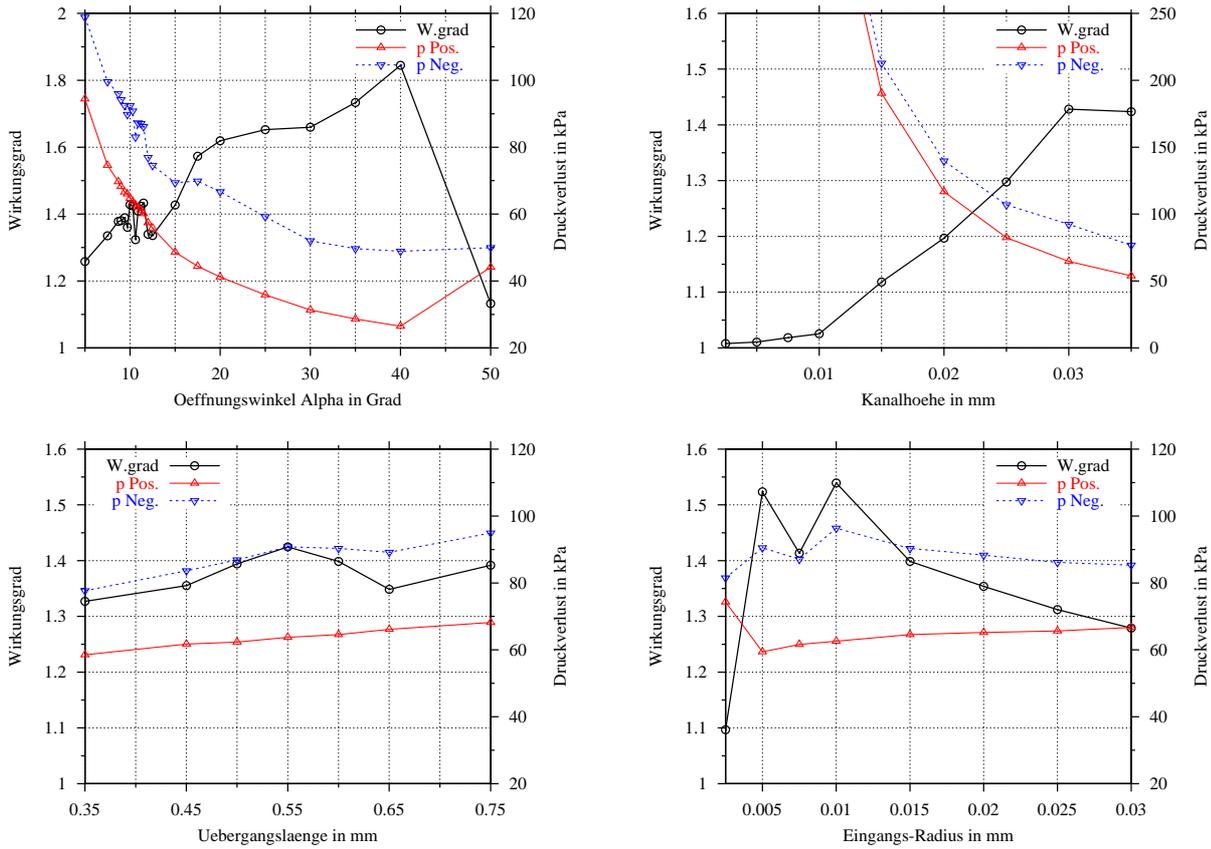


Bild 22: Ergebnisse der Fluidsimulation

in der Druckdifferenz zwischen Ein- und Ausgang zu erwarten sind. Die Ergebnisse sind analog zum Membranteil hier ebenfalls nochmal in Tabellenform dargestellt (Tabelle 7).

Maß	opt. Wert	Varianten	Maß	Wert
Öffnungswinkel	$\alpha$ 10°	40°, 70°	Weite	$W$ 30 $\mu\text{m}$
Kanalhöhe	$h$ 30 $\mu\text{m}$	20 – 30 $\mu\text{m}$	Zugangsweite	$d_0$ 500 $\mu\text{m}$
Diffusorlänge	$l$ 550 $\mu\text{m}$	350 – 550 $\mu\text{m}$	Zugangslänge	$l_{\text{in}}$ 400 $\mu\text{m}$
Eingangsradius	$r_{\text{in}}$ 10 $\mu\text{m}$	0 $\mu\text{m}$	Flussrate	$\dot{V}$ 10 $\text{mm}^3 \text{s}^{-1}$

Tabelle 7: Dimensionierung des Diffusors, Variierte und feste Größen

**Abschätzung der Fördermenge.** Mit den bis jetzt erlangten Erkenntnissen lassen sich nun erste Abschätzungen in Bezug auf Performance anstellen. So kann z. B. die Fördermenge über den bereits ermittelten Membranhub angegeben werden. Der durch die Membranbewegung verursachte Volumenstrom  $\dot{V}_{\text{hub}}$  wird gemäß Bild 23 aufgeteilt in die zum Eingang und Ausgang ausströmenden Volumina  $\dot{V}_{\text{in}}$  und  $\dot{V}_{\text{out}}$ :

$$\dot{V}_{\text{hub}} = \dot{V}_{\text{in}} + \dot{V}_{\text{out}}. \quad (21)$$

Mit der aus (20) bereits bekannten Beziehung

$$\Delta p \sim \bar{v}^2 \quad \text{und} \quad \bar{v} \sim \dot{V} \Big|_{A=\text{const}} \quad (22)$$

bei gleichen Öffnungsquerschnitten  $A_{\text{in}}$  und  $A_{\text{out}}$  ergibt sich der Zusammenhang

$$\frac{\dot{V}_{\text{out}}^2}{\dot{V}_{\text{in}}^2} = \eta, \quad \text{bzw.} \quad \dot{V}_{\text{in}} = \sqrt{\eta} \cdot \dot{V}_{\text{out}}, \quad (23)$$

und daraus unter Verwendung von (21)

$$\dot{V}_{\text{in}} = \frac{\dot{V}_{\text{hub}}}{1 + \sqrt{\eta}}, \quad \dot{V}_{\text{out}} = \frac{\dot{V}_{\text{hub}}}{1 + \frac{1}{\sqrt{\eta}}}. \quad (24)$$

Die gesuchte Fördermenge ergibt sich aus der Differenz der ein- und ausfließenden Volumenströme zu

$$\begin{aligned} \dot{V} &= \dot{V}_{\text{hub}} \cdot \left( \frac{1}{1 + \frac{1}{\sqrt{\eta}}} - \frac{1}{1 + \sqrt{\eta}} \right) \\ &= \dot{V}_{\text{hub}} \left( \frac{\sqrt{\eta} - 1}{\sqrt{\eta} + 1} \right) \end{aligned} \quad (25)$$

$$= \varepsilon(\eta) \cdot \dot{V}_{\text{hub}}, \quad \text{mit} \quad \varepsilon(\eta) = \frac{\sqrt{\eta} - 1}{\sqrt{\eta} + 1}. \quad (26)$$

Hier wurde gemäß Gerlach [12] der statische Gleichrichtungswirkungsgrad  $\varepsilon$  (*static rectifying efficiency*) eingeführt. Diese Zahl gibt Aufschluss über den Anteil der tatsächlich in *eine* Richtung gepumpten Flüssigkeitsmenge. Ein Gleichrichtungswirkungsgrad von  $\varepsilon \approx 1$  kann demnach nur von sehr gut abschließenden Klappenventilen oder aktiven Ventilen erreicht werden. Als Beispiel für Geometrie 1 wird nun eine Betriebsfrequenz von  $f = 10$  kHz angenommen. Bei einem Wirkungsgrad von  $\eta = 1.5$  ergibt sich ein  $\varepsilon$  von 0.1 und mit den Werten aus Tabelle 4 eine Flussrate von

$$\dot{V} = \varepsilon(\eta) f V_{\text{hub}} \approx 500 \text{ nl/s} \quad \text{oder} \quad 30 \mu\text{l/min}. \quad (27)$$

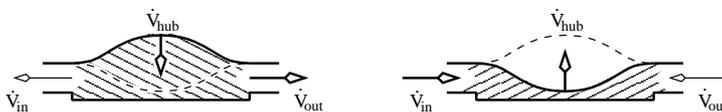


Bild 23: Bilanz der Volumenströme innerhalb eines Pumpzyklus.

Diese Rate gilt allerdings nur für den in Tabelle 7 auf der vorherigen Seite definierten Diffusor mit quadratischem Verengungsquerschnitt und einer Wandhöhe von  $h = 30 \mu\text{m}$ . Für Varianten mit anderen Abmessungen muss  $\eta$  in einer erneuten Simulation nochmals ermittelt werden.

### 3.2.3 Thermoelektrisches System – Heizer

Die Heizer dienen zum Erzeugen der für den Bimetalleffekt erforderlichen Temperaturdifferenz, die dann ein Durchwölben in Richtung des Materials mit dem geringeren Wärmeausdehnungskoeffizienten  $\alpha$  bewirkt. Die Wärme im Heizer entsteht durch die ohmschen Verluste beim Stromfluss durch einen definierten Membranbereich, wobei die Bimetallisierung mit Nickel gleichzeitig den Kontakt darstellt und damit die Heizerfläche begrenzt.

**Heizertypen.** Für die Stromführung im Heizer kommen nun mehrere Möglichkeiten in Betracht, wovon im Folgenden die drei beschrieben werden, die auch im Maskensatz Verwendung finden. Bild 24 skizziert diese Typen in der Draufsicht, später im Kapitel wird bei der Prozessplanung auch noch eine Darstellung im Schnitt gezeigt (Bild 29 auf Seite 35).

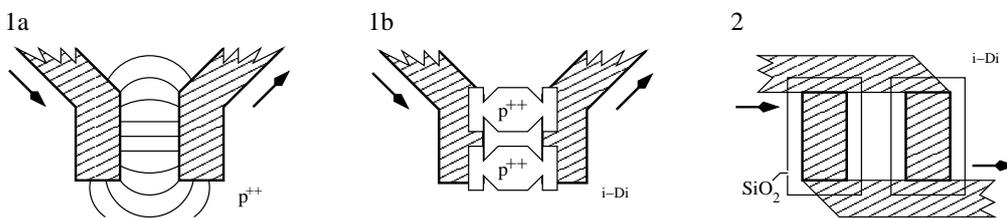


Bild 24: Heizertypen: 1a (Einfach), 1b (Hantel) und 2 (Sandwich)

Im einfachsten Fall erfolgt eine Stromführung nur über die Zuleitungen bis zum Bimetallkontakt (Typ 1a). Die Diamantmembran darunter ist ganzflächig dotiert, zwischen den Bimetallstreifen kann sich also ein Stromfeld ausbilden, dessen Heizleistung dort am größten ist, wo auch die Stromdichte am größten ist. Eine quantitative Erfassung des sich ausbildenden Stromfeldes ist auf numerischem Wege problemlos möglich, soll aber nicht Teil dieser Arbeit sein, und ist für eine erste Dimensionierung der Heizer ohnehin nicht erforderlich.

Leitungen mit unterschiedlichem Potential erzeugen bei zu geringem Abstand parasitäre Strompfade, da der Widerstand zwischen den Leitungen vom Abstand abhängt. So kann es zu parasitären Nebenheizern kommen. Dieser Effekt ist beim Maskenentwurf besonders zu berücksichtigen.

Der nun beschriebene Heizertyp 1b umgeht dieses Problem dadurch, dass für die Stromführung innerhalb des Heizers die dotierte Schicht selektiv abgeschieden wird. Die Strompfade werden durch hantelförmige Verbindungsstücke zwischen den Bimetallstreifen vorgegeben. Die Ausbildung von *Hotspots* soll zusätzlich durch die Verjüngung zum Bimetall hin begünstigt werden. Die Hitze wird somit näher an die Bimetallstreifen gebracht (Bild 24).

Im Heizertyp 2 wird der Strom direkt unter dem Nickelstreifen geführt, d. h. die Nickelstreifen werden, wie im Idealfall, direkt beheizt. Dazu ist allerdings mehr Aufwand erforderlich: Die Streifen dürfen den Strompfad nicht kurzschließen und müssen deshalb durch eine Isolationsschicht (SiO<sub>2</sub> oder i-Diamant) von der stromführenden selektiv abgeschiedenen p<sup>++</sup>-Schicht getrennt werden.

Die für die elektrischen Heizereigenschaften wichtigen Größen wie Dotierstoffkonzentration, Dotierschichtdicke, Schichtqualität und Korngrenzenverhältnisse lassen sich technologisch nicht gezielt einstellen, sondern sind nur im groben Raster wählbar. Die Erfahrungswerte, also die nötigen

Parameter und Randbedingungen zum Erzeugen einer  $p^{++}$ -Schicht mit  $R_S$  um 50 bis 500 Ohm sind jedoch bekannt.

**Heizleistung und Leistungsdichte.** Durch Dotieren mit Bor kann die Ladungsträgerkonzentration in Diamant, und damit dessen Leitfähigkeit beeinflusst werden (Kapitel 2.2.1 auf Seite 5). Es sollen nun folgende Fragen beantwortet werden: Wie dick muss die dotierte Diamantschicht sein? Welche Abmessungen müssen die Heizer haben, um die nötige Fläche möglichst homogen zu erwärmen? Wie muss der Strom durch den Heizer geführt werden?

Entscheidend für die Performance der Mikropumpen ist die Systemantwortzeit, d. h. die Verzögerung zwischen Steuerimpuls und mechanischer Bewegung. In diesem System kann vereinfachend angenommen werden, dass diese Zeitspanne nur von der Heiz- bzw. Abkühlzeit der Bimetall-Heizelemente abhängt. Mechanische Verzögerungen bis zum Ansprechen des Bimetalleffekts, sowie dynamische Effekte der Membran und des Flüssigmediums werden hier vernachlässigt.

Die zugeführte elektrische Energie wird beim Heizen in Wärme umgewandelt. Mit der Heizleistungsdichte  $p_h = P/A$  gilt im Idealfall:

$$\begin{aligned} Q &= E_{el} \\ cm\Delta T &= p_h A_{heiz} t_{heiz}, \end{aligned} \quad (28)$$

Wobei  $c$  für die Wärmekapazität von Diamant und  $m$  für die beheizte Diamantmasse stehen. Neben den bekannten Geometriedaten  $A_{heiz}$  und  $d_{di}$  werden nun noch die dimensionslosen Modellparameter  $n$  und  $\eta_Q$  eingeführt:

- $m$  beheizte Diamantmasse:  $m = \rho_{di} A_{heiz} d_{di} a$
- $d_{di}$  Dicke der Diamantschicht ( $p^{++}$  und i)
- $n$  Beheizte Fläche ist  $n$ -mal größer als die Heizerfläche:  $A_{heiz} = n w l_h$
- $\eta_Q$  Wärmeverlustfaktor durch angrenzende Medien (Flüssigkeit, Metall)

damit ergibt sich für die Heizzeit  $t_{heiz}$ :

$$t_{heiz} = \frac{c \rho_{di} n d_{di} \Delta T}{p_h \eta_Q}, \quad \text{also} \quad t_{heiz} \sim \frac{1}{p_h}. \quad (29)$$

Für den als linear angenommenen ohmschen Heizwiderstand  $R$  gilt aufgrund der Leitfähigkeit der obersten  $p^{++}$ -dotierten Diamantschicht:

$$R = R_S \frac{l_h}{w}, \quad \text{und mit} \quad P = \frac{U^2}{R} \quad \text{folgt} \quad t_{heiz} \sim \frac{l_h^2}{U^2}. \quad (30)$$

Die zum Erzeugen der Schwelltemperatur benötigte Zeit  $t_{heiz}$  ist also im wesentlichen nur von der Leistungsdichte, und diese bei konstanter Spannung  $U$  nur von der Heizerlänge  $l_h$  abhängig. Die Leistungsaufnahme und Leistungsdichte ergibt sich bei vorgegebenen Heizerabmessungen  $w$ ,  $l_h$  und festem Schichtwiderstand  $R_S$  zu

$$P = \frac{U^2 w}{R_S l_h}, \quad \text{bzw.} \quad p_h = \frac{U^2}{R_S l_h^2}. \quad (31)$$

Da das Aspektverhältnis für den Heizwiderstand maßgebend ist, dieses jedoch für die einzelnen Geometrien stark unterschiedlich ausfällt (Kurzstreifenheizer, Ringheizer), sind bei gleicher Versorgungsspannung stark unterschiedliche Stromflüsse und damit Leistungsaufnahmen zu erwarten. Da die längeren Heizringe von Geometrie 3 aber auch eine entsprechend größere Fläche versorgen, wird der Flächenquotient, also die Heizleistungsdichte bei Berücksichtigung von (30) gleichbleiben.

Geometrie	Länge $l_h$ in $\mu\text{m}$	Weite $w$ in $\mu\text{m}$	$p_h$ bei $R_S = 250\Omega$ in $\text{kW}/\text{mm}^2$ ( $\text{GW}/\text{m}^2$ )	$t_{\text{heiz}}$ in $\mu\text{s}$	$P$ bei 10 V in W	$R$ in $\Omega$
1: außen	45	110	0.20	6.13	0.99	102
1: innen	45	145	0.20	6.13	1.31	77
2: außen	85	85	0.06	20.42	0.43	250
2: innen	35	195	0.33	3.72	2.25	45
3: außen	20	1720	1.00	1.23	34.40	3
3: innen	20	680	1.00	1.23	13.60	7

Tabelle 8: Heizergeometrien vom Typ 1, erwartete Betriebsdaten

Die in den betrachteten Geometrien 1 bis 3 vorkommenden Heizer sind für Typ 1a in Tabelle 8 mit ihren Abmessungen und den gemäß (29) bis (31) zu erwartenden Betriebsdaten aufgelistet. Hierbei wird der Schichtwiderstand der  $p^{++}$ -dotierten Diamantschicht zu  $R_S = 250\Omega$  und eine Betriebsspannung von  $U = 10\text{ V}$  angenommen.

**Abschätzung der Betriebsfrequenz.** Heizerdaten und Heizzeiten  $t_{\text{heiz}}$  sind für die in Frage kommenden Geometrien nun weitgehend bekannt. Im vorigen Abschnitt wurde festgelegt, dass außer dem Heizsystem keine weiteren mechanisch-dynamischen Effekte beim Betrieb zu berücksichtigen sind. Damit fehlt für die Abschätzung einer oberen Schranke für die Betriebsfrequenz nur noch die Erholungszeit  $t_p$ , die das System benötigt, um nach erfolgter Anregung (Heizimpuls) in den Ausgangszustand zurückzukehren. Dies ist die kürzeste Zeit, nach der das System erneut angeregt werden kann, d. h. ein neuer Impuls abgegeben werden kann.

Die Erholungszeit  $t_p$  entspricht hier der Dauer des Abkühlvorgangs der Bimetallstreifen in der Diamant/Flüssigkeits-Peripherie. Hierzu sind bereits Modelle und Simulationen erstellt worden (S. aus der Wiesche [23], A. Moser [24]), welche das Verhalten von Diamantheizern in thermofluidischen Reaktoren (Bubblejet-Verfahren) analysieren. Die dortigen Abschätzungen zur Betriebsfrequenz unter Berücksichtigung der Abkühlzeit wurden im folgenden einfachen Ausdruck zusammengefasst:

$$f_{\text{therm}} \approx \frac{1}{10 \cdot t_{\text{sp}}}, \quad \text{mit } t_p \approx 9 \cdot t_{\text{sp}} \quad (32)$$

Hierbei bezeichnet  $t_{\text{sp}}$  die Heizzeit bis zum Erreichen der Spinodalttemperatur von Wasser [23], welche hier verallgemeinert mit der Heizzeit  $t_{\text{heiz}}$  gleichzusetzen ist. Es besteht laut Modell also ein linearer Zusammenhang zwischen den beiden Zeiten  $t_{\text{heiz}}$  und  $t_p$ , was auch plausibel erscheint, sind doch die gleichen Materialien und Medien an den thermischen Vorgängen beteiligt.

Da ein Pumpzyklus bei einer bistabilen Membran aus zwei Heizperioden besteht, und diese bei unvollständiger Abkühlung durch die mechanische Kopplung über die Membran gegeneinander wirken, muss Gleichung (32) angepasst werden (Annahme:  $t_{\text{heiz}}$  für beide Heizer gleich):

$$f_{\text{max}} \approx \frac{1}{20 \cdot t_{\text{heiz}}}, \quad \text{für bistabile Membrane} \quad (33)$$

$$f_{\text{max}} \approx \frac{1}{10 \cdot t_{\text{heiz}}}, \quad \text{für monostabile Membrane.} \quad (34)$$

Für bistabile Geometrie-1-Membrane ergibt sich mit  $t_{\text{heiz}} = 6.13 \mu\text{s}$  (Tabelle 8 auf der vorherigen Seite) eine maximale thermische Betriebsfrequenz  $f_{\text{max}}$  von  $8.15 \text{ kHz} \approx 10 \text{ kHz}$ . Dieser Wert wurde im vorigen Abschnitt bereits bei der Abschätzung der Förderrate (27) eingesetzt.

### 3.3 Prozessentwurf und Technologietests

Im Vorhergehenden wurden Varianten favorisiert und deren geometrische Abmessungen optimiert. Dieses Kapitel behandelt die technologische Seite, welche sich mit der Herstellung der Strukturen, deren Versorgung (Anschlüsse) und Integration auf der Chipfläche befasst.

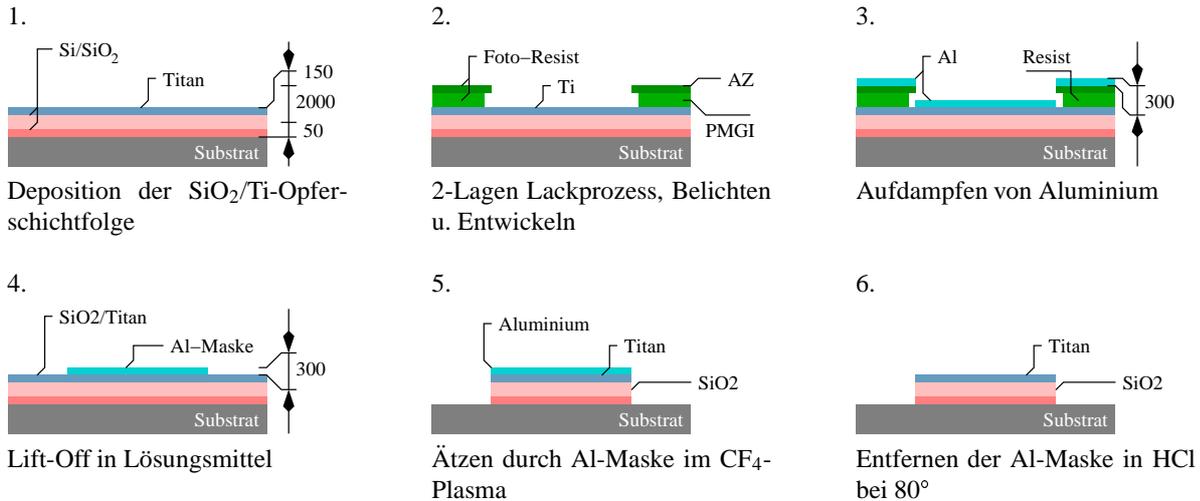
#### 3.3.1 Planung der Schrittfolge

Die Integration und Realisierung der Pumpenelemente, also der Membran mit Kammer und Diffusor, wird im wesentlichen vom Materialsystem Diamant und dessen technologischen Strukturierungsmöglichkeiten bestimmt. Im Laufe dieser Arbeit wurden drei Prozessvarianten entworfen, welche die Strukturfolge Diffusor-Membran-Diffusor mit zwei Versorgungsöffnungen erzeugen.

**Bildung eines Hohlraumes.** Der zum Pumpen erforderliche Druck kann bei dem gewählten Prinzip nur in einer abgeschlossenen Kammer, welche mit einer Membran überspannt ist, aufgebaut werden. Die in vorhergehenden Arbeiten zu Diamantschaltern und Diamantrelais (J. Kusterer [3], M. Adamschik [1]) bereits erfolgreich eingesetzte Opferschichttechnologie mit  $\text{SiO}_2$  ist eine vielversprechende Möglichkeit zur Herstellung einer solchen Kammer.

Zunächst wird mit einer Diamantschicht auf Silizium die nötige Grundlage für den Schichtaufbau geschaffen. Es folgt eine Schicht aus  $\text{SiO}_2$ , welche nur als „Platzhalter“ für den später entstehenden Hohlraum abgeschieden wird (Opferschicht). Da die Haftung von  $\text{SiO}_2$  auf Diamant sehr schlecht ist, wird eine dünne karbid-bildende Zwischenschicht aus amorphem Silizium aufgebracht. Zwischen Diamant und Karbid bilden sich dann haftvermittelnde Kohlenstoffbrücken hoher Bindungsenergie.

In weiteren Schritten wird die  $\text{SiO}_2$ -Schicht rückgeätzt, und es soll ein negatives Abbild des durchströmten Bereiches zurückbleiben. Wie die Membrankammer selbst, kann mit der gleichen Prozessfolge auch der Diffusor herausgeformt werden. Die obere planare Diffusor-„Decke“ entsteht dabei im gleichen Schritt wie die Membran über der Kammer: durch Bekeimen und anschließendes Überwachsen der Opferschicht. Dies ist jedoch nur auf Silizium oder Titan möglich, was eine die Opferschicht abdeckende Bekeimungsschicht nötig macht (Bild 25). Wächst man zunächst

Bild 25: Prozessfolge zum Strukturieren der  $\text{SiO}_2$ -Opferschicht

ohne Bekeimung der Membranflächen weiter, so kann das beim Strukturieren der Opferschicht entfernte Material durch Diamant ersetzt werden (selektives Wachstum), und damit die Chipfläche bis zu einem bestimmten Grad eingeebnet werden.

Das Herauslösen des nun von Diamant umgebenen  $\text{SiO}_2$ -Opferkerns kann nur über die Zugangskanäle und die Diffusoren erfolgen. Dazu wird vorbereitend eine Schutzschicht aus besonders säureresistivem Photolack (AZ 4562) zum Schutz der filigranen Membrane und der bereits darauf aufgebrachtten Metallisierungen aufgeschleudert. Nach dem Entwickeln werden die Zugänge zum Opferoxid freigelegt und die Probe wird einer Ätzlösung mit Fluor-Ionen (Ammoniumfluorid-Mischung, Flusssäure) ausgesetzt.

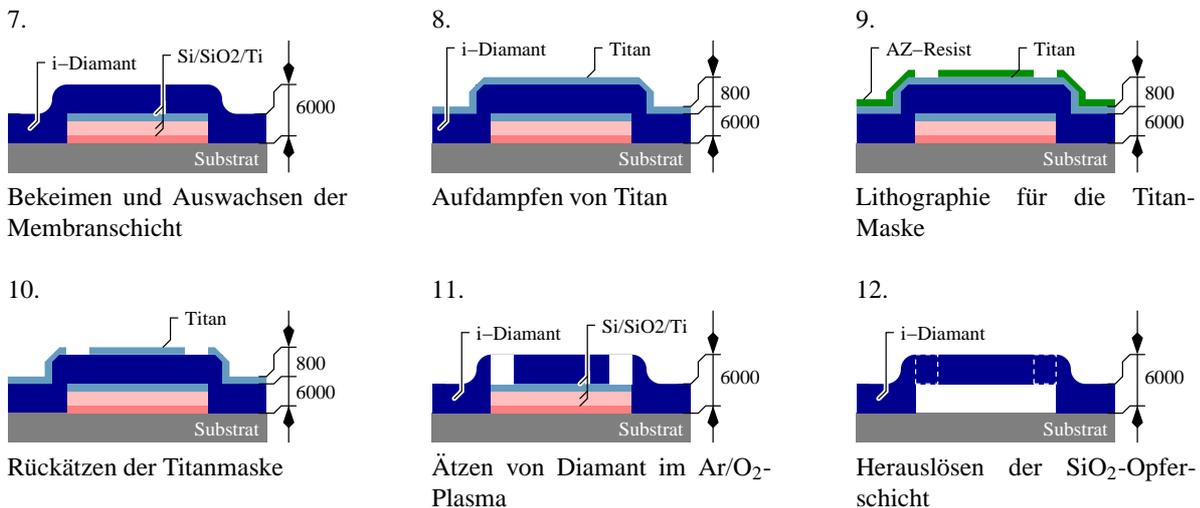


Bild 26: Prozessfolge zur Bildung der Membrankammer

**Technologische Grenze für die Kanalhöhe.** Beim Aufbringen von  $\text{SiO}_2$ -Schichten mit CVD-Verfahren bei  $300^\circ\text{C}$  wird von einer oberen Grenze für die mögliche Schichtdicke berichtet. Bei Stärken  $> 3\ \mu\text{m}$  platzt das Oxid als geschlossene Schicht aufgrund thermischer Verspannungen bei späteren Prozessen ab. Man kann jedoch annehmen, dass dies bei strukturierten, bis auf das Substrat rückgeätzten Oxidschichten nicht in dem Maße, und erst bei größeren Stärken passiert.

Diese obere technologische Grenze setzt auch den Rahmen für die maximale Weite  $W$  des Diffusors, welcher gemäß Bild 22 auf Seite 26 bei quadratischen Querschnitten am effektivsten arbeitet. Aufgrund der bisher gewonnenen technologischen Erkenntnisse scheint eine Festlegung der Kanalhöhe  $h$ , bzw. der Diffusorenweite  $W$  auf  $5\ \mu\text{m}$  sinnvoll. Allerdings muss während des Auflöses der Opferschicht der gesamte Kammerinhalt durch diesen engen Querschnitt abtransportiert werden. Bei geringen Ätzraten kann dies ein zeitliches Problem werden, die Kanalhöhe  $h$  von  $5\ \mu\text{m}$  ist also auch eine untere Grenze.

Höhere Schichtdicken können mit galvanisch abgeschiedenem Kupfer, oder mit epoxyd-basierten Lacken wie SU 8 erreicht werden. Die resultierenden Prozessfolgen mit den entsprechenden Modifikationen sind für Testzwecke ebenfalls im Layout vorgesehen.

**Andere Opfermedien.** Eine Möglichkeit diese technologischen Grenzen zu umgehen besteht in der Wahl eines anderen Opfermediums, welches bei dicken Schichten geringere thermische Verspannungen aufbaut. Dies hängt jedoch nicht nur von der Differenz der spezifischen thermischen Expansionskoeffizienten  $\alpha$  der beteiligten Materialien, sondern auch von der Morphologie und der stöchiometrischen Zusammensetzung der Schichten ab. So könnte z. B. Kupfer, trotz erheblich größerem  $\alpha_{\text{Cu}}$ , ein geeignetes Opfermedium darstellen, da sich zum Abscheiden von Kupfer verschiedene Verfahren mit unterschiedlichen resultierenden Schichtqualitäten anbieten. Im Rahmen dieser Arbeit soll jedoch nur die Eignung von galvanischem Kupfer untersucht werden (Abschnitt 4.2.1 auf Seite 49).

Vergrößert man die Kanalhöhe  $h$  drastisch auf die in der Simulation (Tabelle 7 auf Seite 26) untersuchten  $30\ \mu\text{m}$ , so ergeben sich aufgrund der Wandhöhe Probleme beim Aufbringen der Goldmetallisierung für die Versorgungsleitungen. Diese werden aufgesputtert und müssen über die erhöhten Kammerkanten geführt werden. Ein einebnendes selektives Hochwachsen der Kammerwand (Diamant-CVD) verbietet sich wegen der langen Prozessdauer (siehe Anhang A.1.3 auf Seite 75). Die Zwischenräume könnten jedoch mit dem Opfermedium selbst ausgefüllt werden, so, dass nur ein tiefer Graben verbleibt, welcher beim Überwachsen der Opferschicht aufgefüllt wird, die Kammerwand bildet und die Gesamtstruktur einebnet (siehe mitte in Bild 27 auf der nächsten Seite). Dadurch ergibt sich ein Layout, welches die Pumpengrundfläche mit einem geschlossenen Ring von  $4\ \mu\text{m}$  Stärke umgibt.

