

Ultraschallfertigung zur Herstellung mikrofluidischer Systeme

Von der Fakultät für Maschinenwesen der Rheinisch-Westfälischen Technischen
Hochschule Aachen zur Erlangung des akademischen Grades eines Doktors der
Ingenieurwissenschaften genehmigte Dissertation

vorgelegt von

Johannes Sackmann

Berichter: Universitätsprofessor Dr. rer. nat. Werner Karl Schomburg

Privatdozent Dr.-Ing. Matthias Worgull

Tag der mündlichen Prüfung: 21.10.2015

Diese Dissertation ist auf den Internetseiten der Universitätsbibliothek online verfügbar

I Vorwort

Die vorliegende Arbeit entstand in den Jahren 2012 bis 2015 während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Lehr- und Forschungsgebiet Konstruktion und Entwicklung von Mikrosystemen (KEmikro) an der RWTH Aachen University.

In dieser Zeit wurde ich von Prof. Dr. rer. nat. Werner Karl Schomburg betreut. Für die Übernahme dieser Aufgabe, die konstruktiven Gespräche und die Unterstützung möchte ich mich herzlich bedanken.

Außerdem danke ich PD Dr.-Ing Matthias Worgull und Prof. Dr.-Ing Andreas Jupke für das Übernehmen des Zweitgutachtens und des Prüfungsvorsitzes.

An die ehemaligen Kollegen von KEmikro ein inbrünstiges Dankeschön für die tolle Zeit und den moralischen und praktischen Beistand. Im Speziellen ist hierbei Thomas Janhsens gemeint, welcher mit seinem elektrotechnischen Sachverstand den einen oder anderen Tag gerettet hat.

Ein herzliches Danke geht natürlich an die Kooperationspartner des Lehrstuhls für Technische Thermodynamik unter Prof. Dr.-Ing. André Bardow, den Lehrstuhl für Angewandte Mikrobiologie unter Prof. Dr.-Ing. Lars Blank und der Arbeitsgruppe Apparate Design der TU Dortmund unter Prof. Dr.-Ing. Norbert Kockmann.

Besonders möchte ich Alexander Tollkötter danken, mit dem während seiner Zeit bei Apparate Design, viele neue Ansätze erdacht und getestet wurden. Für die stundenlangen Telefonate zur Lösung von wissenschaftlichen Problemen, die Treffen innerhalb sowie außerhalb der Arbeitszeiten zur Aufrechterhaltung der Kooperationsbemühungen und seine unglaublich sympathische und aufmunternde Art.

Die unzähligen Master-, Bachelor-, und Projektarbeiter/innen müssen ebenfalls erwähnt werden, welche mit Ihrem Fleiß und ihrer Geduld einen Anteil an dieser Arbeit haben.

Selbstverständlich möchte ich mich ebenfalls bei meinen Eltern, meinem Großvater und meiner Verlobten bedanken, welche die größte Motivation zur Vollendung der Arbeit darstellten.

II Kurzfassung

Der Einsatz von Ultraschall zur Plastifizierung von Materialien, im Speziellen thermoplastischer Kunststoffe, ist schon seit über einem halben Jahrhundert Gegenstand der Forschung [II.1]. Heutzutage werden Ultraschallmaschinen in der Industrie in erster Linie als kostengünstige und schnelle Variante, zur Reinigung und zum Verbinden von Materialien im Makromaßstab, verwendet [II.2]. Hierbei werden Schwingkörper sogenannte Sonotroden eingesetzt, welche eine hochfrequente, mechanische Schwingung in das Werkstück einbringen und sie so formbar machen. Die Fläche, auf der die Bearbeitung anhand einer einzelnen Maschine durchgeführt werden kann, ist dabei standardmäßig von der Größe einer Chipkarte.

Durch die Kombination mit speziellen Formwerkzeugen kann die Palette an Anwendungsmöglichkeiten erweitert und zusätzlich Strukturen im Submillimeter-Bereich hergestellt werden [II.3]. Das Ultraschallheißprägen kann anschließend mit bestehenden Bearbeitungsverfahren, wie Ultraschallschweißen, -nieten, etc. kombiniert und so ganze Mikrosysteme hergestellt werden. Diese Ultraschallfertigungsmethoden, mit Fokus auf dem Ultraschallheißprägen, wurden im Rahmen der vorliegenden Arbeit analysiert und die praktische Umsetzung der theoretischen Untersuchungen anhand der Herstellung von unterschiedlichen Mikrosystemen dargestellt.

Hierzu wurden zunächst die Grundlagen zu den Ultraschallfertigungsmethoden betrachtet. Die Verteilung des Ultraschalls im Halbzeug, Auslegung der Prägewerkzeuge im Hinblick auf die benötigten funktionalen und konstruktiven Geometrien und die Kombination artfremder Kunststoffe. Dadurch konnte eine Abschätzung zu den Möglichkeiten und Grenzen der Verfahren gemacht und auf die Fertigung übertragen werden.

Ein Schwerpunkt lag auf der Konstruktion von mikrofluidischen Systemen, welcher eine Kontaktierung dieser Einheiten mit Förderapparaten oberhalb des Mikrometerbereichs, wie Pumpen oder Gasflaschen, voraussetzte. Es wurden sowohl kommerziell erhältliche Verbinder, als auch eigene Ansätze mit exotischeren Anschlussoptionen getestet. Dabei wurden planare und auch senkrecht zum System befindliche Kontaktierungsmöglichkeiten erarbeitet und deren Vor- und Nachteile diskutiert.

Die Evaluierung der Anschlussoptionen führte zu einem modularen Mikrosystem-Konzept, dessen Baukasten auf Basis der Ultraschallfertigungsmethoden vielfältig erweiterbar war. Dies sollte in Kombination mit dem schnellen, flexiblen und kostengünstigen Herstellungsverfahren die Grundlage für ein anpassungsfähiges Paket aus „Einweg-Artikeln“ schaffen. Die ersten elementaren Module waren hierbei zunächst in ihrer Geometrie abweichende Strukturen zum Mischen und Trennen von Fluiden, welche anschließend durch Sensoreinheiten, zur Messung von Reaktionstemperaturen und Flüssigkeitsströmen, erweitert wurden.

Abschließend wurden zwei Mikrosysteme außerhalb des Modul-Kits betrachtet, die durch ihre Voraussetzungen eine alternative Herangehensweise zur Fertigung und Montage der Mikrostrukturen notwendig machten. Dabei handelte es sich um einen Bioreaktor zur Züchtung und selektiven Regulierung einer Genexpression, bei der vom standardmäßigen Ultraschallheißprägen in einen Folienstapel abgewichen wurde. Weiterhin um eine Messstrecke, zur Ermittlung von Diffusionskonstanten mit möglichst kleinem Kanalquerschnitt bei einer größtmöglichen Länge der Diffusionsstrecke.

III Abstract

The use of ultrasound for plasticizing materials, in particular thermoplastics, is the subject of research for over half a century [II.1]. Today, in the industry ultrasound machines are primarily used as an inexpensive and quick option for cleaning and bonding materials on a macroscale [II.2]. For this purpose, acoustic waveguides, so called sonotrodes, are used to transfer a high-frequency, mechanical vibration into the work piece making them moldable. The default machining area of a single ultrasonic machine has the size of a chip card.

The range of application is extendable by usage of special molds, which enable the embossing of structures in the sub millimeter range [II.3]. The combination of this technique, the so-called ultrasonic hot embossing, with existing processing methods such as ultrasonic welding, - riveting, etc., allows the fabrication of a variety of microsystems. These ultrasonic assembly methods, with focus on ultrasonic hot embossing, were analyzed in this thesis and the practical implementation of the theoretical investigations were exemplified by the fabrication of different microsystems.

For this purpose, the fundamentals of the ultrasonic manufacturing methods have been discussed first. The core areas were the distribution of the ultrasound through the wrought material, dimensioning of the mold with regard to the required functional and constructive geometries and the combination of different species of plastics. This allowed an estimation of the possibilities and limitations of the methods.

One of the key aspects of the work was the construction of microfluidic devices. Therefore, a fluidic connection between the microsystems and devices above the micron range, such as pumps or gas cylinders, are required. In addition to commercially available connectors, own approaches with more exotic options have been tested. Connection components located planar and perpendicular to the system were developed and their advantages and disadvantages discussed.

The evaluation of connectivity options resulted in a concept of modular microsystems whose versatile and expandable kit was based on the ultrasonic fabrication methods. The aim was to provide the basis for an adaptable package of "disposable articles" in combination with a fast, flexible and cost-effective production process. The first elementary modules were systems that differ in their geometrical structure for the

mixing and separation of fluids, which were subsequently extended by sensor units for the measurement of reaction temperatures and volumetric flow rates.

Finally, two microsystems were reviewed outside the module kit that needed an alternative approach of manufacturing and assembly of the microstructure, necessitated by their requirements. A bioreactor for the growing of a yeast strain and the selective regulation of their gene expression. Here the typical approach of ultrasonic hot embossing the structure into a stack of foils hasn't been used. Instead, the channel was prepared by ultrasonic hot embossing into a combination of a 0.125 mm foil and a 3 mm polymer plate. Secondly, a measuring section, for the determination of diffusion constants with the smallest possible channel cross section at a maximum channel length was fabricated.

IV Inhaltsverzeichnis

I	Vorwort.....	5
II	Kurzfassung.....	7
III	Abstract.....	9
IV	Inhaltsverzeichnis	11
V	Abkürzungsverzeichnis	13
1	Einleitung	15
2	Stand der Technik	17
2.1	Ultraschallschweißen.....	17
2.1.1	Theorie zur Energieübertragung und -umwandlung.....	20
2.2	Alternative formschlüssige Verbindungen	21
2.2.1	Ultraschallnieten	21
2.2.2	Ultraschallbördeln	23
2.3	Ultraschallstanzen und -schneiden.....	24
2.4	Oberflächenstrukturierung mittels Ultraschall	25
2.5	Ultraschallheißprägen.....	27
2.6	Mikrofluidik	29
3	Grundlagen zur Ultraschallfertigung	31
3.1	Ultraschallverteilung während des Prägevorgangs.....	31
3.2	Schweißkombinationen nach dem Ultraschallheißprägen	40
3.3	Energiedirektoren für das Verschweißen von Mikrosystemen	44
3.4	Vorstrukturierung	48
3.5	Ultraschallthermoformen	50
4	Mikrofluidische Anschlussoptionen	52
4.1	„Out of plane“-Varianten	52
4.2	„In plane“-Varianten.....	55
5	Modulares Konzept zur variablen Verschaltung von Mikrosystemen	60
5.1	Mischer und Verweilzeitstrecke	61
5.1.1	Fertigung der Mischer- und des Verweilzeitmoduls	62
5.1.2	Charakterisierung der Verweilzeit- und Mischermodule	64
5.2	Stofftrennung.....	65

5.2.1	Fertigung des Separatormoduls.....	65
5.2.2	Charakterisierung des Separatormoduls.....	67
5.3	Temperatur- und Multisensormodul.....	69
5.3.1	Fertigung der Sensormodule.....	69
5.3.2	Charakterisierung der Sensormodule	74
6	Sonstige Mikrosysteme	81
6.1	Bioreaktor	81
6.1.1	Fertigung des Bioreaktors	81
6.1.2	Analyse	85
6.2	Chip zur Bestimmung von Diffusionskonstanten	86
6.2.1	Fertigung der Diffusionskanäle	87
6.2.2	Analyse	89
7	Ausblick	92
8	Literaturverzeichnis	94
9	Anhang	101

V Abkürzungsverzeichnis

Polymere

ABS – Acrylnitril-Butadien-Styrol-Copolymer

FEP – Tetrafluorethylen-Hexafluorpropylen- Copolymer

PA – Polyamid

PC – Polycarbonat

PE – Polyethylen

PEEK – Polyetheretherketon

PET – Polyethylenterephthalat

PFA – thermoplastisches Tetrafluorethylen-Perfluoralkoxyvinylether-Copolymer

PLA – Polylactid

PMMA – Polymethylmethacrylat

PP – Polypropylen

PS – Polystyrol

PPS – Polyphenylensulfid

PTFE – Polytetrafluoroethylen

PVC – Polyvinylchlorid

PVDF – Polyvinylidenfluorid

SAN – Styrol-Acrylnitril-Copolymer

Formelzeichen

A_s – Schweißamplitude

B – Breite

D - Dicke

d - Durchmesser

F_{Tr} – Triggerkraft (Auslösekraft)

H - Höhe

L – Länge

p – Druck

pH – negative dekadische Logarithmus der Wasserstoffaktivität

r – Radius

R_q – quadratische Rauheit

T – Temperatur

T_g – Glasübergangstemperatur

t_s – Schweißzeit

V – Volumen

λ – Wellenlänge

Sonstige

AWS – American Welding Society

DSC – dynamische Differenzkalorimetrie (differential scanning calorimetry)

DVS – Deutscher Verband Für Schweißtechnik

GFP – grün fluoreszierendes Protein (green fluorescent protein)

NdFeB – Neodym-Eisen-Bor-Legierung

PIV – optisches Verfahren zu Bestimmung von Geschwindigkeitsfeldern (particle image velocimetry)

RGB – additiver Farbraum aus Rot-Grün-Blau

YNB – Minimalmedium (yeast nitrogen base)

1 Einleitung

Die Bearbeitung von thermoplastischen Kunststoffen reicht zurück bis zum Anfang der 1960er Jahre [II.1]. Aufgrund der stetig wachsenden Nachfrage von Kunststoffen als Werkstoff Anfang der fünfziger Jahre des 20. Jahrhunderts [1.1], ergab sich die Notwendigkeit diese zu fügen. Eine Alternative war das Ultraschallschweißen, mit welchem sich diese ersten Veröffentlichungen beschäftigen. Mit diesem Verfahren wurden thermoplastische Pulver in Form gepresst [1.2][1.3], Folienmaterial versiegelt und Werkstücke in unterschiedlichen Bereichen der Industrie gefügt. Die Technologie ist dabei jedoch nicht nur auf Kunststoffe beschränkt, es lassen sich auch dünne Metallfolien [1.4] verschweißen oder Materialkombination in Verbindung mit thermoplastischen Materialien durch Ultraschallnieten und -bördeln formschlüssig verbinden.

In den nahezu 60 Jahren der Entwicklung dieser Technologie ergaben sich, neben dem Verbinden von Kunststoffteilen durch Ultraschall auch andere Einsatzgebiete, wie das Trennen, Säubern und die Oberflächenveredelung von Materialien [II.2].

Beim Ultraschalltrennen kann zwischen Schneiden und Stanzen unterschieden werden. In beiden Fällen wird eine scharfe Schnittkante mit Hilfe von Ultraschallschwingungen in das Material gepresst. Der Vorteil gegenüber den herkömmlichen Methoden ist der reduzierte Kraftaufwand und der reduzierte Verschleiß des Werkzeugs.

Die Oberflächenveredelung erfolgt durch Ultraschallprägen, hiermit werden Logos, Schriften und andere Kavitäten in ein thermoplastisches Material eingebracht. Hierdurch wird der visuelle Effekt verbessert oder funktionelle Flächen geschaffen [1.5]. Erste wissenschaftliche Arbeiten zum Prägen mittels Ultraschall stammen aus den Jahren 2005 von Liu et al. [1.6] und 2006 von Lin et al. [1.7] und zeigen, neben dem Potential zum Einbringen von millimetergroßen Strukturen in Kunststoffplatten, auch die mögliche Temperaturverteilung im Material. Zusätzlich hierzu kombinierten Mekaru et al. das Heißprägen mit Ultraschallschwingungen um die verbesserte Befüllung von Kavitäten des Formkörpers aufzuzeigen [1.8].

Als nächsten logischen Schritt entwickelten Schomburg et al. 2008 das Ultraschallheißprägen, welches zur Konstruktion von polymerbasierten Mikrosystemen eingesetzt wird und ihren Einsatz in der Kleinserienfertigung findet [1.9]. Die Funktionsweise

leitet sich hierbei von den namensgebenden Verfahren Ultraschallschweißen und Heißprägen ab.

Die vorliegende Arbeit fasst die zuvor genannten Anwendungen unter dem Oberbegriff „Ultraschallfertigung“ zusammen und behandelt die gezielte Weiterentwicklung einzelner Aspekte wie des Ultraschallheißprägens. Dabei wird auf die Grundlagen dieser Technik eingegangen und deren Möglichkeiten und Grenzen in Bezug auf die konstruktiven Aspekte von mikrofluidischen Systemen aus thermoplastischen Polymeren untersucht.

2 Stand der Technik

Verfahren zum Bearbeiten von Werkstücken wie Ultraschall-, schweißen, -nieten, -bördeln, -stanzen und -schneiden waren bereits im Vorfeld der hier beschriebenen Arbeit bekannt. Ebenfalls gab es einige Veröffentlichungen zur Strukturierung von Oberflächen, als auch der Herstellung von Mikrosystemen durch Kombination von Ultraschallheißprägen und –schweißen. In diesem Kapitel werden die Verfahren kurz näher beleuchtet.

2.1 Ultraschallschweißen

Beim Ultraschallschweißen werden Ultraschallschwingungen zur Generierung von Wärme und dem damit einhergehenden Aufschmelzen des Schweißmaterials genutzt. Die hierfür eingesetzte Ultraschallschweißanlage (siehe Abb. 2.1) besteht aus drei Hauptkomponenten, dem Generator, dem Schwinggebilde und einem (pneumatischen) Antriebsmodul.

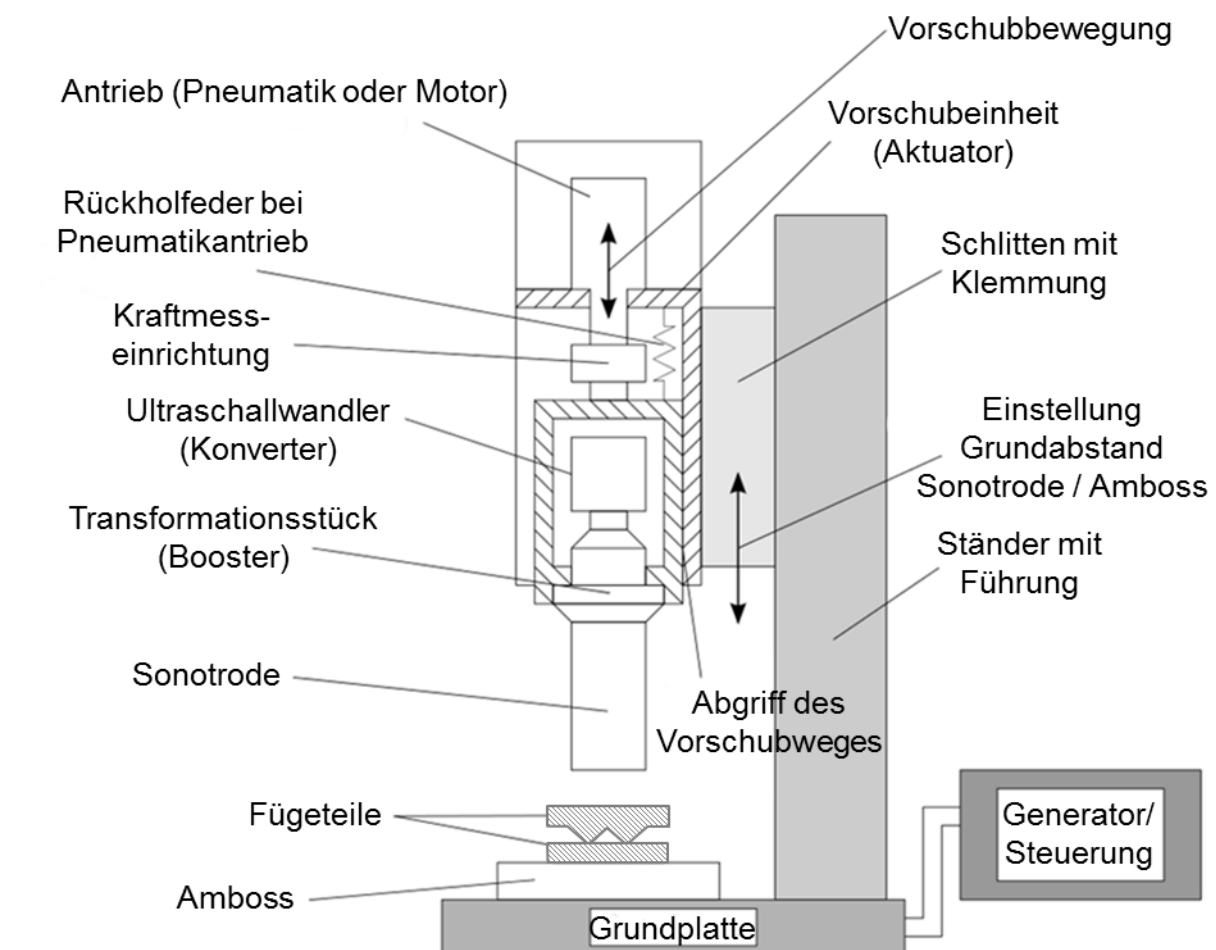


Abbildung 2.1: Schematische Darstellung einer kommerziell erhältlichen Ultraschallschweißmaschine [2.1].

Im Generator wird zunächst die Netzfrequenz von 50 Hz in eine übliche Ausgangsfrequenz zwischen 20 kHz und 70 kHz umgewandelt. Die tatsächliche Arbeitsfrequenz des Generators hängt dabei von der Resonanzfrequenz des Schwinggebildes ab [2.2]. Diese elektrische Schwingung wird im piezoelektrischen Konverter des Schwinggebildes in eine mechanische Schwingung umgesetzt und über das Amplitudentransformationsstück (Booster) und die Sonotrode in das Bauteil eingekoppelt. Das Antriebsmodul sorgt für den Anpressdruck zwischen Sonotrode und Werkstück, welches wiederum auf dem Amboss der Maschine befestigt wird.

Der Prozessablauf [2.3] einer Schweißung ist in Abbildung 2.2 dargestellt.

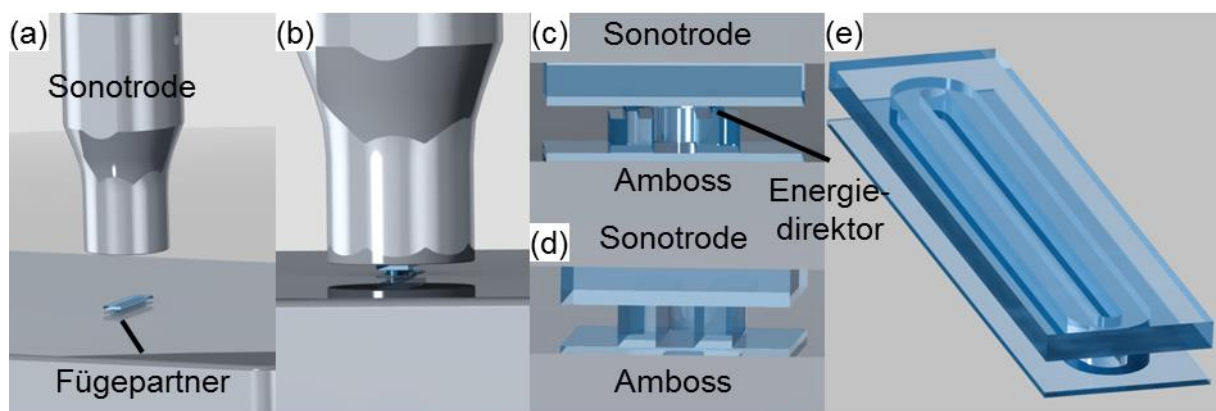


Abbildung 2.2: Darstellung des Ultraschallschweißprozesses: Positionierung des Werkstücks (a), Kraftaufbau bis zur Auslösekraft (b), Einbringung der Ultraschallenergie (c), Schmelzen der Energiedirektoren und Vermischung des Materials (d) und Abkühlen der Schmelze und stoffschlüssige Verbindung (e).

Die zu fügenden Werkstücke werden zunächst zwischen Amboss und Sonotrode einer Ultraschallschweißmaschine positioniert (Abb. 2.2 (a)). Nach dem Starten des Prozesses wird eine zuvor definierte Kraft aufgebaut, die sogenannte Triggerkraft (Auslösekraft) (Abb. 2.2 (b)). Beim Erreichen dieser wird eine Ultraschallschwingung mit konstanter Amplitude und Frequenz über die Sonotrode in die Fügeteile eingekoppelt (Abb. 2.2 (c)), welche zu innerer und Grenzflächenreibung an der Fügefläche führt. Der Anteil der Grenzflächenreibung nimmt mit dem statischen Anpressdruck ab, welcher durch die Triggerkraft und die Schweißkraft während des Prozesses gesteuert wird. Durch den Wärmeertrag aus der Reibung schmilzt das Material der beiden Komponenten und vermischt sich miteinander (Abb. 2.2 (d)). Die Ultraschallschwingung wird aufrechterhalten, bis ein zuvor festgelegtes Abbruchkriterium erreicht wird. Dieses kann entweder über den Schweißweg, die Schweißenergie oder die Schweißzeit bestimmt werden. Nach Beendigung des Ultraschalls erfolgt kein

Energieeintrag in die Bauteile mehr, wodurch sich diese im Schmelzbereich abkühlen, erstarren und eine stoffschlüssige Verbindung bilden (Abb. 2.2 (e)).

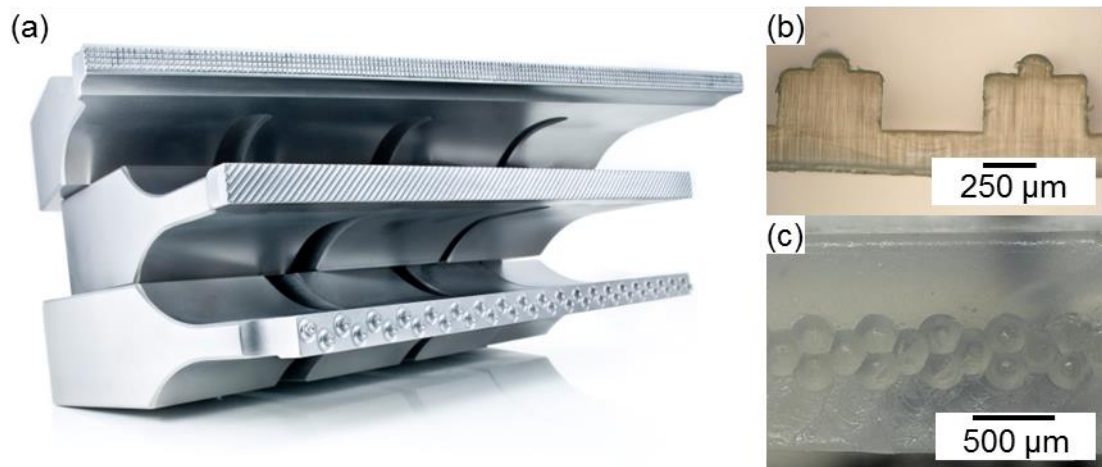


Abbildung 2.3: Strukturierte Sonotroden zum Verschweißen von Verpackungsmaterial (a) [2.4]. Energiedirektoren auf zu fügenden Komponenten: (b) Schnitt durch eine Grabenstruktur mit Energiedirektoren auf den Wänden und (c) Aufsicht auf kegelförmige Energiedirektoren.

Beim gezielten Verschweißen von Bauteilen oder Folien sind erhabene Strukturen notwendig. Diese befinden sich entweder auf einer strukturierten Sonotrode oder auf den zu fügenden Elementen und heißen Energiedirektoren bzw. Energierichtungsgeber (Abb. 2.3). Sie konzentrieren die Ultraschallenergie auf die Fügefläche, wodurch weniger Energie benötigt und ein kontrollierter Prozessverlauf ermöglicht wird.

2.1.1 Theorie zur Energieübertragung und -umwandlung

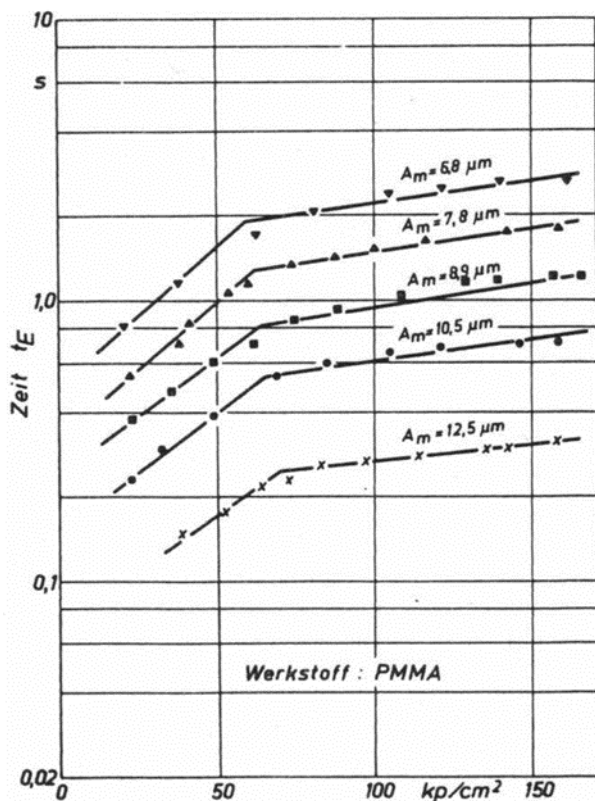


Abbildung 2.4: Schweißzeit als Funktion des statischen Anpressdrucks und der Amplitude [2.5].

Das Kapitel 2.1.1 fasst in erster Linie die Literaturstellen [2.2] und [2.5] zusammen.

Beim Einkoppeln der longitudinalen Ultraschallschwingungen in das Werkstück, bildet sich im Letzteren ein stehendes Wellenfeld aus. Die Umsetzung der Schwingung in Wärme erfolgt in Bereichen maximaler Wechsellspannung und –dehnung. Diese treten für die einfachste Werkstückform, einen Stab, bei den Längen $L = n \frac{\lambda}{2}$ (schallharter Abschluss; mit $n = 0, 1, 2, \dots$) und $L = n \frac{\lambda}{2} + \frac{\lambda}{4}$ (schallweicher Abschluss; mit $n = 0, 1, 2, \dots$) auf. Ein schallharter Abschluss ist in den meisten Fällen ein

Amboss aus Stahl oder Aluminium, ein schallweicher Abschluss im extremsten Fall Luft.

Die Art der Energieumwandlung hängt vom Fügedruck ab, welcher sich als Quotient aus statischer Anpresskraft (Maschinenparameter) und der Querschnittsfläche des zu fügenden Halbzeugs definiert. Abbildung 2.4 zeigt die experimentell ermittelte Abhängigkeit der Aufschmelzzeit (für PMMA) als Funktion der Amplitude und des statischen Anpressdrucks. Dabei sind zwei Bereiche mit unterschiedlicher Steigung zu erkennen. Im Bereich niedriger Anpressdrücke ist der Kurvenverlauf steil, hier setzt sich die Wärmeenergie aus einem inneren Reibungsanteil und einem Grenzflächenreibungsanteil zusammen. Im flacheren Kurvenverlauf wird das Werkstück durch die Anpresskraft so stark fixiert, dass der Anteil der Grenzflächenreibung wegfällt. Hier wäre eigentlich ein Verlauf der Kurve ohne Steigung zu erwarten, dennoch verlängert sich die Schweißzeit mit zunehmendem Anpressdruck geringfügig. Dies ist auf den Versuchsaufbau zurückzuführen. Dieser sah für die Untersuchungen zwei Werkstücke mit einem Energiedirektor an der Schweißnaht vor. Mit steigendem Anpressdruck

wurde dieser immer stärker abgeplattet, was wiederum zu einer Schallfeldverschiebung führte und somit die Energieübertragung beeinflusste.

Das Maß an übertragener Ultraschallenergie ist abhängig von der Geometrie / Dimensionierung des Werkstücks. Nimmt man wieder ein stabförmiges Halbzeug an, so ist die Energie für einen schallharten Abschluss maximal für die Länge des Stabes mit $L = n \frac{\lambda}{2} + \frac{\lambda}{4}$, ($n = 0, 1, 2, \dots$) und für den schallweichen Abschluss mit $L = n \frac{\lambda}{2}$, ($n = 0, 1, 2, \dots$). Die Abhängigkeit der übertragenen Ultraschallenergie von der Füge-
teilgeometrie und -dimensionierung tritt in erster Linie für hohe Fügedrücke ($\sim 1500 \text{ N/cm}^2$) auf und lässt sich theoretisch durch Absenken dieser fast vollständig beseitigen.

2.2 Alternative formschlüssige Verbindungen

Das Ultraschallschweißen ist in den meisten Fällen auf das Verbinden von stoffgleichen Materialien beschränkt. Bei den Kunststoffen werden dabei nur amorphe Kunststoffe untereinander und teilkristalline mit ähnlichem Schmelzpunkt verschweißt.

Durch Nieten und Bördeln wird ein formschlüssiges Gefüge von unterschiedlichen Werkstoffen in Kombination mit einem thermoplastischen Polymer ermöglicht.

2.2.1 Ultraschallnieten

Das Ultraschallnieten ist eine häufig eingesetzte Verbindungspraxis [2.2] deren Hauptunterschied zum Ultraschallschweißen darin besteht, dass die Schmelzformung nur eines Fügepartners durchgeführt wird [2.6].

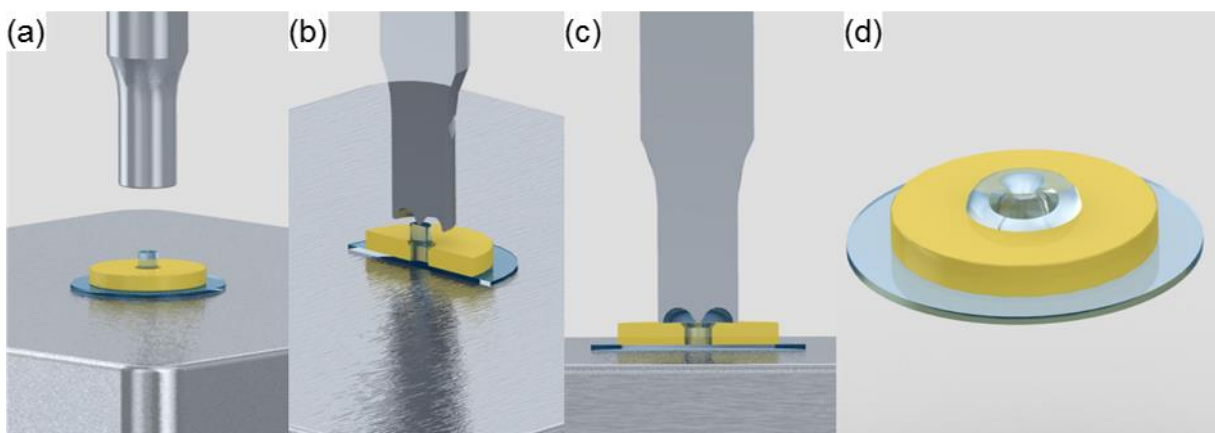


Abbildung 2.5: Prozessablauf beim Ultraschallnieten. Orientierung des Werkstücks mit dem Nietzapfen zur Sonotrode (a). Kraftaufbau bis zum Triggerpunkt (b). Plastifizieren des Nietzapfens durch Ultraschall (c). Kraftschlüssige Verbindung zweier Komponenten (d).

Ultraschallenergie wird bei diesem Verfahren in einem Nietzapfen konzentriert und dieser plastifiziert (Abb. 2.5 (c)). Idealerweise sollte das Länge-Durchmesser-Verhältnis vom Nietschaft nicht größer als 4:1 werden, um Brüche im Bereich des Zapfenfußes und die dadurch abnehmende Stabilität zu verhindern. Für überlange Zapfen kann durch eine konische Form oder eine Verstärkung des Zapfenfußes einer Rissbildung entgegengewirkt werden. Generell sollte die Absorption der Ultraschallenergie im oberen Bereich des Zapfens erfolgen.

Beim Ultraschallnieten wird mit sehr hohen Amplituden gearbeitet, weshalb sich für dünnwandige Bauteile mit hohen Anforderungen an die Nietfestigkeit Hohlzapfen (Abb. 2.6) empfohlen werden. Diese haben trotz ihrer kleinen Wandstärke einen großen Nietkopf-Querschnitt [2.7].

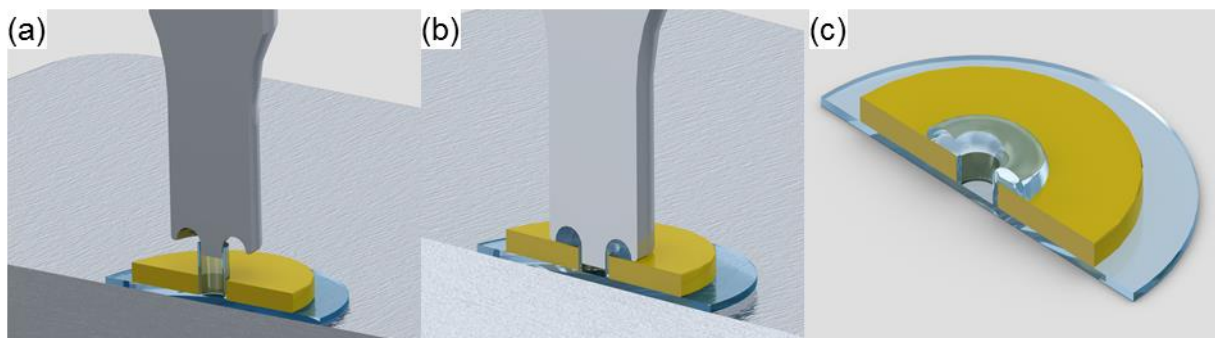


Abbildung 2.6: Ultraschallnieten eines Hohlzapfens. Stabilisierung des Hohlzapfens von Innen und Konzentration der Energie auf die Zapfenwände (a). Plastifizierung des Zapfenmaterials mit wenig Energie bei großer Querschnittsfläche (b). Kraftschlüssige Verbindung der Komponenten (c).

Durch die Struktur in der Sonotrodenoberfläche wird die Form des Nietkopfes vorgegeben, welche wiederum von der Geometrie des Nietzapfens und den Eigenschaften der gewählten Materialien abhängt. Für teilkristalline Materialien sollte der Sonotrodenkopf mit Querrillen oder anderweitigen Spitzenstrukturen versehen werden, so dass die Ultraschallenergie zusätzlich konzentriert eingetragen wird. Das Volumen des ausgebildeten Nietkopfs sollte dabei dem plastifizierten Volumen des Nietschafts entsprechen, um die Verdrängung von überflüssigem Material zu vermeiden [2.8].

Wie auch schon beim US-Schweißen verhalten sich amorphe Kunststoffe besser als teilkristalline. Für eine optimale Umwandlung von Ultraschallenergie in Wärme sollte der Elastizitätsmodul bis zum Erweichungs- bzw. Schmelzpunkt des Polymers möglichst lange hoch bleiben und erst am Ende abfallen. Der Verlustfaktor dagegen sollte hierbei einem entgegengesetzten Trend folgen. Für amorphe, thermoplastische Kunststoffe ist dies gegeben, für teilkristalline jedoch nicht. Zudem steigt in der Nähe

des Kristallitschmelzpunktes die spezifische Wärmekapazität stark an [2.5]. Aus diesen Gründen wird für das Bearbeiten von teilkristallinen Kunststoffen mehr Energie benötigt als für amorphe.

Problematisch ist der Einsatz von gefüllten (z.B. Glas- / Kohlefaser, Glaskugeln) und Hochtemperaturkunststoffen (Abb. 2.7). Die Differenz zwischen der Schmelz- und der Sonotroden- / Ambosstemperatur ist hierbei so groß, dass ein Großteil der Umschmelzenergie durch Wärmeleitung in die Peripherie verloren geht. Durch die Füllung der Kunststoffe wird die Wärmeableitung aus dem Kunststoff zusätzlich begünstigt, was zu einer mangelhaften optischen Nietqualität mit nicht reproduzierbaren mechanischen Eigenschaften des Niets führt. Für diesen Fall wurde am KuZ Leipzig von Kazmirzak et al. das Ultraschallnieten mit beheizter Sonotrode entwickelt [2.9]. Durch das Erwärmen der Sonotrode wird die Temperaturdifferenz zwischen Schmelztemperatur des thermoplastischen Kunststoffs und der Sonotrodenoberfläche verringert, was die Wärmeableitung während des Prozesses reduziert. Infolgedessen ist weniger Ultraschallenergie notwendig, was mögliche Schäden an den Bauteilen vermeidet.

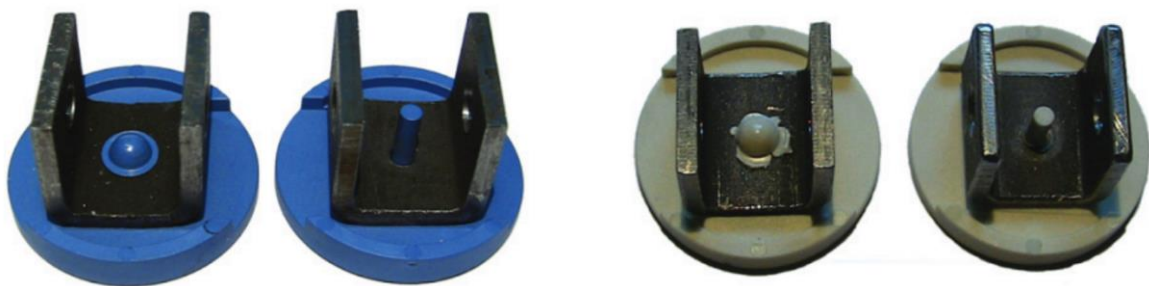


Abbildung 2.7: Genietete Hochtemperaturkunststoffe PEEK und PPS [2.9].

2.2.2 Ultraschallbördeln

Das Ultraschallbördeln ist eine Modifikation des Ultraschallnietens. Hierbei werden keine länglichen Schäfte sondern eine umlaufende Wand über das zu befestigende Bauteil umschmolzen. Diese Bördelkante kann dabei sowohl gerade aber auch in Rundenform ausgebildet werden [2.10].

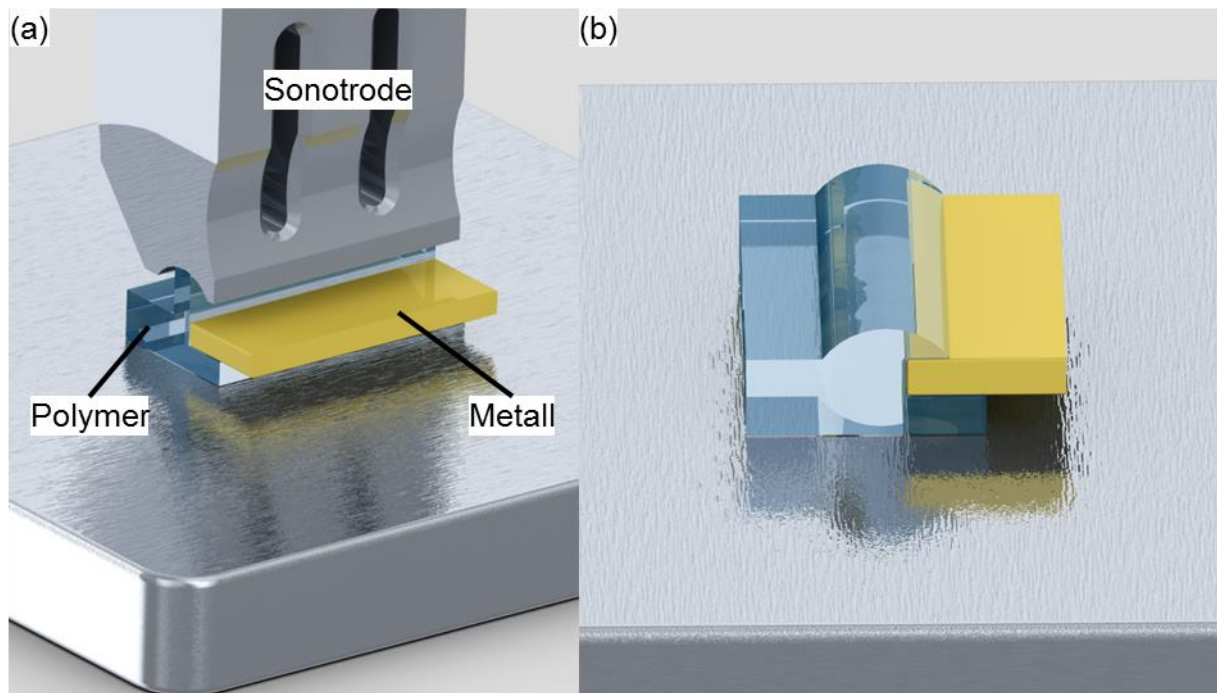


Abbildung 2.8: Ultraschallbördeln eines thermoplastischen Kunststoffes über eine Metallplatte (a). Einseitige kraftschlüssige Einfassung der Metallplatte (b). Die Form der Bördelung ist durch die Sonotrode vorgegeben.

Die Richtung des Schmelzflusses und die anschließende Form der Bördelung, werden durch eine strukturierte Sonotrode (Abb. 2.8) vorgegeben. Es ist bei diesem Prozess darauf zu achten, dass das zu umschließende Bauteil genug Steifigkeit aufweist, um nicht durch die Schmelzfront verformt zu werden.

2.3 Ultraschallstanzen und -schneiden

Neben dem Verbinden von Bauteilen wird Ultraschall auch für das Trennen von Materialien eingesetzt. Ein großer Vorteil ist dabei die hochfrequente Bewegung der Schneidkante, welche je nach Anwendung entweder durch die Sonotrode dargestellt wird oder sich auf deren Oberfläche befindet. Der Ultraschall führt dazu, dass weniger Anpresskraft für den Trennprozess benötigt wird und somit der Verschleiß der Schneide reduziert wird.