Gelingt es, diese tiefen Gräben im Kupfer-Opfermedium zu erzeugen, so kann eine Diamantbekeimung über die in Kapitel 2.2.2 auf Seite 6 beschriebenen Verfahren erfolgen, und es kann mit der Bimetallisierung wie in den anderen Fällen fortgefahren werden (Bild 27, rechts). Zum späteren kontrollierten Auflösen der Kupfer-Schicht eignet sich Natriumpersulfat-Lösung, welche auch in der Leiterplattentechnologie Verwendung findet und genügend große Ätzraten erreicht.

**Aufteilung in zwei Chip-Lagen.** Eine weitere Möglichkeit zur Erhöhung der Membrankammer und der Kanäle auf ca.  $30\ \mu\text{m}$  stellt die Zerlegung und Verteilung der funktionalen Elemente auf

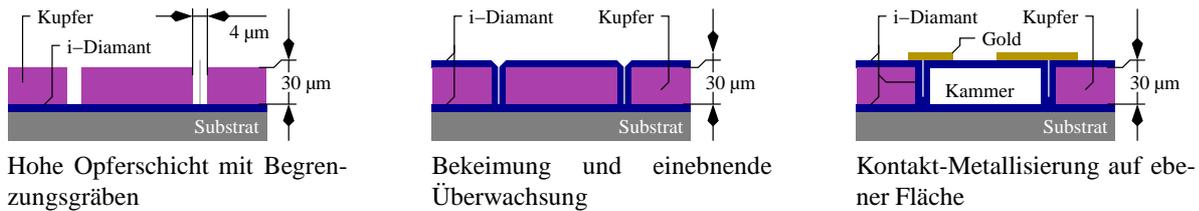


Bild 27: Technologie mit hohen Opferschichtdicken

zwei Chips dar. Diese werden dann in bereits erprobten Fügeverfahren (A. Kaiser [21]) durch verdünnte Epoxyd-Lacke (SU 8) unter Wärmeeinwirkung verklebt.

Der *Membranchip* enthält die Membran und die zur elektrischen Versorgung bzw. zur Auslenkung nötigen Metallisierungen. Die Membran entsteht hier durch anisotropes Ätzen eines diamantbeschichteten Siliziumwafers durch eine  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Maske. Der Wafer wird dabei von unten maskiert und in einer KOH-Lösung bei  $80^\circ\text{C}$  belassen. Durch die Abhängigkeit der Ätzrate von der Kristallrichtung entstehen dabei quadratische Löcher mit definierten Flankenwinkeln, welche bis zur Diamantschicht reichen und diese als Membran freilegen. Die nun folgenden lithographischen Prozesse sind mit größter Vorsicht durchzuführen, da die Maske bei der verwendeten Form der Belichtung in direkten Kontakt mit der belackten Membranoberfläche kommt.

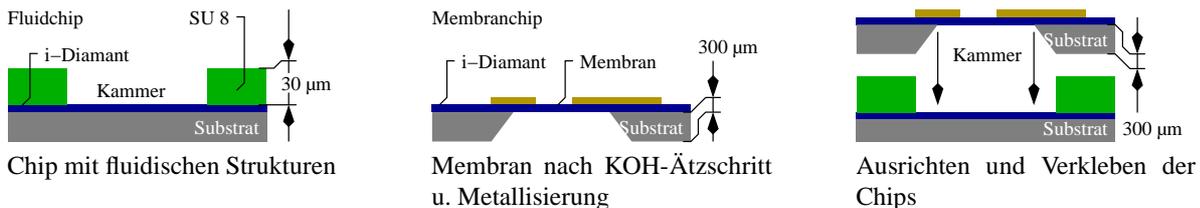


Bild 28: 2-Chip-Technologie mit Membran- und Fluidchip

Auf dem *Fluidchip* befinden sich die Kanäle, Diffusoren und Membrankammern, also alle Elemente, welche den Fluss des Pumpmediums steuern. Die aktiven und elektrischen Teile sind hier exakt von den passiven fluidischen getrennt, was auch neue Möglichkeiten in der Anordnung, sowie der Fluss-Steuerung eröffnet. Neue fluidische Strukturen können sehr einfach in das Membranraster eingebracht und getestet werden. Die Strukturen werden auf dem Substrat (Silizium oder Diamant) lithographisch durch dick aufgebrachte formfeste Lacke wie SU 8 erzeugt. Das Herauslösen eines Opferkerns entfällt und die Strukturierung wird zusätzlich durch die Möglichkeit der direkten Lithographie vereinfacht. In einem letzten Schritt können manche Kunststoffe durch Ausbacken noch besonders säureresistent und widerstandsfähig gemacht werden.

**Bimetallheizer.** Die in Bild 24 auf Seite 28 eingeführten und bereits erläuterten Heizertypen 1a, 1b und 2 basieren auf einer bestimmten Folge metallischer Schichten, die nacheinander teils überlappend aufeinander durch maskierende Prozesse aufgebracht werden müssen. Die Schichtdicke bestimmt dabei die Wahl des Verfahrens.

Alle aufgeführten Heizertypen benötigen zunächst Versorgungsleitungen, welche aufgrund der Leitfähigkeit üblicherweise in Gold ausgeführt werden. Die Schicht muss hier nur in geringem

Maße mechanischen Anforderungen genügen, etwa bei der Kontaktierung mit Messnadeln. Die elektrischen Anforderungen eines geringen Schichtwiderstandes sind schon bei dünnen Schichten um  $200\ \mu\text{m}$  erfüllt. Da jedoch direkt auf Diamant aufgebraute Schichten im allgemeinen nur über Kohlenstoffverbindungen von Dauer sind, ist hier eine haftvermittelnde Zwischenschicht aus Chrom nötig. Zunächst werden also die goldfreien Gebiete lithographisch maskiert, dann die Metallfolge Chrom/Gold aufgesputtert, und schließlich das überschüssige Metall „geliftet“.

Bei Typ 1a folgt nun direkt die Bimetallisierung mit Nickel, welche wegen ihrer Schichtdicke von  $3\ \mu\text{m}$  selektiv galvanisch aufgebracht werden muss (Bild 29). Ein stromgestützter Galvanikprozess ist hier nicht denkbar, da eine durchgehend leitende Startschicht dafür Voraussetzung ist, diese aber nur mit größerem Aufwand und Verlusten (Unterätzung) entfernt werden kann. Für die stromlose Galvanik bei  $80\ ^\circ\text{C}$  wird mit nichtleitendem Siliziumnitrid maskiert, wobei mit derselben Lithographie danach die Nickel-Startschicht (Cr/Ni) selbstjustierend deponiert werden kann. Nach dem Entfernen des Lackes verbleiben nur die gewünschten Nickelstreifen, welche im Galvanikbad auf ihre volle Dicke auswachsen (Philip Schmid, [4]).

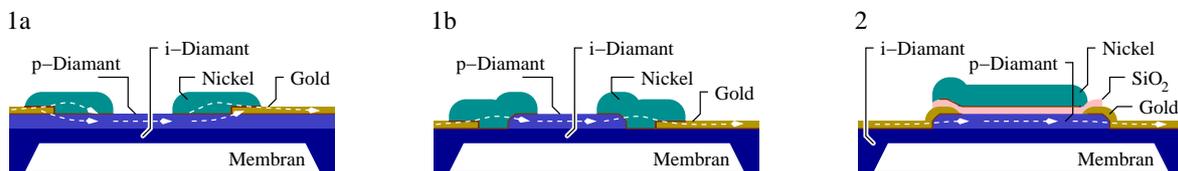


Bild 29: Heizertypen im Querschnitt. Schichtaufbau und Stromführung

Heizertyp 1b ist durch zusätzliche hantelförmige stromführende Elemente aus leitendem  $p^{++}$ -Diamant gekennzeichnet (Bilder 29 und 24 auf Seite 28). Diese müssen vor dem Aufbringen der Metallisierungen selektiv auf ca.  $1\ \mu\text{m}$  ausgewachsen werden. Mit der entsprechenden Maske wird hierzu ein negatives Abbild der Hantelstrukturen durch Rückätzen einer passivierenden  $\text{SiO}_2$ -Schicht gebildet. Das weitere Vorgehen entspricht dem von Typ 1a.

Für Heizertyp 2 muss zwischen den Metallisierungen mit Gold und Nickel eine elektrisch isolierende  $\text{SiO}_2$ -Schicht aufgebracht werden. Der Heizwiderstand wird hier wie bei Typ 1b von einem selektiv ausgewachsenen  $p^{++}$ -Diamantstreifen gebildet und darf nicht von der Bimetallisierung kurzgeschlossen werden. Die leitenden Lagen dürfen sich also auf keinen Fall berühren, weshalb die Isolation in jedem Fall — wie in Bild 29 dargestellt — die Bimetall-, also die Nickelfläche überragen muss. Dies kann mit der gleichen Maske durch veränderte Belichtungsparameter erfolgen.

### 3.3.2 Vorversuche zur Technologie

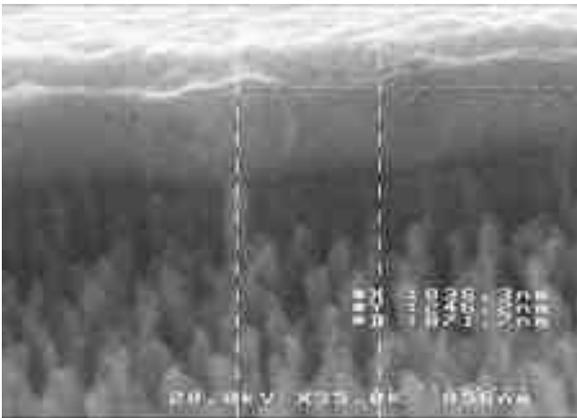
Die Prozess-Schritte zur Herstellung einer Diamantmembran auf  $\text{SiO}_2$ -Opferschichten sind nun grob umrissen, noch aber fehlt der direkte Bezug zur Praxis, welcher nur durch geeignete Tests hergestellt werden kann. Diese bilden im Vorfeld die Grundlagen zur Layoutgestaltung und erlauben die Einschätzung der Machbarkeit.

**Strukturierung der Opferschicht.** Die Verwendung von Opferschichten aus Siliziumdioxid hat sich zwar in anderen Arbeiten bereits bewährt, die Voraussetzungen sind hier jedoch anders: der

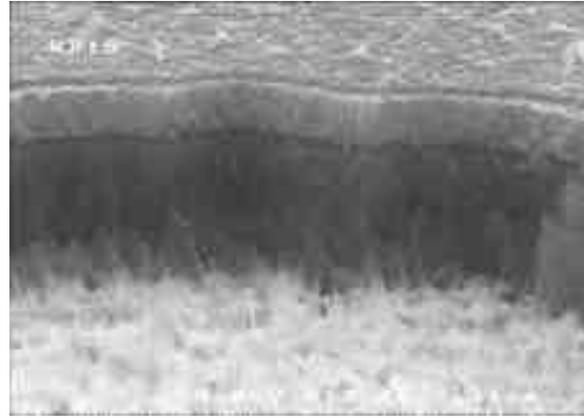
Opferkern ist vollständig von Diamant umgeben und nur über zwei dünne Kanäle zugänglich. Dies erfordert voraussichtlich längere Ätzzeiten beim Herauslösen des Kerns, sofern dies überhaupt auf diese Weise möglich ist.

Es werden zwei Proben vorbereitet: Nach den üblichen Reinigungsschritten werden auf Probe „p2si“ ca.  $2\ \mu\text{m}$   $\text{SiO}_2$  und ca. 150 nm amorphes Silizium abgeschieden (Plasma-CVD), während bei Probe „p1ti“ nach den  $2\ \mu\text{m}$  noch ca. 800 nm Titan aufgedampft werden. Die zuletzt aufgebraachte Schicht stellt die Bekeimungsgrundlage für die spätere Diamantschicht dar. Titan wird bei „p1ti“ versuchsweise eingesetzt um das Lösen des Opferkerns eventuell zu beschleunigen.

Im nächsten Schritt muss die Struktur definiert werden. Da jedoch noch keine lithographischen Masken zur Verfügung stehen, kommen hier Filmmasken aus der Leiterplattenherstellung zum Einsatz. Dies hat den Vorteil, dass einfache Strukturen schnell zu Film gebracht und sofort ausprobiert werden können. Allerdings lässt die Auflösung zu wünschen übrig, die Strukturen müssen also etwas größer als geplant ausfallen.



RIE: Nadelförmige Reste nach dem ersten Plasma-Ätzschritt



Dip in HCl, RIE: Strukturierte Opferschicht, die Nadeln sind weg

Bild 30: Strukturübertragung auf  $\text{SiO}_2$  mit reaktiven Fluor-Ionen (RIE)

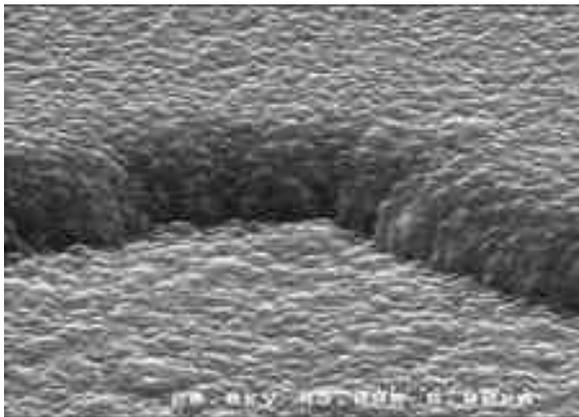
Über eine Maskierung aus Aluminium (370 nm), welche durch einen Lift-Off-Prozess entsteht, wird nun diese Struktur auf die Opferschicht übertragen, d. h. sie wird an den nötigen Stellen im reaktiven Ionenplasma (RIE) komplett entfernt. Meist erfordert dieser Schritt mehr Aufwand, da Aluminium durch Sputterwirkung abgetragen und redeponiert wird. Dadurch verbleiben an den entsprechenden Stellen Nadelreste, welche durch kurzzeitige Tauchbäder (Dips) in verdünnter HCl und HF entfernt werden können. Nach Abschluss des Plasma-Ätzens wird die Aluminium-Maske nicht mehr benötigt und kann in HCl bei  $80\ ^\circ\text{C}$  binnen fünf Minuten entfernt werden. Die Titanschicht kommt dabei nicht zu Schaden.

Die Schritte zur Strukturübertragung auf die Opferschicht sind in Bild 25 auf Seite 32 schematisch dargestellt. Elektronenmikroskopische Aufnahmen hierzu finden sich in Bild 30.

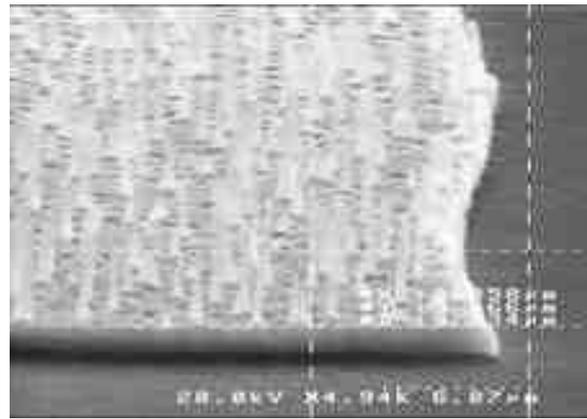
**Auswachsen und Freilegen der Membran.** Die Opferschicht ist nun strukturiert, und gemäß Abschnitt 3.3.1 folgt das Überwachsen mit Diamant, welches auf Fremdsubstraten wie Si oder Ti durch eine Bekeimungsphase eingeleitet werden muss (vgl. Abschnitt 2.2.2 auf Seite 6). Die

Proben werden langsam auf 700 °C erhitzt und bei 17 Torr 30 Minuten lang im H<sub>2</sub>/CH<sub>4</sub>-Plasma bei 700 Watt einer Vorspannung von 200 Volt ausgesetzt. Die Bekeimung kann optisch durch eine Trübung der Opferfläche nachvollzogen werden. Die Phase kann auch beendet werden, wenn die optischen Anzeichen einer geschlossenen Schicht gegeben sind (Trübung verschwindet wieder).

Die Bekeimung von Probe „p2si“ verläuft nicht erwartungsgemäß, es bildet sich im ersten Anlauf keine geschlossene Schicht. Schließlich ergaben sich potentialbedingte Randerscheinungen, die vermuten lassen, dass die Membran nicht fest genug mit dem Substrat verwachsen ist. Im Folgenden wird deshalb aus Platzgründen auf eine weitere Beschreibung der Prozessfolgen bezüglich dieser Probe verzichtet.



Diamant-CVD: Die Struktur ist komplett mit Diamant überwachsen

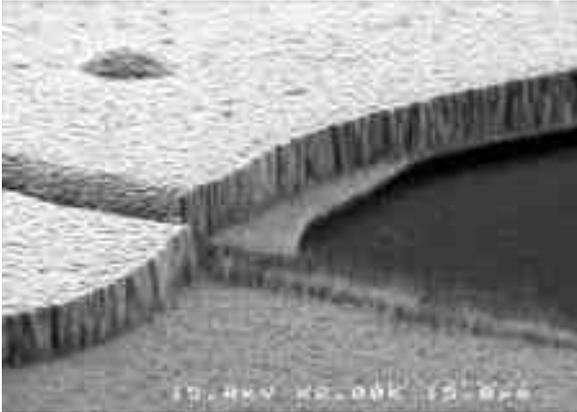


Diamant-Ätzen: Opferschicht (außen) ist von oben zugänglich. Diamant abgesplittert

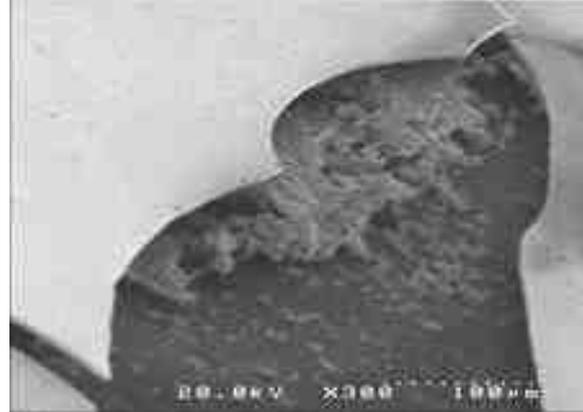
Bild 31: Strukturierung von CVD-Diamantschichten mit reaktiven Ionen (RIE)

Nach der bei Probe „p1ti“ erfolgreich verlaufenen Bekeimungsphase folgt die Wachstumsphase bei 30 Torr und 650 °C. Die Probe wurde insgesamt 15 Stunden unter Wachstumsbedingungen gehalten, dann über eine weitere Filmmaske durch Rückätzen in H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> bei 80 °C mit einer Titan-Maskierung (800 nm) versehen. Der nun folgende Ätzprozess im Ar/O<sub>2</sub>-Plasma gestaltet sich aufgrund von Redepositionen ebenfalls aufwendig, immer wieder muss der Ätzvorgang unterbrochen und redeponiertes Titan durch „dippen“ in HF entfernt werden. Vorteilhaft wirkt sich hier jedoch die hohe Verspannung des auf Titan bekeimten und gewachsenen Diamantfilms aus, so dass gegen Ende des Ätzvorgangs bereits dünne Teile absplittern (siehe rechts in Bild 31 auf der vorherigen Seite).

Es besteht nun ein Zugang von der Probenoberfläche zur Opferschicht, welche jetzt in gepufferter Flusssäure (Ammoniumfluorid-Lösung) entfernt werden kann. Die Probe wird zunächst 10 Stunden in der Ätzmischung belassen, dann untersucht. Durch berührungslose Verfahren (Lichtmikroskop, REM) lässt sich jedoch leider nicht feststellen, ob der Opferv Kern vollständig herausgelöst wurde. Erst durch das Sondieren der Membranfläche mit einer Messnadel können durch entstehende Interferenzringe und Veränderungen Schlüsse über den Membranzustand gezogen werden. Nach weiteren 53 Stunden Ätzdauer verläuft der Sondiertest positiv, die Membran kann eingedrückt werden (siehe hierzu Bild 32).



SiO<sub>2</sub>-Ätzen: Die Opferschicht ist aufgelöst, Membran scheinbar frei



Sondieren: Die Membran ist zersplittert, Hohlraum und Reste sind sichtbar

Bild 32: Herauslösen der SiO<sub>2</sub>-Opferschicht in HF, Sondierungstest

**Ergebnis.** Unter normalen Bedingungen ohne Verspannung müsste die Ätzdauer im Bereich von Wochen liegen. Die beobachtete Verkürzung lässt sich durch die intrinsischen Verspannungen von CVD-Diamant erklären. Diese bewirken ein Wegdrücken der Membran vom sich auflösenden Träger und schaffen dadurch neue Angriffsflächen für die reaktiven Fluor-Ionen in der Säure.

Die Erzeugung einer freien Membran durch Herauslösen eines SiO<sub>2</sub>-Opferkerns stellt also eine erfolgversprechende Methode dar. Aufgrund der kleineren Öffnungsabmessungen im geplanten Layout (5  $\mu\text{m}$ ) ist das Ergebnis dieser Testreihe jedoch nur beschränkt für das geplante Vorhaben gültig, es sind auf jeden Fall Alternativen im Layout vorzusehen.

### 3.3.3 Versuche zur Fluidkontaktierung

Da das Maskenlayout auch entscheidend von der Gestaltung der Ein- und Ausgangsbereiche für die Flüssigkeit abhängt, ist es sehr wichtig, bereits vor dem Zeichnen der Masken geeignete Kontaktierungsformen zu finden. Durch die bereits bekannte grosse Zahl an Varianten auf einem Chip liegt es nahe, ein der elektrischen Kontaktierung ähnlich flexibles System für fluidische Komponenten zu konzipieren.

**Prinzip.** Manipulatoren mit Messnadeln ermöglichen ein sehr rasches Kontaktieren von Pads auf kleinstem Raum und könnten mit geringfügigen Modifikationen auch für Fluidkontakte verwendet werden. Dadurch könnte eine hohe Packungsdichte erreicht werden, da die Abstände zwischen den Strukturen im wesentlichen vom Platzbedarf dieser Kontakte abhängen.

Manche Manipulatoren drücken die eingespannten Nadeln mit einem definierten Druck auf die Probe, um einen guten elektrischen Kontakt zu gewährleisten. Verwendet man statt den üblichen Messnadeln eine Hohlneedle, so könnte durch die geeignete Wahl von Materialien allein durch die Anpresskraft eine ausreichende Abdichtung erreicht werden. In der folgenden Diskussion und Versuchsreihe wurde eine Auswahl an Dichtungen und Kanülen auf ihre Tauglichkeit hin untersucht (Tabelle 9).

Photolack:	Ausgebacken hart und uneleastisch, nicht lösungsmittelfest
SU 8:	Chemisch beständig wenn vernetzt, dann zu hart für Dichtung
Silikon-Kautschuk:	Nach dem Trocknen elastisch und weitgehend lösungsmittelfest
Glaskapillaren:	Durchmesser $\approx 1.5$ mm, zu hoch, behindern optisches System
Med. Kanülen:	Verschiedene Durchmesser, Vorn abgeschrägt, teilw. mit Schlauch
Dosier-Kanülen:	Für Klebstoffdosierung, verschiedene Durchmesser, vorne eben
<b>Fazit:</b> Kanülen sind in Verbindung mit Silikon-Kautschuk am besten geeignet	

Tabelle 9: Übersicht über vorhandene Materialien zur Fluidkontaktierung

**Testreihe.** Zur Erprobung dieser Kontaktvarianten wurde eine Aluminiumplatte mit einer planparallelen Bohrung versehen und von oben mit zwei Löchern vom Durchmesser 0.2 mm angestochen. Die Oberfläche mit den zwei Bohrungen soll hierbei eine Annäherung an die mit Diamant überwachsene Probenoberfläche darstellen, und wurde deshalb poliert. Die verbindende Bohrung wurde abgedichtet (Skizze links in Bild 33).

Die medizinischen Kanülen (Perfusionsbesteck) wurden vorne im  $45^\circ$ -Winkel angeschliffen, die Dosierkanülen vorne nach 2 mm um  $135^\circ$  abgebogen. Beide Kanülen wurden an der Öffnung mit TSE 397 C Silikon-Kautschuk-Masse der Firma GE Bayer Silicones bestrichen, jeweils ca. 5 Minuten an das Dosiergerät JBE 1113 von I & J Fisnar Inc. angeschlossen und mit Luft durchströmt, um ein Verkleben der Öffnungen zu vermeiden. Die Masse wurde dann bei Raumtemperatur mit Ausrichtung nach unten getrocknet.

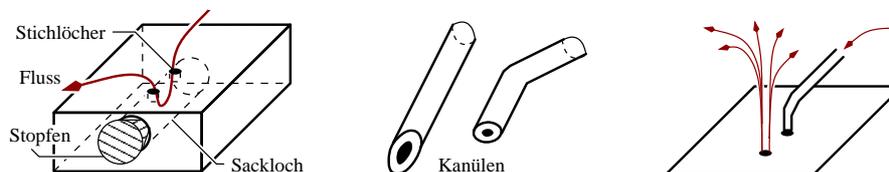


Bild 33: Aluminiumplatte zur Fluidkontaktierprobung, Testkanülen, Durchführung

**Ergebnis.** Kanülen mit einem Außendurchmesser  $< 1$  mm lassen sich problemlos an einen Manipulatorarm montieren. Im Versuch wird die Kanüle über dem Loch auf die Aluminiumplatte aufgesetzt und mittels einer Spritze Wasser in die Bohrung gedrückt. Die Variante mit abgeschrägter Öffnung verstopft sehr leicht, und hält nicht dicht. Die gebogene Kanüle mit planer Öffnung eignet sich dagegen hervorragend zur Fluidkontaktierung und kann zudem auch leicht über der Probenöffnung positioniert werden.

Versagt diese Kontaktierungsmöglichkeit am realen Objekt, so kann bei einer funktionierenden, d.h. auslenkbaren Membran auch eine Hülse für direkte Schlauchanschlüsse angeklebt werden. Allerdings werden benachbarte Öffnungen dabei eventuell verklebt.

## 4 Technologie und Herstellung

Dieser Abschnitt umfasst einen Großteil der praktischen Arbeit, welche zumeist auf Anwendungen der im Theorieteil beschriebenen technologischen Verfahren, sowie den Ergebnissen aus dem Analyse- und Planungs-Kapitel beruht.

### 4.1 Entwurf der Masken

Nachdem die meisten geometrischen Abmessungen und Strukturvarianten simulatorisch ermittelt und bestätigt wurden, können diese endgültig im Layout definiert werden. Mit dem CAD-Programm LEDIT werden die Strukturen gezeichnet und in das für Masken übliche GDS-II-Format übersetzt. Die folgenden Kapitel sind dem Entwurf der Strukturen gewidmet.

#### 4.1.1 Vorschriften – Designrules

Zunächst werden die beim Entwurf zu berücksichtigenden technologischen Gegebenheiten zu Regeln zusammengefasst, deren Einhaltung während der gesamten Layoutgestaltung immer wieder zu überprüfen ist. Daraus ergibt sich ein iteratives Vorgehen, da sich bestimmte Regeln widersprechen und ein optimaler Weg gefunden werden muß.

**Allgemeine Abstände und Toleranzen.** Die Simulationen beschränkten sich repräsentativ nur auf einen Membrandurchmesser von  $500\ \mu\text{m}$ . Für die Realisierung kämen nun auch kleinere Varianten in Betracht, welche jedoch für die gleiche Auslenkung entsprechend dünner ausgelegt werden müssten. Dabei ist mit einer geringeren Membranstabilität zu rechnen. Größere Membrandurchmesser verringern die Ausbeute pro Chip und bringen für diese Arbeit keine neuen Erkenntnisse. Somit wird der Membrandurchmesser auf  $500\ \mu\text{m}$  festgelegt.

Die Strukturen sind so auszurichten, dass zwischen dem Mittelpunkt einer Fluidöffnung und einem elektrischen Kontaktpad ein Mindestabstand von  $550\ \mu\text{m}$  gegeben ist. Dabei wird für die Kanüle ein Durchmesser von ca.  $750\ \mu\text{m}$  angenommen und bei der Beschichtung der Kanülenöffnung mit Silikon-Kautschuk eine Erweiterung des Durchmessers auf maximal  $1000\ \mu\text{m}$  veranschlagt. Mit dem Mindestabstand wird sichergestellt, dass die elektrischen Kontaktpads nicht von der Testkanüle verdeckt oder beschädigt werden (siehe links in Bild 34 auf der nächsten Seite).

**Führung der Bahnkontakte.** Bei der Bahnführung der Versorgungsleitungen für die Bimetallheizer ist auf die Abstände zweier Bahnen mit unterschiedlichem Potential besonders zu achten. Da der Heizeffekt entlang von Strompfaden auftritt, können parasitäre Heizer entstehen, wenn der resultierende Widerstand zwischen den zwei Bahnen zu klein wird, d. h. wenn sich die Bahnen wie in Bild 34, mitte links, zu nahe kommen. Eine einfache Regel, die dies berücksichtigt muss also sicherstellen, dass der Bahnabstand nur am Bahnende bei den Heizern am geringsten ist.

Dieses Problem kann auch durch die Realisierung einer Heizschicht, die zwischen zwei Metallisierungen angeordnet ist, umgangen werden (Heizertyp 2:  $\text{p}^+\text{-Di/SiO}_2\text{/Ni}$ ). Bei dieser Sandwich-Struktur darf die Isolationsschicht niemals kleiner als die obere leitende Schicht sein, da es sonst

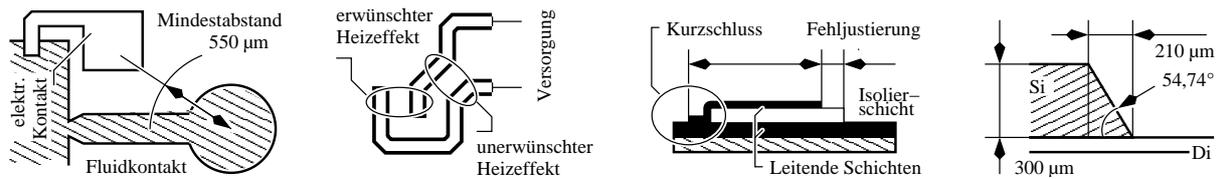


Bild 34: Abstände und Toleranzen für das Maskenlayout

zu Kurzschlüssen kommt. Um etwaige Fehljustierungen tolerierbar zu machen, sollte die isolierende Schicht also immer größer als die obere leitende ausfallen (Bild 34, mitte rechts). Es muss grundsätzlich davon ausgegangen werden, dass es nicht möglich ist, eine Maske mit einer Genauigkeit kleiner  $1\ \mu\text{m}$  zu justieren.

Beim Auslegen der Kontakte und der Strompfade ist auch darauf zu achten, dass der Kontaktwiderstand nicht zu gross wird, da sonst ein Grossteil der angelegten Spannung über den Kontakten abfällt und damit nicht für die gezielte Heizung der Bimetallgebiete zur Verfügung steht. Die Kontaktfläche, d. h. die Überschneidung von Gold- und  $p^{++}$ -Gebiet, ist also möglichst groß zu wählen.