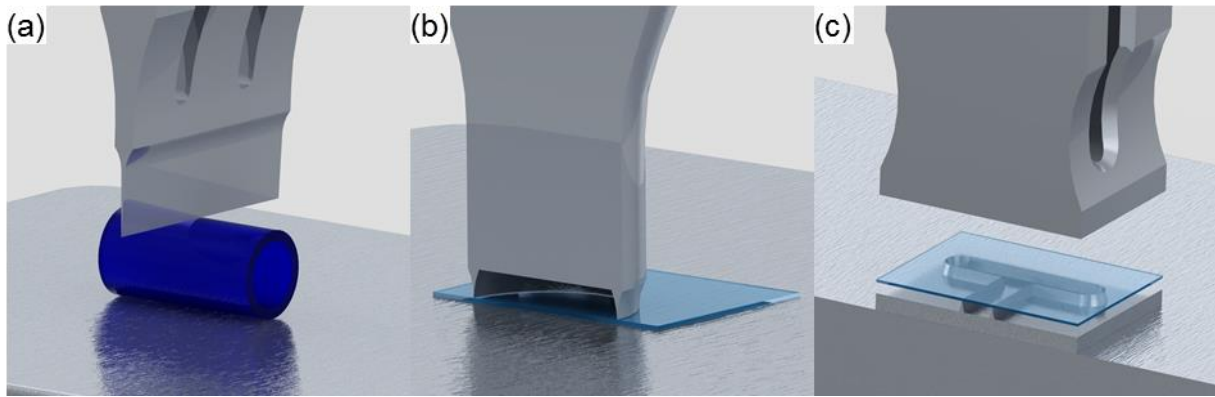


Abbildung 2.9: Ultraschallschneiden eines Kunststoffrohrs (a). Ultraschallstanzen einer Folie durch einer strukturierte Sonotrode (b) und durch Einsatz eines Stanzwerkzeugs (c).

Das Ultraschallstanzen wird in den unterschiedlichsten Segmenten der Industrie eingesetzt. Es werden hiermit Materialien wie Vliese, Schaumstoffe, Gummi, Textilien und andere Kunststoffe geschnitten. Wie auch schon beim Ultraschallschweißen erzeugt die Schwingung Reibungswärme im Bereich der Schnittstelle, wodurch während des Stanzvorgangs die Schnittkante plastifiziert und ein Ausfransen dieser unterdrückt wird (Abb. 2.9).

Im Gegensatz zum Ultraschallstanzen ist die Form der Schnittkante beim Ultraschallschneiden nicht durch das Werkzeug vorgegeben. Ansonsten sind sich die Verfahren ähnlich. Das Ultraschallschneiden wird häufig in der Lebensmittelindustrie zum präzisen Zerteilen von Nahrungsgütern eingesetzt, wo sich ein weiterer Vorteil der vibrierenden Klinge zeigt. Stoffe die sich beim herkömmlichen Schneiden am Schneidwerkzeug anhaften, werden beim Ultraschallschneiden durch die Ultraschallschwingung abgeschüttelt. Die Klinge bleibt während des gesamten Vorgangs sauber, wodurch ein reproduzierbares Ergebnis erreicht werden kann.

2.4 Oberflächenstrukturierung mittels Ultraschall

Erste Patente zum Strukturieren von Kunststoffoberflächen sind bereits aus den siebziger Jahren des 20. Jahrhunderts bekannt. Diese sollten dabei in erster Linie zum Einbringen von Nummern oder anderweitiger Identifikationsmarkierungen in Kunststofffolien dienen [2.11][2.12]. Einige Zeit später wurde die Anwendung auf die Oberflächenbehandlung von lederähnlichen Materialien ausgedehnt [2.13].

Erste Veröffentlichungen zu Untersuchungen des Ultraschallprägeprozesses tauchen erst ab 2005 auf. Hier werden unterschiedliche geometrische, gleichmäßige Formen

in ein Polymer (PMMA oder PE) eingebracht [1.6][2.14] und der Einfluss der Prägeparameter (Amplitude, Prägezeit, Anpressdruck) untersucht. Sie geben erste Hinweise darauf, dass das Ultraschallprägen ein geeignetes Verfahren zur Replikation von Mikrostrukturen ist.

Auf diese Weise wurden superhydrophobe Flächen, sowohl auf hydrophoben [2.15], als auch auf hydrophilen [2.16] Thermoplasten, hergestellt. Lee et al. nutzten dafür hierarchische Strukturen. Diese bestanden aus mehreren Säulen ($20\text{ }\mu\text{m} \times 20\text{ }\mu\text{m} \times 20\text{ }\mu\text{m}$) (Abb. 2.10 (b)) auf denen sich zusätzlich $1\text{ }\mu\text{m}^3$ große Einheiten (Abb. 2.10 (c)) befanden.

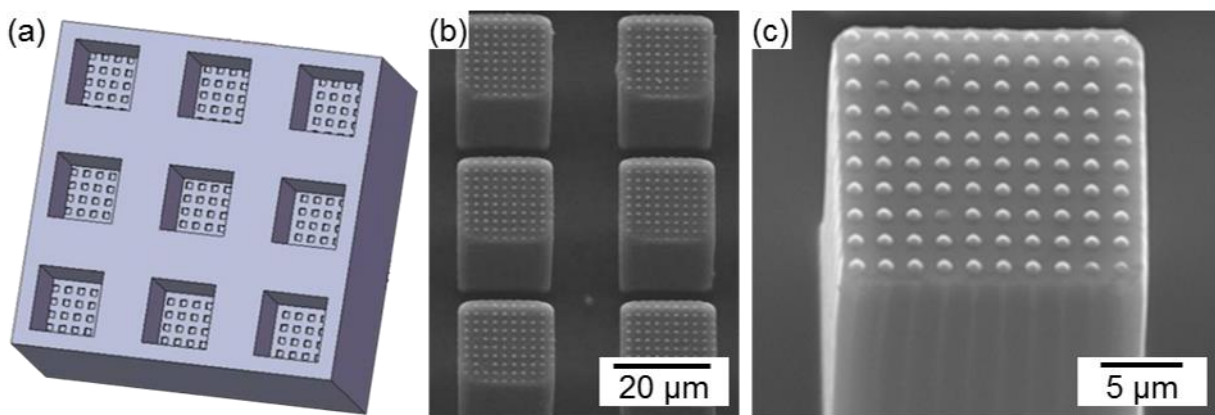


Abbildung 2.10: Werkzeug zur Herstellung von superhydrophoben Oberflächen (a). Geprägte Würfel (Seitenlänge $L = 20\text{ }\mu\text{m}$) (b) mit kleinen quadratischen Einheiten auf der Spitze (Seitenlänge $L = 1\text{ }\mu\text{m}$) (c) [2.15].

Dies ist nicht ohne weiteres zu bewerkstelligen, da hierfür im Werkzeug sehr kleine Kavitäten am Boden einer anderen Kavität mit Kunststoff gefüllt werden müssen (Abb. 2.10 (a)).

In der Medizintechnik wurde das Ultraschallprägen von Kunststoffoberflächen genutzt, um einen mikrostrukturierten Untergrund zum Kultivieren von Zellen zu schaffen. Hierzu prägten Altmann et al. ein Raster aus kubischen Mikrohohlräumen in die Näpfchenböden einer 96-Mikrotiterplatte (Abb. 2.11 (a)-(c)) [2.17].

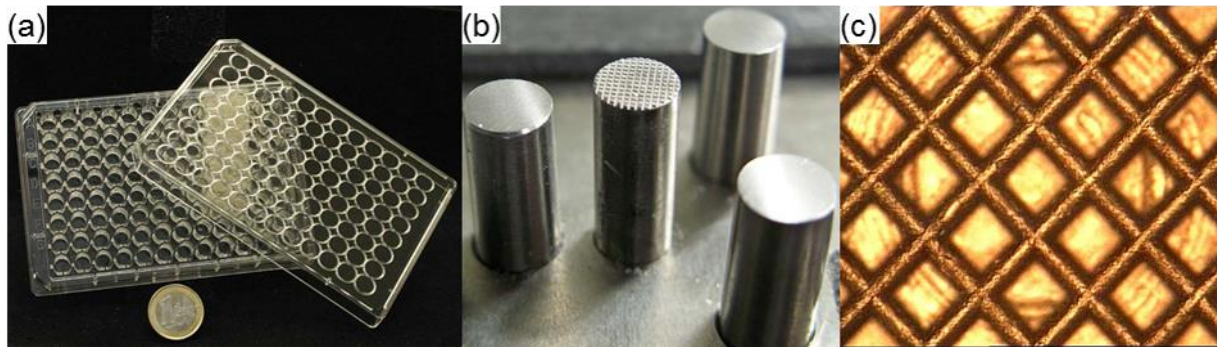


Abbildung 2.11: 96-Mikrotiterplatte mit strukturiertem Boden (a). Netzwerk aus kubischen Mikrohöhlräumen (c), welche durch Ultraschallprägen mit speziellen Werkzeugen (b) gefertigt wurden [2.17].

In dieser konnten anschließend Hep G2- Zellen (menschliche Leberzellen) gezüchtet und deren Aktivität untersucht werden.

2.5 Ultraschallheißprägen

Eine alternative Anwendung des Ultraschallprägens, auch Ultraschallheißprägen genannt, ist die Herstellung vollständiger Mikrosysteme. Hierbei werden mehrere Lagen eines thermoplastischen Polymers mit Hilfe von Ultraschall und eines Stempels, auch Werkzeug genannt, umgeformt. Es eignen sich hierfür sowohl Folien ($D = 15 \mu\text{m} - 500 \mu\text{m}$) als auch Plattenmaterial ($D = 500 \mu\text{m} - 3000 \mu\text{m}$) und Kombinationen beider.

Die Herstellung des verwendeten Prägewerkzeugs kann auf mehreren Wegen erfolgen. Durch Strukturieren eines Siliziumsubstrats mit Hilfe von Lithographie und Trockenätzen und anschließender Galvanisation oder Laserstrukturieren bzw. μ -funkenerosive Bearbeitung eines metallischen Werkstücks. Die Anforderungen an das eingesetzte Stempelmaterial sind hierbei eine ausreichende Robustheit, um den im Ultraschallheißprägeprozess auftretenden Kräften zu widerstehen und je nach Einsatzgebiet eine gute Wärmeleitung. In den häufigsten Fällen erfolgt die Herstellung mit Hilfe einer Hochpräzisionsfräse in ein Halbzeug aus Aluminium. Der kleinste hierfür eingesetzte Mikro-Fräser besitzt einen Durchmesser von $50 \mu\text{m}$ und gibt dadurch das untere Limit für die Werkzeugkavitäten vor. Bei der Fertigung des Prägestempels ist darauf zu achten, dass dieser das Negativ der zu prägenden Struktur darstellen muss.

Der Ablauf des Ultraschallheißprägeprozesses ist in Abbildung 2.12 dargestellt.

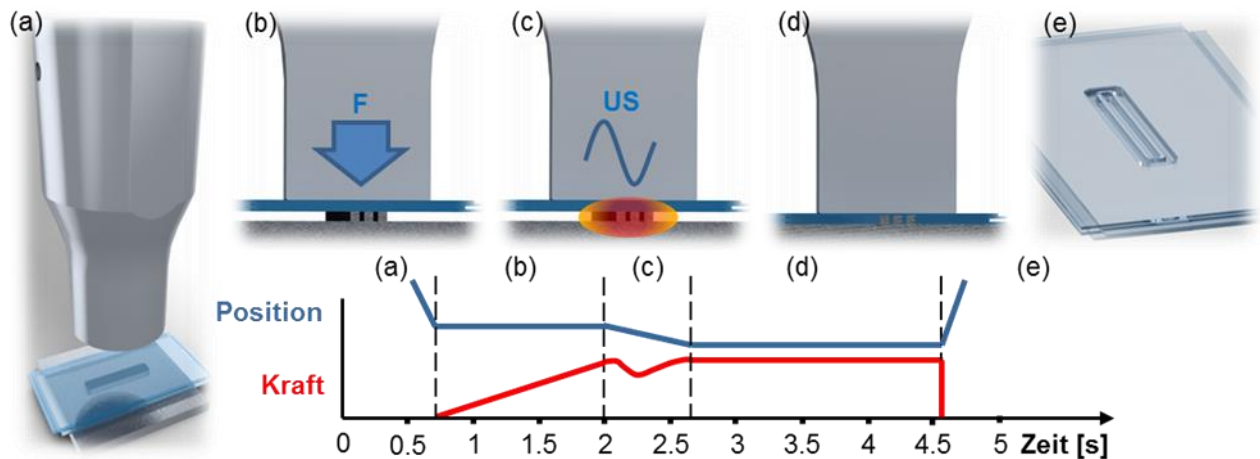


Abbildung 2.12: Skizzierte Darstellung des Ultraschallheißprägeprozesses mit korrespondierendem Weg- / Kraftverlauf. Positionierung eines Folien- oder Plattenstapels (a). Kraftaufbau bis zum Auslösepunkt (b). Einbringen des Ultraschalls und Generierung von Wärme (c). Formgebung und anschließende Kühlphase (d). Entformen der fertigen Mikrostruktur (e).

Das thermoplastische Halbzeug wird zwischen Werkzeug und Sonotrode platziert (Abb. 2.12 (a)). Die Anzahl der Folien bzw. Platten hängt dabei von dem für die Struktur benötigten Schmelzvolumen und der Dicke des Halbzeugs ab.

Das Ultraschallheißprägen beginnt mit dem Absenken der Sonotrode auf das Rohmaterial. Nachdem die Auslösekraft (Abb. 2.12 (b)) erreicht ist, wird der Ultraschall ausgelöst und so Wärme an den hervorstehenden Strukturen des Werkzeugs generiert (Abb. 2.12 (c)). Das thermoplastische Material schmilzt auf und fließt in die Kavitäten des Stempels. In der Abkühlzeit (Abb. 2.12 (d)), welche im Allgemeinen 1,5 s beträgt, wird die Schmelze bei einem definierten Druck unter die Glasübergangstemperatur gebracht und anschließend entformt (Abb. 2.12 (e)). Das Werkzeug bleibt bei diesem Vorgang erhalten und kann somit anschließend wieder verwendet werden. Dies ermöglicht eine kontinuierliche Fertigung von Mikrostrukturen durch ein Rolle zu Rolle-Verfahren wie es in [2.18] dargestellt ist.

In Kombination mit anderen Ultraschallfertigungsmethoden wie dem Ultraschallschweißen wird die Herstellung von Systemen im Mikro- und teilweise im Millimetermaßstab ermöglicht [2.19][2.20]. Gegenüber der Strukturierung von Oberflächen durch Ultraschallprägen, müssen hierfür spezielle konstruktive Hilfsstrukturen (z.B. Energiedirektoren, Schnittkanten, Zuläufe) im Vorfeld vorgesehen werden.

Das Ultraschallheißprägen hat mit den zuvor beschriebenen Verfahren die Quelle zur Wärmegenerierung gemeinsam. Aus diesem Grund teilt es dementsprechend auch

deren Vor- und Nachteile. So ist die Prägefläche auf die Dimensionen der Sonotrode beschränkt.

Die ausgegebene Amplitude heutiger Ultraschallgeneratoren liegt bei $4\text{ }\mu\text{m}$ – $10\text{ }\mu\text{m}$ [2.21]. Für das Bearbeiten von Werkstoffen werden jedoch Amplituden von $10\text{ }\mu\text{m}$ – $100\text{ }\mu\text{m}$ benötigt [2.22]. Die Vibrationsenergie eines akustischen Schwingers bleibt bei festem Querschnitt des Schwinggebildes gleich und eine Erhöhung der Energiedichte kann nur durch Verkleinerung des Querschnitts erzielt werden [2.21]. Die Größe einer einzelnen Sonotrode ist demnach im Hinblick auf die eingebrachte Energie eingeschränkt. Eine effektive Vergrößerung der Prägefläche kann somit nur durch das Koppeln mehrerer Maschinen erreicht werden.

2.6 Mikrofluidik

Die Funktionsebene einer Sonotrode, welche für das Ultraschallheißprägen eingesetzt wird, ist im Allgemeinen $60\text{ mm} \times 40\text{ mm}$. Auf dieser Fläche zeichnet sich die Technologie durch einen hohen, zeitlich und örtlich definierten Energieeintrag aus. In Kombination mit der Vielfalt an Bearbeitungsmöglichkeiten (Prägen, Schweißen, Stanzen, Nieten, Bördeln, Thermoformen) sind die Ultraschallfertigungsmethoden für Anwendungen im Mikrosystembereich gut geeignet.

Ein Teilaspekt hiervon ist die Mikrofluidik. Diese beschäftigt sich mit der Aufarbeitung und Manipulation von Flüssigkeitsmengen im Mikro-, Nano bis hin zum Femtoliterbereich [2.23]. Die kleinen Probenmengen haben im Vergleich zu Versuchen im Labormaßstab, einen verkleinerten ökologische Fußabdruck, teilweise drastisch verkürzte Reaktionsgeschwindigkeiten und ermöglichen eine erhöhte Arbeitssicherheit bei Experimenten mit kritischen Stoffen. Daneben wird der Umstand genutzt, dass in mikrofluidischen Systemen im Bereich von kleinen Reynoldszahlen und somit in einer laminaren Strömung gearbeitet wird. Dadurch werden neue Möglichkeiten in der räumlichen und zeitlichen Kontrolle von Molekülkonzentrationen eröffnet [2.24].

Theorien und Berechnungen zu den Vorteilen der Mikrofluidik wurden bereits vor Dekaden veröffentlicht [2.25]. Die erste praktische Anwendung dieser wurde erst durch ein Verfahren der Mikroelektronik möglich. Manz et al. nutzten die Fotolithographie mit anschließendem Ätzen von Siliziumwafern um Mikrokanäle herzustellen, welche zur Kapillarelektrophorese in Kombination mit Fluoreszenzdetektion eingesetzt wurden [2.26]. Neben der Analyse von Stoffen in der Chemie, Biologie und Medizin hat sich

die Mikrofluidik mittlerweile zu einem interdisziplinären Gebiet entwickelt, an dem zunehmend Fächer wie Physik, Material- und Ingenieurwissenschaften beteiligt sind [2.27]. Aufgrund dessen haben die Komplexität der Systeme und die Vielfalt an eingesetzten Materialien zugenommen. Heutzutage werden diese aus Glas [2.28] oder Kunststoff [2.29] mit Pumpen, Ventilen und Mischern als sogenannte „Lab on a Chip“-Lösungen oder aus Metall als modularer Baukasten [2.30] kommerziell angeboten. Jedes Material hat dabei seine eigenen Bearbeitungsverfahren zur Herstellung und Versiegelung der Apparate.

Auf dem Segment der mikrofluidischen Komponenten aus Kunststoff setzen die Ultraschallfertigungsmethoden an, um eine weitere Alternative zur Komplett- oder Teilmontage zu ermöglichen.

3 Grundlagen zur Ultraschallfertigung

Um das Verfahren zu verbessern, müssen zunächst die Grundlagen verstanden werden. Hierzu gehören sicherlich die Wärme- und Ultraschallverteilung im Halbzeug aber auch die Auswirkungen auf das Material nach der Umformung. Basierend darauf können dann konstruktive Modifikationen vorgenommen werden, um das Potenzial im Hinblick auf Einsatz, Reproduzierbarkeit und Optik zu steigern.

3.1 Ultraschallverteilung während des Prägevorgangs

Die Messung der Temperatur innerhalb des Werkstücks während der Ultraschallfertigung, ist ein zentrales Thema zur Validierung von geeigneten Bearbeitungsparametern.

Für die Untersuchung des Ultraschallprägeprozesses nutzten Liu et al. Thermoelemente, die in einer Polymethylmethacrylat (PMMA)-Platte ($D = 2 \text{ mm}$) an drei unterschiedlichen Positionen in die Platte eingesetzt und mit Kleber fixiert wurden [1.6]. Dadurch konnte ein Temperatur- und Tiefenprofil, in Abhängigkeit von der Zeit und dem Abstand des Messpunktes von der Schweißfläche, erstellt werden. Es zeigte sich, dass die für das Ultraschallprägen benötigte Temperatur (hier: Glasübergangstemperatur T_g) bereits nach unter zwei Sekunden erreicht werden konnte. Der Einfluss des eingesetzten Klebers konnte nicht ermittelt werden, wurde aber als vernachlässigbar angenommen. Durch den Prägeprozess kam es zu einer Verschiebung des Thermoelements, welches sich in direkter Umgebung des Prägewerkzeugs befand. Aus diesem Grund wurde davon ausgegangen, dass die von dieser Messeinheit ausgegebene Temperatur nicht der tatsächlichen entsprach.

Einen ähnlichen Ansatz verfolgten Wise et al. bei der Erforschung des Temperaturverlaufs beim Ultraschallschweißprozesses [3.1]. Es wurden zwei Thermoelemente des Typ K im Bereich der entstehenden Schweißnaht eingebracht. Eines durch eine Bohrung im flachen Gegenstück zum Energiedirektor (K1) und ein Zweites seitlich am Energiedirektor (K2) (siehe Abb. 3.1).

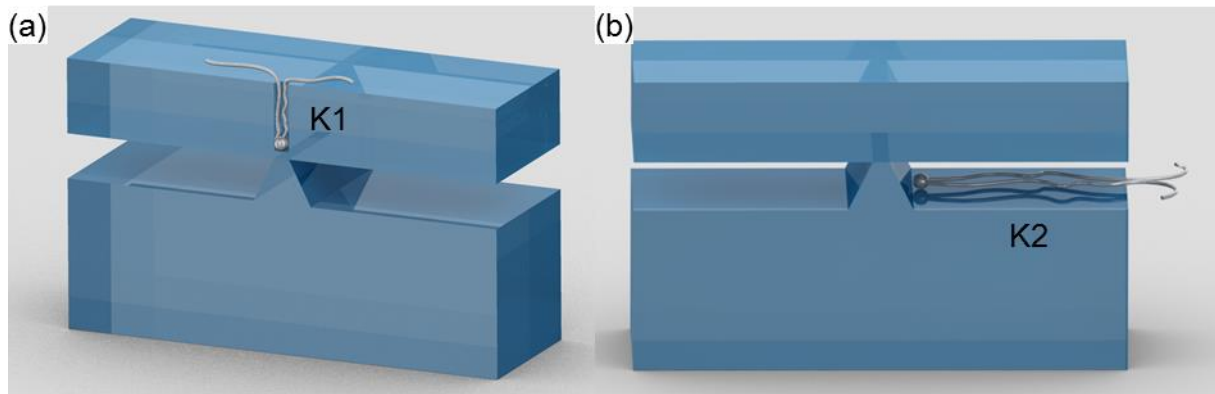


Abbildung 3.1: Versuchsaufbau zur Untersuchung des Temperaturverlaufs beim Ultraschallschweißen. Mit Thermoelement K1 gegenüber vom (a) und K2 seitlich am Energiedirektor (b) angebracht.

Das Thermoelement K2 wurde mit der auftretenden Schmelzfront verschoben und dokumentierte somit den Temperaturverlauf der äußeren Schmelzlinie. Das Temperaturmaximum betrug dabei 194 °C. K1 hingegen war in der Bohrung fixiert und befand sich am Ende des Schweißvorgangs innerhalb der Schweißnaht. Der hierdurch erhaltene Temperaturverlauf wies drei unterschiedliche Regime auf. In den ersten 0.1 s stieg die Temperatur mit einer Rate von ca. 800 °C/s auf eine Temperatur von 90 °C. Anschließend sank die Heizrate auf 240 °C/s ab bis eine nahezu konstante Temperatur von 265 °C erreicht wurde. Die Aufnahme dieses Schweißvorgangs mit einer Hochgeschwindigkeitskamera zeigte, dass der hohe Temperaturanstieg mit dem kompletten Aufschmelzen des Energierichtungsgebers einhergeht. Die anschließende reduzierte Heizrate ergab sich durch die Erhöhung der Kontaktfläche, bis auch diese plastifiziert war.

Anknüpfend hieran wurde im Rahmen der vorliegenden Arbeit eine alternative Untersuchungsmethode für das Ultraschallheißprägen erdacht. Anstatt einer Kunststoffplatte wurde hier jedoch ein Stapel aus Kunststofffolien (PP, PVDF, PC) verwendet. Das Einbringen von Thermoelementen in die Folien ist in dieser Konstellation keine Option, da diese ansonsten als Energiedirektoren fungieren und somit das Präge- als auch Messergebnis verfälschen würden.

Stattdessen wurden Piezosensoren aus PVDF-Folie im Folienstapel platziert. Neben dem piezoelektrischen Effekt ist die eingesetzte PVDF-Folie pyroelektrisch aktiv. Die PVDF Folien sind 28 µm dick und auf ihren Oberflächen sind 5 - 10 µm dicke Elektroden aus Silber angebracht.

Der piezoelektrische Effekt führte dazu, dass man eine elektrische Spannung an den Elektroden messen konnte, wenn die PVDF-Folien senkrecht zu ihren Oberflächen

zusammengedrückt oder in lateraler Richtung gezogen wurden. Die Polarisierung der Folien und die Messelektronik waren so aufgebaut, dass ein Zusammendrücken zu einer Erhöhung der elektrischen Spannung und ein lateraler Zug zu einer Erniedrigung der elektrischen Spannung führten. Wenn die Sonotrode also auf dem Folienstapel aufsetzte, wurde eine Erhöhung der Messspannung festgestellt.

Der pyroelektrische Effekt bewirkte, dass eine Temperaturerhöhung der PVDF-Folien zu einer Erniedrigung der an den Elektroden gemessenen elektrischen Spannung führte. Die Änderung der gemessenen elektrischen Spannung war für beide Effekte gegenläufig, weshalb der Verlauf der gemessenen Spannung durch eine Überlagerung von Druckänderungen und Temperaturverläufen zustande kam. Der Messaufbau ist in Abbildung 3.2 dargestellt, die Schaltskizze für den Ladungsverstärker ist im Anhang A1 zu finden.

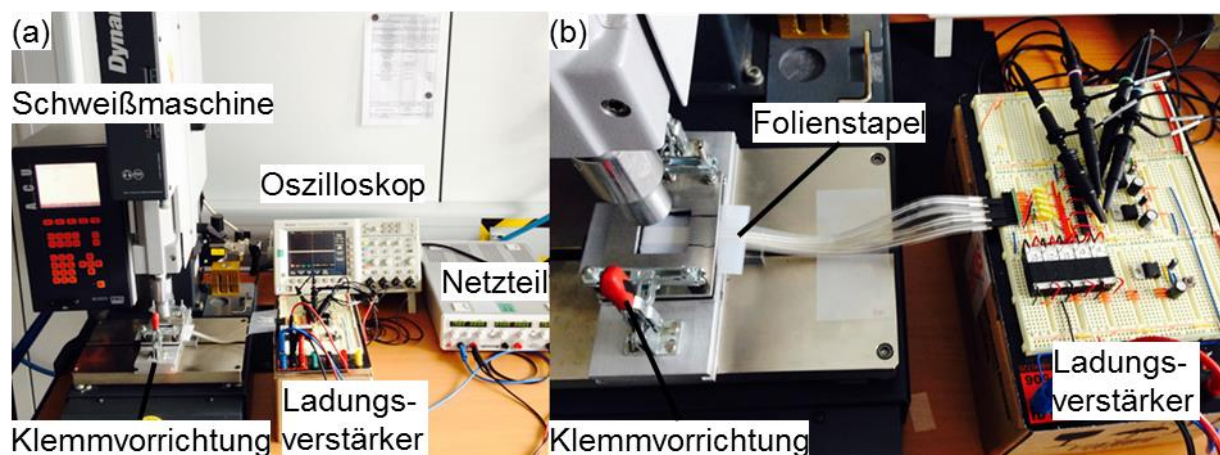


Abbildung 3.2: Messaufbau zur Untersuchung der Energieverteilung beim Ultraschallprägeprozess (a). Fixierung des Stapels aus thermoplastischen Folien und der Piezofolienelemente (b).

Die Untersuchungen erfolgten an der Ultraschallschweißmaschine Dynamic 745 (Rinco Ultrasonics AG) anhand von vier Piezofolienelementen des Typs FDT1-028K (Measurement Specialties). Diese zeichneten sich durch flexible Leiterbahnen aus, welche über Pins elektrisch mit dem Ladungsverstärker verbunden waren. Durch die flexiblen und flachen Leiterbahnen konnten die Elemente derart positioniert werden, dass ein Biegemoment auf die Messfläche verhindert wurde. Die Folge des Moments wäre die Ausgabe eines Signalwerts ungleich null in der Ausgangsstellung, welcher die eigentliche Messung verfälscht hätte.

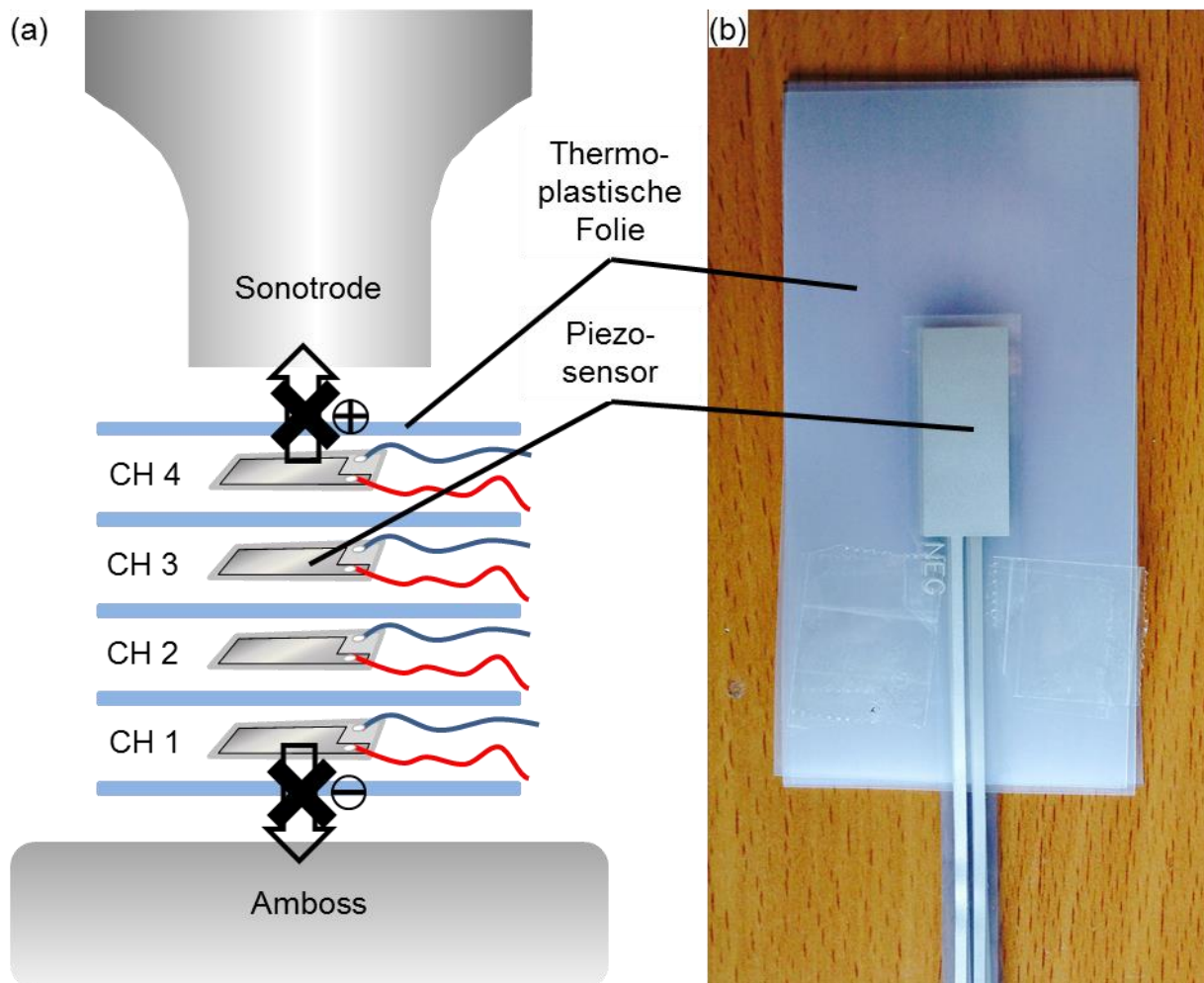


Abbildung 3.3: Skizzierter Aufbau des Messobjekts (a). Die Sensoren sind jeweils zwischen zwei Folien eingebettet, übereinander ausgerichtet und fixiert (b). Die oberste und unterste Folie dient zusätzlich als Isolator zwischen Sonotrode bzw. Amboss, um ein Abwandern von Ladung zu verhindern.

Die Elemente wurden zwischen die Polymerfolien eingebracht, wobei jeweils eine Folie den obersten und untersten Sensor von der Sonotrode und dem Amboss elektrisch isolierte und somit ein Abwandern der Oberflächenladung verhinderte. Diese wurden zudem übereinander ausgerichtet und fixiert, um eine einheitliche Belastung der Sensoren sicherzustellen und ein Verrutschen während des Ultraschallprozesses zu verhindern (Abb. 3.3). Hierbei war die Polung der einzelnen Sensorfolien zu beachten, da die Orientierung des Messsignals von dieser abhängig war. Der gesamte Stapel wurde anschließend mit einer Klemmvorrichtung unter der Sonotrode der Ultraschallschweißmaschine positioniert, sodass Sensor 4 zur Sonotrode und Sensor 1 zum Amboss orientiert war. Die Messungen wurden im ersten Schritt ohne Prägwerkzeug durchgeführt, so dass sich der Druck und die Ultraschallenergie auf die gesamte Sensoroberfläche verteilten. Um die Piezoelemente nicht zu zerstören, wurden zunächst vergleichsweise milde Parameter (siehe Anhang 3: Tabelle 9.2 – 9.5)

eingestellt und deren Einflüsse auf den Prozessverlauf untersucht. Eine Zusammenfassung der Versuchsparameter ist im Anhang A3 dargestellt. Die Auswertung des Messsignals erfolgte mit Hilfe des Oszilloskops MSO 2014B (Tektronix Inc.) mit einer Abtastrate von 32 kHz und einer Messdauer von vier Sekunden pro Messdurchgang. Es ergab sich ein charakteristischer Kurvenverlauf, welcher sich in vier Teilabschnitte (I-IV) unterteilen lässt (Abb. 3.4).

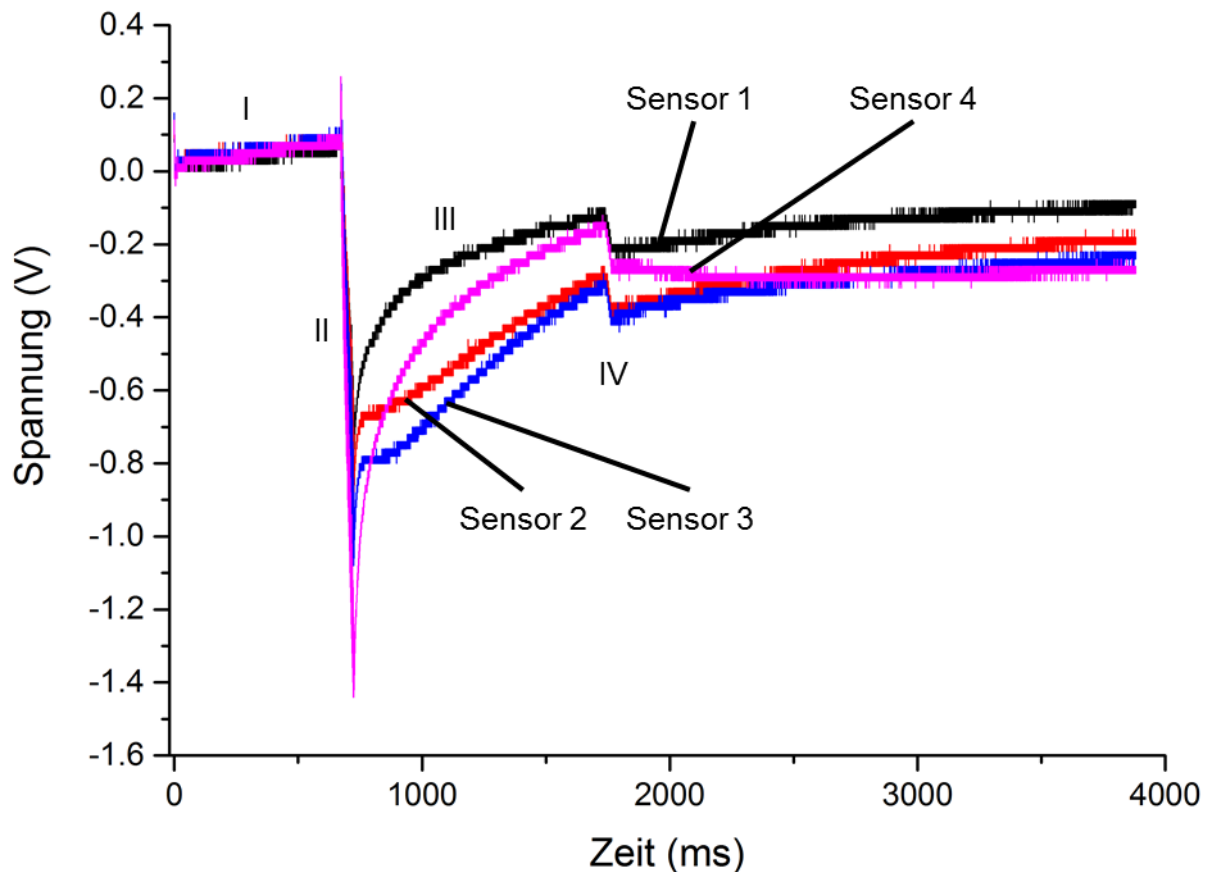


Abbildung 3.4: Kurvenverlauf der vier Sensorelemente für eine Beschallungszeit des Testobjekts aus PP von 50 ms. Sensoren sind vom Amboss zur Sonotrode durchnummeriert. Die römischen Zahlen geben die unterschiedlichen Phasen des Prozesses an.

Das erste Intervall beginnt mit dem Kontakt der Sonotrode auf dem Stapel (I) und dem anschließendem Kraftaufbau bis zum Triggerpunkt. Dieser Abschnitt ist deutlich durch zwei sich absetzende Spitzen in der Druckbelastung eingegrenzt. Diese repräsentieren jeweils das Aufsetzen der Sonotrode und die ersten Durchgänge der Sonotrodenschwingung.

Nach Erreichen des Triggerpunkts beginnt die Ultraschallphase (II), in welcher der Stapel der oszillierenden Bewegung ausgesetzt wird und sich somit erwärmt. Da der

pyroelektrische Effekt des genutzten Sensors ein gegenläufiges Signal zum piezoelektrischen Effekt ausgibt, äußert sich die Erwärmung der einzelnen Elemente und somit des Stapels in einem Abfall des Messsignals. Hierbei ist sichtbar, dass das Signalmaximum mit dem Abstand zur Sonotrode abnimmt. Daraus kann geschlossen werden, dass bei den gewählten Parametern die einzelnen Folien im Stapel nicht gleichmäßig erwärmt werden, weil der Schall beim Durchgang durch den Folienstapel teilweise reflektiert und absorbiert wird.

Die Wärmeverteilung ändert sich jedoch sobald der Folienstapel auf einem strukturierten Werkzeug platziert wird. Die Erwärmung der einzelnen Folien erfolgte hierbei für die Messungen mit einem kurzen Ultraschallintervall (50 ms). Für einen kompletten Ultraschallheißprägedurchgang wird sichtbar, dass die Wärmeentwicklung in diesem Fall an der Werkzeugseite am größten ist (Abb. 3.5).

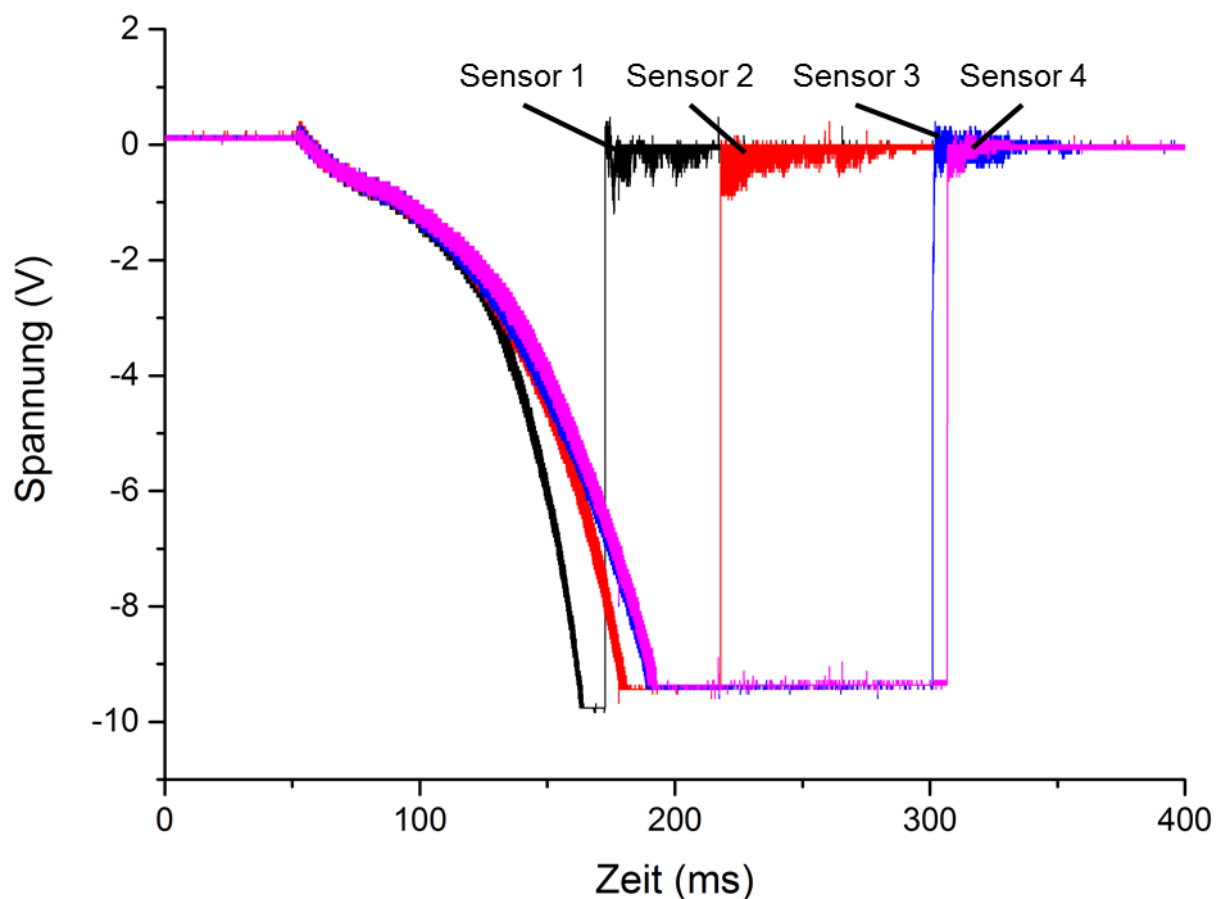


Abbildung 3.5: Gemessene elektrische Spannungen von vier PVDF-Sensorelementen in einem Folienstapel. Die Piezosensoren wurden während des Vorgangs zerstört.

Das Signal des Sensors 1, welcher zum Werkzeug orientiert ist, fällt steiler ab als die der restlichen. Dies geschieht in ihrer Reihenfolge im Stapel. Die Sensorfolien werden

hierbei zerstört wodurch sie nacheinander ausfallen (vgl. Abb. 3.5). Diese Messung erklärt eine Beobachtung, welche häufig beim Ultraschallheißprägen gemacht wurde. Folien, die im Prägestapel zur Sonotrode orientiert waren, wurden nicht durchgehend plastifiziert und delaminierten nach dem Prozess von der Unterseite der Mikrostruktur.

Der Kurvenverlauf der Ultraschallphase für einen kompletten Prägedurchgang, war nicht mehr linear wie für die zuvor gemachten Untersuchungen. Stattdessen wies er für den teilkristallinen Kunststoff PVDF zwei Wendepunkte auf (Abb. 3.5). Diese könnten ein Anzeichen für die Änderung der Wärmekapazität am Glasübergangs- und Schmelzpunkt sein. Eine zweifelsfreie Zuordnung der Temperatur fehlt jedoch, weshalb dies nur angenommen werden kann.

Die maximale Auslenkung des Signals hing von Geräteeinstellungen wie der Länge der Ultraschallzeit und der Amplitude und zusätzlich von den Dicken der Einzelschichten und der Oberflächenrauheit des Materials ab. Bei gleichen Parametern sind die Signalverläufe reproduzierbar.

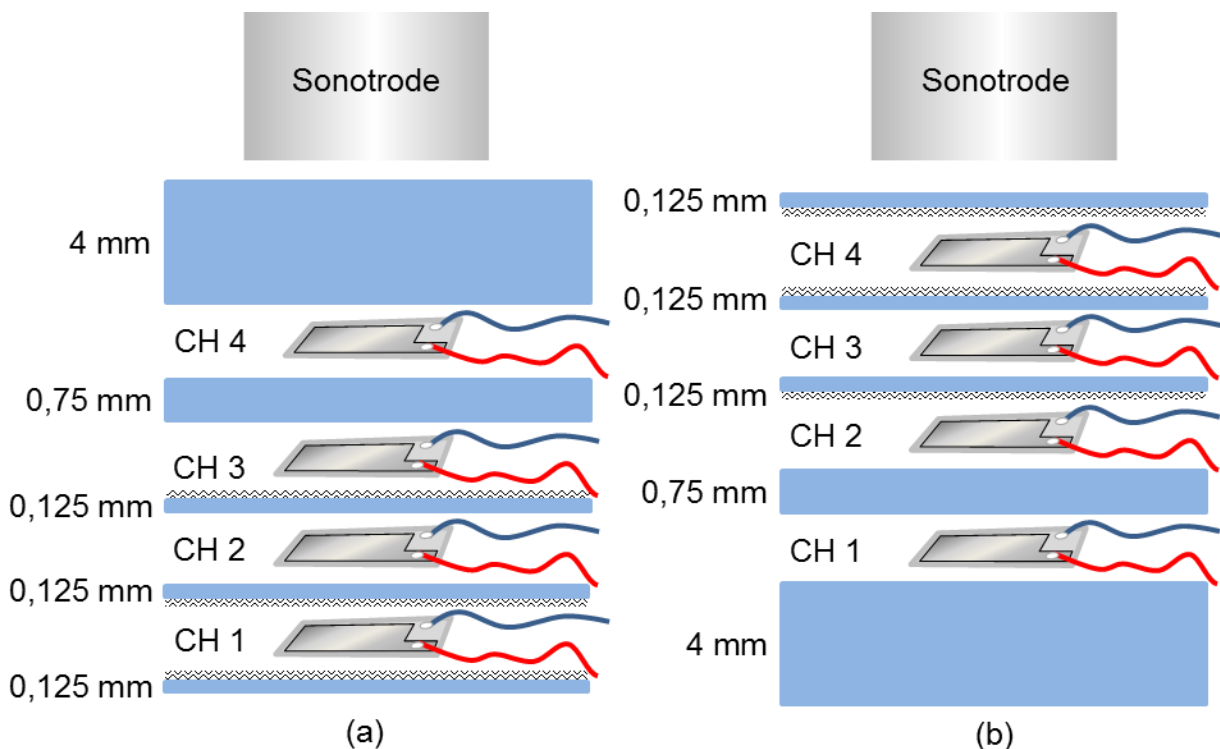


Abbildung 3.6: Skizzierter Aufbau zur Untersuchung des Einflusses von Schichtdicke und Oberflächenrauheit beim Ultraschallprägeprozess. Orientierung eines Stoßes aus PC-Folien und Platten mit der 4 mm dicken Platte zur Sonotrode (Konfiguration 1) (a) und zum Amboss (Konfiguration 2) (b). Die schraffierten Linien symbolisieren eine erhöhte Rauheit der jeweiligen Folienoberfläche.