**Vorschriften für die 2-Chip-Technologie.** Die 2-Chip-Technologie hat aufgrund der anisotropen Ätzung in KOH-Lösung einen höheren Platzbedarf, da ein positiver Flankenwinkel von  $54.74^\circ$  die nötige Ätzmaske vergrößert. Bei einer Waferdicke von  $300\ \mu\text{m}$  ergibt sich ein Mehrbedarf von ca.  $210\ \mu\text{m}$  pro Kante. Zusätzlich ist bei dieser Technologie die fluidtechnisch sehr empfindliche Stelle der Diffusorverengung gegen Fehljustierungen der zwei Lagen zu schützen. Dazu muss das Gegenstück zur Membran, die Membrankammer auf dem Fluidchip, etwas größer ausfallen (rechts in Bild 34).

Da die Membrane von unten freigelegt werden, muss die Maske für den KOH-Ätzschritt nach dem Entwurf achsengespiegelt vorliegen. Das Ausrichten der Masken für die weiteren Prozesse kann anhand der transparenten und eventuell verspannten Membranflächen erfolgen und stellt kein Problem dar.

Beim Verkleben der beiden Lagen kann jedoch aufgrund der Waferdicke keine direkte Justierung der Membran über der Membrankammer erfolgen. Deshalb wurden spezielle Justiermembrane platziert, welche mit der Lochmaske für die Fluidöffnungen perforiert werden und über der Membrankammerebene ausgerichtet werden. Ein weiterer Punkt zur Beachtung ist die Verdrängung von Klebstoffmasse beim Aufeinanderdrücken der zwei Chiplagen. Dadurch können funktionale Strukturen verstopft, verändert oder anderweitig beeinträchtigt werden. Die Schaffung von zusätzlichen „blinden“, also funktionslosen Kavitäten ermöglicht die Aufnahme verdrängter Masse.

**Zusammenfassung.** Beim Maskenentwurf müssen also folgende Aspekte berücksichtigt und regelmässig überprüft werden:

- Justierfehler führen bei sich gegenseitig beeinträchtigenden Strukturen und geringen Toleranzen zu Funktionsverlust ...
- ... bei elektrischen Isolierungen durch Kurzschluss oder fehlende Verbindung,

... bei fluidischen Elementen durch Überschneidung oder Abschnürung, und  
 ... bei mechanischen Komponenten durch zu dünne Wandstärken oder Schichten.

- Justierkreuze auf der Maske werden zu Strukturen auf dem Wafer und ...  
 ... degradieren mit jedem Prozess durch Überlagerung,  
 ... müssen leicht auffindbar sein, da beim Ausrichten eingeschränktes Gesichtsfeld,  
 ... sind bei „dunklen“ Masken kaum sichtbar und schwer auffindbar.
- Zu kleine Abstände führen zu ...  
 ... parasitären Heizeffekten bei Bahnkontakten auf Schichten endlichen Widerstandes,  
 ... Verdeckung oder Beeinträchtigung funktionaler Strukturen am Fluidkontakt,  
 ... Stabilitätsverlust des Substrats bei zu hoher Löcherdichte im KOH-Ätzschritt.

#### 4.1.2 Zusammenstellung des Probensatzes

Die im vorigen Kapitel untersuchten und aufgrund der geplanten Prozessfolgen implizierten möglichen Strukturvarianten sind nun in Tabelle 10 auf der nächsten Seite zusammengefasst. Da nicht alle Varianten technologisch kompatibel sind, nicht auf einer Probe Platz finden, und auch nicht mit der gleichen Wahrscheinlichkeit zum funktionellen Erfolg führen werden, gilt es nun, eine vernünftige Auswahl zu treffen und diese an die räumlichen Erfordernisse der jeweiligen Technologie anzupassen.

**Auswahl der Varianten.** Geometrie 1 ist die am meisten optimierte, welche auch bei den Abschätzungen in Abschnitt 3.2.2 auf Seite 26 am besten abschneidet. Geometrie 3 ist wegen der ringförmigen Heizerstruktur besonders interessant, jedoch fallen hier bei gleicher Dotierung die Heizerwiderstände vom Typ 1a etwa zwei Größenordnungen niedriger aus, da das Aspektverhältnis der stromführenden Flächen größer ist (Tabelle 8 auf Seite 30). Eine weitere interessante, jedoch nicht im Vorfeld analysierte Variante ergibt sich aus der Kombination von Geometrie 1 und 2: Die inneren Metallstreifen werden senkrecht zu den äußeren, jedoch exzentrisch versetzt angeordnet (→ Geometrie 4).

	Varianten	Referenz
Diffusorengeometrie	10°, 40°, 70° (Düse)	Kap. 3.2.2
Membrangeometrie u. -stabilität	Geometrien 1 – 4; bi- u. monostabil	Kap. 3.2.1
Prozessfolge u. Kammerhöhe	SiO <sub>2</sub> /5 μm, Cu/30 μm, KOH/30 μm	Kap. 3.3.1
Heizertypen	1a, 1b, 2	Kap. 3.2.3
Gruppierung, Anordnung	Mixer, Reihen-, Parallelschaltung	Kap. 4.1.2

Tabelle 10: Zusammenstellung der Strukturvarianten

Da noch nicht abgeschätzt werden kann, ob die Membran nun bistabiles Verhalten zeigt oder nicht, wird für jede dieser Geometrien eine Version mit Rückholmetallisierung (Innenstreifen) für den bi-stabilen Fall, und eine Version mit möglichst wenig Metallisierung, also nur den Außenstreifen,

vorgesehen. Es ergeben sich damit insgesamt sieben Geometrievarianten, wobei die Außenstreifenversionen der Geometrien 1 und 4 zusammenfallen.

Die Heizertypen 1a, 1b und 2 können für jede dieser Geometrien im Maskensatz vorgesehen werden, da sie nur die Art des Stromflusses, jedoch nicht das Bimetallprinzip und damit die zugrundegelegte Geometrie variieren. Dies erfordert drei zusätzliche Maskenlagen, da zwei selektive  $p^{++}$ -dotierte Diamantschichten („DI1“ und „DI2“) strukturiert und eine zweite, für Typ 2 angepasste Goldmetallisierung („AU2“) aufgebracht werden müssen. Je nach Prozessfolge kommen keine (Typ 1a), eine („DI1“ für Typ 1b), oder zwei („DI2“ und „AU2“ für Typ 2) dieser zusätzlichen Maskenlagen zum Einsatz (Bild 35, Typen 1a und 1b sind zu Typ 1 zusammengefasst).

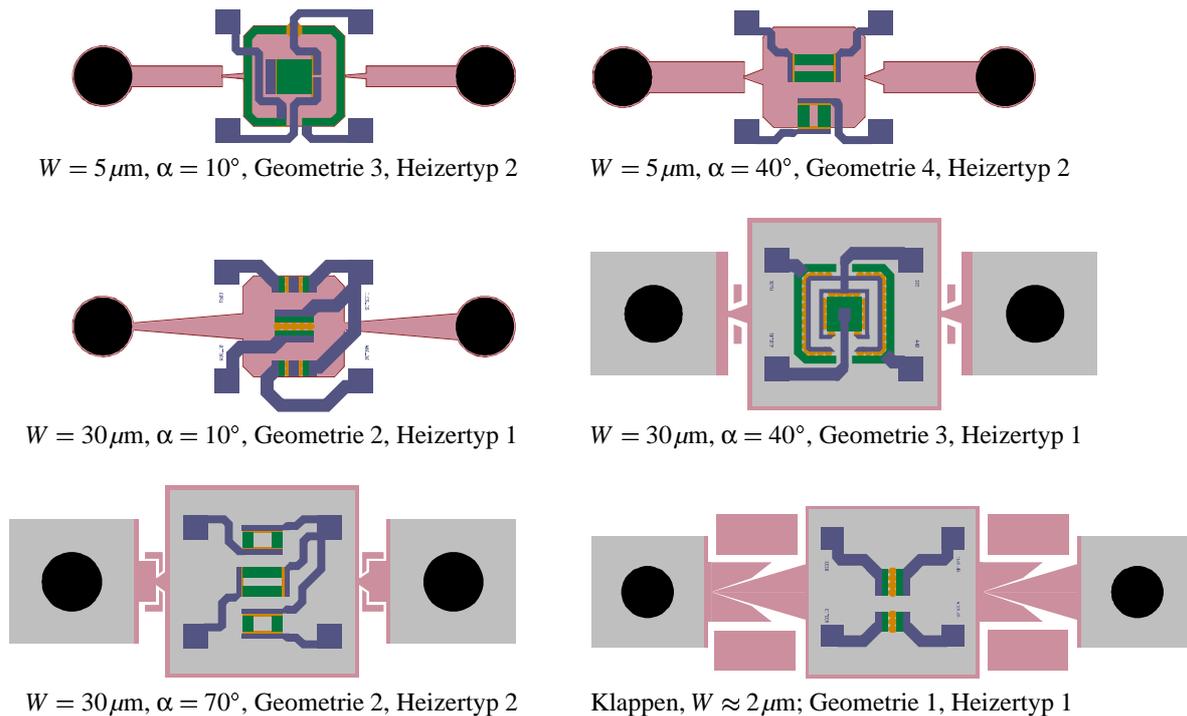


Bild 35: Einige typische Strukturvarianten

Die bei den Diffusoren in Betracht kommenden Varianten werden mit den Geometrievarianten kombiniert — die Gesamtzahl der auf einer Probe unterzubringenden Strukturen multipliziert sich damit.  $10^\circ$ -Diffusoren schneiden in der FEM-Analyse gemäß Tabelle 7 auf Seite 26 am besten ab und sind deshalb im Layout jeweils für Diffusorweiten  $W = 5\mu\text{m}$  und  $W = 30\mu\text{m}$  zweimal vertreten. Andere interessante Winkel sind  $40^\circ$  (vgl. Abschnitt 3.2.2 auf Seite 25) und  $70^\circ$ , bei welchen das Prinzip gemäß [12] und [14] seine Wirkungsrichtung ändert.

**Anordnung der Strukturen.** Das Layout kann nun durch horizontales Wiederholen der übereinander angeordneten Geometrievarianten und Überlagern mit den in vertikaler Richtung vielfältigen Fluidvarianten aufgefüllt werden. Dabei entsteht ein Raster verschieden kombinierter Pumpenstrukturen mit regelmässigen Abständen, das sich horizontal an der maximalen Diffusorlänge und vertikal am Mindestabstand zwischen zwei Fluidöffnungen orientiert. Bild 37 zeigt links dieses Raster, welches auch zur Bezeichnung der einzelnen Spezies verwendet werden kann.

Das CAD-Programm LEDIT unterstützt diese Rasterstruktur durch die Möglichkeit der automatischen Wiederholung von Strukturen in regelmässigen Abständen. Dies spart Speicherplatz und Rechenzeit, da für weitere Wiederholungen nur die Position abgespeichert werden muss. Weiterhin ist eine Gliederung des gesamten Layouts in hierarchisch voneinander abgeleitete Zellen (vgl. Bild 36) möglich, was das Verständnis erleichtert, da in höheren Ebenen die Gesamtkomplexität verborgen bleibt. Wird eine Figur in einer hierarchisch niedrigeren Zelle abgeändert, so werden die daraus abgeleiteten höheren Zellen automatisch aktualisiert.

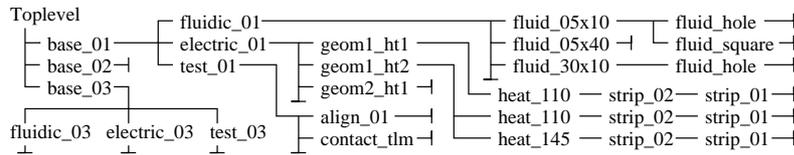


Bild 36: Hierarchisches Layout. Zellen enthalten Zellen oder geometrische Figuren

Nun folgt eine Aufteilung der Strukturvielfalt nach der technologischen Linie, aus welcher der fluidische Teil des Pumpkörpers hervorgeht. Die auf dicken Opferschichten ( $30\ \mu\text{m}$ ) basierenden Membrankammern müssen über einen ringförmigen Graben angelegt werden, was außer einer zusätzlichen Maskenlage („CU“, dunkler Rand der oberen Strukturen in Bild 35) keine Veränderungen am Layout erfordert. Die Anordnung kann damit im gleichen Raster verwendet werden, ist also ansonsten kompatibel zur Prozessfolge mit dünnen Opferschichten.

Anders bei der 2-Chip-Technologie, wo ein wegen der anisotropen Ätzflanken erhöhter Platzbedarf pro Struktur das Raster durchbricht. Die „KOH“-Strukturen sind also nicht mit den monolithischen Prozessfolgen kompatibel, die Maskenfläche muss aufgeteilt werden.

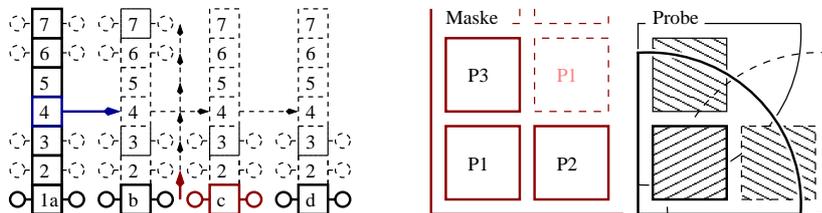


Bild 37: Raster zur Anordnung der monolithischen Strukturen. Justierbewegungsraum

Einige Prozesse, darunter vor allem das plasma-unterstützte CVD-Diamant-Wachstum, wirken nur auf einer kleinen Fläche der Probe homogen. Im Falle der verwendeten Anlage von Astex ist das ca.  $1\ \text{cm}^2$ . Für die Maske bedeutet dies, dass die einer Prozessfolge zugeordneten Strukturen am besten räumlich zusammenhängend auf einem Gebiet von  $10 \times 10$  Millimetern untergebracht werden (prozess-spezifische Gruppierung).

Da der Bewegungsraum der Justiervorrichtung begrenzt ist, können nicht alle Strukturen auf einer Maske auf die Mitte der Waferfläche verschoben werden. Sind die jeweils in der gleichen Prozessfolge auf einer Probe zu realisierenden Strukturen (Prozessgruppe) räumlich auf der Maske verteilt, so muss auch gewährleistet sein, dass die entsprechenden Gebiete auf der Probenmitte und der Maske übereinander gebracht werden können. Eine Lösung dieses Problems ist in Bild 37 rechts dargestellt: Durch Verdrehen der Waferviertel kann ohne Verschieben der Maske jede der drei Prozessgruppen auf die Probenmitte abgebildet werden.

**Funktionale Gruppierungen.** Die beiden „kompatiblen“ Opferschicht-Technologien ( $\text{SiO}_2$  und Cu) können also aufgrund des gleichen Platzbedarfs zu einer Prozessgruppe (P1) zusammengefasst werden und sind auf der Maske redundant diagonal angelegt. Die Strukturen der 2-Chip-Technologie haben ein anderes Raster und werden als Prozessgruppe P2 (vgl. Bild 37 auf der vorherigen Seite) daneben angeordnet. Nun besteht noch Kapazität für eine weitere Prozessgruppe, deren Strukturen aus den folgenden Überlegungen hervorgehen.

Werden die fluidischen Elemente wie bei der 2-Chip-Technologie durch Kunststoff lithographisch hergestellt, so sind je nach Auflösung auch Strukturen mit hohem Aspektverhältnis möglich. Damit sind nun auch die Venenklappenstrukturen aus Abschnitt 3.1.1 auf Seite 13 denkbar, vorausgesetzt der Kunststoff weist eine gewisse Elastizität auf. Bild 35 auf Seite 44 zeigt unten rechts eine aus zwei schräg gegeneinander gestellten Lamellen zusammengesetzte Klappenstruktur, welche auf Prozessgruppe P3 realisiert wird.

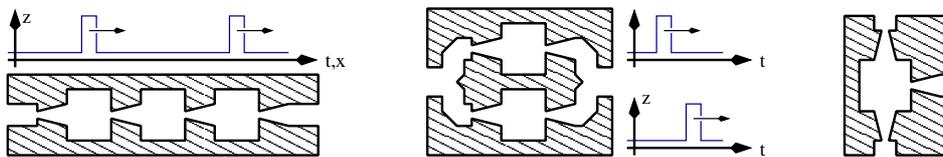


Bild 38: Funktionale Anordnungen: Reihen-, Parallelschaltung und Mixer

Weitere Varianten lassen sich durch Parallel- und Reihenschaltungen (Bild 38) von Pumpenelementen zusammensetzen, was eine Steigerung der Pumpleistung, d. h. des erzeugten Druckes oder des Durchsatzes verspricht. Die Membrane werden dabei phasenverschoben angesteuert, was im Falle der Parallelschaltung eine glättende Wirkung auf den Fluss haben wird. In seriellen Anordnungen wird sich die Membranbewegung wellenförmig fortpflanzen und die Flussrichtung unterstützen. Die tatsächliche Wirkung solcher Gruppierungen wurde qualitativ noch nicht abgeschätzt bzw. analysiert, kann aber nun in der zusätzlichen Prozessgruppe P3 ohne Mehraufwand sehr einfach realisiert und untersucht werden.

**Erstellung des Maskensatzes.** Bisher wurde der Layoutentwurf unter den Gesichtspunkten der Strukturen und deren Funktion, sowie deren technologischer Umsetzung betrachtet. Jedoch auch die Maskenherstellung und die später betriebene Lithographie unterliegen bestimmten Einschränkungen, welche beim Design zu berücksichtigen sind und zu Auflagen und Vorgaben führen.

Die Übertragung der am Computer entworfenen Strukturen auf den Glasträger erfolgt mit einem Elektronenstrahl (E-Beam), welcher je nach geforderter Auflösung fokussiert wird und die zu belichtenden Gebiete ganzflächig abfahren muss. Die Maske wird an den belichteten Stellen durchsichtig, d. h. für helle, also überwiegend durchsichtige Masken ergibt sich eine lange Bearbeitungsdauer, welche natürlich auch mit Kosten verbunden ist. Da jedoch helle Masken die Justage erheblich erleichtern, muss ein Kompromiss gefunden werden, welcher so aussehen kann, dass zusätzliche Sichtfenster für die Justage eingefügt werden.

Oft schreibt der vorgesehene lithographische Prozess über die zu verwendenden Lacke vor, welcher Belichtungsmodus auf der Maske vorzuliegen hat, d. h. ob die im Layout gezeichneten geschlossenen Figuren durchsichtig sein müssen, oder umgekehrt. Ist der verwendete Lack negativ

(z. B. SU 8), so liegt das Substrat bei opaken Figuren nach dem Entwickeln frei. In manchen Fällen steht ein alternativer lithographischer Prozess anderer Polarität zur Verfügung, eine Festlegung des Belichtungsmodus kann hier also zu Gunsten der Bearbeitungszeit des Elektronenstrahl-Schreibers erfolgen.

Nr.	Name	Verwendung	Lack, Polarität	Figur (Modus)
1	SIO2	Definition der Fluidstruktur	SU 8, neg.	opak
2	CU	Fluidstruktur für Kupfer	SU 8, neg.	durchsichtig
3	HOLE	Ein-/Austrittsöffnungen	pos. / neg.	egal
4	DI1	Selektive p <sup>++</sup> -Schicht, Heizer 1b	pos. / neg.	egal
5	DI2	p <sup>++</sup> -Schicht für Heizertyp 2	pos. / neg.	egal
6	NI	Bimetallisierung, Isolation (Typ 2)	pos. / neg.	egal
7	AU1	Gold-Bahnkontakte für Heizertypen 1	pos. / neg.	egal
8	AU2	Bahnkontakte und Pads für Typ 2	pos. / neg.	egal

Tabelle 11: Layer und lithographische Vorgaben mit Auswirkung auf die Masken

Tabelle 11 zeigt eine Liste der im Rahmen dieser Arbeit entworfenen Masken-Layer, sowie deren bevorzugter bzw. vorgegebener Belichtungsmodus. Die Definition der Fluidstruktur erfolgt bei der 2-Chip-Technologie gemäß Abschnitt 3.3.1 auf Seite 34 über den Epoxyd-Resist SU 8, welcher ein negatives Bild des Belichtungsmusters erzeugt. Die geschlossenen Figuren auf Layer „SIO2“ sind nur deshalb auf der Maske opak, eine Vorgabe seitens der monolithischen SiO<sub>2</sub>-Technologie gibt es nicht.

Die hier verwendeten Masken sind gemäß Abschnitt 2.1.2 auf Seite 4 in Quadranten aufgeteilt, welche jeweils ein Masken-Layer definieren, vier Layer teilen sich also einen Glasträger. Bei der Anordnung der Prozessgruppen ist deshalb darauf zu achten, dass sich keine Strukturen, ob durchsichtig oder opak, überschneiden, da bereits mit dem Elektronenstrahl beschriebene Gebiete nicht mehr „zurückbelichtet“ werden können, und eine demgemäße Vorverarbeitung in der Schreibersteuerung nicht erfolgt.

Das Ergebnis des Maskenentwurfs unter den beschriebenen Vorgaben und Regeln ist für Prozessgruppe P1 in Bild 39 dargestellt. Da sich die Goldmetallisierung und die selektive p<sup>++</sup>-Diamantschicht für die beiden Heizertypen 1 und 2 überschneiden, wurde hier nur der besser analysierte und deshalb für die Umsetzung wichtigere Typ 1 dargestellt.

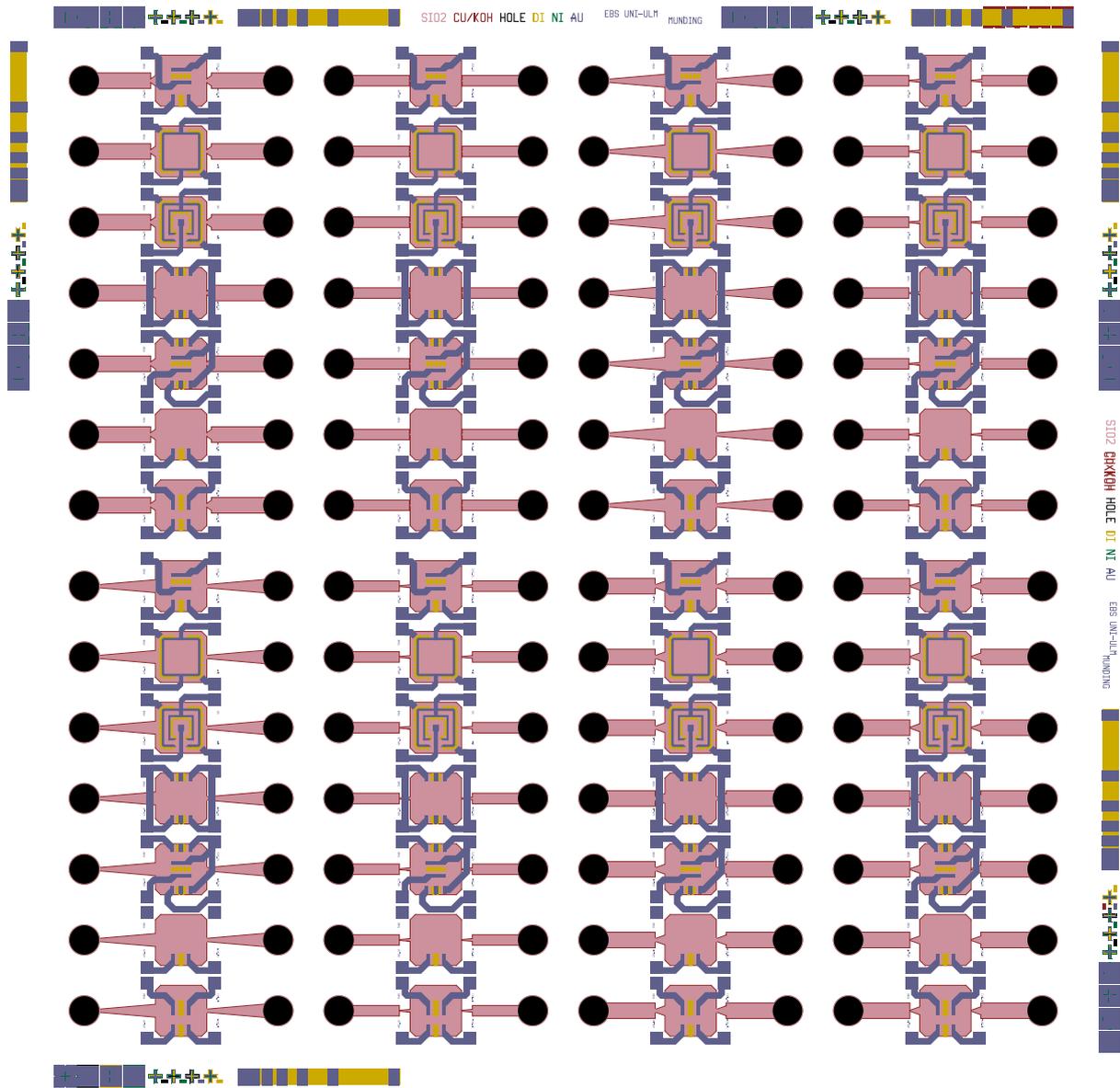


Bild 39: Kompletter Maskensatz für Prozessgruppe P1 mit Layern für Heizertyp 1

## 4.2 Technologische Durchführung

Hier werden im wesentlichen die Prozessfolgen beschrieben, die, erfolgreich angewandt, zur gewünschten Funktionalität führen. Das Kapitel dokumentiert ausführlich die Behandlung der Proben mit den drei bereits beschriebenen technologisch sehr unterschiedlichen Prozessläufen. Im Anhang finden sich hierzu ergänzend Protokolle mit genaueren Parameter-Angaben.

### 4.2.1 Kupferbasierte Opferschicht

Die Realisierung der Membrankammer mit Kupfer als temporärer Füllschicht (Opferschicht) wird als am meisten problematisch eingestuft. Es sollen hier hohe Schichtdicken  $h$  um  $30\ \mu\text{m}$  und damit große Diffusorweiten  $W$  erzielt werden, was aufgrund der thermischen Eigenschaften nicht mit  $\text{SiO}_2$  erreicht werden kann. Kupfer kommt hier als Alternative in Betracht, wobei noch nicht allzu viel über dessen Eignung als Bekeimungssubstrat bekannt ist. Zunächst muss die Schicht jedoch aufgebracht und strukturiert werden.

Die in Abschnitt 3.3.1 gemäß Bild 27 auf Seite 34 vorgesehenen Gräben sind wegen des hohen Aspektverhältnisses nicht über isotrope nasschemische Ätzverfahren herstellbar. Denkbar sind hier nur stark anisotrope Plasma-Ätzverfahren oder selektive Depositionsverfahren mit passivierenden Negativstrukturen. Letztere Möglichkeit wird nach Bild 40 im Folgenden genauer untersucht.

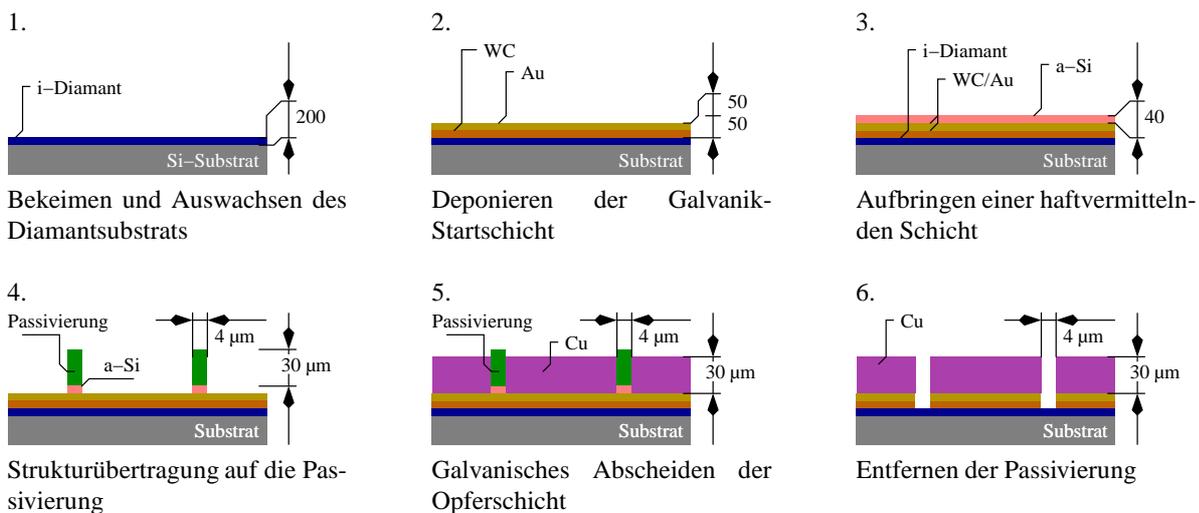


Bild 40: Erzeugung von tiefen Gräben mit hohem Aspektverhältnis

Da kein Sputter-Target zur Verfügung steht, und wegen des zeitlichen Aufwands, wird die Kupferschicht von  $30\ \mu\text{m}$  galvanisch abgeschieden. Selektiv bedeutet hier, dass eine Strukturübertragung bereits vorher stattfindet und diese den Galvanikprozess überdauern muss. Gesucht wird nun also ein Prozesslauf, der säureresistente nichtleitende, also galvanikgeeignete Strukturen mit einem Aspektverhältnis von 7:1 hervorbringt.

**Strukturübertragung.** Bei der Vorbehandlung durchlaufen die Proben einen 3-stufigen Reinigungsprozess, bei welchem die Waferoberfläche zuerst von organischen Resten ( $\text{H}_2\text{O}_2 + \text{H}_2\text{SO}_4$ )

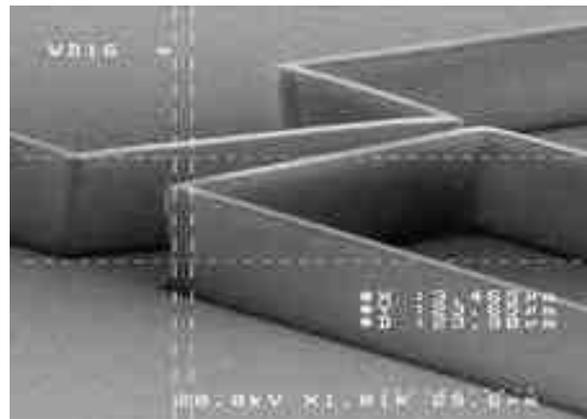
und von metallischen Spuren ( $\text{H}_2\text{O}_2 + \text{NH}_4\text{OH}$ ) gereinigt wird. Danach wird das native Oxid von der Oberfläche entfernt ( $\text{HF}$ , 2%ig) und durch kontrolliert oxidiertes ( $\text{H}_2\text{O}_2 + \text{HCl}$ ) ersetzt. Es folgen Bekeimung (30 min) und Wachstum (3 – 4 h) des Diamant-Substrates in einer Diamant-CVD-Anlage von Astex (siehe Abschnitt 2.2.2 auf Seite 6).

Für die Galvanik muss nun zunächst eine leitende Startschicht auf das nichtleitende i-Diamant-Substrat aufgebracht werden. Dazu wird die Probe von eventuellen Graphitresten befreit (Chromschwefelsäure), und in der Sputteranlage von Perkin-Elmer mit 50 nm WC als Haftvermittler und 50 nm Au versehen.