Die Abhängigkeit von Materialstärke und Rauheit wurde anhand eines Versuchs mit Polycarbonat gezeigt.

Ein Stoß aus Polymerfolien und -platten (Abb. 3.6) mit abnehmender Materialstärke ($D = 4 \text{ mm}$, $0,75 \text{ mm}$, $0,125 \text{ mm}$) wurde hierfür jeweils von beiden Seiten beschallt und der korrespondierende Kurvenverlauf aufgezeichnet. Vergleicht man die Verläufe (Abb. 3.7 und 3.8), so ist zu erkennen, dass der Messaufbau in der ersten Konfiguration eine kleinere Spannung ausgibt.

Diese entspricht für den sonotrodennahen Sensor (Sensor 4) einer Verringerung des Wertes auf 30 % und für die Sensoren 2 und 3 auf 17 % gegenüber der zweiten Konfiguration. Der Einfluss der Rauheit zeigt sich in der ersten Konfiguration. Für den sonotrodenfernsten Sensor 1 würde man bei glatter Folienoberfläche ein Signalminimum oberhalb der von Sensor 2 und 3 erwarten. Dies entspricht jedoch nicht den Messergebnissen, was durch die Oberflächenrauheit und der damit erhöhten Reibung zu erklären ist. Die mittels des Profilometers DektakXT (Bruker Corporation) ermittelten Rauheiten der Polycarbonatfolien-Oberflächen betrugen für die hier bezeichnete glatte Seite $R_q 6 \text{ nm}$ und für die raue Seite $R_q 1141 \text{ nm}$. Es ist zu erwarten, dass der Einfluss der Rauheit mit zunehmender Anpresskraft abnimmt.

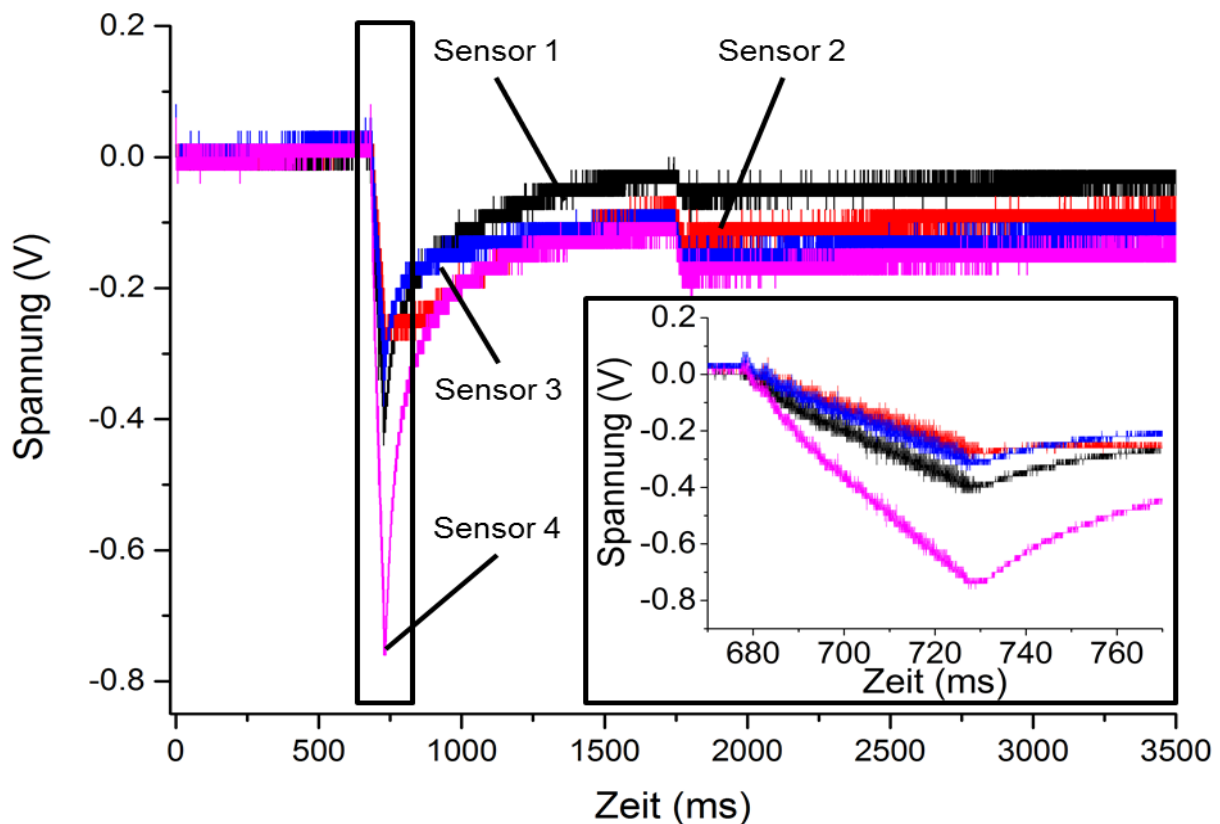


Abbildung 3.7: Kurvenverlauf der Konfiguration 1 mit Vergrößerung der Ultraschallphase.

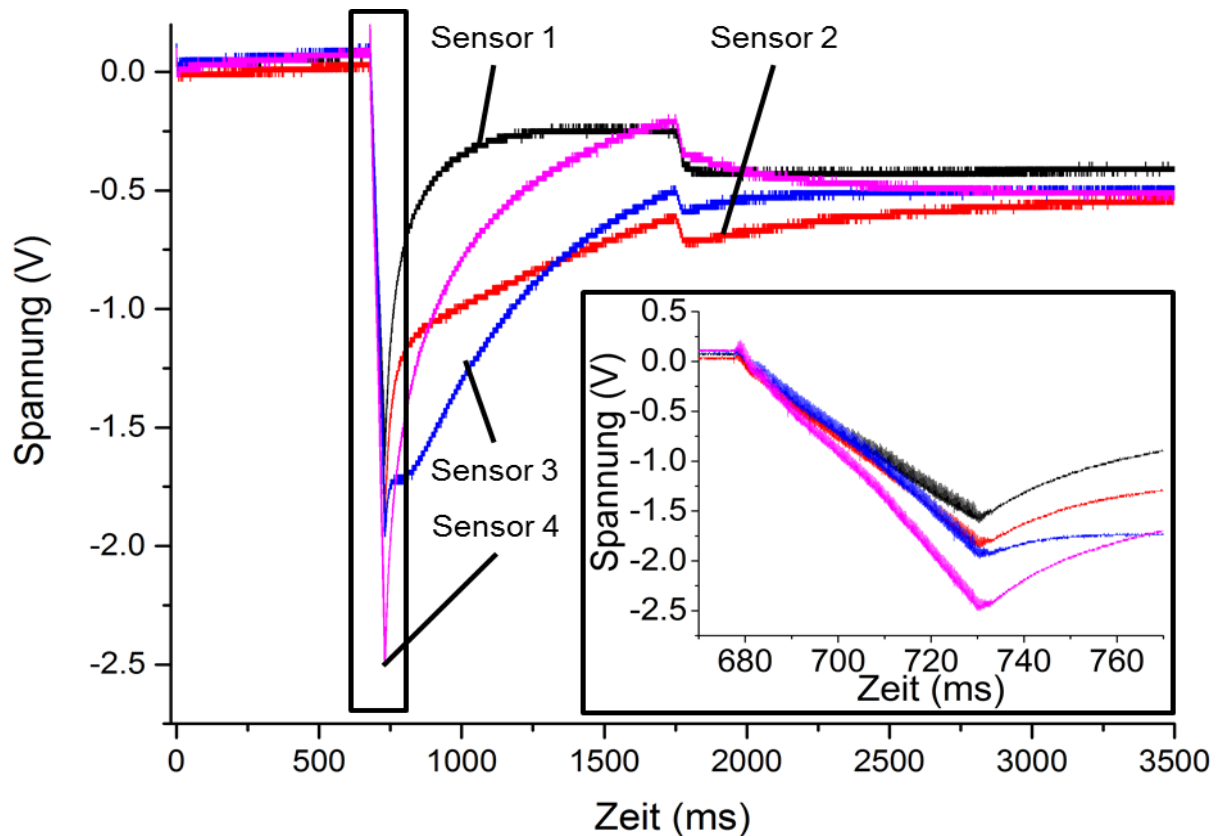


Abbildung 3.8: Kurvenverlauf der Konfiguration 2 mit Vergrößerung der Ultraschallphase.

Des Weiteren kann in der Ultraschallphase eine periodische Druckbelastung beobachtet werden. Diese hatte bei allen Versuchen eine Frequenz von 3,8 kHz und lag somit unter der verwendeten Ultraschallfrequenz. Dies lässt sich jedoch durch die geringe Abtastrate erklären. Untersuchungen mit einer Samplerate von 6,25 MHz zeigten die charakteristische 35 kHz Schwingung der Ultraschallschweißmaschine (Abb. 3.9). Die Ultraschallphase endet mit dem Ausschwingen der Sonotrode und geht

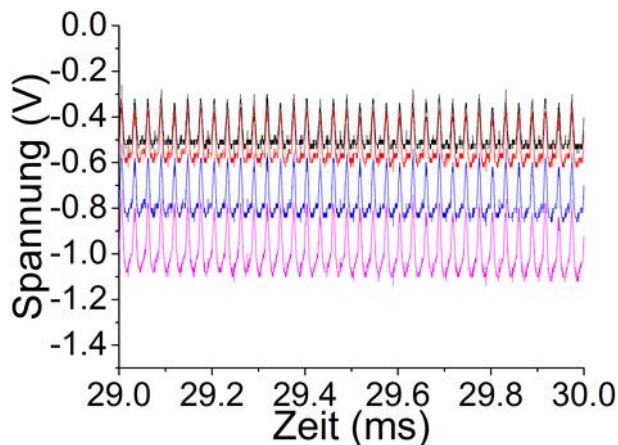


Abbildung 3.9: Ausschnitt der aufgenommenen Ultraschallschwingung bei einer Aufnahmerate von 6,25 MHz. Zu erkennen ist die 35 kHz Schwingung der verwendeten Ultraschallschweißmaschine.

in die Abkühlphase über.

In der Abkühlphase (III) steigt das Signal wieder an. Dessen Steigung ist dabei abhängig von der Position (vgl. Abb. 3.4). Die Sensoren im Außenbereich (Sensor 1 und 4) des Stapels haben einen steileren Kurvenverlauf und kühlen somit schneller ab als die Elemente im Inneren (Sensor 2 und 3). Die Kühlrate wird zusätzlich durch die

Haltezeit des Ultraschallprozesses bestimmt. Je länger die Haltezeit, desto niedriger die Temperatur am Ende des Ultraschallprozesses.

Der letzte Abschnitt ist das Hochfahren der Sonotrode (IV) in der das Signal aufgrund des nachlassenden Drucks abfällt.

Um die Reproduzierbarkeit der Experimente zu evaluieren, wurden von allen Parametereinstellungen mindestens drei aufeinander folgende Messungen durchgeführt. Die Messergebnisse zeigten eine hohe Übereinstimmung im Kurvenverlauf mit einer maximalen Abweichung von 1,7 %. Zusätzliche Messungen, mit einem Abstand von zwei Tagen bei sonst gleichen Geräteparametern, ergaben eine Änderung der Signalintensität für alle Sensoren. Dabei erhöhte sich die Abweichung im Vergleich zu den ersten Experimenten auf 2,9 %. Der relative Kurvenverlauf änderte sich jedoch nicht. Es ist zu vermuten, dass dies an der Änderung der tagesabhängigen Umgebungstemperatur und deren Einfluss auf die mechanischen / physikalischen Eigenschaften der Folien und des Sensors liegt. Fundierte Langzeittests hierfür konnten im Rahmen der vorliegenden Arbeit nicht mehr durchgeführt werden

3.2 Schweißkombinationen nach dem Ultraschallheißprägen

Nicht alle thermoplastischen Polymere lassen sich mit einander durch Ultraschallschweißen verbinden. Zudem hat ein vorangegangener Prägeprozess womöglich Einfluss darauf, da beim Ultraschallheißprägen die Amorphizität des verwendeten Polymers erhöht wird. Deshalb wurde systematisch untersucht, welche Polymere sich mit einander verschweißen lassen und welche nicht [3.2]. Um ein möglichst eindeutiges Ergebnis zu erhalten, wurden die Versuche, wie im Folgenden beschrieben, durchgeführt.

Von jedem thermoplastischen Kunststoff wurden zunächst gerade Kanäle mit den Abmaßen $1\text{ mm} \times 1\text{ mm} \times 20\text{ mm}$ durch Ultraschallheißprägen hergestellt. Anschließend wurde versucht, jeden dieser Kanäle mit jeweils einer einzelnen Deckelfolie des jeweiligen Materials mittels Ultraschallschweißen zu versiegeln (Tab. 3.1). Dieser Versuch wurde für jede Kombination mindestens fünf Mal wiederholt und das Schweißergebnis optisch mit Hilfe des digitalen Mikroskops VHX-500F der Firma Keyence untersucht. Bei nicht eindeutigem Ergebnis ist die Anzahl der Versuche erhöht worden. Dies war für den Hochleistungskunststoff PEEK (Polyetheretherketon)

notwendig, da oftmals die Schmelztemperatur nicht erreicht werden konnte. Diese liegt laut Hersteller (Victrex Europa GmbH) bei 343 °C, die Glasübergangstemperatur hingegen bei 143 °C. Das führte dazu, dass die Glasübergangstemperatur überschritten und die Energiedirektoren deformiert wurden, was ein stoffschlüssiges Verbinden der Komponenten ohne eine Zerstörung der Kanalform maßgeblich erschwerte.

Für das Prägen und Verschweißen der Komponenten wurde die Ultraschallschweißmaschine 2000IW+ der Firma Branson Ultraschall verwendet. Eine Tabelle mit der Bezeichnung und dem Hersteller, der für die Experimente verwendeten Kunststoffe, ist im Anhang (A2) zu finden.

Tabelle 3.1: Ergebnisse der Schweißuntersuchungen von verschiedenen Materialkombinationen. Das Testobjekt wurde zuvor mittels Ultraschallheißprägen hergestellt.

Kanal ▶ Deckel ▼	PS	PP	PEEK amorph	PEEK teilkristallin	SAN	PE	PLA	PVDF	PA	PVC	PET
PS	+	-	-	-	+	-	+	-	-	-	-
PP	-	+	-	-	-	+	-	-	-	+	-
PEEK amorph	-	-	+	+	-	-	-	-	-	-	-
PEEK teilkristallin	-	-	-	+	-	-	-	-	-	-	-
SAN	+	-	-	-	+	-	+	+	-	-	+
PE	-	+	-	-	-	+	-	-	-	-	-
PLA	+	-	-	-	+	-	+	+	-	+	-
PVDF	-	-	-	-	-	-	+	+	-	-	-
PA	-	-	-	-	-	-	-	+	+	-	-
PVC	+	-	-	-	-	-	+	-	+	+	+
PET	+	-	-	-	+	-	-	-	-	+	+
FEP	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
PFA	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Grün	Polymere für beide Optionen verschweißbar (Kanal-Deckel, Deckel-Kanal).										
Grau	Verschweißen zweier identischer Polymere.										

Auffällig ist, dass einige Materialkombinationen wie z.B. PVDF und PA oder SAN und PS nur in einer Kanal-Deckel-Konfiguration verschweißt werden konnten. In diesen Fällen ist das Verbinden immer dann möglich, wenn das Material mit der niedrigeren Glasübergangstemperatur (T_g) als Deckelfolie eingesetzt wurde. Dies wiederum zeigt,

dass der Temperaturanstieg und somit die Generierung von Schmelze am Energiedirektor am höchsten war, was sich auch in Untersuchungen von Potente et al. gezeigt hatte [2.2].

Bei den im Rahmen der vorliegenden Arbeit durchgeführten Versuchen wurden Materialien miteinander verschweißt, welche laut Literatur [3.3] nicht miteinander kompatibel sind. So z.B. die Kombinationen PE/PP oder PVC/PET (Tab. 3.2).

Tabelle 3.2: Schweißkombinationstabelle der Dukane Corporation [3.2].

	ABS (Cycolac)	ABS/Polycarbonate (Cycoloy)	Acetal (Delrin, Celcon)	Acrylic (Plexiglass, Perspex)	Acrylic Multipolymer (XT)	Liquid Crystal Polymers (Xydar)	Nylon (Zytel)	Phenylene Oxide (Noryl)	Polycarbonate (Lexan)	Polycarbonate/Polyester (Xenoy)	Polyester PBT (Celanex, Valox)	Polyester PET (Rynite)	Polyetherether Ketone (PEEK)	Polyetherimide (Ultem)	Polyethylene P/E	Polyphenylene Ether/Oxide (Prevex)	Polyphenylene Sulfide PPS (Ryton)	Polypropylene P/P	Polystyrene	Polysulfone (Udel)	Polyvinylchloride (Rigid PVC)	SAN/NAS	Styrene Block Copolymers (K-Resin)
ABS (Cycolac)	■	■																					●
ABS/Polycarbonate (Cycoloy)	■	■		●					●			■								●			
Acetal (Delrin, Celcon)			■																				
Acrylic (Plexiglass, Perspex)	■	●		■	●				■	●												●	●
Acrylic Multipolymer (XT)	■	●		●	■																	●	
Liquid Crystal Polymers (Xydar)						■																	
Nylon (Zytel)							■																
Phenylene Oxide (Noryl)								■	●											■		●	
Polycarbonate (Lexan)		■		■					■	●													
Polycarbonate/Polyester (Xenoy)		●		●					●	■	●												
Polyester PBT (Celanex, Valox)										●	■												
Polyester PET (Rynite)												■											
Polyetherether Ketone (PEEK)													■										
Polyetherimide (Ultem)														■									
Polyethylene P/E															■								
Polyphenylene Ether/Oxide (Prevex)																■							
Polyphenylene Sulfide PPS (Ryton)																	■						
Polypropylene P/P																		■					
Polystyrene	●							■											■			●	●
Polysulfone (Udel)																				■			
Polyvinylchloride (Rigid PVC)																					■		
SAN/NAS	●			●	●			●											●			■	■
Styrene Block Copolymers (K-Resin)	●			●															●			■	■



Good compatibility



Compatible at times based on material composition

Standardmäßig werden für die Evaluierung von Schweißparametern und Nahtfestigkeit der DVS-Prüfkörper (Deutscher Verband für Schweißtechnik), AWS-Prüfkörper

(American Welding Society) oder ein Prüfkörper nach Ziegltrum [3.4] verwendet (Abb. 3.10). Alle drei Versionen werden dabei mittels Spritzgießen hergestellt.

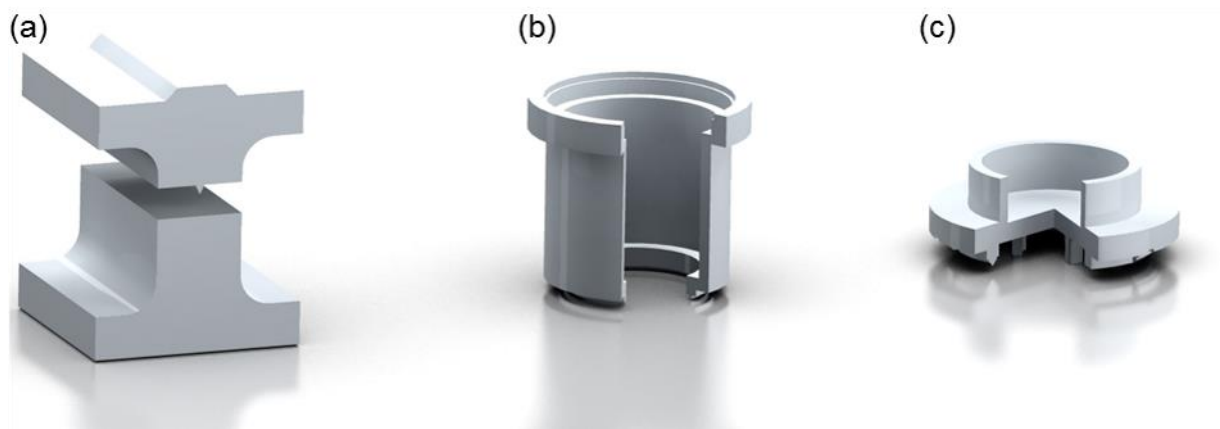


Abbildung 3.10: Standardisierte Prüfkörper der American Welding Society (a), des Deutschen Verbands für Schweißtechnik (b) und nach Ziegltrum (c) zur Ermittlung von Ultraschallschweißparametern.

Eine mögliche Erklärung für das Abweichen der Testergebnisse (Tab. 3.1) von der Literatur wäre deshalb der Ansatz zur Prüfkörperherstellung. Die Heiz- und Kühlrate ist beim Ultraschallheißprägen sehr hoch, weshalb eine Erhöhung des amorphen Anteils und der Amorphizität im geprägten Bauteil denkbar wäre. Diese könnte wiederum zu einer verbesserten Verschweißbarkeit der Materialien führen.

Einen Hinweis auf die Änderung des Kristallinitätsgrads geben Beobachtungen beim Ultraschallprägeprozess. Werden teilkristalline Materialien wie zum Beispiel Polyvinylidenfluorid (PVDF) oder Polyetheretherketon (PEEK) eingesetzt, so sind diese vor dem Prägen opak. Nach dem Einbringen der Struktur wird der Kunststoff im behandelten Bereich durchsichtig. Dies lässt auf eine Erhöhung des amorphen Anteils im Thermoplast schließen.

Des Weiteren zeigten erste thermische Analysen mit Hilfe eines dynamischen Differenzkalorimeters -kurz DSC (differential scanning calorimetry)- eines geprägten und ungeprägten Folienstapels, eine Änderung in der Schmelztemperatur. Diese äußerte sich bei der geprägten Spezies in einer Überlagerung zweier Schmelzpeaks mit der einhergehenden Verbreiterung des Schmelzbereichs. Eine Erklärung hierfür wäre eine Spaltung der Polymerketten auf molekularer Ebene, welches eine breitere Molmassenverteilung im Vergleich zum Ausgangsmaterial zur Folge hätte.