Die folgende Lithographie soll die Ringstrukturen der Maske „CU“ auf das Goldsubstrat übertragen. Das in Frage kommende Resist SU 8 wurde in mehreren Versuchsdurchgängen unter Variation der Belichtungsparameter mit und ohne haftvermittelnde Schichten aufgeschleudert, belichtet und entwickelt, doch wurden die dünnwandigen Filmringe immer wieder im Entwicklerbad weggeschwemmt oder bis zur Unbrauchbarkeit deformiert (Bild 41, links). Erst bei den im Anhang A.1.1 verzeichneten Belichtungsparametern und einer 40 nm dünnen Schicht amorphen Siliziums (Plasma-CVD, 300 °C) als Haftvermittler zwischen Gold und Resist stellte sich das rechts in Bild 41 abgebildete Ergebnis ein. Die Siliziumschicht lässt sich nach dem Entwickeln des SU-8-Resists sehr leicht im  $\text{CF}_4$ -Plasma (2 min, 400 W) wieder entfernen.



Im Entwickler aufgeschwemmte Epoxyd-Ringe



Dünne Wände durch optimierte Parameter

Bild 41: Direkt-lithographisch hergestellte Strukturen mit hohem Aspektverhältnis

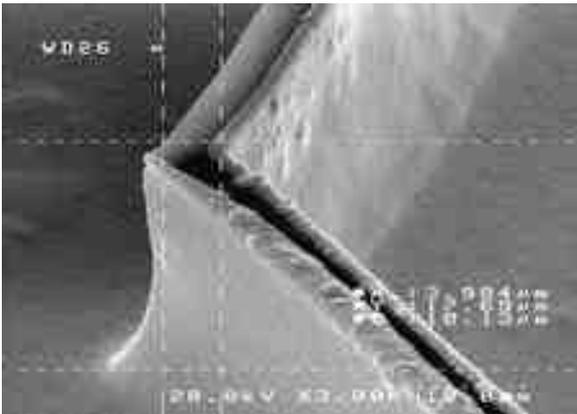
Um die Passivierung später wieder entfernen zu können muss der letzte aushärtende Schritt zur Verfestigung des SU-8-Resists entfallen. Ob damit eine für das Galvanikbad ausreichende Säurefestigkeit erreicht wird, zeigt sich im nächsten Schritt.

**Kupfergalvanik.** Die Probe wird nun in ein saures Bad mit Kupfer-Ionen gebracht und unter Strom gesetzt (20 mA). Das verwendete Galvanikbad Slotocoup BV 10 (Anhang A.1.3) müsste erwartungsgemäß nach ca. 30 Minuten eine ausreichend dicke Schicht bilden, doch zeigt sich bei den Proben ein sehr unterschiedliches Verhalten, welches durchweg nicht dem Prozessziel entspricht.

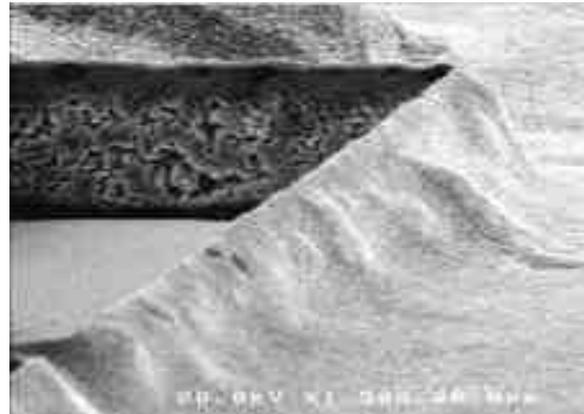
Nach 2 Stunden im Bad kann bei den zunächst bearbeiteten Proben noch keine genügende Schichtstärke festgestellt werden. Bei einigen Proben löst sich dann die Passivierung, was in der ungenügenden

Säurefestigkeit, aber auch in der Wirbelbildung im bewegten Galvanikbad seine Ursache haben kann. Als Abhilfe wird bei den folgenden Proben die Stromdichte zugunsten einer kürzeren Verweildauer im sauren Bad erhöht. Damit erhöht sich auch die Abscheiderate und die Wahrscheinlichkeit des Ablösens der Passivierung während des verkürzten Abscheidevorgangs wird geringer.

Die bei höheren Stromdichten (70 mA/Probenfläche) abgeschiedenen Kupferschichten schlagen sich auch auf der Passivierung nieder und umschließen diese nach ca. 1 Stunde vollständig. Damit wird die Probe unbrauchbar, denn ein Entfernen der Passivierung ist nun nicht mehr möglich. Dieses Verhalten der gleichförmigen nichtselektiven Abscheidung (Bild 42) zeigt sich auch bei geringeren Stromdichten (5 mA/Probenfläche) und kann mit den verwendeten Materialien und Lösungen wohl nicht reguliert werden.



Wandabscheidungen an der Epoxyd-Passivierung



Poröse Schicht nach Herauslösen der Passivierung

Bild 42: Abscheideverhalten und Beschaffenheit galvanischen Kupfers

Ursache für dieses Verhalten könnte das Eindringen von Flüssigkeit, bzw. Wasser aus der Galvaniklösung in die unvollständig ausgehärtete SU-8-Passivierung sein. Diese quillt dann auf, wird leitend, und löst sich schließlich bei längerer Exposition. SU 8 scheint für diese Art von galvanischer Abscheidung nicht geeignet, da es sich im vollständig ausgehärteten (final bake) Zustand nicht mehr lösen lässt und im löslichen Zustand nicht resistent genug ist. Die Untersuchung weiterer in Frage kommender lithographisch formbarer Materialien zum Betreiben selektiver Galvanik wird in dieser Arbeit jedoch nicht fortgesetzt.

#### 4.2.2 Monolithische Integration

Der kritische Schritt bei der Realisierung mit  $\text{SiO}_2$ -Opferschichten ist das spätere Herauslösen des formgebenden Kerns in Flußsäure (HF). Die Angriffsfläche ist hier durch den Diffusorquerschnitt noch kleiner als bei den Vorversuchen in Abschnitt 3.3.2 auf Seite 38, und die Membrane sind bereits metallisiert, müssen also durch Lack geschützt werden. Die anderen Prozesse haben sich in den Arbeiten von Ph. Schmid [4], D. Steidl [2] und J. Kusterer [3] bereits bewährt, müssen aber entsprechend angepasst und modifiziert werden.

**Strukturierung der Opferschicht.** Wie im vorigen Abschnitt werden die Wafer zuerst einer 3-stufigen Reinigungsprozedur unterzogen. Es folgen Bekeimung und Wachstum des Diamant-

Substrats, Reinigung von Graphitresten ( $\text{H}_2\text{SO}_4+\text{CrO}_3$ ), und als letzter Vorbereitungsschritt schließlich das Aufspalten des 2-Zoll-Wafers in Viertel.

Es werden nun mittels Plasma-CVD (Anhang A.1.2 auf Seite 74) zwei verschiedene Opferschichten in zwei unterschiedlichen Stärken auf den Proben-Stücken deponiert: a-Si/SiO<sub>2</sub> und a-Si/SiO<sub>2</sub>/Ti, bzw. 2.5  $\mu\text{m}$  und 5.5  $\mu\text{m}$  SiO<sub>2</sub>. Da das Abscheiden bei 300 °C erfolgt, wurden die dicken Oxidschichten zum langsamen Abkühlen in der Anlage belassen, um ein thermisch bedingtes Abplatzen zu vermeiden. Im Vorversuch verlief die Bekeimung auf Titan erfolgreich, weshalb die Titanschicht (100 nm) hier als Versuch zur selbstjustierenden Deposition des Bekeimungssubstrats für das später folgende Membranwachstum eingeführt wird.

Die Prozesse der Proben mit dünner Opferschicht werden im Text nicht weiterverfolgt, da sie bis auf einige das Schichtenwachstum betreffende Parameter genau gleich verlaufen. Die Beschreibung beschränkt sich im Folgenden also auf die Proben „w1q1“ und „w1q3“.

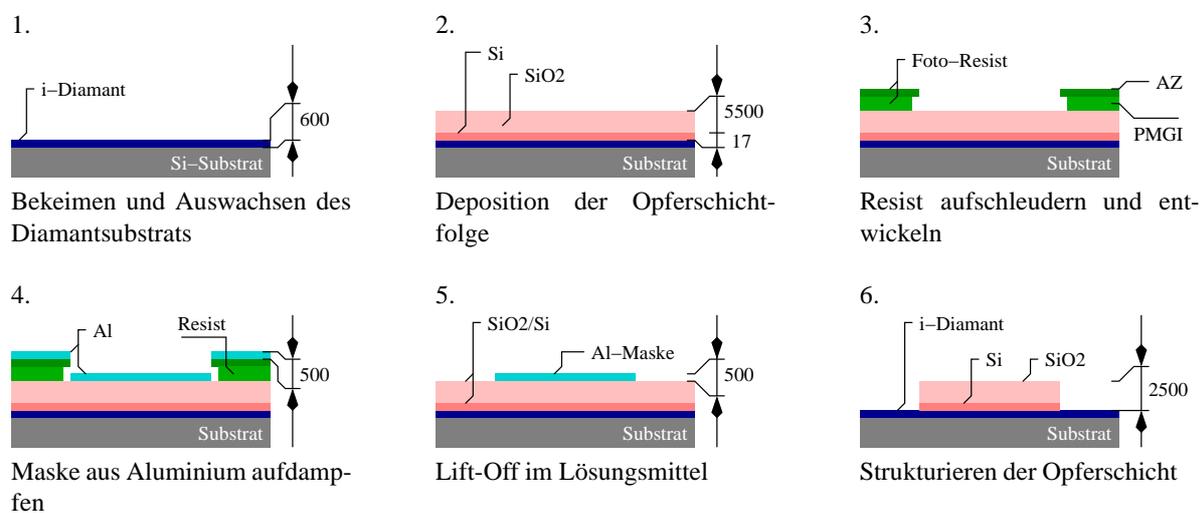
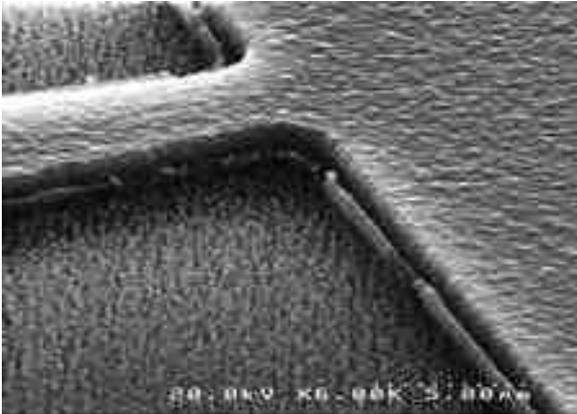


Bild 43: Aufbringen und Strukturieren der Opferschicht

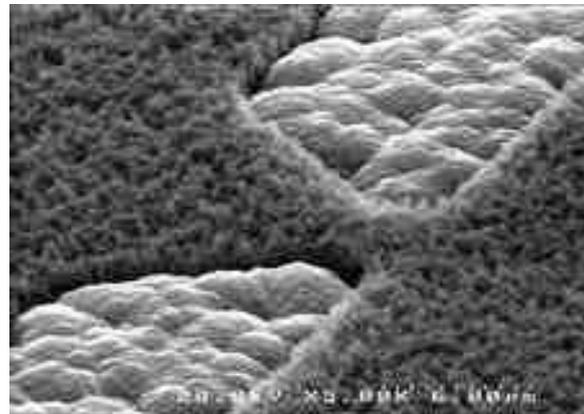
Im nächsten Schritt wird die Opferschicht strukturiert. Da einfache Lackmaskierungen der Ätzdauer für 5.5  $\mu\text{m}$  dicke Oxidschichten im CF<sub>4</sub>-Plasma nicht standhalten, muss hier eine Aluminium-Maskierung verwendet werden. Die Struktur wird über einen Lift-Off-Prozess mit zwei Lacken (AZ und PMGI, siehe Anhang A.1.1 auf Seite 73) und der Lithographiemaske „SIO2“ definiert: Nach dem Belichten und Entwickeln der unteren Lackschicht (PMGI) werden die Proben im O<sub>2</sub>-Plasma gereinigt (100 W, 2 min) und mit Aluminium bedampft (540 nm). Nach dem Lift-Off in 1-Methyl-2-Pyrrolidon muss ein positives Abbild der Strukturen in Aluminium vorliegen, bei der verwendeten Lithographiemaske muss die obere Lackschicht also ein Negativ-Resist sein (AZ 5214 über *image reversal*).

Beim Rückätzen der Oxidschicht (RIE, Anhang A.1.2 auf Seite 74) durch die Al-Maske entstehen, wie bereits im Vorversuch in Bild 30 auf Seite 36 beobachtet, nadelförmige Artefakte, die durch kurze HF-Tauchbäder (ca. 5 s) zwischen längeren Perioden im CF<sub>4</sub>-Plasma (ca. 160 min) entfernt werden können. Hier bleiben bei der Durchführung allerdings einige Nadelreste zurück, das Substrat kann wegen der geringen Selektivität von Aluminium in HF und wegen der dicken Oxidstärke nicht ganzflächig freigelegt werden. Letzter Strukturierungsschritt ist das Entfernen der

inzwischen ausgedünnten und angegriffenen Al-Maske in HCl bei 80 °C. Auch die Titanauflage hat sich trotz normalerweise ausreichender Selektivität zu Al bei diesen Vorgängen aufgelöst, womit die Proben nun in ihrem Schichtaufbau identisch sind.



Strukturierung der Opferschicht



Einebnen durch selektives Wachstum

Bild 44: Bildung des Fluidsystems: Kammern, Diffusoren und Kapillaren

Die bis hierher durchgeführten Schritte sind in Bild 43 auf der vorherigen Seite schematisch dargestellt. Eine REM-Aufnahme der strukturierten Opferschicht mit einigen Nadelresten ist links in Bild 44 abgebildet.

**Wachstum von Kammer und Membran.** Die Proben werden nun ohne Bekeimungsphase dem methan- und wasserstoffhaltigen Plasma der Diamant-CVD-Anlage ausgesetzt. Dies ist ein langer Prozess (ca. 12 h), da bei der beobachteten Wachstumsrate (Anhang A.1.3) Schichtdicken um 5  $\mu\text{m}$  aufgebracht werden müssen. Die Prozessdauer sollte hier nicht zu lange ausfallen, da sonst die noch unbekeimte Opferschicht im  $\text{H}_2$ -Plasma zu stark angegriffen, und die einebnende Wirkung verfehlt wird. Das Ergebnis dieses Prozesses ist rechts in Bild 44 dokumentiert.

Nun wird eine dünne (40 nm) Schicht amorphen Siliziums als Bekeimungssubstrat ganzflächig abgeschieden (Plasma-CVD, 300 °C) und über die Maske „ $\text{SiO}_2$ “ durch einen Positiv-Resist (AZ 4533, Anhang A.1.1) im  $\text{CF}_4$ -Plasma (400 W, 2 min) von den bereits mit Diamant ausgefüllten Flächen entfernt.

Es folgt wiederum eine Bekeimungs- und Wachstumsphase gemäß Anhang A.1.2, wobei letztere im bor-haltigen Plasma, also mit Dotierstoff, zu Ende gebracht wird. Bei der Probe „w1q1“ teilt sich diese in 3 h i- und 3 h  $\text{p}^{++}$ -Wachstum, bei „w1q3“ in 4 h i- und 2 h  $\text{p}^{++}$ -Wachstum. Es wurden dabei jeweils zwei Bordröhre der Länge 8 cm mit einer Vorschubspannung von 7 V ins Plasma geschoben (Ergebnis siehe links in Bild 46 auf der nächsten Seite).

Der innere Aufbau der Pumpenstrukturen ist soweit abgeschlossen, nun folgt die Verbindung nach außen, also die Versorgungslöcher. Wie im Vorversuch in Abschnitt 3.3.2 wird über den bereits bekannten 2-Lagen-Lift-Off-Prozess (AZ 5412, *image reversal*) die Maske „HOLE“ mit den runden Öffnungslöchern in Titan (500 nm) angelegt. Wegen der Redepositionen des Maskenmaterials bilden sich auch hier nadelförmige Texturen, welche durch wiederholte „Dips“ in HF und anschließendem Weiterätzen im  $\text{Ar}/\text{O}_2$ -Plasma gemäß Anhang A.1.2 beseitigt werden können. Im

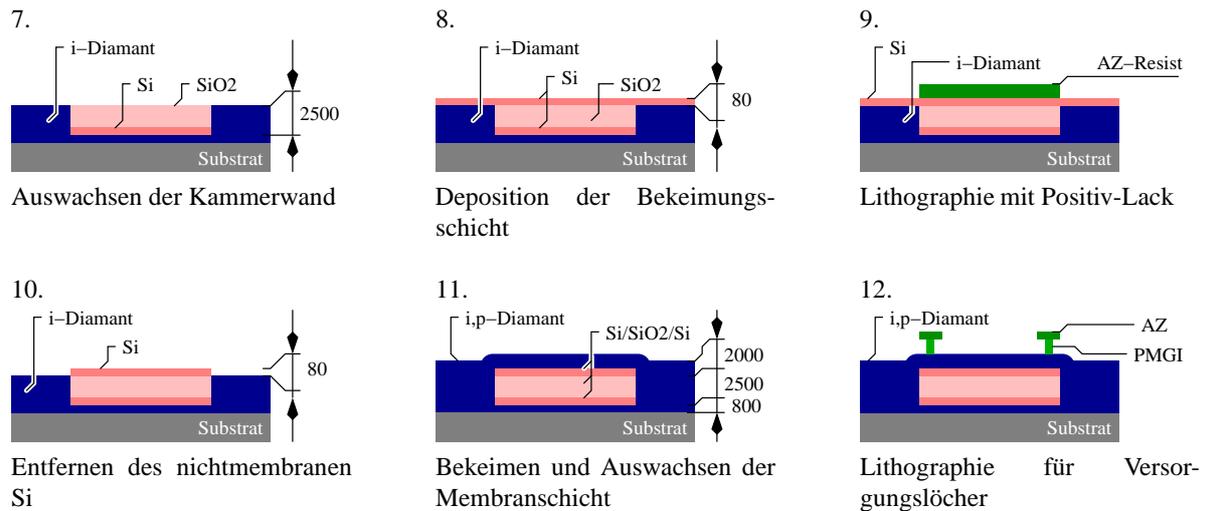
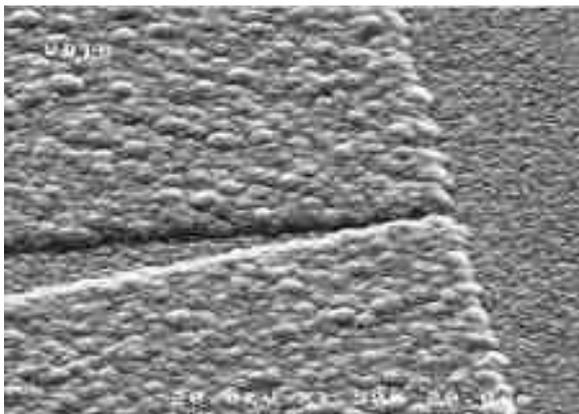
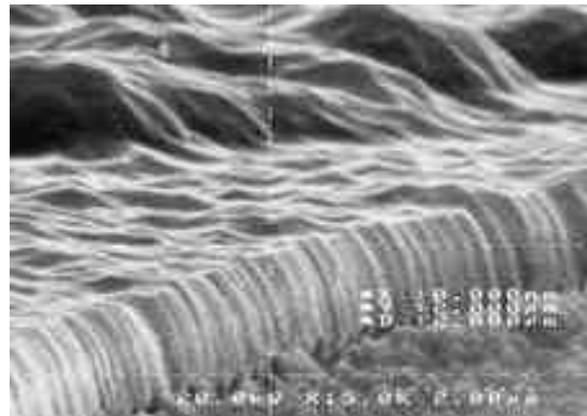


Bild 45: Wachstum der Kammer und der Membran

Gegensatz zum Vorversuch sind die Verspannungen hier geringer, ein Absplittern der gedünnten Diamantschicht erfolgt nicht.



Wachstum der Membranfläche



Ätzen der Fluid-Versorgungslöcher

Bild 46: Fertigstellung des Fluidsystems: Membran und Öffnungen

Die REM-Aufnahme rechts in Bild 46 zeigt die dabei entstehenden Flanken. Die Ti-Maske ist noch nicht entfernt, dies erfolgt im anschließenden Säurebad in  $\text{H}_3\text{PO}_4$  bei  $80^\circ\text{C}$ . Die schematische Darstellung der Prozess-Abfolge bis zur Löcher-Lithographie findet sich in Bild 45.

**Aufbringen der Metallisierungen.** Die Prozess-Schritte in diesem Paragraphen wurden nicht in Vorversuchen erprobt, sind jedoch ohne weitere Anpassung aus den bereits erwähnten Quellen [3], [4] übertragbar. In dieser Arbeit soll zunächst nur Heizertyp 1a umgesetzt werden, d. h. es folgt kein weiteres Diamantwachstum mehr. Die Probe kann nun endgültig von Graphitresten befreit werden ( $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{CrO}_3$ ), was auch die Haftung der folgenden Metallisierungen verbessert.

Zuerst wird die Metallisierung für die Bahnkontakte aufgebracht (Bild 47). Die Übertragung der

Leiterbahnen aus Maske „AU1“ erfolgt durch „Liften“ (PMGISF11/AZ 5412, positiv) einer Goldschicht, welcher eine haftvermittelnde Chromschicht vorangeht. Die Schichtfolge wird mit einer Ion-Beam-Sputteranlage (Cr: 15 min, Au: 30 min) deponiert, wobei die Goldschicht in einer Plasma-Sputteranlage (Perkin-Elmer, 3 min) zum mechanischen Schutz auf ca. 300 nm verstärkt wird (vgl. Anhang A.1.2 und A.1.3 auf Seite 75). Nach dem Lösen in NMP verbleibende „Fähnchen“ können mit Hilfe von Ultraschall (< 20 %) vorsichtig abgerüttelt werden.

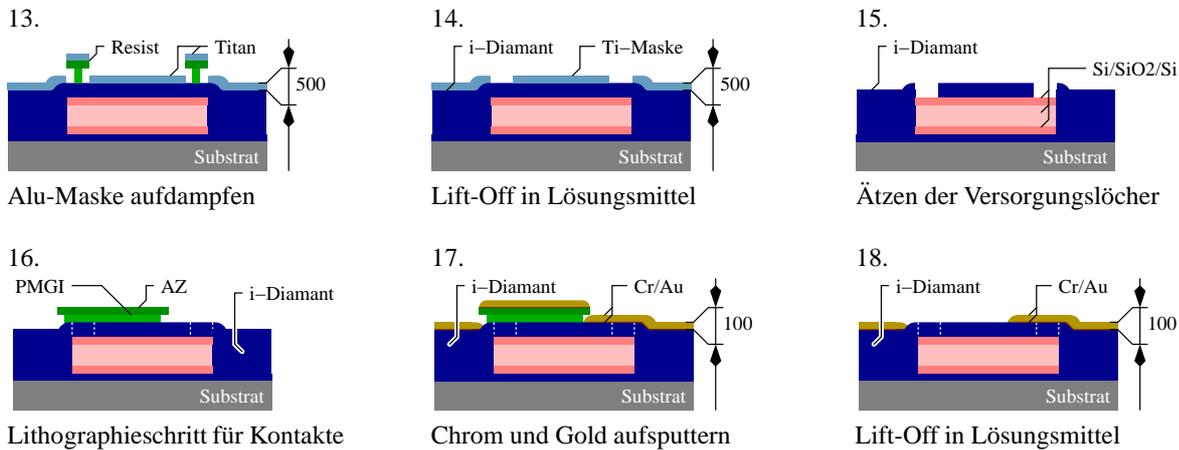


Bild 47: Kontaktmetallisierung aufbringen

Für die stromlose selektive Nickel-Galvanik im nächsten Schritt hat es sich bewährt, die Passivierung als Oxid/Nitrit-Schichtfolge auszulegen und die Startschicht im selben Lithographieschritt selbstjustierend aufzusputtern (vgl. Abschnitt 3.3.1 auf Seite 35).

Es folgen also der CV-Depositionsvorgang für die SiO<sub>2</sub>/SiN-Schichtfolge (jeweils 150 nm) und die lithographische Definition der Nickel-Gebiete (PMGISF11/AZ 4533). Die nichtmaskierten Nitrit-Gebiete werden im CF<sub>4</sub>-Plasma (400 W, 10 min) entfernt, die freiliegende Schicht im O<sub>2</sub>-Plasma (0.1 Torr, 100 W, 1 min) terminiert, und eine Chrom/Nickel-Folge (Ion-Beam, Cr: 15 min, Ni: 50 min) als Galvanik-Startschicht aufgebracht. Nach dem Lösen der Lacke in NMP bei 80 °C und dem „Liften“ der darüberliegenden Metallschichten ist die Probe für die Galvanik vorbereitet.

Während das Galvanik-Bad Slotonip temperiert wird, können native Oxide, die sich bereits auf der Startschicht gebildet haben mit verdünnter HCl (1:3, 2 s) aufgelöst werden. Um die durch den Abkühlvorgang bedingten inneren Verspannungen gering zu halten wird im ersten Versuch die gemäß Datenblatt niedrigste Abscheidetemperatur (85 °C) eingestellt. Nach 15 Minuten ohne Schichtwachstum wird der Versuch abgebrochen und die Temperatur auf 90 °C erhöht. Die sich nun bildenden Abscheidungen gleichen im Profil einem Trapez, und haben nach ca. 10 Minuten bereits eine Plateauhöhe von ca. 3 µm erreicht (entspricht der simulationsgemäßen Vorgabe aus Abschnitt 3.2.1 auf Seite 20 ff). Der Abscheidvorgang kann zwischenzeitlich mit den Messeinrichtungen an Alpha-Stepper und Lichtmikroskop überwacht werden.

Die bei der Probe „w1q1“ erlangte Galvanik-Erfahrung kann bei Probe „w1q3“ direkt umgesetzt und bestätigt werden. Die später durch unbeabsichtigtes Entfernen nötig gewordene Wiederholung der Nickelabscheidung bei Probe „w1q1“ zeigt, dass der Galvanik-Prozess zuverlässig und reproduzierbar ist, und auch nachträglich auf den unterätzten, freigelegten Membranen durchführbar ist.

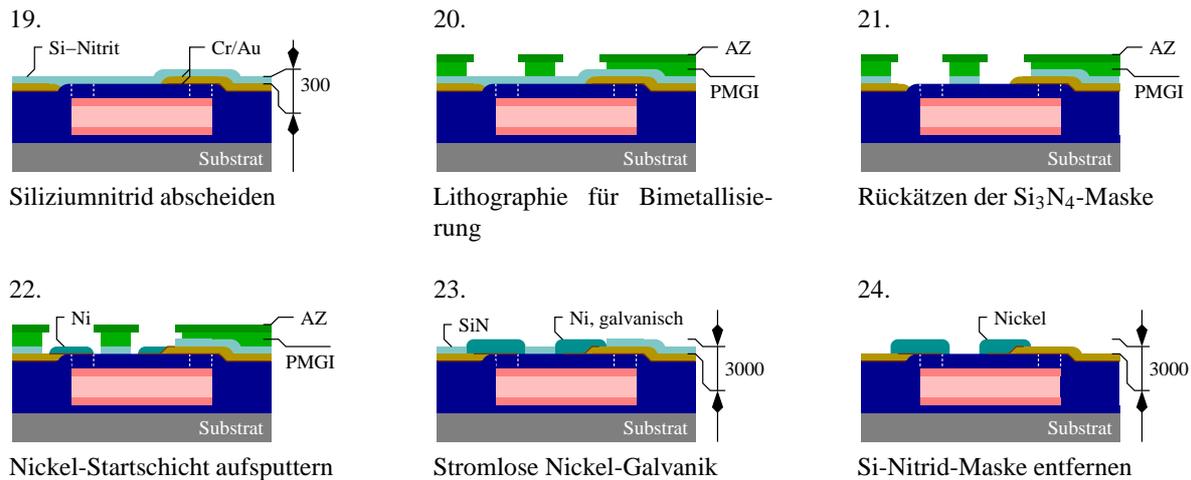


Bild 48: Bimetallisierung der Membranfläche

Nach dem erfolgreichen Aufbringen der Bimetallisierung kann die Nitrit-Maske im  $\text{CF}_4$ -Plasma wieder entfernt werden (gleiche Parameter wie oben). Bild 48 führt durch die Schrittfolge, und in Bild 50 auf der nächsten Seite ist links eine Mikroskopaufnahme der Metallisierungen dargestellt.

**Auflösen der Opferschicht.** Für das Ätzbad in Flusssäure müssen nun die freiliegenden unedlen Metalle, also vor allem die Nickel-Metallisierung ausreichend abgedeckt werden. Da diese die anderen Strukturen um ca.  $3 \mu\text{m}$  überragt, sollte der verwendete Resist entsprechend dick aufgetragen werden können. Die zu verwendende Maske „HOLE“ lässt nur die Zugangsöffnungen frei und legt damit den Belichtungsmodus auf positiv fest. Der dazu passende Lack AZ 4562 kann leicht überbelichtet werden ( $12 \text{ mW}/\text{cm}^2$ , 3 min), wodurch sich die freiliegenden Gebiete vergrößern und die Opferschicht für die Säure besser zugänglich machen.

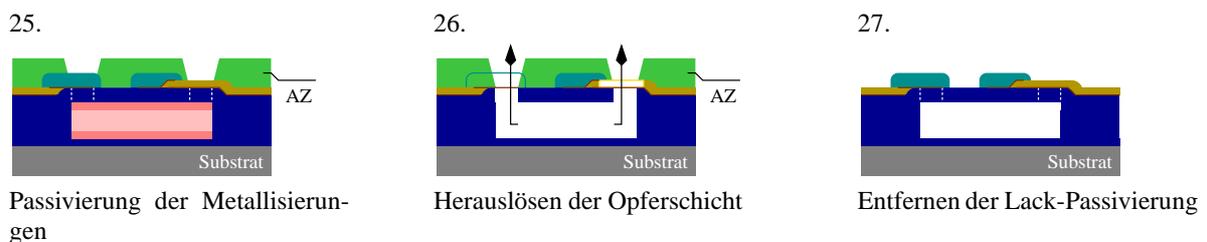


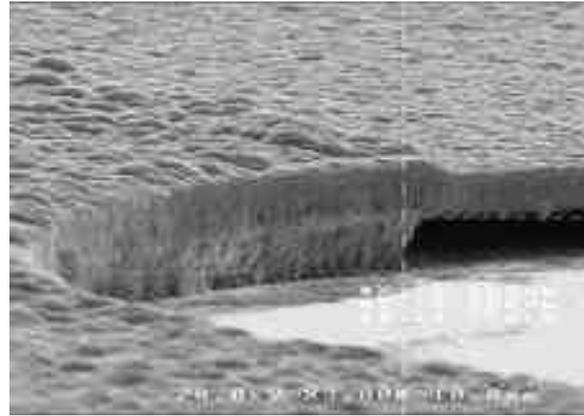
Bild 49: Freilegen der Membran

Die so behandelten Proben werden einzeln in Ammoniumfluorid-Ätzmischung gebracht und längere Zeit dort belassen. Da der Fortschritt des Ätzvorgangs nicht ohne weiteres überprüft werden kann sollte der Lackschutz bis zum Äußersten ausgenutzt werden, d. h. die Proben bleiben solange im Bad, wie der Lack der Säure standhält. Nach einem Tag ist dies durchaus noch gegeben, jedoch zieht der Lack nach ca. 80 Stunden Flüssigkeit und quillt auf, der Säureschutz geht verloren und die Metallisierung wird angegriffen. Im Fall von „w1q1“ haben sich die Nickelstrukturen abgelöst, es hat sich jedoch gezeigt, dass diese trotz der neuen topologischen Verhältnisse (Höhendifferenzen von bis zu  $8 \mu\text{m}$ ) problemlos restauriert werden können.

Der Ätzprozess zur Auflösung der Opferschicht ist für die gegebenen Verhältnisse einer umschlossenen Kammer mit engen Zugängen noch nicht optimiert. Einfluss auf die Ätzrate und damit auf die Dauer kann die Gasentwicklung und die damit verbundene Blasenbildung haben: Setzt sich eine solche Blase an einer Engstelle fest, so wird der für den Materialtransport wichtige Ionenaustausch beeinträchtigt oder unterbunden. Bei 2%iger Flusssäure kann im Vergleich zu Ammoniumfluorid-Lösung weniger Blasenbildung beobachtet werden. Jedoch ist in der verdünnten Flusssäure der Wasseranteil höher, was das Aufweichen der Lackschicht begünstigen könnte. Genauere Untersuchungen hierzu erlauben die Optimierung und Verkürzung der Prozessdauer, und es sind neuartige Strukturen mit längeren Mikrokanälen und Kapillarsystemen denkbar.



Aufbringen der Metallisierungen



Auflösen des Opferkerns

Bild 50: Mechanisch-elektrisches System: Metallisierung und Unterätzung

Ein schwerwiegendes Problem ist der im Vorversuch bereits geschilderte einfache Nachweis des Erfolgs der Unterätzung. Da die Membrankammer optisch weder von oben (Transparenz) noch von der Seite (Öffnungen) zugänglich ist, kann ein einfacher Test nur mechanisch und zerstörend sein. Die in Bild 50 rechts gezeigte REM-Aufnahme lässt zwar eine laterale Unterätzung erkennen, doch können keinerlei Schlüsse über deren Tiefe gezogen werden. Eine andere Möglichkeit stellt der Durchlässigkeitstest in Abschnitt 4.3.1 auf Seite 60 dar.

Bild 51 ist eine Mikroskopaufnahme der fertig prozessierten Probe „w1q3“. Deutlich sind die hellen Metallisierungen und die dunklen Zugangsöffnungen erkennbar. Die Fluidstruktur tritt aufgrund der Beleuchtungsverhältnisse und des fehlenden Kontrastes kaum hervor.

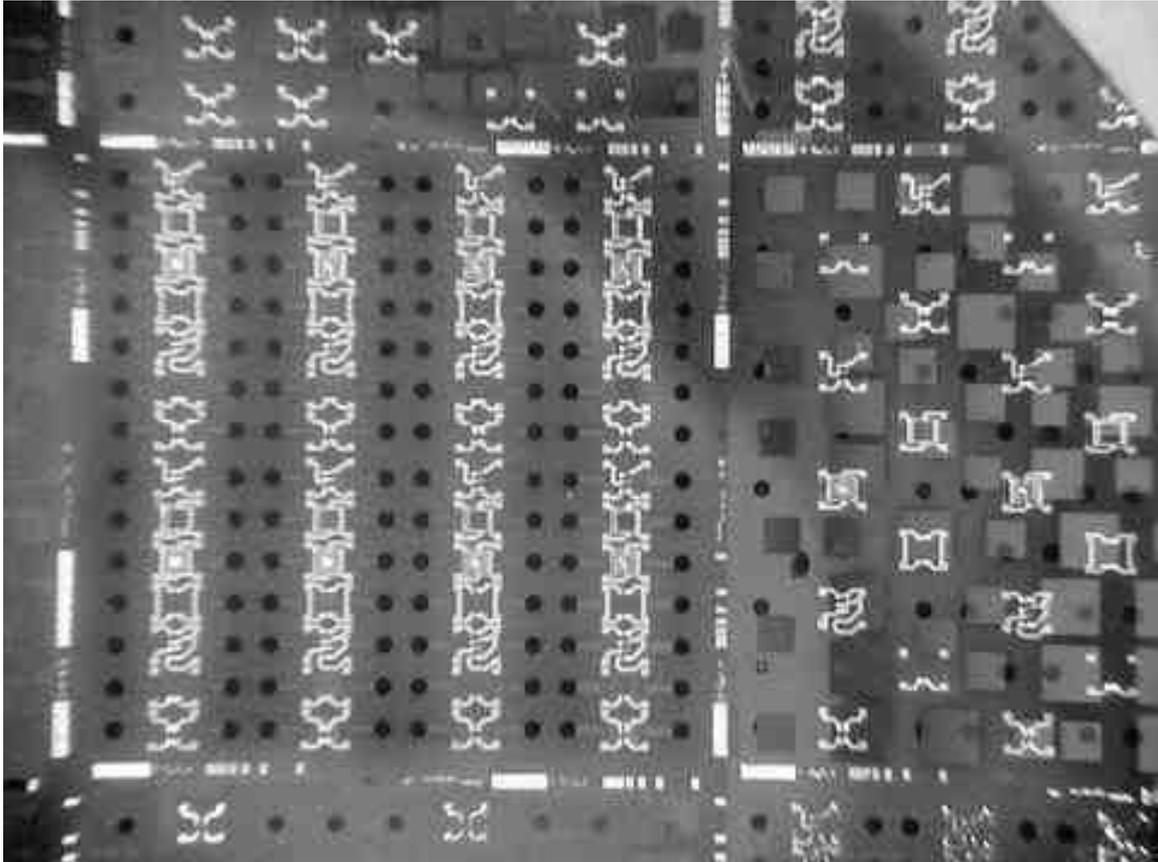


Bild 51: Fertige Probe „w1q3“ auf einem 1/4 2-Zoll-Wafer-Stück

### 4.2.3 2-Chip-Technologie

Die technologische Realisierung der Membranpumpen über zwei zu verklebende Chips wird hier nur bis zu einem gewissen Punkt verfolgt. Die Herstellung der Membrane über nass-chemisches Rückätzen von diamantbeschichteten Siliziumsubstraten gilt — wie auch die Herstellung des Fluidchips — als unproblematisch. Als technologisch schwieriger könnte sich allerdings die Metallisierung der filigranen Membrane erweisen.

**Freilegen der Membrane.** Die Probenvorbereitung erfolgt bis zum Aufspalten des Wafers in Viertel-Stücke analog zu den bereits beschriebenen technologischen Verfahren. Einzige Modifikation ist die für Heizertyp 1a (vgl. Bild 24 auf Seite 28) vorgesehene Dotierung der Diamantoberfläche während der letzten Wachstumsphase. Sollen andere Heizer angelegt werden, so muss die zugehörige Diamantstruktur noch vor dem nächsten Schritt aufgewachsen werden, da unnötige, die Membrane belastende Schritte dann zu vermeiden sind.

Die vorbereiteten Waferstücke werden nun in einer Plasma-CVD-Anlage von unten mit  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ( $1\ \mu\text{m}$ ) beschichtet und über die lithographische Maske „KOH“ im  $\text{CF}_4$ -Plasma rückgeätzt. Als Resist genügt hier AZ 5412 (negativ), da die Nitrid-Verbindung sehr leicht im Plasma gelöst werden kann. Die so gewonnene Ätz-Maske definiert in der temperierten KOH-Lösung ( $80\ ^\circ\text{C}$ ) die

bis zur Unterseite der Diamantschicht freizulegenden Gebiete (vgl. Bild 28 auf Seite 34). Der Ätzvorgang erfolgt kristallorientiert und erzeugt die im Layout bereits berücksichtigten festen Flankenwinkel (siehe Abschnitt 4.1.1 auf Seite 42).

Die Realisierung wurde im Rahmen dieser Arbeit nur bis zum folgenden Lithographieschritt durchgeführt, da bei der Justierung aufgrund der schlechten Sichtverhältnisse und des fehlenden Kontrasts (vgl. Abschnitt 4.3.3 auf Seite 69) mehr Aufwand nötig ist.

### 4.3 Auswertung

Die hergestellten Strukturen werden nun auf ihre Funktion geprüft und das Ergebnis dokumentiert. Das Vorgehen hierbei wird in diesem Kapitel eingehend erläutert. Abschließend wird auf Probleme und mögliche Optimierungen eingegangen.

#### 4.3.1 Funktionstests

Die hier durchgeführten und im Folgenden ausgewertet und dokumentierten Messungen wurden mit Hilfe der aufgelisteten Geräte an der Universität Ulm erstellt:

Gerät	Hersteller
Spitzen-Messplatz PM 8 mit Mikroskop,	Karl Suss;
Spitzen-Manipulatoren, 3-achsig,	Karl Suss;
Parameter-Analyser HP 4145 mit Schnittstelle,	Hewlett Packard;
CCD-Kamera, PC-Karte und Video-Software;	
Manipulierbares Spiegelplättchen,	Eigenkonfiguration;
Zusätzliche Lichtquelle mit Halterung,	Eigenkonfiguration;
Präparierte Kanülen mit Schlauchfortsatz,	Eigenkonfiguration;
Leistungs-Pulsquelle, extern triggerbar,	BNC;
Funktionsgenerator, manuell triggerbar,	Hewlett Packard.

Der manipulierbare Spiegel entsteht durch einen zusätzlich angebrachten Manipulatorarm, der mit einem Stück Draht versehen wird, an welchem ein poliertes Siliziumplättchen angeklebt ist. Die mikroskopinterne Lichtversorgung reicht für den dadurch verlängerten optischen Weg nicht mehr aus, weshalb eine zusätzliche Lichtquelle über einen Glasfaserschlauch von schräg vorne auf die Probe gerichtet und montiert wird.

Die Kanülen sind in der verwendeten Form im Rahmen der Vorversuche im Abschnitt 3.3.3 auf Seite 38 entstanden. Bild 52 zeigt eine Gesamt- und eine Detailansicht des zusammengestellten Messaufbaus.

**Durchlassvermögen.** Eine sanftere, weniger zerstörende Alternative zur Sondierung der Membran mit Pinzetten und Nadeln ist die Durchflutung mit Flüssigkeit. Dazu wird eine entsprechend



Bild 52: Bilder des verwendeten Messaufbaus, rechts Detail

Abschnitt 3.3.3 präparierte Kanüle über einen Manipulator auf eine Fluidöffnung gesetzt und Iso-propanol eingespritzt. Ist der Durchgang verstopft, so tritt die Flüssigkeit an der Kontaktfläche zur Kanüle aus.

Es kann jedoch erst von einer Verstopfung ausgegangen werden, wenn die Kanülendichtung bei höheren applizierten Drücken versagt. Ist die Kanüle nicht genügend abgedichtet, d. h. der Silikon-Kautschuk-Ring liegt nicht über den gesamten Kanülenumfang auf (vgl. Bild 53), so entweicht die Flüssigkeit schon bei leichtem Druck. Der Test verläuft positiv, wenn am anderen, freien Ende der Struktur Tropfenbildung oder Bläschen an der Öffnung erkennbar sind.

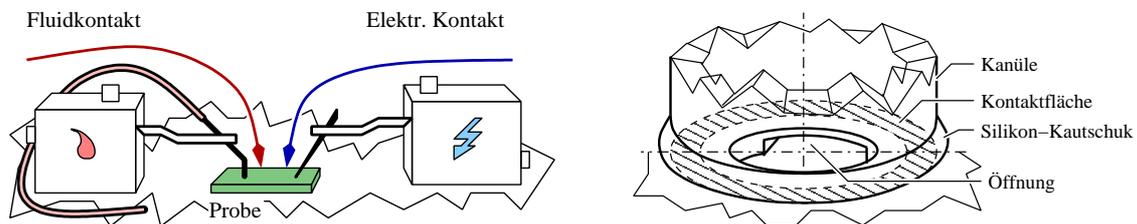


Bild 53: Kontaktierung der Probe. Rechts Fluidkontakt im Detail

Die Tests zeigen, dass bei den Diffusoren mit einer Weite  $W$  von  $5\ \mu\text{m}$  die Kanülendichtung oft nicht dem für den engen Kanal erforderlichen Druck standhält oder dass die Flüssigkeitsmenge am anderen Ende kaum erkennbar ist. Am besten lassen sich die  $30\ \mu\text{m}$ -Diffusoren durchfluten. Die vorgestellte Art der fluidischen Kontaktierung über präparierte Kanülen ist durch den applizierbaren Druck begrenzt, also noch verbesserungsbedürftig. Andererseits werden die filigranen Membrane durch diese Funktion als Überdruckventil geschützt.

Viele Strukturen, insbesondere am Rand der Prozessgruppe angeordnete, zeigen Ablöseerscheinungen, d. h. die Membranschicht löst sich als zusammenhängender Film vom Substrat (genauer in Abschnitt 4.3.3 auf Seite 70). Hier tritt Flüssigkeit auch aus benachbarten Öffnungen aus.

**Heizerwiderstände.** Für die Wahl der Leistungsquelle beim Betrieb der Heizer und die nötige Lastanpassung müssen nun zuerst die Heizerwiderstände für jede Geometrie ermittelt werden.

Dies wird mit dem Parameter-Analysator durch Messen der U-I-Kennlinien durchgeführt. Die Messung zeigt einen linearen Verlauf ohne Offset, die Ermittlung des Widerstandes kann also durch einfache Quotientenbildung erfolgen und im Gerät automatisiert werden (Tabelle 12).

Geometrie	$\bar{R}$ in $\Omega$	St. abw. in $\Omega$	Messwert in $\Omega$
1: außen	30.5	4.4	$30 \pm 5$
innen	28.5	4.9	$29 \pm 5$
2: außen	20.3	3.3	$20 \pm 4$
parallel	16.7	1.7	$17 \pm 2$
innen	16.2	2.1	$16 \pm 3$
3: außen	8.3	1.3	$8 \pm 2$
innen	8.4	1.2	$8 \pm 2$
4: außen	23.3	2.8	$23 \pm 3$
innen	21.5	3.1	$22 \pm 4$

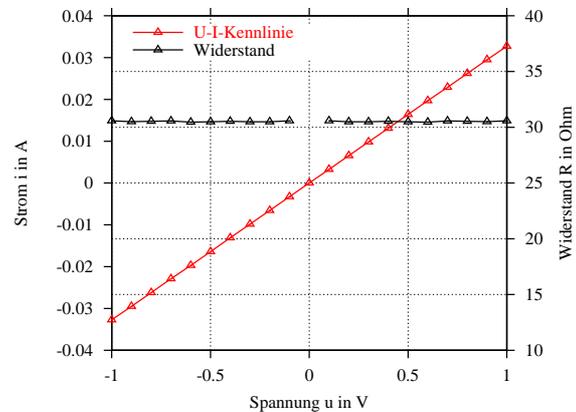


Tabelle 12: Widerstandsmessungen an den Heizergeometrien, links U-I-Plot

Bei der Messung kann eine Abhängigkeit des Widerstands von topologischen Fehlern auf der Probe festgestellt werden. So fällt der Widerstand bei Membranen mit „Sprung“ etwas höher aus, wenn dieser im Bereich der Heizermetalisierungen verläuft. Diese Heizer wurden nicht in die Mittelwertbildung in Tabelle 12 einbezogen. Bei Geometrie 2 tritt eine Besonderheit auf: Die Kontaktierung erzeugt eine Parallelschaltung („parallel“) der Heizerwiderstände und halbiert diese. Trotzdem fällt der doppelte Widerstand vermutlich durch die Bahnkontakte höher als im Einzelfall („außen“) aus.

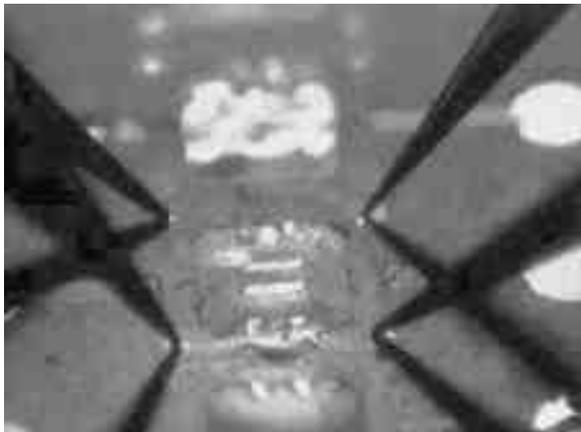
Werden die Heizer mit 10 Volt betrieben, so bedeutet das bei einem Heizwiderstand von  $30 \Omega$  eine Dauerleistung von ca. 3 Watt und ein Stromfluss von etwa 300 mA. Dies kann von einem herkömmlichen Funktionsgenerator nicht aufgebracht werden, die Heizer müssen also von einer Leistungs-Pulsquelle versorgt werden, welche in der Regel für ohmsche Lasten von  $50 \Omega$  ausgelegt sind.

Die Heizerwiderstände entsprechen in der Größenordnung diesem Lastwiderstand, weshalb hier auf eine Anpassung mit Serien- und Parallelwiderständen verzichtet werden kann. Im Betrieb fallen keine merklichen Impulsverzerrungen am Oszilloskop auf.

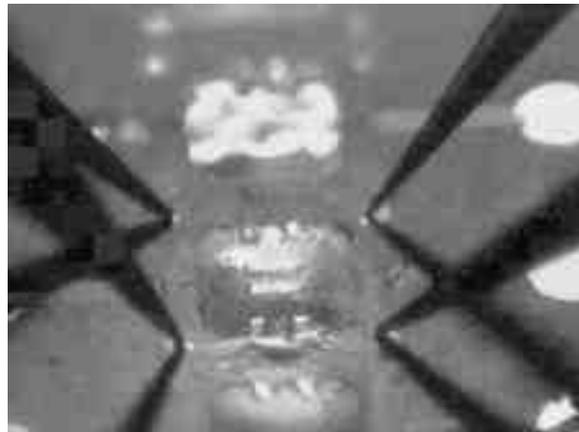
**Erregung mit Einzelpulsen.** Da für diese Untersuchung nur *eine* Pulsquelle zur Verfügung steht, können immer nur einer, oder paarweise gleichwirkende Heizer kontaktiert und angeregt werden. Der Funktionsgenerator triggert über den externen Eingang die Pulsquelle, welche mit den Messnadeln verbunden ist. An der Pulsquelle wird weiterhin noch die Spannung für eine Darstellung des zeitlichen Verlaufs abgegriffen. Auf dem zweiten Oszilloskop-Kanal kann zusätzlich der Spannungsabfall an einem stromdurchflossenen 1-Ohm-Widerstand, also der Stromverlauf, dargestellt werden.

Die Heizer werden kontaktiert und zunächst mit einzelnen Impulsen von 10 V und 0.5 ms über die manuelle Triggerrung am Funktionsgenerator angeregt. Bei ausbleibender Reaktion werden die

Spitzen neu aufgesetzt, um eventuelle Verunreinigungen am Kontakt zu beseitigen. Weiterhin kann die Impulsdauer bis auf 5 ms erhöht werden (Limit am Gerät), und schließlich die Spannungsamplitude. Mit diesen Parametern kann die Leistungsaufnahme am Heizer gezielt eingestellt werden, da die zeitlich gemittelte Energieaufnahme bzw. Abgabe von der Impulsdauer abhängt. Ab ca. 20 V und 5 ms wirken die Pulse zerstörend, die Nickelmetallisierung wird aufgeschmolzen und deformiert.



Membran befindet sich in der Ruhelage



Membran ist maximal Ausgelenkt

Bild 54: Spiegelaufnahmen der Membranbewegung in zwei Zuständen, Geometrie 2

Die zu beobachtenden Membranreaktionen werden mit der am Mikroskop montierten CCD-Kamera aufgenommen und als Videosequenz abgespeichert. Später können Einzelbilder genauer betrachtet, oder als Sequenz abgebildet werden.

Mit der verwendeten Apparatur ist es möglich, über ein justierbares Spiegelplättchen (Siliziumsplitter) die Mikroskop-Perspektive bzw. die Kameraperspektive in einem gewissen Rahmen beliebig einzustellen. Die Membranbewegung tritt dann deutlicher hervor, als dies bei Betrachtungen senkrecht von Oben möglich ist (siehe Bild 54). Zum Justieren und Aufsetzen der Spitzen kann das Objektiv wieder direkt über die Probe zurückgeschwenkt werden.

Alle geometrischen Varianten eignen sich zum Anregen der Membran, wenn auch Geometrie 3 aufgrund des geringen Widerstands einen erhöhten Leistungsbedarf, dafür aber eine kleine Auslenkung zeigt. Mit dem Impuls ändert sich die Lage der Membran, weitere Pulse zeigen nun für eine gewisse Zeit keine Wirkung. Dies kann als temporäre Bistabilität gedeutet werden, denn diese verliert sich nach ca. einer Minute, und die Membran kann erneut angeregt werden.

Noch ist unklar, welchem Prinzip die Bewegung zugrunde liegt, zumal in manchen Fällen auch Bläschen unter der flüssigkeitsgefüllten Membran beobachtet werden können. Dies könnte ein Hinweis darauf sein, dass die Flüssigkeit überhitzt wird und durch Expansion die Membran bewegt. Genauere Untersuchungen diesbezüglich könnten Thema weiterer Arbeiten sein.

**Niederfrequente Membranerregung.** Da mit den verfügbaren Geräten der vorgesehene zyklische Betrieb mit zwei gegengetakteten Strompulsen nicht möglich ist, wird nun versucht, die Membran über einen einzelnen Heizer anzuregen. Dies widerspricht der beobachteten temporären Bistabilität, der Bewegungshub dürfte erwartungsgemäß kaum registrierbar sein. Der Erfolg zeigt

aber, dass es möglich ist, mit periodischen bimetallinduzierten Kraftstößen in die gleiche Richtung die Membran zu Schwingungen aufzuschaukeln.

Diese Interpretation gewinnt durch folgende Beobachtung an Bedeutung: Mit den selben Parametern wie bei der Einzelimpulsanregung (10 V, 0.5 ms) wird die Triggerrate stufenweise von 0 Hz auf 150 Hz erhöht. Unter 5 Hz ist nach dem ersten Impuls meist keine besondere Reaktion mehr erkennbar, und ab 10 Hz zeigen sich sporadische unregelmässige Bewegungen. Je nach Testfall ist die Amplitude im Bereich von 50 Hz bis 150 Hz besonders stark ausgeprägt, und auch die Bewegungen sind dann periodisch stabil und regelmässig.

Um einen weiteren Effekt zu verstehen, muss zunächst etwas über das verwendete Kamerasystem gesagt werden. Die Kamera liefert nach hiesigen Videostandards 50 Bilder pro Sekunde an die Videokarte, welche diese in einem Bildschirmfenster mit der gleichen Rate dazustellen vermag. Das Aufnehmen und Abspeichern erfolgt allerdings in einer anderen, kleineren Rate, die sich aus den Eigenschaften der Videokarte ergeben. Es kann also nicht alles, was mit der Kamera erfasst wird, festgehalten und dokumentiert werden.

Da die periodisch angeregte Membran durch die Kamera mit 50 Hz abgetastet wird (sampling), bedeutet dies, dass Bewegungsabläufe nur bis zu einer „Grenzfrequenz“ von

$$f_g = \frac{f_a}{2} = 25 \text{ Hz} \quad (35)$$

kontinuierlich erfasst und originalgetreu rekonstruiert werden können. Bei höheren Bewegungsraten tritt „Aliasing“ auf, d. h. die durch das Abtasten im Frequenzbereich vervielfachten Spektren überlagern sich. Bei periodischen Abläufen entsteht dadurch eine Schwebung, die in der Pseudokinematographie zur Erfassung von schnellen zyklischen Bewegungen verwendet wird.

Es ergeben sich „Beobachtungsfenster“ für die Pulsfrequenz, welche um ganzzahlige Vielfache von 50 Hz liegen. Außerhalb dieser Fenster erscheint die Bewegung zu schnell und kann von der Kamera bzw. vom menschlichen Auge nicht mehr erfasst werden. Dies kann über die oben beschriebenen Beobachtungen nachvollzogen werden.



Bild 55: Sequenz von Einzelbildern zur Membranbewegung, Geometrie 4

Bild 55 auf der nächsten Seite demonstriert exemplarisch am Beispiel der Membran „w1q1g7“ mit Metallisierungsgeometrie 4, wie die pseudokinematographische Wirkung des Kameraaufbaus zusammen mit dem Spiegelsystem eingesetzt werden kann, um das schnelle Umklappen der Membran in „Zeitlupe“ festzuhalten. Das Verfahren ist sehr ungenau, die Resultate sollen hier nur vorläufigen Demonstrationszwecken dienen. Für kontrollierte und genauere Messaufnahmen muss mehr Aufwand betrieben werden (A. Kaiser [21]).

**Abschätzung der realen Fördermenge.** Bei der oben beschriebenen Untersuchung der Membranbewegung kann an manchen Strukturen das Austreten von Flüssigkeit aus einer Öffnung beobachtet werden. Die Flüssigkeit befindet sich vermutlich noch von den letzten Prozessschritten (Lack-Auflösen, Aceton/Isopropanol) in der Membrankammer und bildet auf der Probenoberfläche einen stetig wachsenden satten Tropfen (Bild 56). Die Membran wird mit 50 Hz angeregt, Spannung und Impulsdauer auf maximale Wirkung eingestellt, und die zeitliche Entwicklung mit der Videokamera dokumentiert.

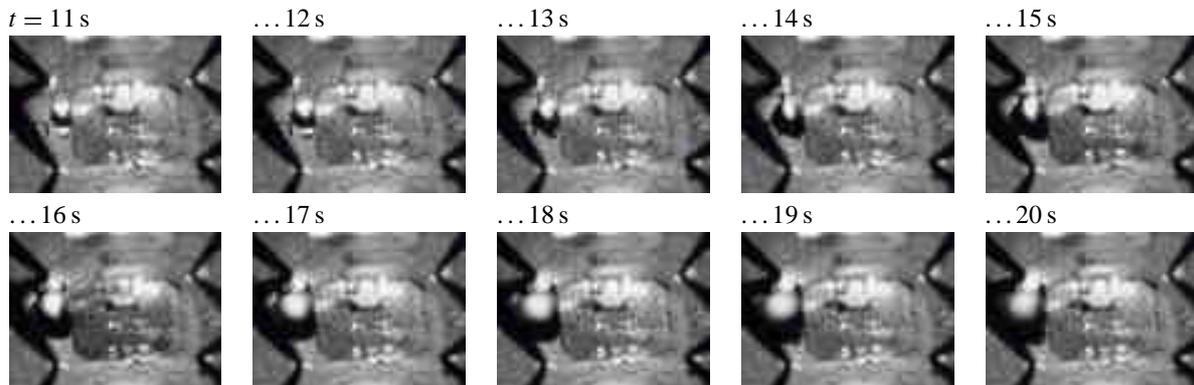


Bild 56: Bildersequenz zur Tropfenvermessung

Mit den über das digitale Filmformat erhältlichen Zeitmarken können nun einzelne Bilder im Sekundenabstand genau untersucht werden. Zu jedem betrachteten Zeitpunkt werden also Durchmesser  $d$  und Höhe  $h$  abgeschätzt und notiert. Anfangs wächst der Tropfen nach allen Richtungen, später geht das Höhenwachstum in Sättigung und die Ausdehnung erfolgt nur noch flächig.

Kugelkalotte

Volumen:

$$V = \frac{\pi}{3} h^2 \left( \frac{3}{2} d - h \right) \quad (36)$$

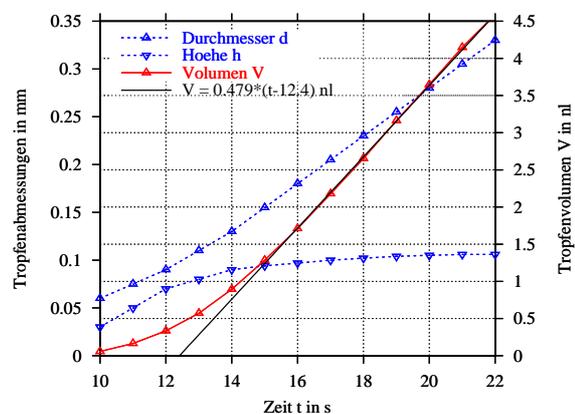


Bild 57: Tropfenmodell, Diagramm zur Bestimmung der Förderrate durch Regression

Nähert man nun die Tropfenform im Modell an eine Kugelkalotte, so lässt sich dessen Volumen leicht mit Gleichung (36) angeben und der zeitliche Verlauf in ein Diagramm (Bild 57) eintragen. Die jeweils momentane Förderrate ergibt sich aus dem Differentialquotienten zum betrachteten Zeitpunkt, d. h. aus der Steigung der sich ergebenden Geraden. Mit der LS-Methode wird diese Steigung zu  $479 \text{ pl/s} \approx 500 \text{ pl/s}$  ermittelt.

Diese Förderrate kann nur als grobe Schätzung gelten, sind doch die Messumstände und die Vorgänge im Innern der Pumpe noch zu wenig bekannt und schwer kontrollierbar. Die Membran wurde mit 50 Hz erregt, gemäß oberer Grenze aus Abschnitt 3.2.3 auf Seite 30 ( $f_{\max} \approx 10 \text{ kHz}$ ) sind hier also noch Reserven vorhanden.

### 4.3.2 Möglichkeiten der Charakterisierung

Eine umfangreiche Charakterisierung kann im Rahmen dieser Arbeit nicht durchgeführt werden, im Folgenden werden jedoch charakteristische Größen aufgeführt und die entsprechenden Messmethoden dafür vorgeschlagen.

**Messung des Schichtwiderstandes.** Die Messung des Schicht- und Kontaktwiderstandes ist ein Mittel zur elektronischen Charakterisierung der  $p^{++}$ -dotierten Diamantschicht. Hierfür sind eigens Strukturen von Kontaktpads mit stufenweise wachsendem Abstand im Maskenlayout eingebaut (Bild 58).

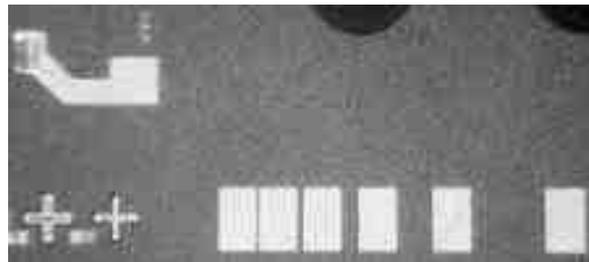
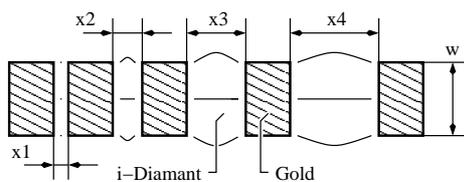


Bild 58: TLM-Struktur zur Charakterisierung der  $p^{++}$ -Diamantschicht

Zu jedem Distanzstück in der TLM-Struktur wird nun mit dem Parameter-Analysator eine U-I-Kennlinie aufgenommen und wie bei den Heizern aus der Steigung der Widerstand  $R_x$  ermittelt. Man erhält fünf Werte, die, in einem Diagramm über der Distanz  $x$  aufgetragen, durch eine Gerade beschrieben werden können. Aus der Steigung kann nun der längenspezifische Widerstand extrahiert, und daraus der flächenbezogene Schichtwiderstand  $R_S$  berechnet werden:

$$R_x = \frac{R_S}{w} \cdot x + 2R_K, \quad \text{und daraus} \quad R_S = \left( \frac{\Delta R_x}{\Delta x} \right)_{\text{Steigung}} \cdot w. \quad (37)$$

Am Schnittpunkt mit der Widerstandsachse kann der Offset, also der längeninvariante Anteil des gemessenen Widerstandes abgelesen werden. Dieser setzt sich aus den Kontaktwiderständen der beiden Pads zusammen, entspricht also dem doppelten Kontaktwiderstand  $2R_K$ .