3.3 Energiedirektoren für das Verschweißen von Mikrosystemen

Für das Verbinden von Bauteilen existieren diverse Richtlinien [2.1][3.5] zur Auslegung der Fügefläche. In allen Fällen ist die Fügefläche im Vergleich zum verwendeten Energierichtungsgeber sehr groß ($> 5:1$), wodurch die Toleranz in der eingesetzten Prägeenergie /- kraft vergleichsweise hoch ist. Beim Versiegeln von Mikrosystemen ist das Größenverhältnis von Kanalwand zu Energiedirektor im Bereich von 4:1, aus diesem Grund ist das Intervall für die Schweißparameter relativ eng. Für das Deckeln der Mikrosysteme ergeben sich deshalb mehrere mögliche Fertigungsfehler.

Eine zu hohe Anpresskraft oder Ultraschallenergie hat eine Deformation bis zur kompletten Zerstörung der eigentlichen Mikrostruktur zur Folge. Aufgrund des geringen Fügeflächensprungs, vom 250 μm breiten Energiedirektor auf die 1 mm breite Kanalwand, kann sich die stationäre Temperaturphase, wie sie in Unterkapitel 3.1 angesprochen wurde, nicht in dem Maße ausbilden wie es für größere Bauteile der Fall wäre.

Werden die Schweißparameter (Amplitude, Schweißzeit, Anpressdruck) zu niedrig gewählt, so schmilzt nur die Spitze des Energiedirektors, was zu einer reduzierten Festigkeit der Naht und zudem zu einem unerwünschten Spalt zwischen Kanalwand und Deckel führt.

Der häufigste Defekt ist das Eintreten von überflüssiger Schmelze in den mikrofluidischen Kanal (Abb. 3.11). Dies hat eine Änderung des Kanalquerschnitts zur Folge und verändert dadurch das Strömungsprofil im Kanal.

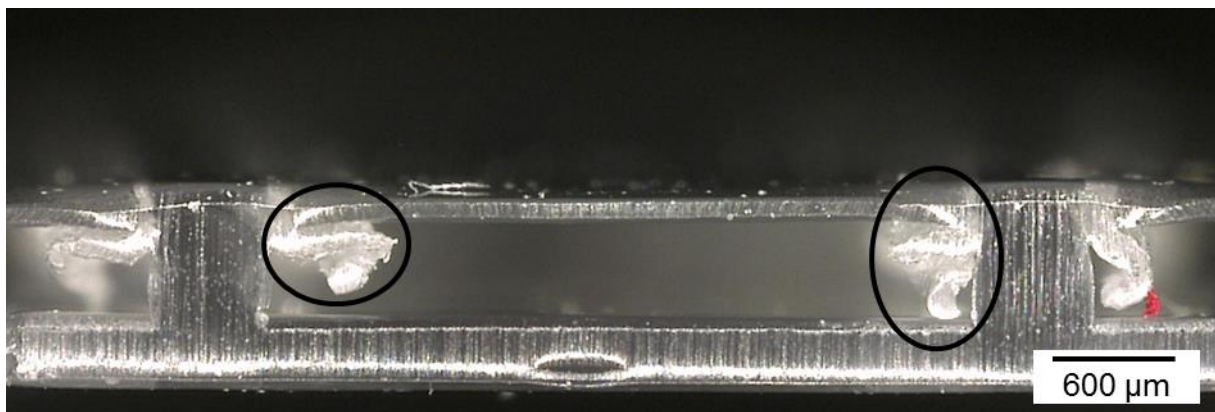


Abbildung 3.11: Schnitt durch einen versiegelten Mikrokanal mit eingedrungener überschüssiger Schmelze.

Um die Fehlerquellen zu minimieren, wurden alternative Designs für die Fügefläche untersucht. Die limitierenden Faktoren waren dabei die Abmessungen der Mikrofräser der Hochpräzisionsfräse und das benötigte Schmelzvolumen zur Befüllung der Kavitäten im Prägwerkzeug.

Das Eindringen von Schmelze in den Mikrofluidkanal wurde stark reduziert, indem bei der Auslegung des Prägwerkzeugs Kavitäten in der Kanalwand vorgesehen wurden (siehe Abb. 3.12).

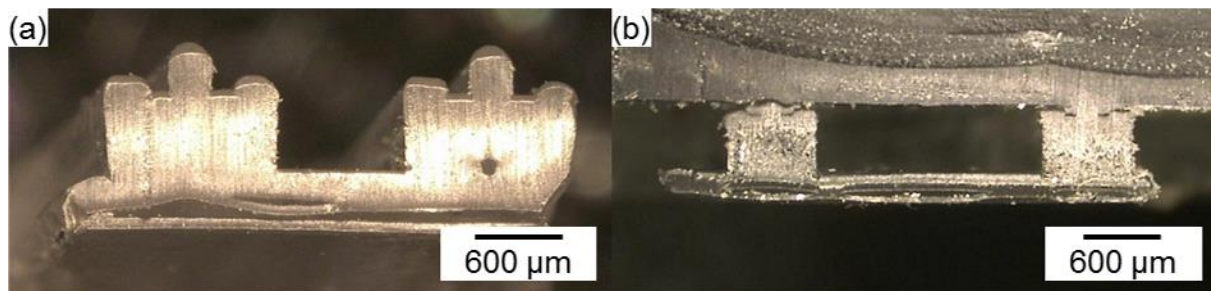


Abbildung 3.12: Alternatives Energiedirektordesign mit Drainagen für überschüssige Schmelze (a) und das anschließend versiegelte System (b).

Diese Drainage führte während des Ultraschallschweißens die entstehende Schmelze ab und sicherte dabei eine einheitliche Schweißnaht. Generell ergab sich aus den Erfahrungen im Rahmen dieser Arbeit, dass für das Deckeln von Mikrosystemen Folien mit Dicken $> 700\text{ }\mu\text{m}$ genutzt werden sollten, um eine ausreichende Steifigkeit dieser zu erreichen. Je nach Material werden dünnere Folien durch die im Prozess ausgetriebene Schmelze deformiert und somit Kanalquerschnitt und -profil verändert (siehe Abb. 3.13).

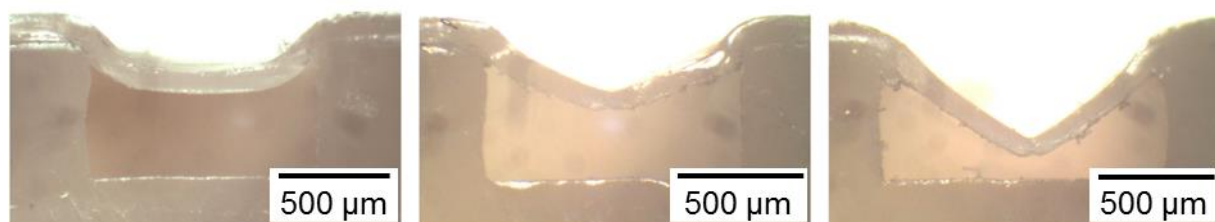


Abbildung 3.13: Änderung des Kanalprofils durch Einsinken einer dünnen Deckelfolie bei zunehmender Schweißenergie.

Untersuchungen zum Schweißmodus an der Ultraschallschweißmaschine HiQ Dialog 1200 (Herrmann Ultraschall GmbH & Co. KG) haben ergeben, dass die Bruchkraft der Schweißnaht beim Weg-Modus im Vergleich zum Zeit-Modus zunimmt. Die beiden Modi unterscheiden sich im Abbruchkriterium der Ultraschallschwingung (vgl. Kapitel

2.1). Beim Weg-Modus erfolgt diese nach einem voreingestellten Schweißweg, d.h. der Ultraschall wird unter Druck solange in das Bauteil eingekoppelt bis die Sonotrode eine voreingestellte Strecke überbrückt. Die Länge diese Strecke lässt sich beim Schweißen anhand der Höhe der genutzten Energiedirektoren abschätzen. Im Zeit-Modus hingegen wird die Dauer der Ultraschallschwingung direkt vorgegeben. Die Auswahl dieser Schweißzeit erfolgt mit Hilfe einiger Probeschweißungen.

Für diese Experimente wurde ein ringförmiger Polycarbonat-Prüfkörper ($d = 20 \text{ mm}$)

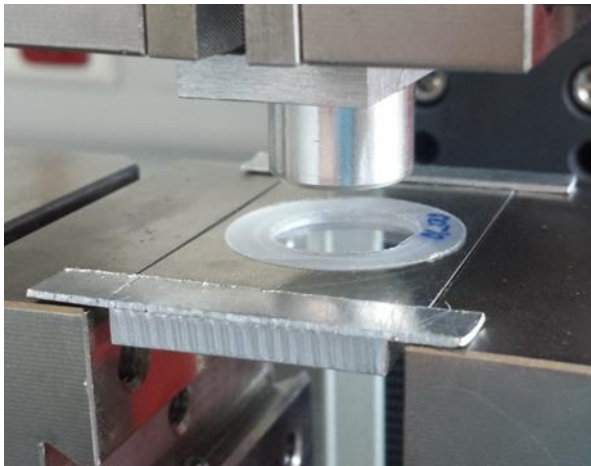


Abbildung 3.14: Prüfstand zur Messung der Bruchkraft der Schweißnaht mit Halterung für die Testkörper.

mit durchgehendem Energiedirektor geprägt und dieser mit einer Polycarbonatplatte ($D = 750 \text{ }\mu\text{m}$, Makrolon GP clear 099, Bayer Material Science) einseitig versiegelt. Mit Hilfe einer speziellen Probenaufnahme (Abb. 3.14), konnten anschließend Stabilitätsuntersuchungen an einer Zugprüfmaschine des Typs zwickiLine Z5.0 (Zwick GmbH & Co. KG) durchgeführt werden. Angelehnt an die Prüfnorm ISO 604, drückte ein Stempel

mit konstanter Geschwindigkeit gegen den Polycarbonat-Deckel bis sich dieser von dem Prüfkörper löste. Die Messungen wurden für jeweils zwanzig Proben, welche zuvor mit den zwei unterschiedlichen Modi verschweißt wurden, durchgeführt. Tabelle 3.3 zeigt die Ergebnisse dieser Druckversuche.

Tabelle 3.3: Tabellarische Zusammenfassung der Prüfergebnisse zur Untersuchung der Bruchkraft der Nähte, die durch Ultraschallschweißen mit unterschiedlichen Modi erzeugt wurden.

Schweißmodus	Zeit-Modus	Weg-Modus
Mittlere Bruchkraft [N]	231,33	323,95
Standardabweichung Bruchkraft[N]	101,66	41,60
Minimale Bruchkraft [N]	59,69	236,45
Maximale Bruchkraft [N]	358,72	376,49
Mittlere Prägeenergie [J]	55,05	55,70
Standardabweichung Prägeenergie [J]	6,84	20,26
Mittlerer Prägeweg [mm]	0,18	0,17
Standardabweichung Prägeweg [mm]	0,07	0,00
Mittlere Prägezeit [s]	0,30	0,31
Standardabweichung Prägezeit [s]	0,00	0,12
Ausschuss Probekörper	10	3

Sowohl die maximale als auch die mittlere Bruchkraft der Zeit-Modus-Proben waren geringer und wiesen zudem eine höhere Fluktuation in der Schweißnahtstärke auf. Eine mikroskopische Evaluation der Schweißnahtqualität zeigte zudem, dass 30 % der Proben, die im Zeit-Modus versiegelt wurden, einen übergequollenen Energiedirektor aufwiesen. Dies trat für keine der Weg-gesteuerten Verschweißungen auf.

Einige Sensortypen setzten das Einbringen von filigranen Metalldrähten ($d < 150 \mu\text{m}$) in das Mikrosystem voraus [1.11][3.7]. Diese wurden durch den Einsatz von durchgehenden Energierichtungsgebern derart beansprucht, dass die Drähte während des Schweißens rissen. Unterbrechungen im Energiedirektor (Abb. 3.15 (a)(b)) erleichterten das positionsgenaue Platzieren der Metallfilamente und verhinderten deren Beschädigung.

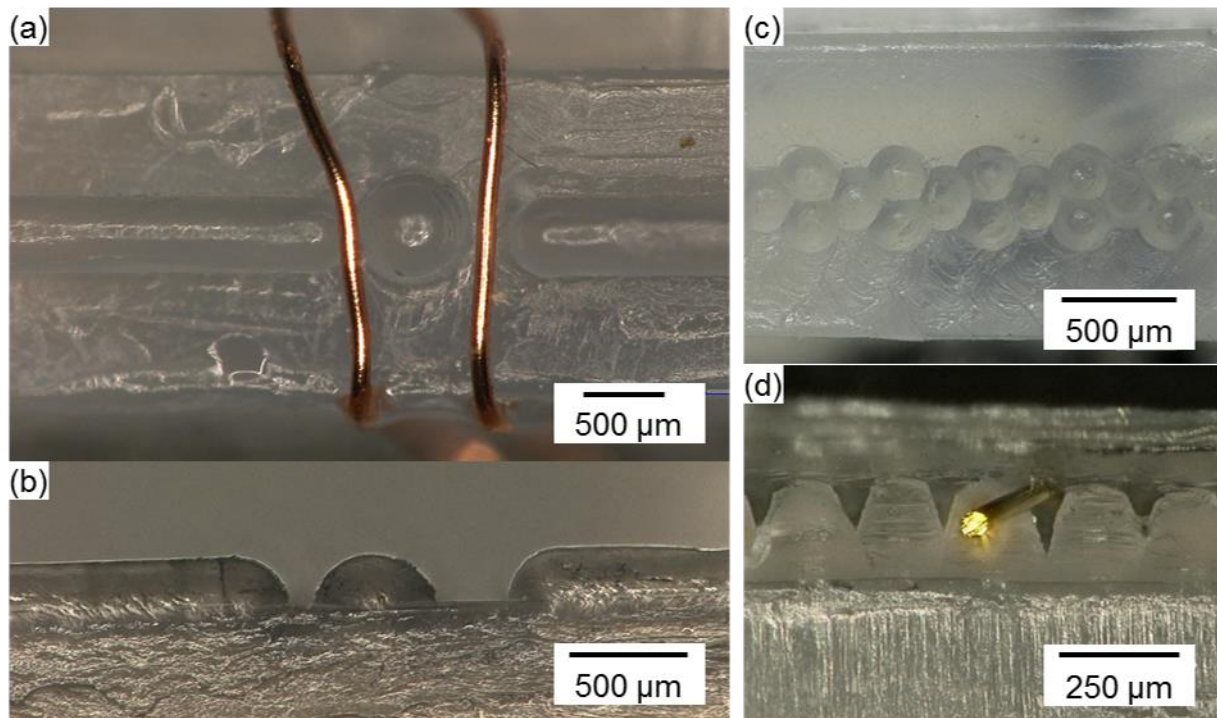


Abbildung 3.15: Optionen zur Einbringung von Metallfilamenten in ein Mikrosystem. Aufsichten (a)(c) und Schnitte (b)(d) durch Mikrokanäle vor dem Ultraschallschweißen.

War die Position des Drahts im Voraus nicht festgelegt, wurde der umlaufende Energiedirektor auf der vollen Länge unterbrochen, so dass dieser aus aneinandergereihten Kegeln bestand. Um dabei die Dichtheit sicherzustellen, wurden diese Kegel versetzt in zwei bzw. drei Reihen angeordnet (Abb. 3.15 (c)(d)). Die Aussparungen zwischen den Energiedirektoren wurden während des Ultraschallschweißens durch die Polymerschmelze versiegelt.

3.4 Vorstrukturierung

Das Prägen großflächiger Strukturen ist ohne weiteres nicht möglich, da sich die Ultraschallenergie über das komplette Werkzeug verteilt und somit keine Schmelze erzeugt wird. Die Untersuchungen im Rahmen dieser Arbeit haben gezeigt, dass das gezielte Vorstrukturieren von Polymerfolien ermöglicht, dies zu umgehen und auch große Flächen mit flachen Kavitäten ($\sim 10 \mu\text{m}$) zu prägen [2.3]. Für das Vorstrukturieren wurden Werkzeuge, wie es in Abbildung 3.16 dargestellt ist, verwendet.

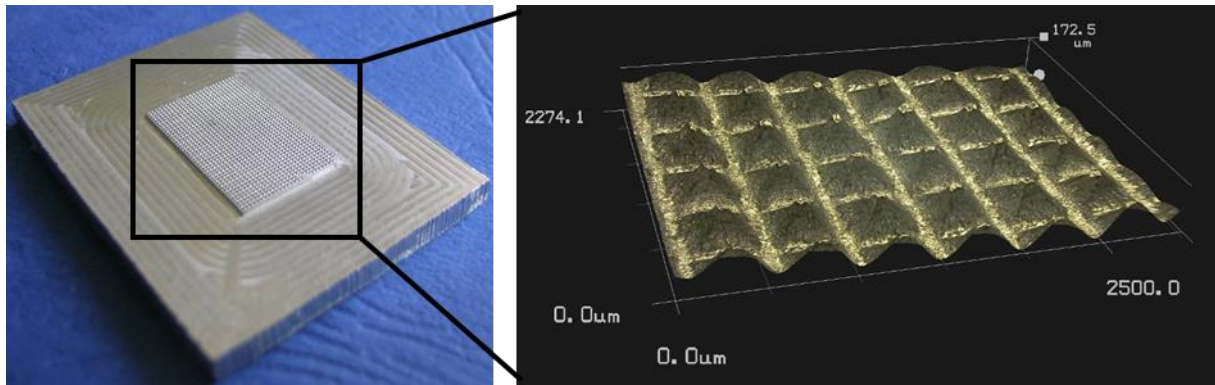


Abbildung 3.16: Das Vorstrukturieren von Polymerfolien erfolgt anhand von Werkzeugen mit pyramidenförmigen Formationen.

Diese pyramidenförmigen Strukturen (Abb. 3.16) wurden in einen Stapel aus Polymerfolien (Polystyrol) eingebracht, sodass ein Gitter aus Energiedirektoren geschaffen wurde (Abb. 3.17 (a)).

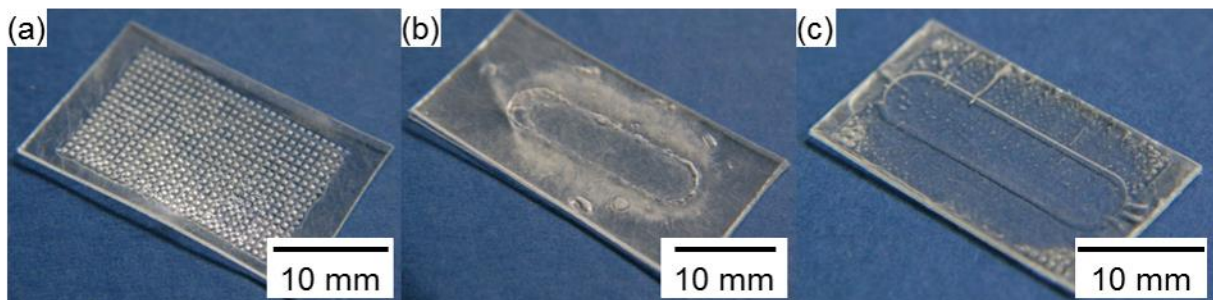


Abbildung 3.17: Vorgeprägter Folienstapel mit einem Netzwerk aus Energiedirektoren (a) erleichtert das Ultraschallheißprägen von flachen Konturen (c) gegenüber nicht vorstrukturierten Folien (b).

Hierdurch konnte die Reibefläche zwischen dem Polymer und dem Werkzeug verkleinert und die Energie auf die erhabenen Stege konzentriert werden. Auf diese Weise wurden auch großflächige Werkzeuge mit Mikrokavitäten abgeformt. Ein Beispiel hierfür ist in Abbildung 3.18 dargestellt.

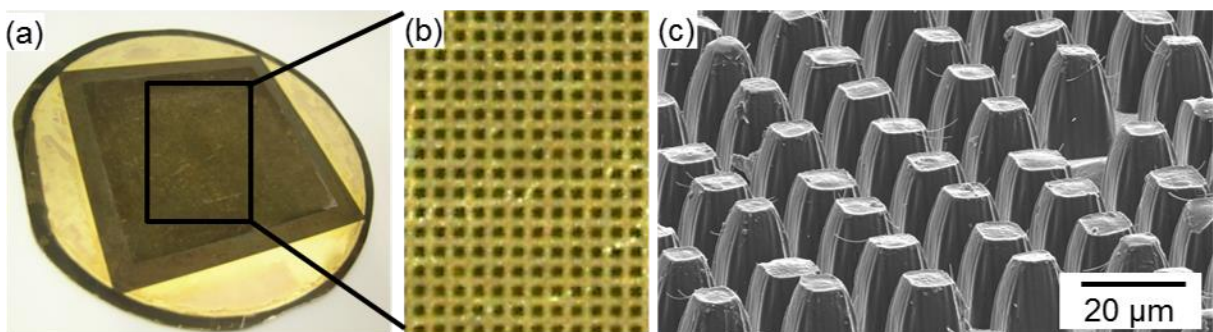


Abbildung 3.18: Wafer mit Mikrokavitäten (a)(b) ($10\text{ }\mu\text{m} \times 10\text{ }\mu\text{m} \times 40\text{ }\mu\text{m}$) und Aufnahmen der Ultraschallheißprägung im Rasterelektronenmikroskop (c).

Das in Abbildung 3.18 (a)(b) gezeigte Werkzeug wurde durch Röntgentiefenlithografie und Galvanik hergestellt und enthält kleine rechteckige Vertiefungen mit den Dimensionen $10\text{ }\mu\text{m} \times 10\text{ }\mu\text{m} \times 40\text{ }\mu\text{m}$ (Abb. 3.18 (b)).

Für Werkzeuge mit breiten jedoch flachen, hervorstehenden Formen bot es sich an eine dünne Folie zwischen Werkzeug und den vorstrukturierten Energiedirektorfolien zu platzieren (Abb. 3.19 (a)).

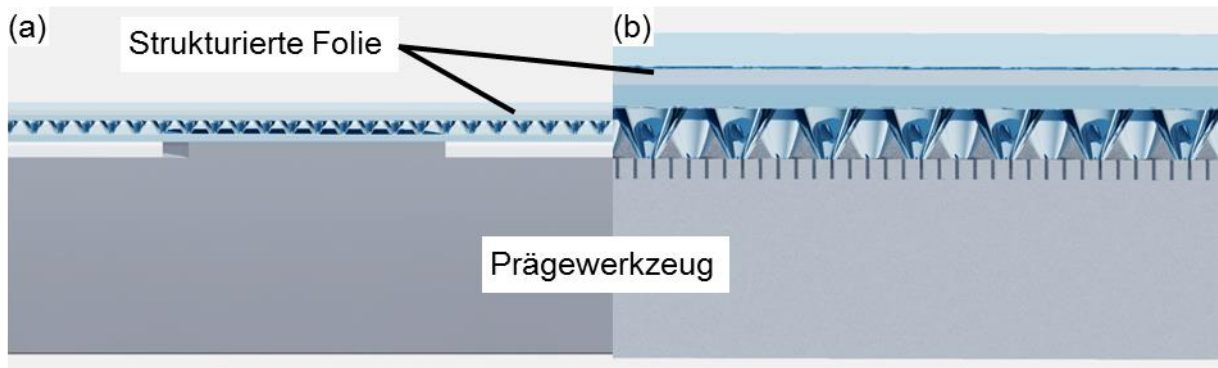


Abbildung 3.19: Ultraschallheißprägen eines breiten, flachen Werkzeugs mit Hilfe eines Stapels aus einfacher und vorstrukturierter Folie (a). Abformen eines großflächigen Werkzeugs mit Mikrokavitäten durch direktes Platzieren der vorstrukturierten Folie auf der Werkzeugoberfläche (b).