Der mit dieser Rechnung ermittelte Kontaktwiderstand gilt nur für die TLM-Struktur, kann also nicht ohne weiteres, bzw. nur größenordnungsmäßig auf die Pumpenkontakte übertragen werden. Ein aufwendigeres Rechenmodell [1] berücksichtigt die Schichtverhältnisse unter dem Kontakt, sowie die Kontaktabmessungen und erlaubt die Berechnung des spezifischen Kontaktwiderstandes.

**Bestimmung des Durchsatzes.** Sind die Membrane auf Beweglichkeit, und die fluidischen Strukturen auf Lecks oder Verstopfungen untersucht worden, so kann bei Vorliegen aller Anzeichen ein erster Pumpstest mit Flüssigkeit durchgeführt werden. Dazu wird wie im vorigen Abschnitt und im Vorversuch unter Abschnitt 3.3.3 auf Seite 38 eine präparierte Kanüle auf die runde Eingangsöffnung aufgesetzt und nun zusätzlich der Membranaktor elektrisch kontaktiert. So wird die Pumpe mit Flüssigkeit versorgt und die Wirkung der Membranbewegung kann direkt an der Ausgangsöffnung beobachtet werden (Bild 59). Die Pumpwirkung gegen etwaige Kapillarkräfte kann in dieser Anordnung durch Erhöhen des Vordrucks, d. h. durch Höherstellen des Flüssigkeitsreservoirs unterstützt werden. Dabei ist darauf zu achten, dass die Wirkung der Pumpe noch erkennbar bleibt.

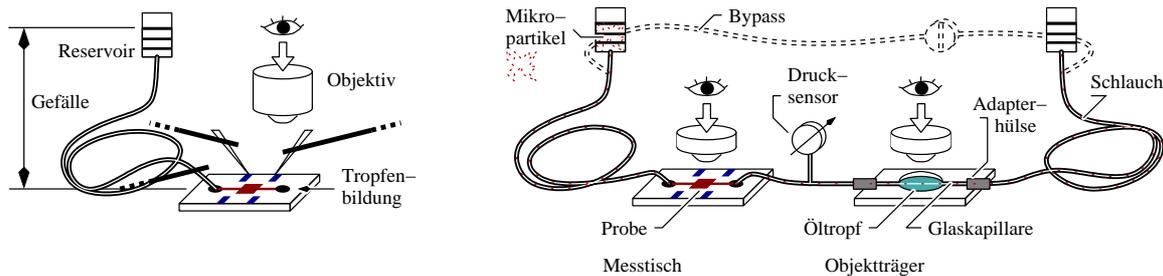


Bild 59: Messaufbau zur Flussmessung, Bestimmung des Durchsatzes

Ist die Kontaktierung mit Kanülen nicht erfolgreich, so kann eventuell über eine Pipette die Eingangsöffnung direkt mit Flüssigkeit benetzt werden. Bei Tropfenbildung an der Ausgangsöffnung kann die Fördermenge und Förderrate ebenso wie im vorigen Abschnitt abgeschätzt werden. Vorteilhaft ist hier, dass zunächst kein sicherer Fluidkontakt hergestellt werden muss, die Messungen also „on the fly“ durchgeführt werden können.

Für genauere Messungen ist etwas mehr Aufwand nötig, insbesondere ist für einen sicheren und dichten Schlauchanschluss — eventuell auch durch Verkleben — zu sorgen. Die vorherrschenden Kapillarkräfte und Oberflächenspannungen werden durch gleiche Verhältnisse an Ein- und Ausgang kompensiert. Dazu werden alle mit Flüssigkeit in Berührung kommenden Gebiete vorher schon benetzt, d. h. Schläuche, Kammern und Reservoirs werden aufgefüllt. Für die folgenden Messungen sind nun verschiedene Ansätze denkbar:

- Bei der Bestimmung der *durchschnittlichen Förderrate* über eine gewisse Zeit wird die Pumpe solange betrieben, bis sich die geförderte Menge mit der gewünschten Genauigkeit messen lässt. Das Gefäß ist dabei entsprechend schmal zu wählen (Röhre), jedoch müssen Kapillarkräfte vernachlässigbar bleiben.
- Eine weniger geglättete Bestimmung der Förderrate erfolgt direkt über die Geschwindigkeit kleinster Partikel mit einem speziellen Messaufbau (Bild 59, rechts). Die Partikel müssen mit Kontrastmittel eingefärbt werden und lassen sich dann in einer optisch an das Objektiv angepassten Glaskapillare (Emulsion) am Mikroskop beobachten.
- Verfügt man über genügend empfindliche und schnelle Drucksensoren, so kann die *momentane Förderrate* indirekt über den zeitlich gemessenen Druckverlauf berechnet werden. An der Entnahmestelle muss hierzu der genaue Querschnitt bekannt sein.

Die drei erwähnten Verfahren können auch zu Plausibilitätsbetrachtungen gegeneinander eingesetzt werden.

**Ermittlung des Druckaufbaus.** Der maximale Gegendruck, welcher die Pumpe noch zu überwinden vermag, lässt sich durch einfaches Erhöhen des Niveaus des Ausgangsreservoirs bestimmen. Der rechts in Bild 59 auf der vorherigen Seite dargestellte Messaufbau erlaubt dabei die direkte Kontrolle der Pumpenfunktion. Mit dieser Anordnung lässt sich bei stufenweiser Erhöhung des Gegendrucks auch eine Belastungskennlinie aufnehmen, wobei zu Beginn der Messung ein Druckausgleich über den Bypass vorgenommen werden muss. Die Bestimmung der Förderrate kann gemäß den oben beschriebenen Mitteln erfolgen.

Die Höhe des von der Pumpe bewältigten Gegendrucks bestimmt die mögliche Anwendung, weshalb die Bestimmung dieser Größe besonders wichtig ist. Auch die erwähnte Kennlinie sagt viel aus, sie beschreibt das Verhalten der Pumpe unter Belastung und erlaubt so die Festlegung eines für die Anwendung optimalen Arbeitspunktes.

Für diese Fördermengen geeignete Sensoren und Aktoren zur Druckerzeugung und Messung, sowie zur direkten Bestimmung der Strömungsgeschwindigkeit könnten die Aufnahme der Belastungskennlinie noch erleichtern.

**Weitere charakteristische Messungen.** Die Aufnahme der Frequenzkennlinie ist eine weitere wichtige Charakterisierung, aus welcher sich ablesen lässt, bei welchen Betriebsfrequenzen die Pumpe am effektivsten arbeitet. Zu den vielen Parametern, die das Verhalten der Pumpe im Frequenzbereich beeinflussen, zählen die Flüssigkeitsdichte und Viskosität, sowie elektronische und mechanische Parameter, die sich nur technologisch während der Herstellung — gezielt oder unkontrolliert — verändern lassen.

Da die Aufzeichnungsrate des Videosystems begrenzt ist, kann die Aufnahme der Frequenzkennlinie hier nur über die Auswertung des Fördervolumens am Ausgangsreservoir erfolgen (Bild 60 auf der nächsten Seite).

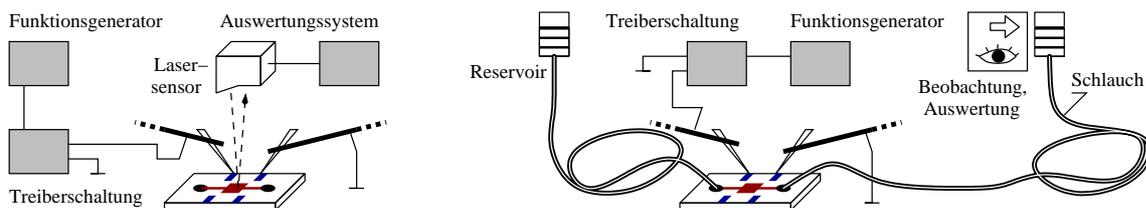


Bild 60: Verfahren zur Auslenkungsmessung und Aufnahme der Frequenzkennlinie

In Abschnitt 3.2.1 auf Seite 18 wurde die Auslenkung bei bestimmten Temperaturen simuliert, es wurde jedoch noch nicht festgestellt, inwiefern dieses Verhalten auf das realisierte Bauelement zutrifft. Die Geometrien der Metallisierung wurden auf Schwelltemperaturen um 50 °C optimiert, ob der Klappvorgang nun tatsächlich bei dieser Temperatur aktiviert wird, kann mit der Messung der Auslenkung über der Temperatur überprüft werden.

Die direkte Messung der Temperatur ist bei dieser Konfiguration nicht praktikabel, mit einem hinreichend genauen Modell, welches vorher noch zu bestimmen ist, kann aber ein Zusammenhang zwischen der zugeführten Leistung und der lokalen Temperatur in der Heizerumgebung hergestellt werden. Auch für die genaue Messung der Membranauslenkung muss ein geeignetes Verfahren gefunden werden, da diese an der Membran nicht unmittelbar abgelesen werden kann. In Frage kommen dabei strahl-optische Verfahren mit Auswertung des Ablenkungswinkels [30], oder mechanische Verfahren mit filigranen, aufsetzbaren Fühlern und Bewegungsverstärkern.

Es sind neben diesen Größen und Messverfahren auch weitere denkbar, z. B. können auch die Diffusoren einer genaueren Charakterisierung unterzogen werden. Anregungen und Anleitungen hierzu finden sich in anderen Arbeiten auf diesem Gebiet [10], [29], [30].

Ein Ziel der Charakterisierung ist die Erfassung von Zusammenhängen zwischen Prozessparametern bei der Herstellung und messtechnischen Daten im Betrieb. Sind diese Zusammenhänge hinreichend bekannt, so kann das verwendete Materialsystem Diamant mit seinen herausragenden mechanischen Eigenschaften effektiv eingesetzt, und die physikalischen und elektrischen Effekte optimal ausgenutzt werden.

#### 4.3.3 Optimierungspotential

Nach weitgehendem Abschluss der praktischen Arbeit können nun die dadurch gewonnenen Erkenntnisse, sowie die während der Herstellung und der Messungen aufgetretenen Probleme und Schwierigkeiten mit dem nötigen Überblick zusammengefasst werden. Die bei der Umsetzung des Pumpenprinzips erlangte Erfahrung erlaubt zudem die im Folgenden angeführten konkreten Vorschläge zur Optimierung.

So kann z. B. eine einfache Steuerschaltung mit Verstärker dazu eingesetzt werden, das Signal eines Funktionsgenerators an den Leistungsbedarf der Bimetallheizer anzupassen. Die Heizimpulse sollen dabei auch wechselseitig den innen und außen wirkenden Heizern getrennt zugeführt werden können. Weitere Vorschläge befassen sich mit dem Entwurf des nächsten Maskensatzes, sowie mit weniger tiefgreifenden technologischen Verbesserungen auf Basis des in dieser Arbeit erstellten Satzes.

**Verbesserung der Justierverhältnisse.** Das verwendete Anordnungsprinzip sah ein teilweises Überlappen der Prozessgruppen zur systematischen Platzierung der Justierkreuze in den Randgebieten vor. Dieses Prinzip konnte nicht umgesetzt werden, da auf dem Träger ein Dunkelfeld-Gebiet nicht von einem Hellfeld-Gebiet überschrieben werden kann. Die Prozessgruppen wurden also nebeneinander angeordnet, wodurch die Fläche nicht mehr optimal ausgenutzt wird.

Bei überwiegend dunklen, also opaken Flächen wie auf der Maske für die Metallisierungstreifen, lassen sich die Strukturen auf dem Chip schlecht auffinden. Es empfiehlt sich, den durch Neuordnen der Justiermarken gewonnenen Platz mit Sichtfenstern auszufüllen, und auch andere funktionslose, dunkle Flächen auf der Maske „aufzuhellen“. Zusätzlich können Pfeile und Zahlenangaben gemäss [25] auf Justierkreuze verweisen, oder zur Orientierung bei eingeschränktem Gesichtsfeld dienen.

Nach dem KOH-Ätzbad des Membranchips im 2-Chip-Prozesslauf (Abschnitt 4.2.3 auf Seite 58) stellt sich das Problem, wie die folgenden „dunklen“ Masken zur Herstellung der Heizer auf den freigelegten, nur mit wenig Kontrast sichtbaren Membranen zu justieren sind. Die Justierkreuze und alle anderen kontrastierten Strukturen befinden sich — sofern nicht degradiert — auf der Rückseite, wo sie eventuell nur über Infrarotdurchleuchtung sichtbar sind.

Hier können zusätzliche Justierstrukturen, groß genug für den KOH-Ätzschritt ausgelegt, die Ausrichtung der vorwiegend opaken Maske „HOLE“ erleichtern. Die ursprünglich nicht so genau vorgesehene Erstjustierung kann nun exakt mit der selben Restgenauigkeit über den Membranen erfolgen.

**Überarbeiten des Layouts.** Weitere Optimierungsmöglichkeiten, welche auch das Maskenlayout betreffen, ergeben sich aus der Integration zusätzlicher Mess-Strukturen auf dem Chip. Kleine Membrane ohne Metallisierung können für zerstörende Tests während der Auflösung der Opferschicht verwendet werden. Eventuell sind auch Strukturen möglich, die durch ihren Aufbau den Fortschritt der lateralen Unterätzung direkt anzeigen.

Strukturen mit einzelnen oder verketteten Diffusoren oder Kanälen erlauben die genaue isolierte Untersuchung der Wirkungsweise einzelner Elemente. So lässt sich z. B. der spezifische Strömungswiderstand eines Kapillarstückes durch Messung an verschiedenen Kanallängen ähnlich der TLM-Messung aus Abschnitt 4.3.2 auf Seite 65 extrahieren. Auch die Verluste durch die fluidische Kontaktierung an Ein- und Austrittsöffnungen können so ermittelt werden. Sind die Strömungswiderstände der Öffnungen, Mikrokanäle, Diffusoren und Schläuche bekannt, so lässt sich ein genaueres fluidisches Ersatzmodell gemäß Bild 8 auf Seite 14 erstellen.

Neben diesen Verbesserungen können auch bisher nicht betrachtete Varianten in ein neues Layout miteinfließen: Das in Bild 7 auf Seite 13 beschriebene und von der *University of Washington* umgesetzte Prinzip nach Tesla [27], [28] lässt sich ebenso leicht planar integrieren wie die Diffusoren. Für die Membrane sind auch runde Formen denkbar, ja sogar vorteilhafter, da am Kreis keine besondere Richtung ausgezeichnet ist, und innere Verspannungen sich homogener verteilen. Desweiteren können nun auch aktive Ventile vorgesehen werden.

**Prozessoptimierung.** Die kritischen Schritte bei der technologischen Herstellung werden hier nochmals kurz hervorgehoben:

- Beim Rückätzen der SiO<sub>2</sub>-Opferschicht ist unbedingt darauf zu achten, dass die zwischenzeitlich entstehenden Nadeln vollständig entfernt werden, so dass das Diamant-Substrat freiliegt und darauf aufbauende Diamant-Schichten fest verankert werden können. Bei dicken Oxidschichten ist dazu eine stärkere Al-Maske nötig (ca. 800 nm).
- Die selbstjustierende Übertragung der Bekeimungsschicht für das Membranwachstum blieb zwar erfolglos, könnte aber mit den passenden Schichtdicken durchgeführt werden. Damit lässt sich der zusätzliche Lithographieschritt in Bild 46 auf Seite 54 einsparen.
- Durch Ändern der Sputterrichtung beim Aufbringen der Metallisierungen können die Bahnkontakte auch über hohe Kanten geführt werden. Dicke Opferschichten stellen damit bei Verwendung der Maske “SIO2“ kein Problem mehr dar.

- Die Praxis hat gezeigt, dass es möglich ist, die Nickel-Metallisierung auch nach dem Herauslösen der Opferschicht aufzubringen. Die Probe kann dann ohne Metallverluste beliebig lange im HF-Säurebad verbleiben.

## 5 Zusammenfassung

Es wurden mikromechanische Membranpumpen auf Basis von CVD-Diamantschichten entwickelt, hergestellt und in ersten Tests charakterisiert. Die Ergebnisse aus den jeweiligen Teilen der Arbeit und deren Bedeutung werden hier nochmals kurz zusammengefasst.

### 5.1 Ergebnisse

Die Arbeit hat gezeigt, dass es möglich ist, eine funktionierende Mikro-Membranpumpe in einer vollständig in Diamant ausgeführten Oberflächenstruktur auf eine Chipfläche zu integrieren. Der dazu entwickelte Prozesslauf erlaubt weiterhin die Realisierung von Oberflächenkanälen und Kapillarsystemen zur fluidischen Versorgung der Mikropumpen. Die dabei erreichte Strukturhöhe von  $5\ \mu\text{m}$  wurde vornehmlich durch die thermischen Eigenschaften des verwendeten Opferschicht-Materials ( $\text{SiO}_2$ ) und der Wachstumsrate bei der Diamantabscheidung begrenzt.

Durch Simulationen konnte ermittelt werden, dass eine ausreichende Ventilfunktion bereits durch einfache Diffusorstrukturen ohne bewegte Teile erzielt werden kann. Die Effektivität hängt dabei jedoch sehr stark vom Querschnittsprofil ab, welches im untersuchten planaren Fall an der Diffusor-Engstelle quadratisch sein sollte. Die technologisch erreichbare Strukturhöhe begrenzt also die Fläche des Strömungsquerschnitts und legt damit auch den Rahmen für den maximal erreichbaren Durchsatz fest.

Betrachtet man das numerisch abgeschätzte Hubvolumen von 520 pl unter der theoretisch erreichbaren Aktor-Betriebsfrequenz von ca. 10 kHz und einem diffusortypischen Wirkungsgrad von ca. 10 %, so ergibt sich bei den realisierten  $500\ \mu\text{m} \times 500\ \mu\text{m}$  großen Membranen ein potentieller Durchsatz von etwa  $30\ \mu\text{l}/\text{min}$ . In vorläufigen Tests konnte bei einer Betriebsfrequenz von 50 Hz ein realer Durchsatz von etwa  $30\ \text{nl}/\text{min}$  abgeschätzt werden.

Das verwendete thermische Aktor-System basiert auf dem Bimetalleffekt der oberen Diamant-Membranschicht und der darauf aufgebrachteten Nickel-Metallisierung. Die ersten Tests haben gezeigt, dass das aufgebrachte Moment reicht, um Flüssigkeit (Isopropanol) aus der Pumpkammer zu verdrängen. Bei Widerständen um  $30\ \Omega$  nehmen die realisierten Heizer bei 10 V eine Dauerleistung von 3 W auf.

Der entworfene Maskensatz enthält nicht nur Strukturen zur monolithischen Integration, sondern auch für durch Fügetechnik aus zwei Chip-Lagen herzustellende Varianten großer Strukturtiefe. Diese kommen bei der Prozessierung ohne Opferschichten aus und können zur einfachen Untersuchung von speziellen Anordnungen (Serien-, Parallelschaltung, Mixer) oder neuen Wirkprinzipien hergenommen werden. Die Besonderheit dabei ist die Unabhängigkeit des unteren Fluidchips vom oberen Membranchip, was bei Verwendung des gleichen Anordnungsrasters den schnellen Entwurf neuer fluidischer Strukturvarianten mit geringstem Aufwand ermöglicht.

Im Rahmen der Arbeit wurde weiterhin ein Konzept entwickelt, wie fluidische Strukturen durch Einsparen von „Kontaktfläche“ dichter gepackt werden können. Die meist durch Verkleben hergestellte Verbindung zu einem Schlauchsystem nach außen stellt bei fluidischer Nutzung der Chipfläche im verwendeten Miniaturisierungsgrad ein Problem dar, welches hier durch den Einsatz von kautschukpräparierten Kanülen in herkömmlichen Manipulatoren gelöst wurde.

## 5.2 Ausblick

Da die hergestellten Mikropumpen noch nicht ausreichend charakterisiert werden konnten, wird sich die Arbeit zunächst auf diesem Gebiet fortsetzen. Dabei können die bereits beschriebenen Messverfahren zum Einsatz kommen und genauere Daten im Bezug auf Performance ermittelt werden. Weiterhin ist die genaue Funktion der Diffusoren noch nicht dokumentiert, diese könnten in einer eigenen Messreihe charakterisiert und optimiert werden.

In einem erneuten Prozessdurchlauf können weitere auf der Maske vorgesehene, noch nicht realisierte Strukturen hergestellt werden. Insbesondere die verschiedenen Heizertypen und die Variante mit zwei Chip-Lagen versprechen interessante Erkenntnisse. Die bereits gewonnenen Erfahrungen können bei der Wiederholung bekannter Prozesse gewinnbringend angebracht werden und das Endergebnis verbessern.

Die Heizer sollen gezielt Wärme an die Bimetallisierung heranführen. Zum Ermitteln falsch beheizter Stellen im Strompfad der Heizelemente können numerische Simulationen herangezogen werden. Die vorgestellten Heizer mit Stromführung (Typ 1b) lassen sich dann in ihrer Wärmeverteilung optimieren.

Mit der vorgestellten  $\text{SiO}_2$ -basierten Opferschichttechnologie sind nun fluidische voll-integrierte chemische Analyse- oder Synthesysteme in CVD-Diamant denkbar. Nach dem Stand der Möglichkeiten lassen sich bereits also Membranpumpen, Oberflächenkanäle und Kammern, Heizelemente und Temperatursensoren, sowie chemisch sensible Transistoren auf Diamant herstellen. Die besonderen Eigenschaften von Diamant ermöglichen den Einsatz dieser Bauelemente in Bereichen hoher Anforderungen. So wäre z. B. mit einer entsprechend weiterentwickelten Mikropumpe eine Implantation und Versorgung von Diabetes-Patienten mit Insulin denkbar. Andere Anwendungsgebiete erschließen sich in der Labortechnik, wo Forderungen nach hohem Proben-Durchsatz und sicherem Umgang mit aggressiven Reaktanten gestellt werden.

## A Anhang

### A.1 Prozessparameter

Die Prozessdaten in diesem Kapitel basieren auf Erfahrungen und Beobachtungen an den Geräten und Anlagen der Universität Ulm. Die hier aufgelisteten Parameter sind die gebräuchlichsten, Abweichungen hiervon sind im entsprechenden Textteil beschrieben.

#### A.1.1 Lithographische Prozesse

- **Spin-On**, Standard-Schleuderprogramm

	Start	Step 1	Step 2	Step 3	Stop	
Drehzahl:	0	700	$x$	0	0	rpm
Dauer:		5	35	15		s
Beschl.:	0	20	20	150	0	$10^{-2}$ ms/rpm

- **AZ 4533** Positive Photoresist

	Spin-On	Hotplate	Belichten	Entwickeln
Maßzahl:	3000 rpm	100 °C	17 mW/cm <sup>2</sup>	MIF 726
Dauer:	35 s	140 s	25 s	70 s
Bemerkung:	ca. 4 $\mu$ m		350 nm	

- **AZ 5214** Image Reversal Photoresist

	Spin-On	Hotplate	Belichten	(Hotplate)	(Flutbel.)	Entw.
Maßzahl:	6000 rpm	100 °C	17 mW/cm <sup>2</sup>	(120 °C)	(350 nm)	MIF 726
Dauer:	35 s	90 s	7 s (9 s)	(90 s)	(2 min)	35 s
Bemerkung:	ca. 1 $\mu$ m		350 nm			Invertierungsschritte

- **2-Lagen-Lackprozess** für Lift-Off (PMGI/AZ)

	PMGI	Hotplate	Vorbelichten	AZ	Hotplate	...
Maßzahl:	6000 rpm	180 °C	220 nm	6000 rpm	100 °C	...
Dauer:	35 s	5 min	100 s	35 s	90 s	...

...	Belichten	Entwickeln	Flutbelichten	Entwickeln
...	17 mW/cm <sup>2</sup> , 340 nm	MIF 726	220 nm	PMGI-Developer
...	7 s (9 s)	35 s	999 s	1 min 45 s

- **AZ 4562** Positive Photoresist

	Spin-On	RT	Hotplate	Belichten	Entwickeln
Maßzahl:	3000 rpm	23 °C	100 °C	12 mW/cm <sup>2</sup>	AZ 400 K
Dauer:	35 s	5 min	90 s	2 min	70 s
Bemerkung:	ca. 7 µm			350 nm	1:4 verd. mit H <sub>2</sub> O

- **PMGI SF 11** Positive Photoresist

	Spin-On	Hotplate	Vorbelichten	Belichten	Entwickeln
Maßzahl:	6000 rpm	180 °C	220 nm	220 nm	PMGI-Developer
Dauer:	35 s	5 min	100 s	999 s	1 min 45 s

- **SU-8 50** Negative Tone Photoresist

	Spin-On	Hotplate	Belichten	Hotplate	Entw.
Maßzahl:	4000 rpm	50 °C → 90 °C	17 mW/cm <sup>2</sup>	95 °C	XP SU-8
Dauer:	35 s	5 min / 40 min	4×9 s, 90 s Pause	5 min	4 min
Bemerkung:	ca. 30 µm	Rampe	350 nm	Rampe	kein H <sub>2</sub> O

- **Ma-N 490** Negativ Tone Photoresist

	Spin-On	Hotplate	Belichten	Entwickeln
Maßzahl:	4000 rpm	100 °C	12 mW/cm <sup>2</sup>	Ma-D
Dauer:	35 s	10 min	1.8 min	150 s
Bemerkung:	ca. 6 µm		1 min 48 s	2 Gläser

### A.1.2 Additive und Subtraktive Prozesse

- **Ion-Beam**, Ionenstrahl-Reaktor zum Abscheiden von dünnen Schichten  
Beschleunigungsspannung 1 kV;  $I_{\text{Beam}} = 20 \text{ mA}$ ; Gas: Argon

	Target	Druck (mTorr)	Vorsputtern (min)	Sputtern (min)
Chrom:	Cr	0.40	20	15
Gold:	Au	0.40	05	30
Nickel:	Ni	0.40	20	50

- **RIE**, Ätzen mit reaktiven Ionen im Parallelplattenreaktor

	Leistung (W)	Druck (mTorr)	CF <sub>4</sub> ,	Ar,	O <sub>2</sub> (sccm)
Si, SiO <sub>2</sub> , Ti:	200, 400	40.0	45	–	–
Diamant:	1600	75.0	–	25	50

- **Plasma-CVD**, Abscheiden amorpher Schichten bei 300 °C

	Leistung (W)	Druck (Torr)	He/SiH <sub>4</sub> ,	N <sub>2</sub> O,	NH <sub>3</sub> (sccm)
Silizium:	20	2.0	400	–	–
SiO <sub>2</sub> :	20	1.0	200	710	–
SiN:	30	?	+	?	+

- **Perkin-Elmer**, Sputter-Reaktor zum Deponieren von dünnen Schichten

	Leistung (W)	Druck (mTorr)	Ar	O <sub>2</sub>
WC, Au:	150	50.0	+	–
SiO <sub>2</sub> :	300	50.0	+	+

- **Diamant-CVD**, Wachstum synthetischer Diamantschichten  
Eingekoppelte Mikrowellenleistung  $P = 700$  W; p-Dotieren mit Bordraht im Plasma

	Druck (Torr)	Temp. (°C)	H <sub>2</sub> ,	CH <sub>4</sub> (sccm)	–U <sub>B</sub> , Bor
Bekeimung:	17.0	700	200	4–6	200 V
Wachstum:	30.0	650	200	3	–
p-Dotierung:	30.0	650	200	3	2 × 8 cm

### A.1.3 Ätz- und Depositionsraten

	Reaktant	Anlage	Rate (nm/min)	Bemerkung
Diamant:	Ar/O <sub>2</sub> , 1600 W	RIE	–20	ca.
Titan:	CF <sub>4</sub> , 400 W	RIE	–20	ca.
Silizium:	CF <sub>4</sub> , 400 W	RIE	–50	ca.
SiO <sub>2</sub> :	CF <sub>4</sub> , 200 W	RIE	–13	charakterisiert
SiO <sub>2</sub> :	CF <sub>4</sub> , 400 W	RIE	–33	charakterisiert
Cr	Ar, 1 kV, 20 mA	Ion-Beam	+5	ca.
Au	Ar, 1 kV, 20 mA	Ion-Beam	+4	ca.
Ni	Ar, 1 kV, 20 mA	Ion-Beam	+2	ca.
WC	Ar, 150 W	Perkin-Elmer	+50	ca.
Au	Ar, 150 W	Perkin-Elmer	+50	ca.
Cu	Slotocoup BV 10	Galvanik	+1000	ca. 50 mA/cm <sup>2</sup>
Ni	Slotonip, 90 °C	Galvanik	+300	stromlos
SiO <sub>2</sub> :	Ammoniumflourid		–0.5	Pufferlösung

## A.2 Materialsammlung

Die nun folgenden Seiten sind zweispaltig angelegt, um die wichtigsten, in elektronischer Form vorliegenden Programm-Quellen und Protokoll-Texte übersichtlich darzustellen.

### A.2.1 Simulationseingaben

Die dargestellten Dateien wurden für das FEM-Simulationsprogramm ANSYS erstellt.

#### Definition von Geometrie 1

```

! Bimetall-Membranpumpe, rechteckig
! Basiseinheiten mm,kg,s,K

n_dia=2 ! Anzahl Elemente fuer Schichten
n_ni=3

/prep7

et,1,plane42
et,2,solid45

! Diamant
mp,ex,1,700e6 ! E-modul, X-Richtung
mp,nuxy,1,0.07 ! Poisson-Zahl
mp,alpx,1,1e-6 ! Ausdehnungskoeff
mp,refl,1,0 ! Referenz-Temperatur
! Nickel
mp,ex,2,110e6 ! analog ...
mp,nuxy,2,0.22
mp,alpx,2,12.8e-6
mp,refl,2,0

! Nickelgebiet zeichnen und Zusammenkleben
rectng,0,l_ni_a,a_ni/2,a_ni/2+b_ni
rectng,l_ni_a,a/2-l_ni_i/2+e_ni_i,a_ni/2,a_ni/2+b_ni
rectng,a/2-l_ni_i/2+e_ni_i,a/2+l_ni_i/2+e_ni_i,a_ni/2,a_ni/2+b_ni
rectng,a/2+l_ni_i/2+e_ni_i,a,a_ni/2,a_ni/2+b_ni
aglu,all

! Linien unterteilen
lsel,s,tanl,y,1
lsel,a,tanl,y,-1
lesize,all,,3
lsel,s,tanl,x,1
lsel,a,tanl,x,-1
lesize,all,a/20
allsel
shpp,modify,1,100

! Netz bilden
mshkey,1
type,1
amesh,all
type,2
esize,,n_dia
mat,1
vext,all,,,,,d_dia

asel,s,loc,z,d_dia
aclear,all
asel,s,loc,y,a_ni/2+b_ni
esize,,8
mat,1
vext,all,,,,,a/2-b_ni-a_ni/2

asel,s,loc,y,a_ni/2
esize,,2
mat,1
vext,all,,,,,a_ni/2

asel,s,loc,z,d_dia
asel,r,loc,y,a_ni/2,a_ni/2+b_ni
asel,r,loc,x,0,l_ni_a
esize,,n_ni
mat,2

vext,all,,,,,d_ni

asel,s,loc,z,d_dia
asel,r,loc,y,a_ni/2,a_ni/2+b_ni
asel,r,loc,x,a/2-l_ni_i/2+e_ni_i,a/2+l_ni_i/2+e_ni_i
esize,,2
mat,2
vext,all,,,,,d_ni

allsel
nset,s,loc,x,a
d,all,ux,-a*eps
d,all,uz,0
nset,s,loc,y,a/2
d,all,uy,-a*eps/2
d,all,uz,0
nset,s,loc,x,0
d,all,ux,0
d,all,uz,0
nset,s,loc,y,0
dsym,symm,y
d,all,uy,0
allsel

/solu

antype,static
solcontrol,off
nlgeom,on
sstif,on
negit,100
outres,all,none
outres,nsol,all
! outres,basic,all ! fuer Volumenberechnung
kbc,1 ! Rampen-Schleife aus
lswrite,init

! Membran nach oben durchdrcken
asel,s,loc,z,-1e-8,1e-8
sfa,all,,pres,1e2 ! Belasten mit Druck
allsel
time,1
deltim,1
lswrite

! Druck weg! Membran frei
sfadele,all,,all
time,2
deltim,1
lswrite

! Anfangstemperatur Aussenstreifen
nset,s,loc,x,0,l_ni_a
nset,r,loc,y,a_ni/2,a_ni/2+b_ni
esln,s,1
bfe,all,temp,,tstart_e ! Temperatur aufprgen
allsel
time,3
deltim,1
lswrite

! Temperaturschleife Aussenstreifen
kbc,0 ! Rampen-Schleife ein
nset,s,loc,x,0,l_ni_a
nset,r,loc,y,a_ni/2,a_ni/2+b_ni
esln,s,1
bfe,all,temp,,tstop_e
allsel
time,4
deltim,1/div
lswrite

! "Heizung" aus, Aussenstreifen
bfedele,all,all
time,5
deltim,1
lswrite
! Membran sollte nach unten durchgedrckt sein

```

```

! Starttemperatur Innenstreifen
kbc,1
nset,s,loc,x,a/2-1_ni_i/2+e_ni_i,a/2+1_ni_i/2+e_ni_i
nset,r,loc,y,a_ni/2,a_ni/2+b_ni
esln,s,1
bfe,all,temp,,tstart_a
allset
time,6
deltim,1
lswrite

! Temperaturrampe fr Innenstreifen
kbc,0
nset,s,loc,x,a/2-1_ni_i/2+e_ni_i,a/2+1_ni_i/2+e_ni_i
nset,r,loc,y,a_ni/2,a_ni/2+b_ni
esln,s,1
bfe,all,temp,,tstop_a
allset
time,7
deltim,1/div
lswrite

! "Heizung" aus am Innenstreifen
bfede,all,all
time,8
deltim,1
lswrite

! Berechnung der Lsung
lssolve,1,8

finish: /eof

```

## Lösungsschritte

```

! Bimetall-Membranpumpe, rechteckig
! Basiseinheiten mm,kg,s,K

finish
/clear

/filenam,mem44
/title,Membran mit Bimetall 44

d_dia=2e-3 ! Dicke Diamantmembran
d_ni=3e-3 ! Dicke Nickel
a=500e-3 ! Kantenlaenge
l_ni_a=110e-3 ! Laenge Bimetall aussen
l_ni_i=145e-3 ! Laenge Bimetall innen
a_ni=45e-3 ! Abstand der Nickelstreifen
b_ni=60e-3 ! Breite Nickelstreifen
e_ni_i=45e-3 ! Exzenterversatz innen
eps=2e-4 ! Verspannung durch Diamant

tstart_e=60
tstop_e=70
tstart_a=60
tstop_a=70
div=10

! Geometrie festlegen
/input,geom1,in

! Daten ausgeben
/input,post,in

```

## Auswertungs-Sequenz 1

```

/post1
*dim,zmax,table,12,3
/show,'/dev/null'

! Daten sammeln fuer Aussenstreifen
set,2
plnsol,u,z
*get,zmax(1,2),plnsol,0,max
set,3
plnsol,u,z
*get,zmax(2,2),plnsol,0,max
*do,i,1,div
  set,4,i
  plnsol,u,z
  *get,x,plnsol,0,max

```

```

*get,y,plnsol,0,min
*if,abs(x),gt,abs(y),then
  *set,zmax(i+2,2),x
*else
  *set,zmax(i+2,2),y
*endif
*set,zmax(i+2,1),tstart_e+i*(tstop_e-tstart_e)/div
*enddo

! Daten sammeln fuer Innenstreifen
set,5
plnsol,u,z
*get,zmax(1,3),plnsol,0,min
set,6
plnsol,u,z
*get,zmax(2,3),plnsol,0,min
*do,i,1,div
  set,7,i
  plnsol,u,z
  *get,x,plnsol,0,max
  *get,y,plnsol,0,min
  *if,abs(x),gt,abs(y),then
    *set,zmax(i+2,3),x
  *else
    *set,zmax(i+2,3),y
  *endif
  *set,zmax(i+2,1),tstart_e+i*(tstop_e-tstart_e)/div
*enddo; *status

! Ausgabe
/out,,dat
/com,# Variab. ! Temp.diff. ! max.Auslenk.1 ! max.Auslenk.2
/com,# Groesse ! in Grad C ! in mm (ausssen) ! in mm (innen)
/com,# -----
*do,i,1,(div+2)
  *vwrite,e_ni_i,zmax(i,1),zmax(i,2),zmax(i,3)
  (' ',f6.3,' ',f6.1,' ',2e16.4,' ',2e16.4)
*enddo
/out;
/eof

```

## Auswertungs-Sequenz 2

```

/post1
n_dia=2
d_dia=2e-3
nset,s,loc,z,0
esln,s,0
etable,displ,u,z
etable,volum,volu
sabs,1
smult,result,volum,displ,n_dia/d_dia
ssum
*status
/eof

```

## Auswertungs-Sequenz 3

```

/post1
path,schnitt,2,1,20
ppath,1,,0,0,0
ppath,2,,500e-3,0,0

! Daten sammeln fuer Aussenstreifen
set,3
pdef,schnitt,u,z
plpath,schnitt
*do,i,1,div
  set,4,i
  pdef,schnitt,u,z
  plpath,schnitt
*enddo

! Daten sammeln fuer Innenstreifen
set,5
pdef,schnitt,u,z
plpath,schnitt
set,6
pdef,schnitt,u,z
plpath,schnitt
*do,i,1,div
  pdef,schnitt,u,z
  plpath,schnitt
*enddo; *status
/eof

```

## A.2.2 Prozessprotokolle

Die systematische Nummerierung erleichtert das spätere Zuordnen von Bildern und Graphiken.

### Vorversuch zur Opferschicht

```
# Prozessdatenfile zu "test1", Andreas Munding, 22.01.2002
# Kurzprotokolle zum Prozessablauf
# Membranaetzproben "plti" und "p2si"
#
# Format der Eintraege:
# 1. Zeile: <Prozessnummer>: <Titel>: <Probe>, <Proben>
# 2. Zeile: <Beschreibung und Parameter>;
# <Beschreibung und Parameter>.
# Nach 1.Punkt: <Ergebnis und Beobachtung>.
#
#
p01: 3-Schritt-Wafergrundreinigung: plti, p2si
      H2O2+H2SO4(1:2): 5min;
      H2O2+NH3(1:1): 10min;
      H2O2+HCl(1:1): 10min.

p02: Plasma-CVD, SiO2 Opferschicht abscheiden: plti
      SiO2, 2um: 30min;
      Ti, 800nm aufdampfen.

p03: Plasma-CVD, SiO2/Si Schichtfolge: p2si
      SiO2, 2um: 30min;
      Si, 150nm: 8min.

p04: 2-Lagen-Lift-Off, Alu-Maske strukturieren: plti, p2si
      PMGI aufschleudern, backen, vorbelichten;
      AZ5214 aufschleudern, ausbacken;
      AZ belichten, ausbacken, flutbel, entw;
      PMGI bel, entwickeln;
      O2-Plasma: 2min;
      Aluminium aufdampfen: 370 nm;
      Lift-Off in 2M2P.

p05: RIE, Opferschicht in CF4 rueckaetzen: plti, p2si
      CF4(45sccm), 400W, 40mTorr: 83min.
      SiO2-Nadeln durch Al-Redeposition.

p06: Dip in HCl, Alu-Redepositionen entfernen: plti, p2si
      HCl+H2O(1:5): 5s.

p07: RIE (CF4), SiO2-Nadeln wegaetzen: plti
      CF4(45sccm), 400W, 75mTorr: 40min.
      Immernoch Nadeln.

p08: RIE (CF4), Nadeln entfernen: p2si
      CF4(45sccm), 400W, 75mTorr: 10min.
      Immernoch Nadeln.

p09: Dip in gepuffertes HF: Nadeln auflösen: plti, p2si
      Ammoniumfluorid-Loesung: 5s.
      Substratoberflaeche eben.

p10: Alu-Maske entfernen in HCl: plti, p2si
      HCl unverduemmt: 5min.

p11: Diamant-CVD, Bekeimung und Wachstum: plti
      Bekeimung: 30min;
      Wachstum: 15h30min.
      Geschlossene Schicht.

p12: Diamant-CVD, Bekeimung und Wachstum: p2si
      Bekeimung: 30min;
      Wachstum: 5h30min.
      Nur einzelne Koerner,
      Schicht nicht geschlossen.

p13: Titan-Maske aufdampfen und strukturieren: plti
      Ti, 800nm aufdampfen;
      AZ5412 aufschleudern, backen, bel, entw;
      Phosphorsaure, 80grd: 10min -> zu kurz;
      plus 150grd: 20min -> zu lang.
      Maske aber brauchbar.

p14: RIE (Ar,O2), Zugang freilegen (Loecher): plti
      Ar(25sccm)+O2(50sccm), 1600W 75mTorr:
      ca 5h (Anlage zwischenzeitl ausgefallen).
```

```
Duene Di-Schicht uebrig, gesplittert.

p15: Diamant-CVD, Bekeimung und Wachstum: p2si
      Bekeimung: 30min;
      Wachstum: 1h;
      Temperaturkontroller defekt.
      Bekeimung: 20min;
      Wachstum: 5h.
      Seltsame Randerscheinungen, jedoch
      geschlossene Membranschicht.

p16: Aufloesen der Opferschicht in gepuff.HF: plti
      Ammoniumfluorid-Loesung: 10h.
      Sondieren mit Messnadeln:
      Kammer noch nicht durch.

p17: Lithographie fuer Titan-Maske: p2si
      Ti, 800nm aufdampfen;
      AZ5412 aufschleudern, backen, bel, entw;
      Phosphorsaure, 80grd: 15min.

p18: Aufloesen der Opferschicht in gepuff.HF: plti
      Ammoniumfluorid: 53h.
      Erfolg nicht erkennbar.

p19: RIE (Ar,O2), Zugang freilegen (Loecher): p2si
      Ar(25sccm)+O2(50sccm), 1600W, 75mTorr.
      Ohne Wirkung, vermul Titanreste;
      Maske entfernen in Phosphorsaure.

p20: Lithographie fuer Titan-Maske, Lift-Off: p2si
      Titan, 800nm aufdampfen;
      PMGI aufschleudern, backen, vorbelichten;
      AZ5433 aufschleudern, ausbacken;
      AZ belichten, ausbacken, flutbel, entw;
      PMGI bel, entwickeln; Lift-Off in 1M2P.

p21: Membran untersuchen, zerstoerend: plti
      Sondieren mit Messnadeln:
      Membran eindruckbar, zersplittert.

p22: RIE (Ar,O2), Zugang zur Opferschicht: p2si
      Ar(25sccm)+O2(50sccm), 1600W, 75mTorr:
      ca 2.5h (Anlage zwischenzeitl ausgefallen).
      Si oder SiO2 sichtbar.

p23: Aufloesen der Opferschicht in gepuff.HF: p2si
      Ammoniumfluorid: 41h.
      Membran hat sich abgeloeset.

# Prozessdatenfile zu "test2", Andreas Munding, 14.02.2002
# Kurzprotokolle zum Prozessablauf
# Proben fuer Kupfer-Technologie "w2q1", "w2q2", "w2q3", "w2q4"
#
# Format der Eintraege:
# 1. Zeile: <Prozessnummer>: <Titel>: <Probe>, <Proben>
# 2. Zeile: <Beschreibung und Parameter>;
# <Beschreibung und Parameter>.
# Nach 1.Punkt: <Ergebnis und Beobachtung>.
#
#
p01: 3-Schritt-Wafergrundreinigung mit HF: w1, w2, w3
      H2O2+H2SO4(1:2): 5min;
      H2O2+NH3(1:1): 10min;
      gepufferte HF: 45s;
      H2O2+HCl(1:1): 10min.

p02: Diamant-CVD, Bekeimung und Wachstum: w2
      Bekeimung, 200V: 33min;
      Wachstum: 183min.
      Geschlossenen Schicht.

p03: Substratreinigung in Chromschwefelsaeure: w1, w2, w3
      H2SO4+CrO3: 1h;
      Koenigswasser: 10min.
      Entfernt Graphitreste vom Di-Wachstum.

p04: Wafer aufspalten, Splitter abspuelen: w1, w2, w3
      Bezeichnung nach Quadranten,
      grosses Flat unten: q1, q2, q3, q4.

p06: Gold aufspattern, Perkin-Elmer: w2q1, w2q2, w2q3, w2q4
      WC, ca.50nm: 1min;
      Au, ca.50nm: 1min;
      Jeweils 50mTorr, 150W.
```

### Kupferbasierte Opferschicht

p07: Lithographie mit SU8: SU8: 4000rpm: Bake: 50grd/10min -> 90grd/60min; Belichten, 17mW/cm2: 4x15s; Postbake: 95grd/5min; Entwickeln, XP-SU8: 5min. Keine Haftung, beim Entw weggeschwemmt.	w2q1, w2q2, w2q3, w2q4	gepufferte HF: 45s; H2O2+HCl(1:1): 10min.	
p08: SU8 entfernen: 1M2P, 80grd: 10min; H2O2+H2SO4: 10min.	w2q1, w2q2, w2q3, w2q4		p02: Diamant-CVD, Bekeimung und Wachstum: w1 Kein Wachstum, Bildung von Graphit.
p09: Gold entfernen: Koenigswasser: 1min.	w2q1, w2q2, w2q3, w2q4		p02: Diamant-CVD, Bekeimung und Wachstum: w1 Bekeimung, 200V: 30min; Wachstum: 2h; Wachstum: 2h. Probe beim Plasma-Anschalten verrutscht.
p10: Gold aufspatzen, Perkin-Elmer: Au, ca. 50nm: 1min; 50mTorr, 150W, Ohne WC.	w2q1, w2q2, w2q3, w2q4		p03: Substratreinigung in Chromschwefelsaeure: w1, w2, w3 H2SO4+CrO3: 1h; Koenigswasser: 10min. Entfernt Graphitreste vom Di-Wachstum.
p11: Lithographie mit SU8 auf PMGI-Lack: PMGI-SF6: 4krpm, 180grd/5min, 220nm/100s; SU8: 4krpm, Rampe 90grd/45min Rampe; Bel: 5x9s/90s Pause, Postbake: 95grd/5min; XP-SU8: 5min. Strukturen deformiert, aber erhalten, Nicht brauchbar.	w2q1		p04: Wafer aufspalten, Splitter abspulen: w1, w2, w3 Bezeichnung nach Quadranten, grosses Flat unten: q1, q2, q3, q4.
p12: Lithographie mit SU8 auf Si(amporph): Si abscheiden, 40nm: 2min CVD; SU8: 4krpm, Rampe 90grd/45min Rampe; Bel: 5x9s/90s Pause, Postbake: 95grd/5min; XP-SU8: 5min. Strukturen erhalten, nicht deformiert, brauchbar.	w2q3		p07: CVD, duenne Opferschichtfolge abscheiden: wlq2, wlq4 Si, am, 17nm: 2min; SiO2, 2500nm: 40min: 300grd.
p13: Lithographie mit SU8, 2ter Anlauf: SU8: 4krpm, Rampe 90grd/45min Rampe; Bel: 5x9s/90s Pause, Postbake: 95grd/5min; Entwickeln, XP-SU8: 5min. Wieder keine Haftung, weggeschwemmt.	w2q4		p08: CVD, dicke Opferschichtfolge abscheiden: wlq1, wlq3 Si, am, 17nm: 2min; SiO2, 2500nm: 40min; SiO2, 3000nm: 50min: 300grd. Langsames Abkuehlen in der Anlage.
p14: Rueckkaetzen der Si-Haftgrundlage: CF4, 45sccm, 40mTorr, 200W: 2min; CF4, 45sccm, 40mTorr, 400W: 1min. Naechstes mal gleich 2min bei 400W.	w2q3		p09: Aufdampfen von Titan (Bekeimungssubstrat): wlq1, wlq2 Dicke: 100nm.
p15: Kupfer-Galvanik mit Cupracit BL: 50mA (->0.8V): 40min. Gold loest sich ab, Kupfer verspannt, vermutl zu schnell abgeschieden, WC als Haftschiicht fehlt.	w2q3		p10: Lithographie fuer Opferschicht (1): wlq1, wlq2, wlq3, wlq4 PMGI-SF11: 4krpm: 180grd/5min; Flut/100s; AZ5214: 6krpm: 100grd/90s; Bel, AZ: 7s; AZ-MIF726/35s; Bel, PMGI: 1000s; Entw/105s. Abbildung falsch, Invertieren.
p08: SU8 entfernen:	w2q1, w2q3, w2q4		p11: Lacke entfernen: wlq1, wlq2, wlq3, wlq4 Loesen in 1M2P.
p09: Gold entfernen:	w2q1, w2q2, w2q3, w2q4		p12: Lithographie fuer Opferschicht (2): wlq1, wlq2, wlq3, wlq4 AZ5214: 3krpm, 110grd/60s; Bel, AZ: 9s; RevBake 120grd/150s; Flut/50s; AZ-MIF726/40s; Bel, PMGI: 1000s; Entw/105s. Diffusor nicht durchentwickelt, Lackparameter optimieren, keine Zeit: wlq1 verwendbar.
p06: Gold aufspatzen mit WC-Haftschiicht:	w2q1, w2q2, w2q3, w2q4		p11: Lacke entfernen: wlq2, wlq3, wlq4
p16: Lithographie mit SU8 auf Si(amporph): Si abscheiden, 40nm: 2min CVD; SU8: 4krpm, Rampe 90grd/40min Rampe; Bel: 4x9s/90s Pause, Postbake: 95grd/5min; XP-SU8: 4min. Strukturen erhalten und brauchbar.	w2q1, w2q2, w2q4		p13: Lithographie fuer Opferschicht (3): wlq2, wlq3, wlq4 PMGI-SF11: 4krpm: 180grd/5min; Flut/100s; AZ5214: 6krpm: 100grd/90s; Bel, AZ: 7s; RevBake 110grd/90s; Flut/35s; AZ-MIF726/35s; Bel, PMGI: 1000s; Entw/105s. Strukturen sehr scharf, stellenweise jedoch Kruemel, verwendbar.
p17: Lithographie mit SU8 auf PMGI, 2ter: PMGI-SF6: 4krpm, 180grd/5min, 220nm/100s; SU8: 4krpm, Rampe 90grd/40min Rampe; Bel: 4x9s/90s Pause, Postbake: 95grd/5min; XP-SU8: 4min. Strukturen weg (Salat),	w2q3		p14: Aufdampfen von Aluminium, Lift-Off: wlq1, wlq2, wlq3, wlq4 O2(8%), 100mTorr, 100W: 2min; Aluminium: 540nm; Lift-Off in 1M2P. Broesel sind bedampft, vereinzelt Defekte, verwendbar.
# Prozessdatenfile zu "test3", Andreas Munding, 21.02.2002 # Kurzprotokolle zum Prozessablauf # Proben fuer SiO2-Technologie "wlq1", "wlq2", "wlq3", "wlq4" # # Format der Eintraege: # 1. Zeile: <Prozessnummer>: <Titel>: <Probe>, <Proben> # 2. Zeile: <Beschreibung und Parameter>; # <Beschreibung und Parameter>. # Nach 1.Punkt: <Ergebnis und Beobachtung>. # #			p15: Strukturieren der Opferschicht: wlq1, wlq2, wlq3, wlq4 CF4(45sccm), 400W, 40mTorr: 160min. SiO2-Nadeln durch Al-Redeposition.
p01: 3-Schritt-Wafergrundreinigung mit HF: H2O2+H2SO4(1:2): 5min; H2O2+NH3(1:1): 10min;	w1, w2, w3		p16: Nadeln auflösen: wlq1, wlq2, wlq3, wlq4 Ammoniumfluorid-Loesung: 5s. Nadeln nur teilweise weg, Al-Maske angegriffen (semitransparent).
			p17: Entfernen der Aluminium-Maske: wlq2, wlq3, wlq4 HCl/80grd: 10min. Aluminium und Titan restlos weg.
			p18: Diamant-CVD, Hochwachsen der Kammerwand: wlq3 i-Wachstum: 12h45min. Gutes Selektives Wachstum, geschlossene Schicht, Opferlayer angegriffen (rauh).
			p19: Freilegen des Diamant-Substrats: wlq1 Ammoniumfluorid-Loesung: 30s. Nadeln weg, Aluminium und Titan auch.

## Monolithische Integration

p17: Entfernen der Aluminium-Maske: Eventuelle Reste entfernen.	wlq1	Ar(25), O2(50), 75mTorr, 1600W: 85min; Restnadeln; Tiefe ca 1500nm, Nachaetzen; CF4(45sccm), 40mTorr, 400W: 1min;
p20: Diamant-CVD, Hochwachsen der Kammerwand: i-Wachstum: 14h50min. Wie p18, jedoch einzelne Koerner auf der Opferschicht; zu hoch, trotzdem gut.	wlq1	Ar(25), O2(50), 75mTorr, 1600W: 60min; Restrauhikigkeit, Tiefe ca 3000nm. Weiter.
p21: Bekeimungssubstrat (Si) abscheiden: Ar-Vorreinigung: 2min; Si, am, 40nm: 2min; Si, am, 40nm: 2min; 300grd. Farbeindruck rosa.	wlq1, wlq3	p34: Entfernen der Titan-Maske: H3PO4, 80grd: ca 10min. Erst nach ca 5min Reaktion.
p22: Lithographie fuer Bekeimungsschicht: AZ4533: 3krpm, 100grd/140s; Bel, AZ: 25s; AZ-MIF726/70s. Maske sehr schwer justierbar, wenig Kontrast; Selbstjustierend besser.	wlq1, wlq3	p35: Lithographie fuer Kontaktmetallisierung: PMGI-SF11/AZ-5214, positiv, Maske AUL.
p23: Rueckkaetzen der Bekeimungsschicht: CF4(45sccm), 400W, 40mTorr: 2min30s. Opferschicht vernadelt wo kein Lack (Fehljustierung), jedoch verwendbar.	wlq1, wlq3	p36: Aufbringen der Goldkontakte: O2(8%), 100mTorr, 100W: 2min; Cr: Vorsputtern 20min/Sputtern 15min; Au, Ion-Beam: 5min/30min. Au, Perkin-Elmer, Ar(50mTorr): 3min; Lift-Off in IM2P, 80grd. 60nm Cr, 120nm + 150nm = 270nm Au.
p24: Membranflaeche bekeimen und auswachsen: Bek, 200/6, 17Torr, 700grd, 200V: 35min; i-Wachstum, 200/3, 30Torr, 650grd: 4h; p-Wachstum, 2x6cm Bor, 8V: 2h. Membran trotz Fehljustierung (Si) gut verwachsen, Koernung feiner (vermutl Bekeimungsdichte groesser).	wlq3	p37: Aetzen der Versorgungsloecher: Ar(25), O2(50), 75mTorr, 1600W: 60min; CF4(45sccm), 40mTorr, 400W: 1min; Ar(25), O2(50), 75mTorr, 1600W: 110min; HF(2%), Dip: 2s; Ar(25), O2(50), 75mTorr, 1600W: 90min; CF4(45sccm), 40mTorr, 400W: 1min; Ar(25), O2(50), 75mTorr, 1600W: 30min; Tiefe ca 2500nm, Inseln wegen Titanreste auf den Koernern.
p25: Lithographie fuer Versorgungsloecher: PMGI-SF11: 6krpm; 180grd/5min; Flut/100s; AZ5214: 6krpm; 100grd/90s; Bel, AZ: 7s; RevBake 110grd/90s; Flut/35s; AZ-MIF726/35s; Bel, PMGI: 1000s; Entw/105s. Gut justiert, scharfes Bild.	wlq3	p38: Si-Nitrit fuer Galvanik-Maske abscheiden: SiO2: 150nm; SiN: 150nm. Bei GFD, da Plasma-CVD ausser Betrieb.
p26: Membranflaeche bekeimen und auswachsen: Bek, 200/6, 17Torr, 700grd, 200V: 35min; i-Wachstum, 200/3, 30Torr, 650grd: 3h; p-Wachstum, 2x8cm Bor, 7V: 3h. Einzelne Koerner auf Membran gross ausgewachsen (10um), sonst ok.	wlq1	p39: Auswachsen der Membranschicht: i-Wachstum, 200/3, 30Torr; 650grd: 120min; p-Wachstum, 2x8cm Bor, 5V: 120min. Wieder keine geschlossene Schicht, Poroeese Membran, Trotzdem weiter.
p27: Wachstum Kammerwand und Membranflaeche: i-Wachstum, 200/3, 30Torr; 650grd: 240min; Bek, 200/6, 17Torr, 700grd, 200V: 30min; i-Wachstum, 200/3, 30Torr; 650grd: 210min; p-Wachstum, 2x8cm Bor, 6V: 120min. Keine geschlossenen Membranschicht, Keimdichte zu gering, weitere 2h Wachstum noetig, SiO2 zum Bekeimen ungeeignet.	wlq2	p35: Lithographie fuer Kontaktmetallisierung: H2SO4+CrO3, Graphit entfernen: 90min; PMGI-SF11, 4krpm, Bel 200s/1500s; AZ-5214, positiv, Maske AUL.
p25: Lithographie fuer Versorgungsloecher: Abstehende Koerner nicht belackt, dort spaeater vermutl Titanreste; Trotzdem weiterprozessieren.	wlq1	p36: Aufbringen der Goldkontakte: O2(8%), 100mTorr, 100W: 2min; Cr, Ion-Beam: 20min/15min; Au, Ion-Beam: 5min/30min. Au, Perkin-Elmer, Ar(50mTorr): 3min; Lift-Off in IM2P, 80grd, US-Bad. 60nm Cr, 270nm Au, schlecht liftbar, Au-Reste am Rand.
p28: Diamant-CVD, Hochwachsen der Kammerwand: i-Wachstum, 200/3, 30Torr; 650grd: 240min; Heizer zwischenzeitl ausgefallen, zuletzt vermutl Graphit abgeschieden.	wlq4	p40: Lithographie fuer Versorgungsloecher: PMGI-SF11/AZ-5214, reversal (negativ). O2(8%), 100mTorr, 100W: 2min; ( Ti aufdampfen: 500nm; Lift-Off in IM2P, 80grd. ) Gut justiert, scharfes Bild.
p29: Auflösen von Graphitresten: H2SO4+CrO3, 80grd: 60min; Koenigswasser: 5min. Gleich weiter mit Lithographie.	wlq4	p41: Auswachsen der Membranschicht: Bek, 200/6, 17Torr, 700grd, 200V: 30min; i-Wachstum, 200/3, 30Torr; 650grd: 250min; p-Wachstum, 2x8cm Bor, 6V: 110min. Wieder keine geschlossenen Membranschicht, Keimdichte zu gering, Titan laenger bekeimen, Si als Bekeimungssubstrat am besten.
p30: Titan-Maske aufbringen: O2(8%), 100mTorr, 100W: 2min; Titan aufdampfen: 500nm; Lift-Off in IM2P. Reste an den Koernern auf wlq1.	wlq1, wlq3	p38: Si-Nitrit fuer Galvanik-Maske abscheiden: SiO2: 150nm; SiN: 150nm. Von GFD zurueck.
p31: Lithographie fuer Ti-Bekeimungssubstrat: PMGI/AZ, Image Reversal, Maske "SiO2"; Wie p25. Kontrast gut, Justierung genau.	wlq4	p42: Lithographie fuer Bimetallisierung: PMGI-SF11: 6krpm; 180grd/5min; Flut/100s; AZ4533: 3krpm; 100grd/140s; Bel, AZ: 25s; AZ-MIF726/70s; Bel, PMGI: 1000s; Entw/105s; O2(8%), 100mTorr, 100W: 1min. Positive Flanken bei AZ, Ecken abgerundet.
p32: Aufdampfen Bekeimungssubstrat: O2(8%), 100mTorr, 100W: 2min; Titan aufdampfen: 500nm; Lift-Off in IM2P. Trotz Flanken Lift-Off problemlos.	wlq4	p43: Nitrit rueckkatzen: CF4(45), 40mTorr, 400W: 10min. Nitrit weg, Lack erhalten.
p33: Aetzen der Versorgungsloecher: Ar(25), O2(50), 75mTorr, 1600W: 180min; Restnadeln; Tiefe ca 600nm, Nachaetzen; CF4(45sccm), 40mTorr, 200W: 2min;	wlq3	p44: Nickel-Startschicht aufspatzen: Cr, Ion-Beam: 20min/15min;

	Ni, Ion-Beam: 15min/50min; Lift-Off in 1M2P, 80grd. Ca 60nm Cr, 100nm Ni, Lift-Off sauber.		
p45:	Nickel-Galvanik Slotonip: HCl+H2O(1:3), Oxid entfernen, Dip: 2s; Galvanik, Bad 92grd/Loesung 85grd: 15min; Nichts abgeschieden; Galvanik, Bad 95grd/Loesung 87grd: 15min; Wenig abgeschieden, ca 500nm; Galvanik, Bad 98grd/Loesung 90grd: 7min; Gesamt ca 3000nm.	wlq1	
p46:	Nickel-Galvanik Slotonip: HCl+H2O(1:3), Oxid entfernen, Dip: 2s; Galvanik, 98grd/90grd: 10min; Gesamt ca 3500nm.	wlq3	
p47:	Si-Nitrit Galvanikmaske entfernen: CF4(45), 40mTorr, 200W: 20min. Nitrit weg (optischer Eindruck).	wlq1, wlq3	
p48:	Passivierung der Metallisierungen: AZ4562, 3krpm, RT/5min, 100grd/90s; Bel 12mW/cm2, 2min; Entw AZ400K+H2O(1:4), 70s. Leicht ueberentwickelt, SiO2 liegt frei, Nickel ist abgedeckt.	wlq1, wlq3	
p49:	Opferschicht herausloesen (1): Ammoniumfluorid: 140min = 2h20min; Ammoniumfluorid: 970min = 16h10min. Lack haelt, Membrantest mit Lack nicht moeglich, weiter.	wlq1	
p50:	Opferschicht herausloesen (2): Flusssaure(2%): 3Tage = 72h. Lack verquollen, poroes, Nickel weg, aber Membran liegt frei; Nicht laenger als 80h.	wlq1	
p51:	Herausloesen der Opferschicht (1): Ammoniumfluorid: 6h; Lack noch ok, weiter; Ammoniumfluorid: 3Tage = 72h; Lack ist wellig, aber ok, Nickel ist unversehrt.	wlq3	
p52:	Membrantest, Sondieren mit Pinzette: Lackreste entfernen mit 1M2P; Membran eindruetzen. Splitter, Hohlraum erkennbar.	wlq1	
p53:	Auflösen der Lackschicht: 1M2P: 2min; 1M2P, 80grd, anderes Becherglas: 5min. Diamantschicht loest sich stellenweise vom Substrat.	wlq3	
p52:	Membrantest, Sondieren mit Pinzette: Metallpinzette. Stellenweise nicht ganz durch.	wlq3	
p54:	Durchflutungs-Test mit Kanuele: Kontaktieren, ISO und H2O durchdruetzen. Durchgang ist verstopft, Nachaetzen erforderlich.	wlq3	
p38:	Si-Nitrit fuer Galvanik-Maske abscheiden: SiO2: 150nm; SiN: 150nm. Bei GFD, da Plasma-CVD ausser Betrieb.	wlq1	
p42:	Lithographie fuer Bimetallisierung: PMGI-SF11: 6krpm; 180grd/5min; Flut/100s; AZ4533: 3krpm; 100grd/140s; Bel, AZ: 25s; AZ-MIF726/70s; Bel, PMGI: 1000s; Entw/105s; O2(8%), 100mTorr, 100W: 1min. Gut justiert, Artefakte an den Lochraendern, weiter.	wlq1	
p48:	Passivierung der Metallisierungen: AZ4562, 3krpm, RT/5min, 100grd/90s; Bel 12mW/cm2, 2min; Entw AZ400K+H2O(1:4), 70s. Nickelerhebungen sind abgedeckt, Zugaenge verstopft? Weiter.	wlq3	
p55:	Herausloesen der Opferschicht (2): Flusssaure(2%): 17h25min; Lack ok, weiter; Flusssaure(2%): 3h40min. Lack rissig, Nickel leicht angegriffen.	wlq3	
p43:	Nitrit rueck Katzen: CF4(45), 40mTorr, 400W: 10min; Reste?, weiteraetzen: CF4(45), 40mTorr, 400W: 10min. Nitrit weg, Lack erhalten.	wlq1	
p56:	Startschicht fuer Galvanik aufspatzen: Cr, Ion-Beam: 20min/10min; Ni, Ion-Beam: 20min/35min; Lift-Off in 1M2P, 80grd. Ca 40nm Cr, 60nm Ni, Lift-Off sauber.	wlq1	
p57:	Nickelgalvanik mit Slotonip: Galvanik, Bad 98grd/Loesung 90grd: 11min; Entfernen des Oxids kann entfallen, da direkt aus Sputteranlage; Nickel ca 3000nm dick.	wlq1	
p58:	Galvanik-Maske entfernen: CF4(45), 40mTorr, 400W: 20min. Maske weg, Probe fertig, Prozessierung abgeschlossen.	wlq1	
p59:	Passivierung entfernen: Aceton, 50grd, 2 Glaeser: 10min. Probe fertig, Prozessierung abgeschlossen.	wlq3	