Dadurch wurde eine gleichmäßigere Oberfläche erzielt, ohne den Effekt der Vorstrukturierung zu sehr zu dämpfen. Bei Abformwerkzeugen mit kleinen Vertiefungen ohne hervorstehende Strukturen wie es in Abbildung 3.18 dargestellt ist, war dies nicht möglich, so dass die Energierichtungsgeberstrukturen direkt mit der Werkzeugoberfläche in Kontakt gebracht wurden (Abb.3.19 (b)).

3.5 Ultraschallthermoformen

Das zweiseitige Strukturieren einer einzelnen thermoplastischen Folie erfolgte durch Ultraschallthermoformen [3.8]. Hierzu wurde der Umstand genutzt, dass nicht alle Kunststoffe miteinander verschweißbar sind. Die zu strukturierende Folie wurde auf dem Formwerkzeug platziert und mit einem Stapel Pufferfolien (z.B. PE) bedeckt (Abb. 3.20 (a)).

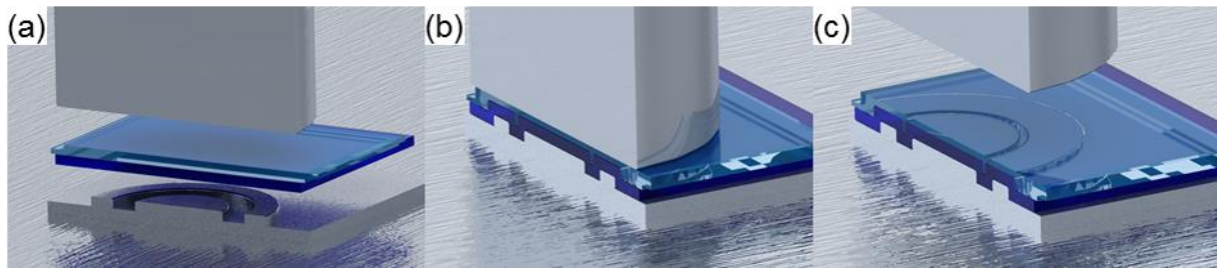


Abbildung 3.20: Schematische Darstellung des Ultraschallthermoformens einer einzelnen Folie. Platzieren der Folien zwischen Werkzeug und Sonotrode (a) und anschließendes Auslösen des Ultraschalls (b). Entformen der thermogeformten Folie (c).

Die Höhe des Pufferfolienpakets war dabei derart zu wählen, dass die Kavitäten des Formwerkzeugs komplett ausgefüllt werden konnten. Durch Auslösen des Prozesses wurden sowohl die zu thermoformende Folie als auch die Pufferfolie plastifiziert (Abb. 3.20 (b)), wodurch sie die Form des Werkzeugs annahmen.

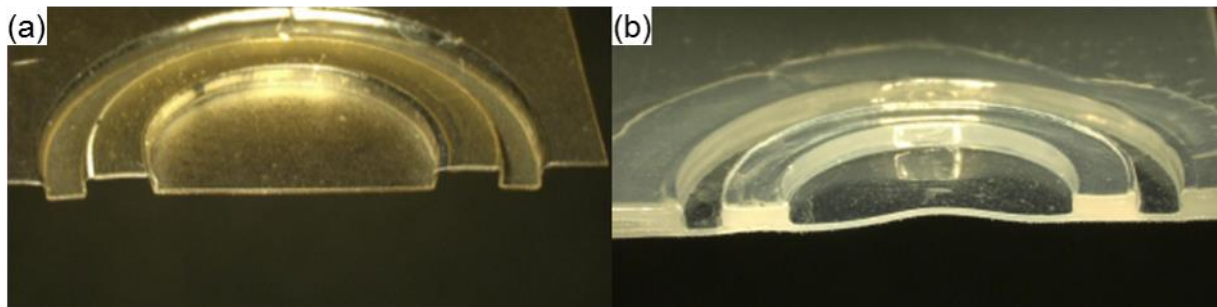


Abbildung 3.21: Ultraschallthermoformierte PEEK-Folie (a) und ein ultraschallheißgeprägter PE-Pufferfolienstapel (b).

Nach dem Entformen erhielt man eine thermogeformte Folie und ein ultraschallheißgeprägtes Pufferfoliengefüge (Abb. 3.21).

Für das Ultraschallthermoformen einer einzelnen Folie mit einer Dicke $< 200 \mu\text{m}$ wurden die Pufferfolien benötigt, um eine Dissipation der Ultraschallschwingung zu erreichen. Ohne den Puffer würde der Ultraschall direkt in das Werkzeug / den Amboss geleitet ohne die notwendige Wärme zu generieren.

4 Mikrofluidische Anschlussoptionen

Für die Kontaktierung von mikrofluidischen Systemen mit externer Peripherie (z.B. Spritzenpumpen) wurden diverse Möglichkeiten untersucht. Diese reichten von stoffgleichen /- ungleichen Materialien, über kommerzielle, bis hin zu Eigenlösungen und werden im Weiteren zwischen der „out of plane“-Variante und der „in plane“-Variante unterschieden.

4.1 „Out of plane“-Varianten

In den hier genannten „out of plane“-Varianten sind die Anschlüsse so angeordnet, dass die zu- und abführenden Schläuche senkrecht zum Mikrosystem stehen.

Die einfachste Version war das Ankleben von Anschlussstücken samt Schlauch auf den Eingangsbereich eines gedeckelten Mikrokanals (Abb. 4.1 (a)). Diese wurden einzeln auf die Deckelfolie gesetzt, wobei darauf geachtet werden musste, dass überschüssiger Kleber nicht in den Kanal floss. Als Alternative hierzu wurden Anschlussstücke durch Ultraschallschweißen auf dem Mikrosystem fixiert (Abb. 4.1 (b)). Hierzu mussten diese jedoch aus einem zum Mikrosystem kompatiblen Material bestehen und zudem über Energiedirektoren verfügen, was die Vorbereitungszeit erhöhte. Die Anschlussstücke konnten flexibel auf jedes Mikrosystem aufgebracht werden und boten, je nach verwendetem Material, im Vergleich zu einer Anschlussplatte, einen verbesserten optischen Zugang zum Kanal. Von Nachteil ist die Anfälligkeit gegen Hebelkräfte die vom Anschlussschlauch ausgehen, aufgrund der kleinen Klebe- bzw. Schweißfläche.

Dies konnte durch den Einsatz einer Anschlussplatte verhindert werden. Die mikrofluidische Struktur wurde hierfür direkt auf eine kompatible Kunststoffplatte geschweißt, in welcher zuvor die benötigten Zugänge eingebracht wurden. Das Anbringen der Schläuche wurde entweder durch kraftschlüssiges Einpressen in eine konische Bohrung (Abb. 4.1 (d)) oder durch Zuhilfenahme einer Gewindebohrung erreicht. Das Gewinde ermöglichte den Einsatz von kommerziell erhältlichen Standardfittings oder Steckverschraubungen (Abb. 4.1 (c)). Die Auslegung der Anschlussplatte musste im Vorfeld für das zu versiegelnde System durchgeführt werden.

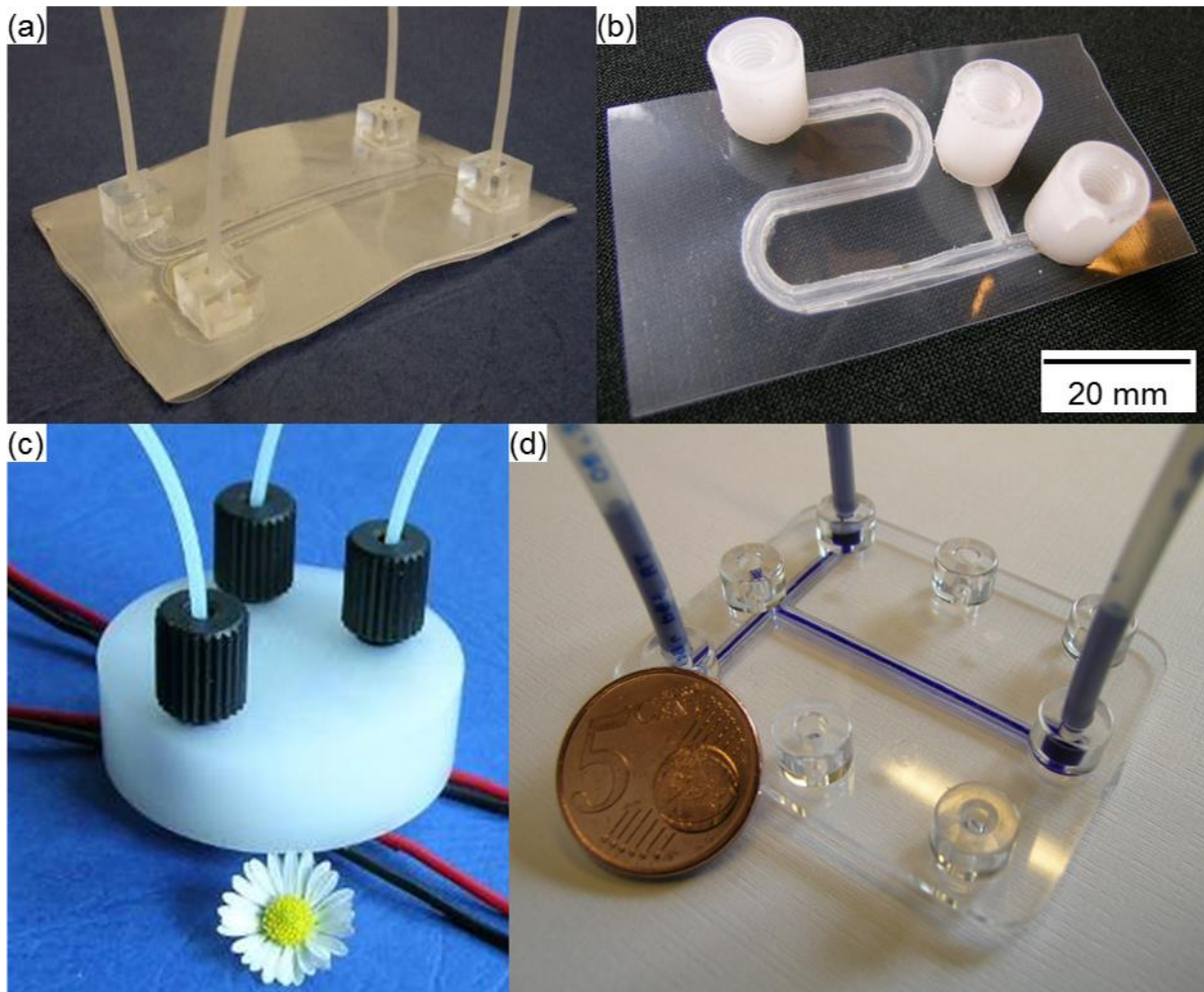


Abbildung 4.1: „Out of plane“-Anschlussoptionen zur mikrofluidischen Kontaktierung von Mikrosystemen. Basierend auf Anschlussstücken (a)(b), welche geklebt oder geschweißt werden können oder einer Anschlussplatte (c)(d), die das Mikrosystem zusätzlich stabilisiert.

Das „out of plane“-Verbinden von Systemen untereinander wurde im Rahmen der Entwicklung eines modularen Mikrosystemkonzepts durch Ultraschallfertigung behandelt. Hierzu erfolgte eine Evaluierung unterschiedlicher Anschlussentwürfe, die sowohl handelsübliche Verbinder als auch exotischere Grundbausteine, wie beispielsweise LEGO®, Druckknöpfe oder Magnete umfasste.

Bei den Legobausteinen wurde in erster Linie das Produkt „Plate 1x1 Round“ verwendet, welches sowohl aus ABS als auch PC erhältlich war. Das Fügen zweier Legoelemente erfolgte nach dem Steckprinzip und war somit, analog zum Druckknopf (z.B. Messing oder PA), formschlüssig. Bei beiden Optionen wurde ein Teil direkt am Deckel im Bereich der Durchgangsbohrung fixiert. Dies erfolgte in den meisten Fällen durch Kleben. Alternativen hierfür wären das Ultraschallschweißen für kombinierbare

Kunststoffe oder das Ultraschallnieten. Ein Dichtring zwischen den Anschlusselementen wirkte möglichen Leckagen entgegen (Abb. 4.2 (b)).

Anschlussadapter nach dem Luer-Slip Ansatz waren sowohl aus PP als auch PVDF erhältlich. Diese bestanden aus einem Matrizen- und einem Patrizen-Teil, welche ineinander geschoben und anschließend aufgrund des Reibungswiderstandes zusammengehalten wurden (Abb. 4.2 (c)). Diese wurden für das Verknüpfen der Mikrosysteme im Einlaufbereich mit dem Matrizenteil und im Auslaufbereich mit dem Patrizen-Teil versehen [4.1]. Das Anbringen erfolgte hierbei durch Ultraschallschweißen.

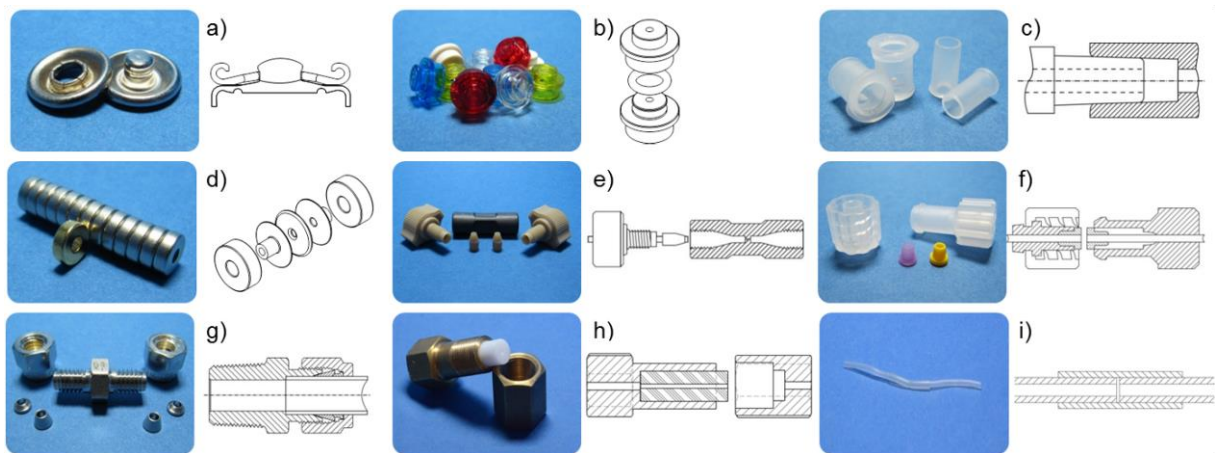


Abbildung 4.2: Getestete Methoden zur Verschaltung von Mikromodulen. Das Koppeln zweier Mikrosysteme kann anhand von Adaptern mit Matrizen und Patrizen-Teil (a-d) oder durch den Einsatz eines Schlauchverbinders erfolgen (e-i).

Das Koppeln zweier Systeme mittels Magnete erfolgte kraftschlüssig, weshalb der maximale Betriebsdruck von der Stärke der eingesetzten Magnete abhing. Ein NdFeB-Ringmagnet wurde hierfür durch einen durchbohrten Kunststoffniet an dem System befestigt (Abb. 4.2 (d)). Obwohl die Wahl des thermoplastischen Nietmaterials frei wählbar war, erwies sich eine Ultraschallschweißung als ungeeignet. Die während des Schweißprozesses auftretenden Druck- und Temperaturbelastungen führten zum Brechen des spröden Magneten oder entmagnetisierten diesen. Die in Tabelle 4.1 dargestellten Messwerte wurden ausführlich in [4.1] und [4.2] diskutiert.

Tabelle 4.1: Zusammengefasste Einschätzung der verschiedenen Anschlussoptionen anhand von Einsatzbereich, Herstellung und Handhabbarkeit.

Einsatzbereich Herstellung Handhabung	Druck- knöpfe	Lego®	Luer	Magnete	Micro- Tight®	Luer- Tight®	Hy-Lok®	Schrumpf- schlauch	Press- verbinder
p_{max} [kPa]	50	250	250	190	1000	/	> 4000	> 4000	> 4000
T_{max} [°C]	/	70 - 135 ^{a)}	150	70 - 80	250 ^{b)}	100 ^{b)}	650	90 ^{c)}	/
chem. Beständigkeit	-	-	+	0	+	+	+	+	+
V_{tot} [μl]	/	80 - 85	~ 60	< 10	~ 12	~ 10	~ 15	/	/
Verbindungs- elemente	+	0	0	-	+	+	+	+	0
Verbindung	-	-	0	0	+	+	+	+	+
Montage	+	+	+	+	-	-	0	+	+
Demontage	-	+	0	0	+	+	0	-	+
Mikro-Makro	-	-	+	-	+	+	+	+	+

+ = gut, 0 = mäßig, - = schlecht, / = keine Angabe, a) Materialabhängigkeit ABS oder PC, b) max. Dauergebrauchstemperatur von PEEK bzw. PP [4.3], c) max getestete Temperatur.

Die in Tabelle 4.1 aufgeführten, kommerziell erhältlichen Verbindungstechniken Micro-Tight®, Luer-Tight® und Hy-Lok® wurden für das Koppeln von Modulen in der „in plane“-Konfiguration getestet.

4.2 „In plane“-Varianten

Für das Anbringen von Verbindungen in einer Ebene mit dem Mikrosystem stand in den meisten Fällen nur eine Seitenfläche mit einer Höhe von 1 mm zur Verfügung. Um diesen Bereich nutzen zu können, wurde eine Fügeflächengeometrie entwickelt, die das Einlegen von Kapillaren vorsah. Diese können sowohl aus Metall als auch Kunststoff bestehen. Glaskapillaren mit kleiner Wandstärke eigneten sich hierfür nicht, da diese durch die auftretende Druckbeanspruchung zersplitterten.

Für diese Anschlussvariante wurde im Bauteil ein Kontaktareal für die Zu- und Abläufe des Systems vorgesehen. In dieses wurde zumeist eine Kapillare mit kreisförmigem Querschnitt eingelegt und während der Versiegelung mittels Ultraschallschweißen mit eingebettet. Die Höhe des Kontaktbereichs sollte dabei maximal dem Außendurchmesser der Kapillare entsprechen.

Bei den ersten Versuchen wurde ein PTFE-Schlauch in einem rechteckigen Kanal (Abb. 4.3 (a)), bei einer Einlagelänge von 1 – 1,2 cm, eingeschweißt [4.4]. Die Verbindung war hierbei kraftschlüssig, da es sich bei PTFE um ein Material mit hohem

Schmelzpunkt und niedrigem Reibungskoeffizienten handelt. Eine druckdichte Verbindung (700 kPa) ließ sich nur in 8 % der Fälle realisieren. Scott et al. und Nelson et al. [4.5][4.6] stellten einen Ansatz zur Oberflächenbehandlung von PTFE-Schläuchen durch eine Lösung von Naphthalin in Tetrahydrofuran vor, welches das Klebeverhalten verbesserte. Dieser Ansatz wurde für das Einschweißen getestet, zeigte jedoch keinen Effekt im Hinblick auf die Druckdichtheit oder Reproduzierbarkeit.

Die Hauptfehlerquelle waren die rechteckigen Räume im Kontaktbereich, welche nur unzureichend durch den Schlauch und die entstehende Schmelze gefüllt wurden und somit eine natürliche Bruchstelle darstellten (Abb. 4.3 (b)).

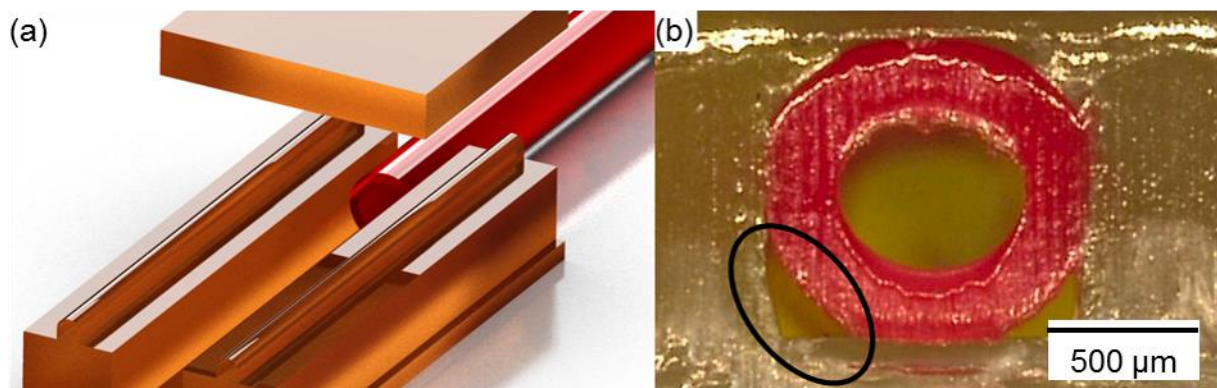


Abbildung 4.3: Darstellung zur Einbringung von Kapillaren in ein Mikrosystem für die „in-plane“-Konfiguration und der zugehörige Fehlerquelle bei einem rechteckigen Kontaktbereich.

Durch Einbringen von Fasen im Kanalboden bzw. Fräsen des Kanals in halbrunder Form und zusätzliches Heranrücken der Energiedirektoren an den Kontaktbereich, konnte die Anzahl der dichten Systeme auf 20 % erhöht werden. Bei Fertigung des Kontaktbereichs aus zwei halbrunden, gespiegelten Hälften wurde in 80 % der Fälle ein druckdichtes System erhalten [4.7].

Eine Reproduzierbarkeit von 98 % wurde erreicht, indem zusätzliche Energiedirektoren im Boden des Kontaktbereichs angebracht wurden (Abb. 4.4 (a)), deren Höhe 150 µm nicht übersteigen durfte. Das Schlauchmaterial musste so gewählt werden, dass es sich mit dem Material des Mikrosystems durch Ultraschallschweißen verbinden ließ. Durch Einführen eines Metalldrahts in den Polymerschlauch wurde eine Änderung des Innendurchmessers während des Prozesses verhindert. Außerdem sorgte der Draht durch seine stützende Funktion für eine verbesserte Anpresskraft zwischen Schlauch und Mikrosystem. Dies hatte eine einheitlichere, stoffschlüssige Verbindung zur Folge (Abb. 4.4 (b)).