## Zwei-Lagen-Technologie

```

# Prozessdatenfile zu "test4", Andreas Munding, 14.02.2002
# Kurzprotokolle zum Prozessablauf
# Proben fuer Kupfer-Technologie "w3q1", "w3q2", "w3q3", "w3q4"
#
# Format der Eintraege:
# 1. Zeile: <Prozessnummer>: <Titel>: <Probe>, <Proben>
# 2. Zeile: <Beschreibung und Parameter>;
# <Beschreibung und Parameter>.
# Nach 1.Punkt: <Ergebnis und Beobachtung>.
#
p01: 3-Schritt-Wafergrundreinigung mit HF: w1, w2, w3
H2O2+H2SO4(1:2): 5min;
H2O2+NH3(1:1): 10min;
gepufferte HF: 45s;
H2O2+HCl(1:1): 10min.

p02: Diamant-CVD, Bekeimung und Wachstum: w3
Bekeimung, 200V: 30min;
Wachstum: 2h;
Wachstum: 2.5h.
Probe beim Zuschalten von CH4 verrutscht.

p03: Substratreinigung in Chromschwefelsaeure: w1, w2, w3
H2SO4+CrO3: 1h;
Koenigswasser: 10min.
Entfernt Graphitreste vom Di-Wachstum.

p04: Wafer aufspalten, Splitter abspuelen: w1, w2, w3
Bezeichnung nach Quadranten,
grosses Flat unten: q1, q2, q3, q4.

p05: Plasma-CVD, Nitrit abscheiden: w3q1, w3q2, w3q3, w3q4
Dicke: 1000nm; 300grd.
Maskierung fuer KOH-Aetzloesung.

p05: Lithographie fuer Nitrit-Maske: w3q1, w3q2, w3q3, w3q4
AZ5214, 6krpm; 100grd, 90s;
Bel 17mW/cm2, 7s; Entw AZ-MIF 35s.
Maske CU/KOH.

p06: Rueck Katzen des Si-Nitrits: w3q1, w3q2, w3q3, w3q4
CF4(45sccm), 40mTorr, 400W: 10min.
Si scheint durch, Nitrit weg.

p07: Anisotropes Aetzen von Silizium: w3q1, w3q2, w3q3, w3q4
KOH-Loesung, 80grd: 6h;
Nicht ganz durch: Nachaetzen
KOH-Loesung, 80grd: 2h.
Membrane sind freigelegt.

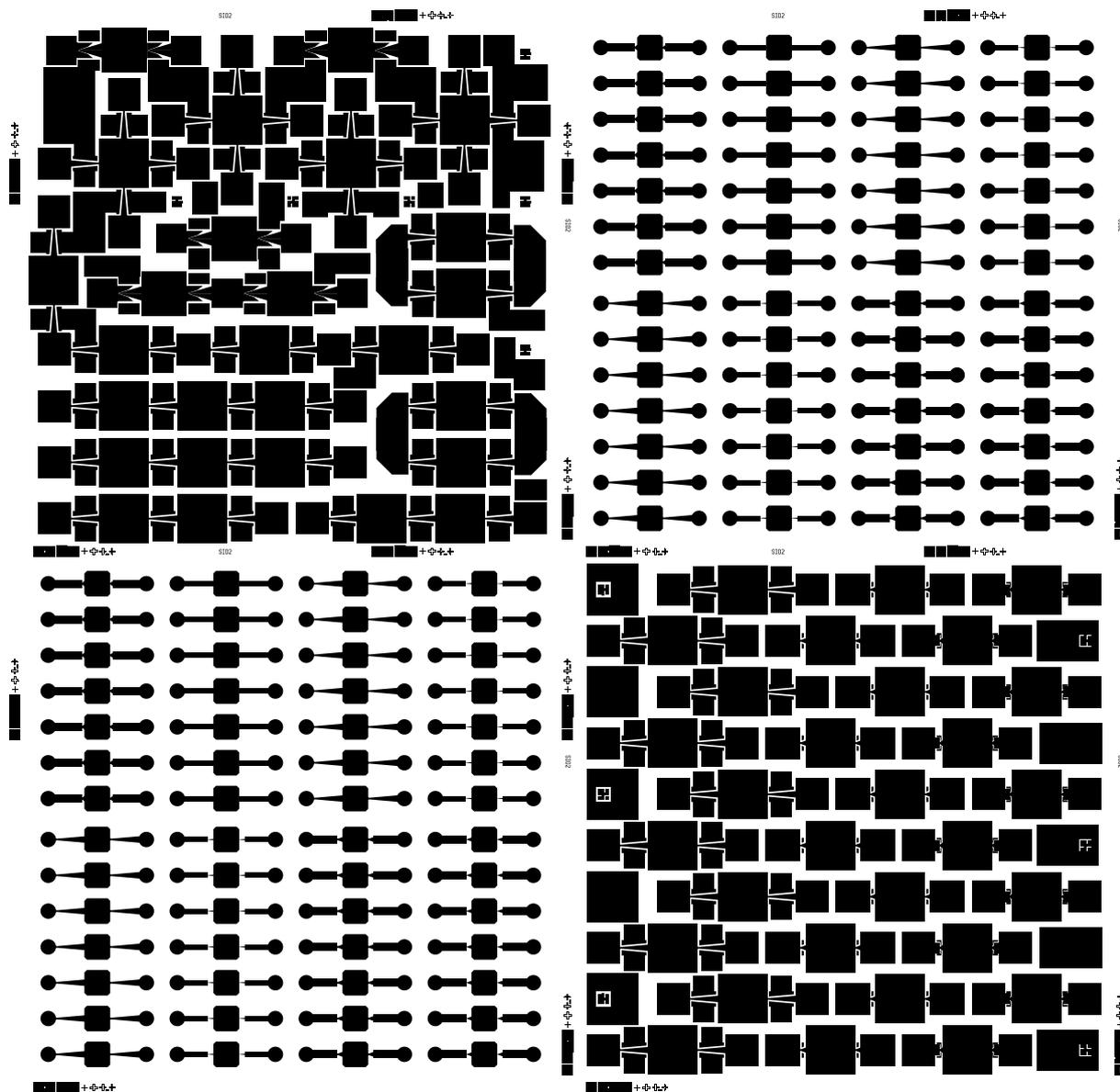
p08: Lithographie fuer Kontaktmetallisierung: w3q1, w3q2, w3q3, w3q4
Verkleben auf Glastraeger (Cristalbond);

```

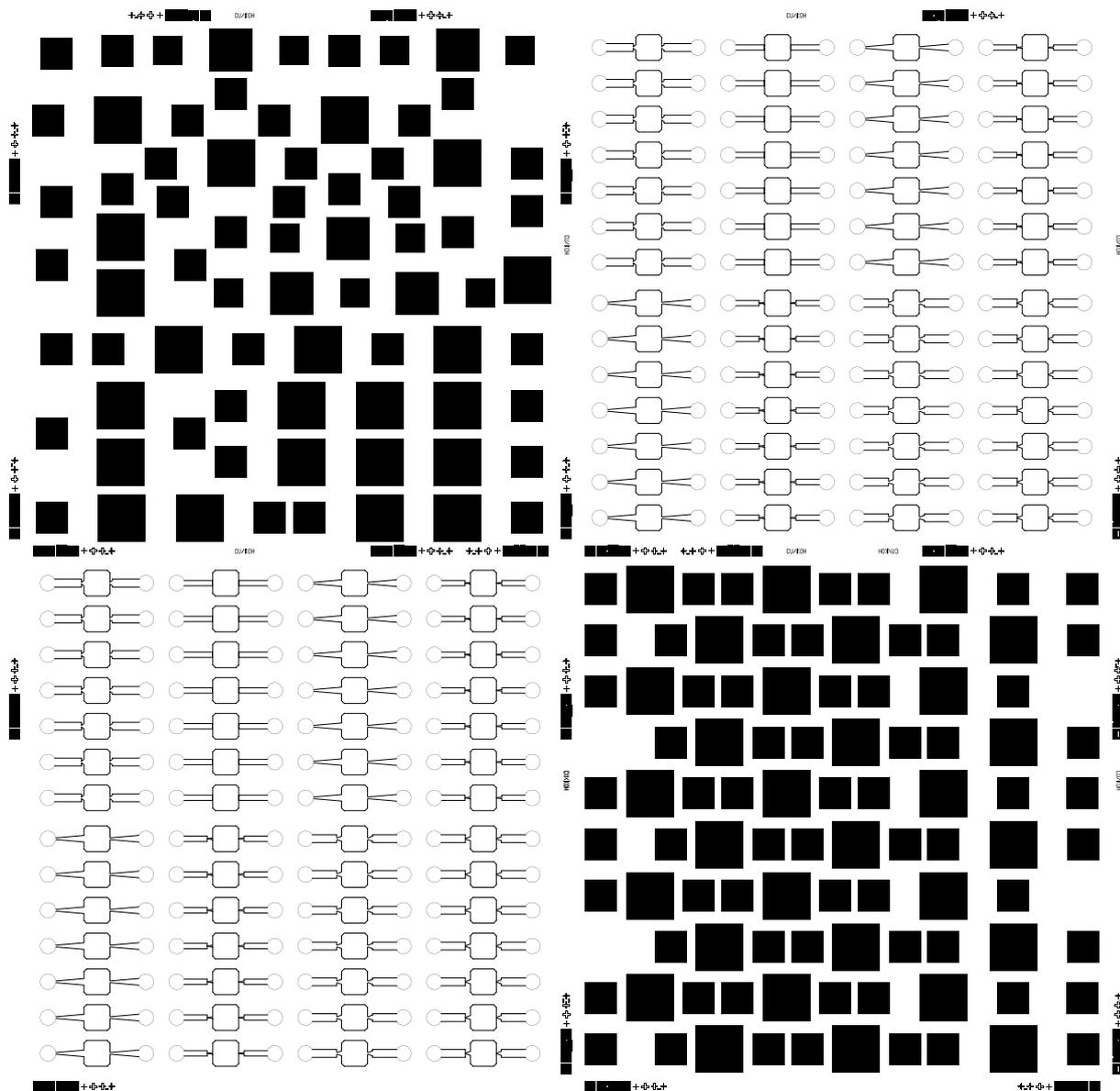
### A.2.3 Zeichnungen

Hier findet sich ein Auszug der mit dem CAD-Programm LEDIT erstellten Masken-Layer. Jedes der fünf verwendeten Layer ist separat auf einer Seite dargestellt, wobei alle geschlossenen Figuren opak dargestellt wurden.

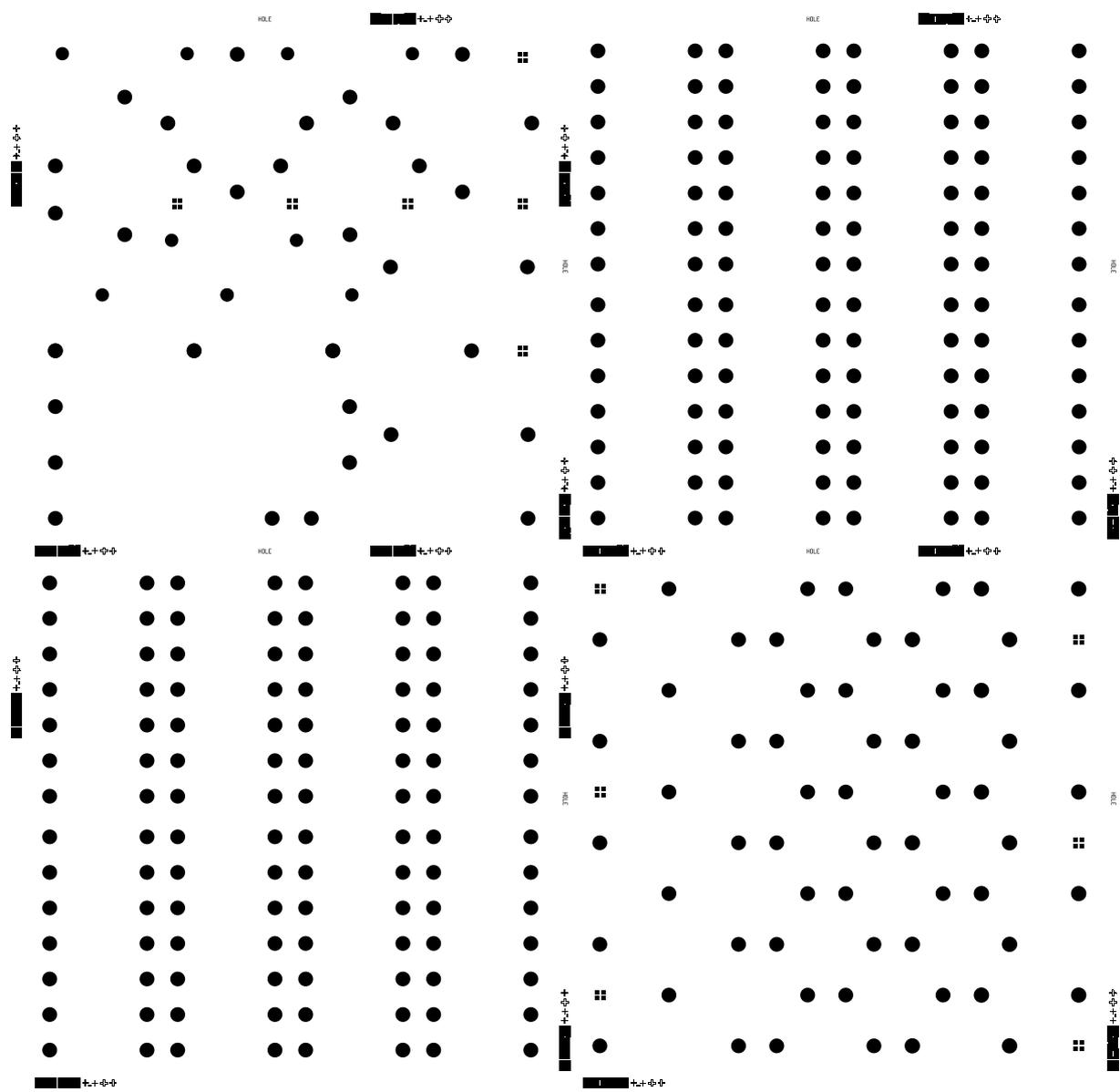
**Masken-Layer „SiO<sub>2</sub>“.** Prozessgruppe P1 enthält Pumpenstrukturen für die monolithische Integration mit SiO<sub>2</sub>-Opferschichten. P2 und P3 definieren den Fluidbereich für Realisierungen auf zwei Chip-Lagen, d. h. die hellen Bereiche werden in SU 8 ausgeführt.



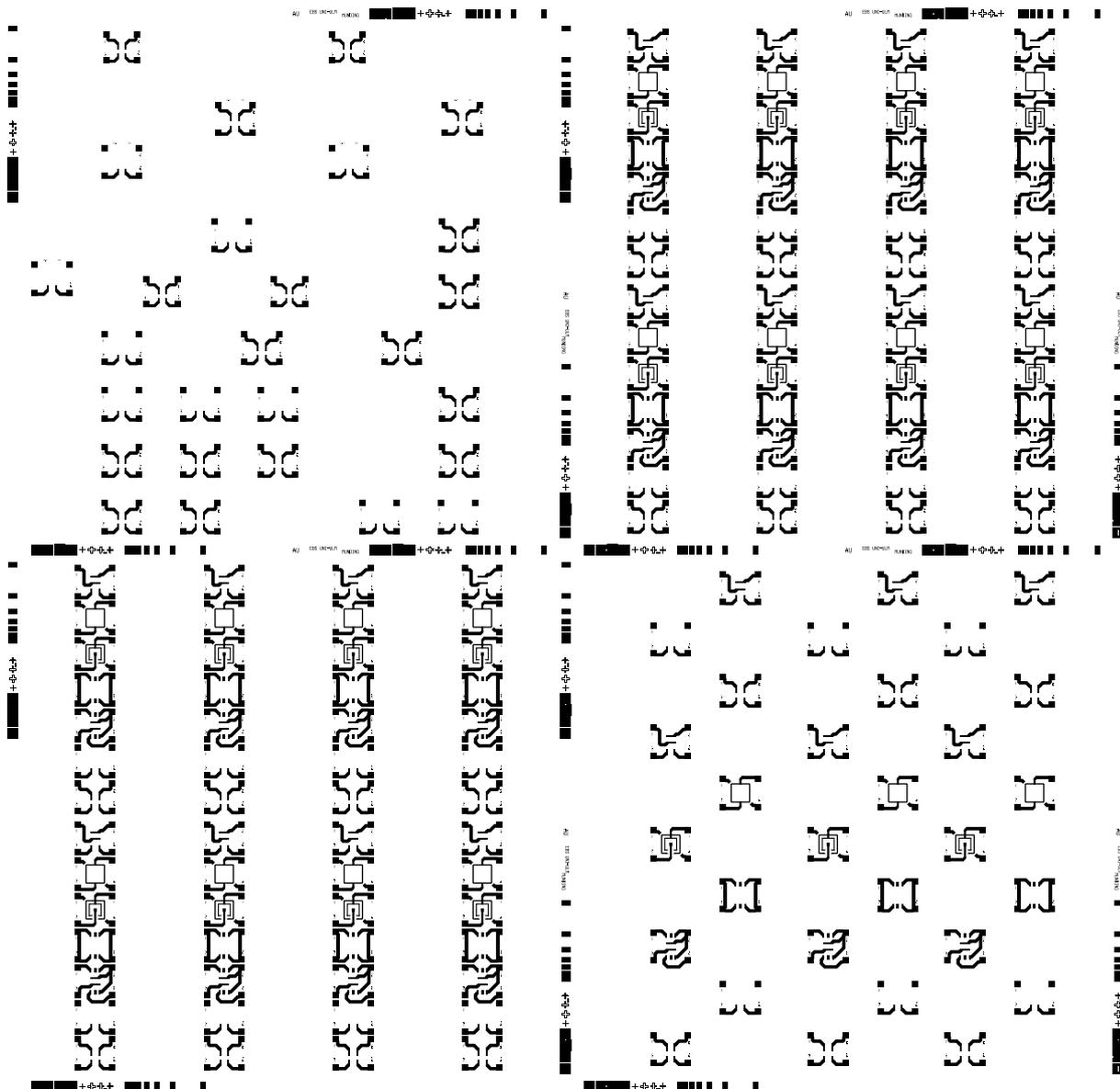
**Masken-Layer „CU“.** Prozessgruppe P1 enthält Ringstrukturen, die als tiefe Gräben in Kupfer angelegt werden sollen. Dieser Layer ersetzt die Prozessgruppe P1 aus dem „SIO<sub>2</sub>“-Layer, wenn dicke Opferschichten ( $> 20\mu\text{m}$ ) zum Einsatz kommen. Die Felder P2 und P3 definieren die in KOH von unten durchzuätzenden Quadrate und sind hier bereits spiegelverkehrt angeordnet.



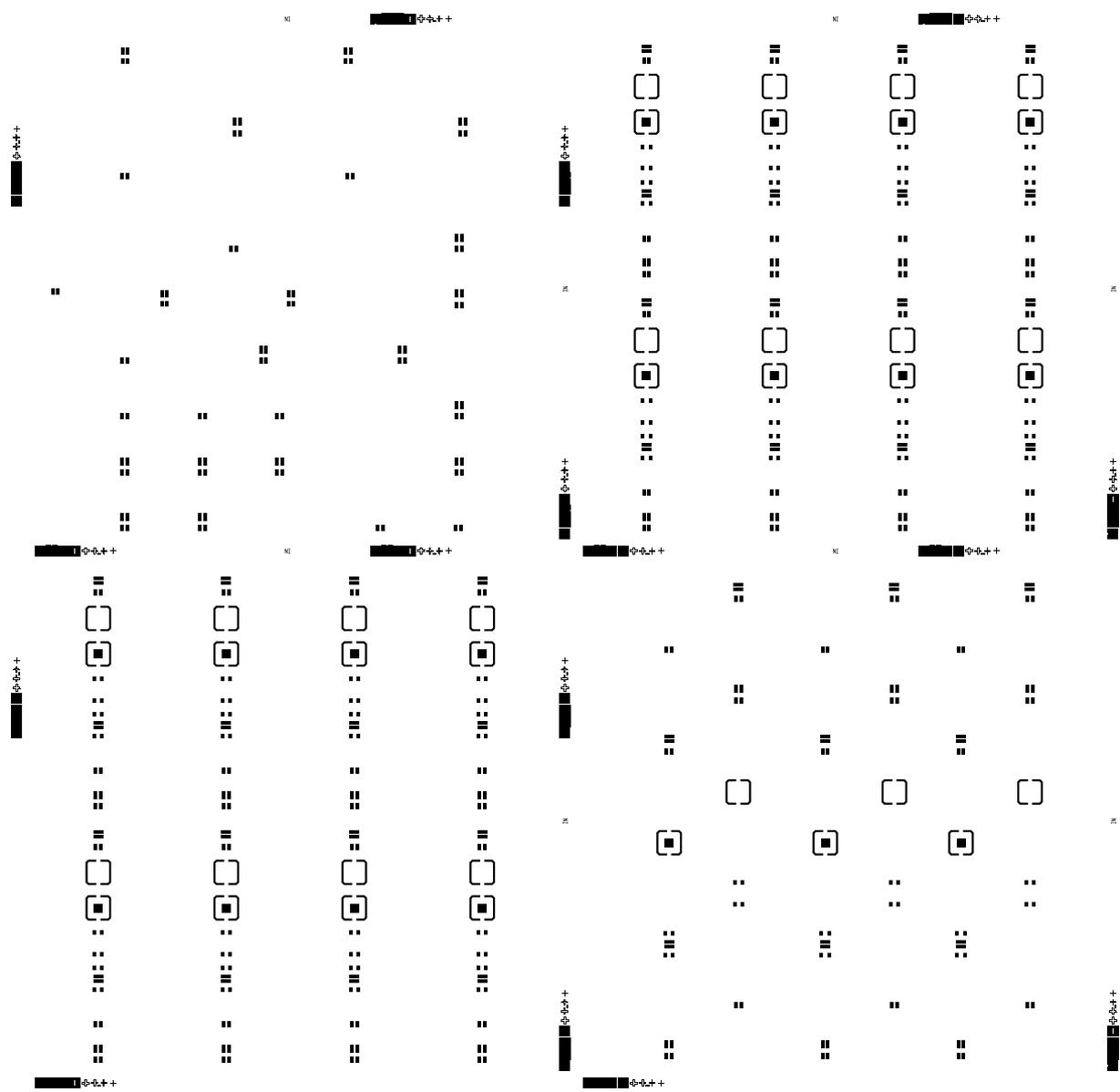
**Masken-Layer „HOLE“.** Das hier abgebildete Layer legt die Position und Form der Löcher fest, die von außen durch die obere Diamant-Schicht auf die Opferschicht, bzw. in den Hohlraum führen. Auf P2 und P3 befinden sich zusätzlich Figures, die die Justiermembrane perforieren und dadurch ein Kreuz bilden.



**Masken-Layer „AU1“.** Dies ist das Metallisierungs-Layer für die Bahnkontakte aus Gold. Diese Version wird zur Realisierung der Heizertypen 1a und 1b verwendet. Das Layer für Typ 2 wurde hier nicht abgedruckt. Prozessgruppe P2 enthält nur Strukturen der Geometrie 1.



**Masken-Layer „NI“.** Die dunklen Figuren definieren die galvanisch abzusecheidenden Nickelstrukturen. Es sind jeweils paarweise angeordnete Streifen oder Ringe zu sehen. Dieses Layer ist auch für die Isolationsschicht der Typ-2-Heizer mit „Sandwich“-Struktur vorgesehen. Durch Variation der Belichtungs- und Lackparameter kann der Bereich eventuell vergrößert werden.



## Literatur

- [1] Adamschik, Mario: Diamant in der Mikrosystemtechnik — Mikroreaktorsystem für biomedizinische Anwendungen. Diss., Abt. EBS, Universität Ulm, 2001
- [2] Steidl, Dietmar: Einsatz von CVD-Diamantschichten in Herz-Ablationskathetern. Studienarbeit, Abt. EBS, Universität Ulm, 2000
- [3] Kusterer, Joachim: Entwicklung, Herstellung und Charakterisierung von oberflächenmikromechanischen Diamantschaltern. Diplomarbeit, Abt. EBS, Universität Ulm, 2001
- [4] Schmid, Philip: Bistabiler thermischer Mikroschalter mit Diamant-Brücken. Vortrag am 21.02.2002, Abt. EBS, Universität Ulm, 2002
- [5] Denisenko, Andrej et al.: Hypothesis on the conductivity mechanism in hydrogen terminated diamond films. *Diamond Related Materials*, 2000
- [6] Aleksov, A. et al: Diamond surface channel FET with  $f_{\max}$  above 30 GHz. accepted to 59th Device Research Conf. Notre Dame, Indiana, USA, 2001
- [7] Berg, Albert v. d.; Lammerink, T. S. J.: *Micro Total Analysis Systems: Microfluidic Aspects, Integration Concept and Applications. Topics in Current Chemistry*, Vol. 194, Springer Verlag Berlin Heidelberg, 1998
- [8] Shoji, Shuichi: *Fluids for Sensor Systems. Topics in Current Chemistry*, Vol. 194, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 1998
- [9] Ehrfeld, W.; Hessel, V.; Lehr, H.: *Microreactors for Chemical Synthesis and Biotechnology — Current Developments and Future Applications. Topics in Current Chemistry*, Vol. 194, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 1998
- [10] Stemme, Erik; Stemme, Göran: A valveless diffuser/nozzle-based fluid pump. *Sensors and Actuators A*, 39 (1993), 159–167, Elsevier Science B. V., 1993
- [11] Gerlach, Torsten; Wurmus, Helmut: Working principle and performance of the dynamic micropump. *Sensors and Actuators A*, 50 (1995), 135–140, 1995
- [12] Gerlach, Torsten: Microdiffusers as dynamic passive valves for micropump applications. *Sensors and Actuators A*, 69 (1998), 181–191, 1998
- [13] Olsson, A.; Stemme, G.; Stemme, E.: Diffuser Element design investigation for valve-less pumps. *Sensors and Actuators A*, 57 (1996), 137–143, 1996
- [14] Olsson, A.; Stemme, G. und E.: Numerical and experimental studies of flat-walled diffuser elements for valve-less micropumps. *Sensors and Actuators A*, 84 (2000), 165–175, 2000
- [15] Zou, Q.; Sridhar, U.; Lin, R.: A study on micromachined bimetallic actuation. *Sensors and Actuators A*, 78 (1999), 212–219, 1999

- [16] Büttgenbach, S.: Mikromechanik — Einführung in Technologie und Anwendungen. 2. Aufl., Teubner Studienbücher, Stuttgart, 1994
- [17] Runyan, Walter R.: Semiconductor integrated circuit processing technology. Addison-Wesley Publishing Company, Inc., 1990
- [18] Zierep, J.; Bühler, K.: Strömungsmechanik. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 1991
- [19] Heuberger, Anton: Mikromechanik: Mikrofertigung mit Methoden d. Halbleitertechnologie. Korrigierter Nachdruck, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 1991
- [20] Köhler, Michael: Ätzverfahren für die Mikrotechnik. WILEY-VCH Verlag GmbH, D-69469 Weinheim, 1998
- [21] Kaiser, Alexander: Herstellung eines thermischen Diamantaktors zur Mikrodosierung aggressiver Reaktanten. Diplomarbeit, Abt. EBS, Universität Ulm, 2000
- [22] Müller, Günter; Groth, Clemens: FEM für Praktiker — Die Methode der finiten Elemente mit dem FE-Programm ANSYS. 3. Aufl., Expert-Verlag (Edition expertsoft; 23), 1997
- [23] Wiesche, Stefan aus der: Modellbildung und Simulation thermofluidischer Mikroaktoren zur Mikrodosierung. Diss., Universität Ulm, Fortschritt-Berichte VDI, VDI-Verlag Düsseldorf, 2001
- [24] Moser, Andreas O.: Phasenübergang in thermischen Mikroaktoren. Diplomarbeit, Universität Ulm, 1996
- [25] MEMS Exchange<sup>sm</sup>: Layout and Mask Conventions. Copyright 2001 by MEMS Exchange, <http://www.mems-exchange.org>, 2002
- [26] Münch, Waldemar v.: Werkstoffe der Elektrotechnik. 7., überarb. Aufl., Teubner Studienskripten, Stuttgart, 1993
- [27] Tesla, N.: Valvular Conduit. U. S. Patent Nr. 1 329 559. United States Patent Office, 1920
- [28] Forster, Fred K. et al.: Micropumps with fixed Valves. U. S. Patent Nr. 5 876 187, Drawing Sheets 1–7. United States Patent Office, Mar. 2, 1999
- [29] Bardell, Ron L. et al.: Designing High-performance Micro-pumps based on no-moving-parts Valves. DSC-Vol. 62 / HTD-Vol. 354, pp. 47–53, Micromechanical Systems (MEMS) ASME, 1997
- [30] Jeong, Ok Chan et al.: Fabrication and test of a thermopneumatic micropump with a corrugated p+ diaphragm. Sensors and Actuators A, 83 (2000), 249–255, 2000