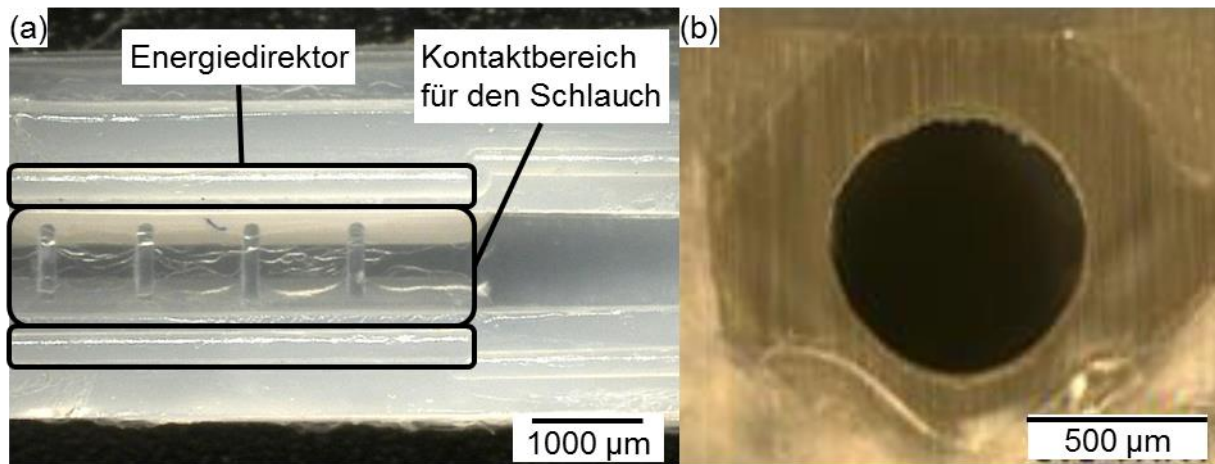


Abbildung 4.4: Blick auf eine Hälfte des Mikrokanals vor dem Einlegen des Anschlusschlauches und dem Aufschiessen der oberen Kanalhälfte (a). Im halbkreisförmigen Kontaktbereich zum Schlauch sind zusätzliche Energiedirektoren im Boden angebracht und der umlaufende Energiedirektor in diesem Bereich näher an den Kanal herangerückt. Dadurch wird ein vollständiges Einschweißen der Kapillare ermöglicht (b).

Bei der gewählten Geometrie des Kontaktbereichs zwischen Schlauch und Mikrosystem ließ sich dieser auf eine Länge von 0,5 cm verkürzen [4.8], ohne dass es zu Leckagen kam.

Für die Module, welche in Kapitel 5 besprochen werden, wurde ein spezieller Schlauch gewählt, der vor der Nutzung um einen Draht mit einem vorher festgelegten Durchmesser ($d = 600 \mu\text{m}$) geschrumpft wurde. Nach der Deckelung des Systems konnte dieser problemlos aus dem Schlauch herausgezogen werden.

Das Koppeln der Module erfolgte entweder über klassische Fittings, wie sie aus dem Bereich der Hochleistungschromatographie (HPLC) bekannt sind, mittels eines Schrumpfschlauchs oder durch einen Pressverbinder. Die Schraubverbinder Luer-Tight® / Micro-Tight® (IDEX Health & Science, Oak Harbor, WA, USA) und Hy-Lok® (Hy-Lok D Vertriebsgesellschaft, Oyten, Deutschland) arbeiten mit Klemmringsen, welche beim Verschrauben gestaucht werden und die Kraft auf den eingelegten Schlauch übertragen und somit abdichten. Sie unterscheiden sich in erster Linie durch den Mechanismus und das Material (Edelstahl, PEEK, PP, etc.). Die Funktionsweise der unterschiedlichen Fittings ist in Abbildung 4.5 dargestellt.

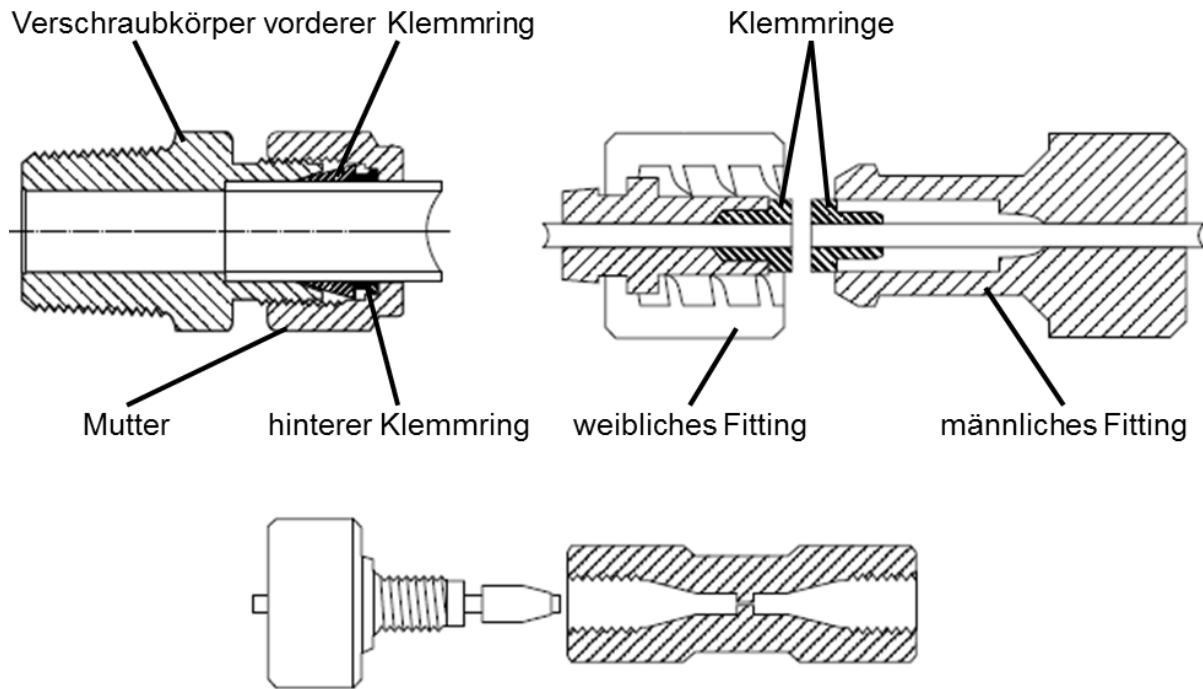


Abbildung 4.5: Kommerziell erhältliche Fittingvarianten und deren Funktionsweise [4.9][4.10][4.11].

Die Fittingvarianten sind unabhängig vom Schlauchmaterial, benötigen für den Einsatz jedoch entweder spezielles Werkzeug (Hy-Lok®) oder es findet ein Mitdrehen der zu verbindenden Schläuche statt (Micro-Tight®, Luer-Tight®). Dies wiederum ist für fest verschweißte und somit unbewegliche Schläuche von Nachteil.

Eine materialabhängige Fügevariante wurde in Kooperation mit dem Lehrstuhl für ApparateDesign der TUDortmund entwickelt. Zwei PVDF-Schläuche wurden dabei durch einen PVDF-Schrumpfschlauch (DEMES Technik GmbH) stoffschlüssig miteinander verbunden. Eine zerstörungsfreie Demontage ist hiernach nicht mehr möglich. Hierfür wurden zwei zu verbindende Schläuche an der Kontaktstelle in einem Schrumpfschlauch gleichen Materials platziert. Anschließend erfolgte das Erwärmen über den Materialschmelzpunkt durch eine Heizplatte oder ein Heißluftgebläse. Der Verbindungsschlauch schrumpfte zunächst und verband sich anschließend mit den beiden Endstücken. Hierbei war darauf zu achten, dass sowohl die in den Modulen verbauten Leitungen als auch der Verbindungsschlauch vom selben Lieferanten bezogen wurden. Es hatte sich gezeigt, dass sich Leitungen aus stoffgleichen Polymeren von unterschiedlichen Herstellern nicht immer miteinander verbinden ließen. Dabei wurde eine Deformation bis hin zur Agglomeration des inneren Schlauchs beobachtet, was eine Blockade der Leitung zur Folge hatte.

Eine zusätzliche „in-plane“-Option, die Pressverbindung, wird derzeit am Lehrstuhl für Apparate Design entwickelt und charakterisiert [4.2]. Der Ansatz ist eine Verknüpfung aus der materialabhängigen und Fittingvariante. Zwei Endstücke werden in einen Verbindungsschlauch eingeführt, welcher durch eine Schraube / Mutter-Kombination gestaucht wird und so die beiden Schläuche nach außen abdichtet (siehe Abb. 4.2 (h)).

Als Alternative zum Polymerschlauch oder -rohr wurden auch handelsübliche Kanülen aus Edelstahl auf die zuvor beschriebene Art eingebracht. Diese wurden anschließend durch einen Kunststoffschlauch oder durch den standardmäßig angebrachten Lueradapter (Matrizenteil) untereinander verbunden. Die Zuhilfenahme eines Drahtes war hierbei aufgrund der Eigenstabilität der Nadel nicht notwendig. Zu Bedenken war jedoch, dass es sich bei dieser Option um keine stoffschlüssige Variante handelte und sie deshalb anfällig für auftretende Hebelkräfte an der Spritzenadel war. Durch das Herausziehen und anschließende Einführen der Kanüle in das System nahm die Druckdichtheit rapide ab.

5 Modulares Konzept zur variablen Verschaltung von Mikrosystemen

In Kooperation mit der Arbeitsgruppe ApparateDesign der TU Dortmund unter Leitung von Prof. Dr.-Ing. Norbert Kockmann wurde ein modulares Mikrosystemkonzept entwickelt. Dadurch sollte ein freies Verschalten von mikrofluidischen Einheiten mit unterschiedlichen Funktionen ermöglicht werden, dessen Kit aufgrund der Flexibilität der Ultraschallfertigungsmethoden jederzeit um Strukturen und thermoplastische Materialien erweiterbar war (Abb. 5.1).

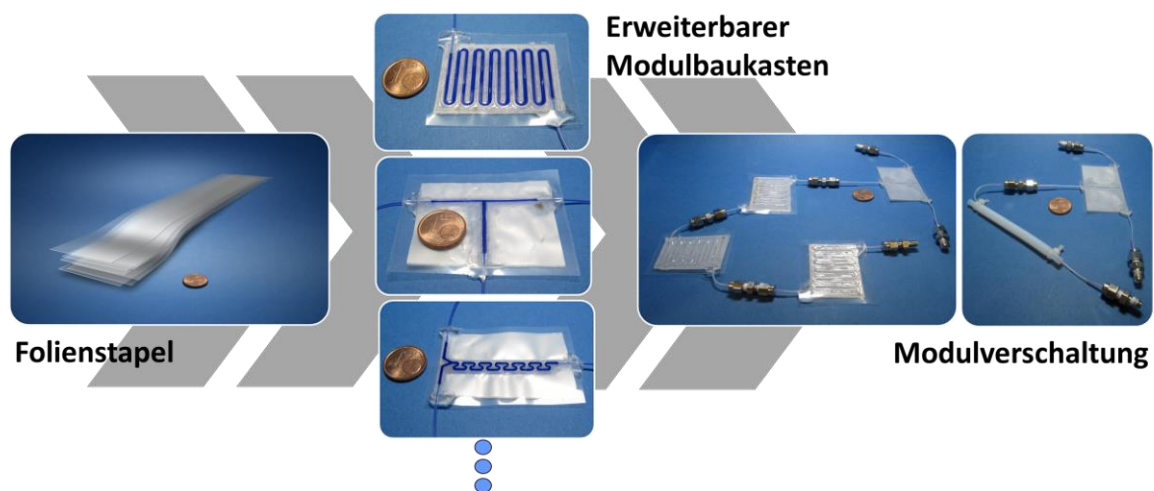


Abbildung 5.1: Konzeptidee zum erweiterbaren Modulbaukasten basierend auf den Ultraschallfertigungsmethoden.

Das Verbinden der einzelnen Module kann über die in Kapitel 4 vorgestellten Techniken erfolgen, wobei sich das Koppeln mittels Schräumpfschlauch MS 113 PVDF 1,2/0,6 (DEMES Technik GmbH) als geeignetste Lösung erwiesen hatte. Der generelle Entwurf der Systeme sah einen Kanalquerschnitt vor, welcher kleiner war als der Außendurchmesser des verwendeten Schlauchs ($d = 1 \text{ mm}$). Bei diesen Modulen verjüngte sich der Einlass zum Kanal hin konusförmig.

Als Ausgangsmaterial für die Module wurde ein PVDF-Homopolymer gewählt, welches als Folie in den Dicken $100 \mu\text{m}$ und $200 \mu\text{m}$ von der Nowofol Kunststoffprodukte GmbH & Co. KG bezogen wurde. Hierbei handelte es sich um ein Fluoropolymer, das eine hohe chemische Resistenz gegenüber den gängigsten Lösungsmitteln, Säuren und Basen aufwies und darüber hinaus aufgrund seiner thermischen und physikalischen Eigenschaften hervorragend für die Verarbeitung mittels Ultraschallheißprägen und -schweißen geeignet war.

Die folgenden Unterkapitel beschäftigen sich mit den Kernanwendungen in der Mikroreaktionstechnik dem Mischen, Trennen und der Überwachung / Steuerung einer Reaktion.

5.1 Mischer und Verweilzeitstrecke

Aufgrund der laminaren Strömung in Mikrokanälen erfolgt das Mischen von Flüssigkeiten nur durch Diffusion. Durch gezieltes Einbringen von Windungen oder Rinnen lässt sich die Leistungsfähigkeit der Mischer in Abhängigkeit von der Strömungsgeschwindigkeit verbessern.

Für einen modularen Baukasten wurden vier unterschiedliche Arten eines Mischers (T-, SZ-, Kreuz- und 90°-T-Mischer) und eine Verweilzeitstrecke gefertigt (Abb. 5.2).

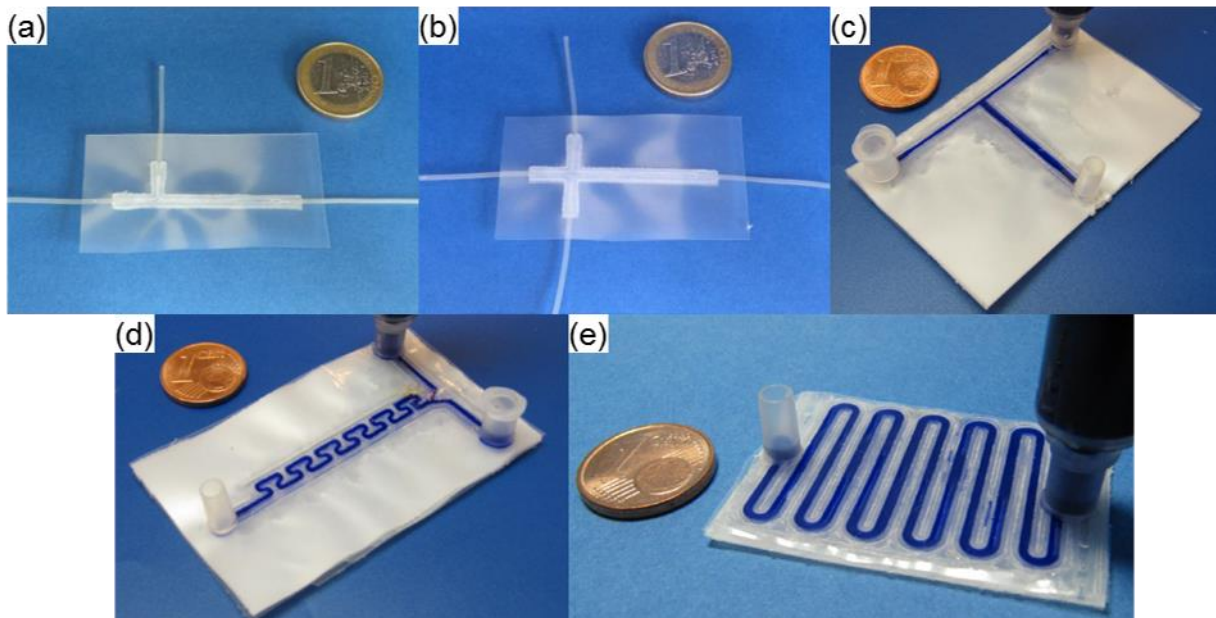


Abbildung 5.2: Mittels Ultraschallheißprägen und -schweißen hergestellte Mischer (90°-T-Mischer (a), Kreuzmischer (b), T-Mischer (c), SZ-Mischer (d)) und eine Verweilzeitstrecke (e).

Diese wurden sowohl im Hinblick auf ihre Fertigung als auch Funktion untersucht.

5.1.1 Fertigung der Mischer- und des Verweilzeitmoduls

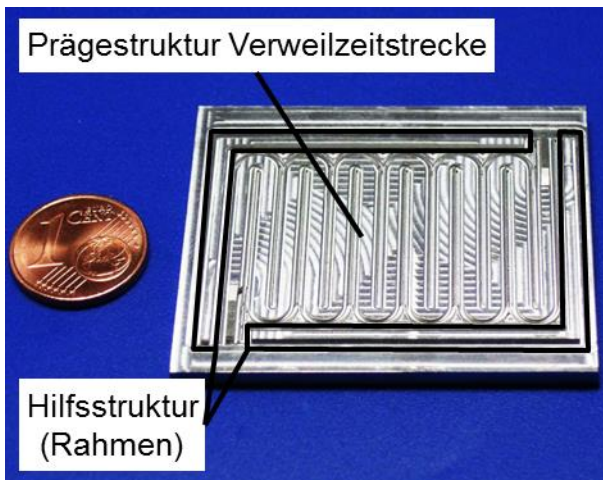


Abbildung 5.3: Hilfsstrukturen auf dem Prägewerkzeug der Verweilzeitstrecke zur Generierung von zusätzlicher Schmelze und deren Steuerung.

Die Verweildauer eines Fluids in einem Modul hängt sowohl von der Fördergeschwindigkeit als auch der Länge des Kanals ab. Deshalb sollte die Verweilzeitstrecke so lang wie möglich gestaltet werden. Als Form wurde eine mäandrierende Struktur auf einer Fläche von 50 mm × 30 mm gewählt. Eine hervorstehende Hilfsstruktur auf dem Werkzeug, welche in Form eines Rahmens um die Kanalstruktur angelegt wurde (Abb. 5.3), sorgte für die Generierung

von zusätzlicher Schmelze und dirigierte diese in die gewünschten Kavitäten des Prägewerkzeugs.

Die Wärme nimmt, aufgrund der besseren Kühlung im Randbereich der Sonotrode und



Abbildung 5.4: Heizplatte mit Temperaturregler HT560.

somit der Prägefläche, von innen nach außen ab. Das hatte wiederum ein inhomogenes Prägeergebnis zur Folge, mit Zersetzungserscheinungen im Zentrum und unvollständig abgeformten Strukturen im Randbereich der Sonotrode. Durch gezieltes Vorheizen des Werkzeugs und des Werkstücks ließ sich

das Prägeergebnis verbessern. Hierzu wurde eine Aluminiumplatte mit integrierter Heizpatrone / Thermofühlerkombination mit dem Temperaturregler HT560 (HORST GmbH) (Abb. 5.4) verwendet. Es war zu beachten, dass das Ausrichten der Ausgleichsplatte (Justierplatte) nach dem Aufheizen des Werkzeugs durchgeführt wurde, um dem entstandenen Wärmeverzug entgegen zu wirken.

Für das Verschweißen der Verweilzeitstrecke ergab sich eine ähnliche Problemstellung. Aufgrund der Größe der Fläche wurden vergleichsweise hohe Parameter (Amplitude $A_s = 32 \mu\text{m}$, Auslösekraft $F_{Tr} = 752,8 \text{ N}$, Ultraschallzeit $t_s = 375 \text{ ms}$) für das Versiegeln verwendet, was zur Folge hatte, dass die verwendete Folie einer hohen

periodischen Belastung ausgesetzt wurde. Dieses als Diaphragma-Effekt [3.4] bekannte Phänomen führte zu einem Defekt der Folie im freischwingenden Bereich (Abb. 5.5).

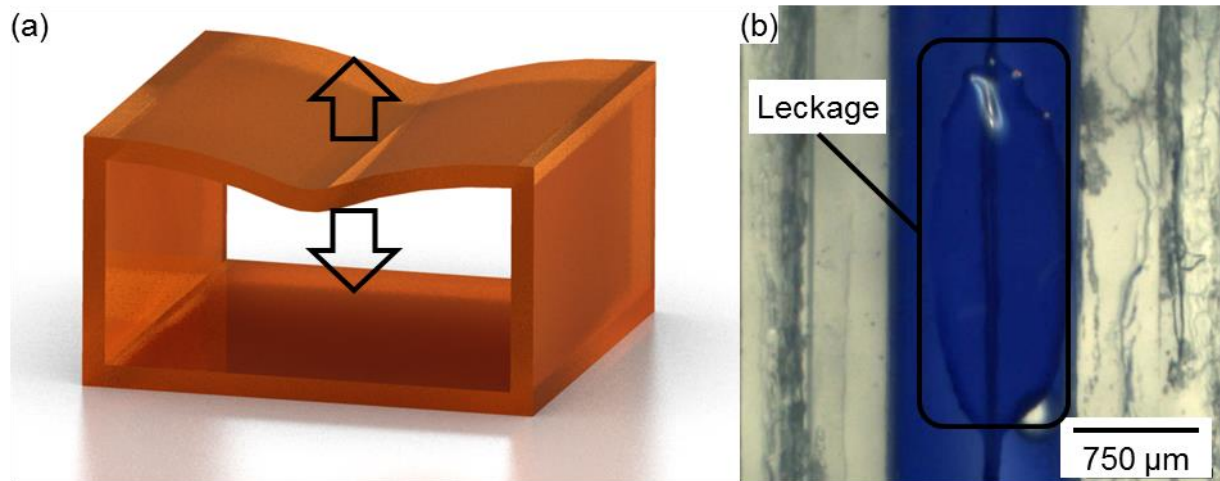


Abbildung 5.5: Das freie Schwingen einer nicht-verstärkten Folie, auch Diaphragma-Effekt (a) genannt, führt zu Schäden an den mikrofluidischen Systemen, welche eine Leckage (b) zur Folge haben.

Dem Diaphragma-Effekt könnte man in diesem Fall durch eine Verstärkung der Deckelfolie entgegenwirken. Also durch die Verwendung einer höheren Folienstärke oder durch Einbringen von stützenden Strukturen. Durch die Wahl eines Kunststoffplatte mit einer Stärke $> 700 \mu\text{m}$ verbesserte sich zudem die Homogenität der Schweißung gegenüber der einer Folie ($D < 250 \mu\text{m}$). Bei Nutzung eines opaken Kunststoffs (hier: teilkristallines PVDF) geht hierdurch jedoch die optische Transparenz verloren.

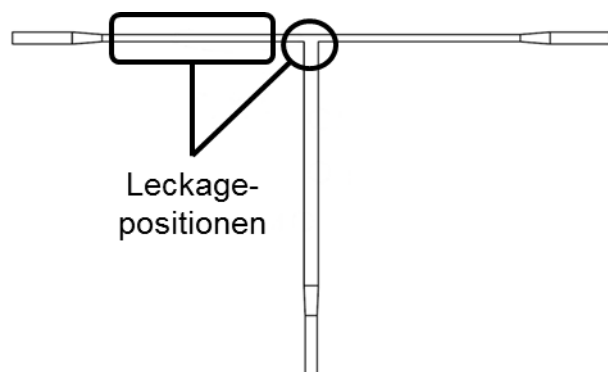


Abbildung 5.6: Position von überdurchschnittlich häufigem Auftreten von Defekten beim T-Mischer.

Im Gegensatz zur Verweilzeitstrecke waren die Leckagen bei den Mischern im Bereich der Energiedirektoren vorzufinden. Diese waren dabei überdurchschnittlich oft im Außenbereich der Struktur, welche sich beim Ultraschallschweißen im Randbereich der Sonotrode befanden und in Arealen in denen zwei Energiedirektoren im rechten Winkel

aufeinander trafen (Abb. 5.6). Dies trifft für den Übergang zwischen Einlauf und Mischkanal zu. In beiden Fällen wurde ein inhomogener Energieeintrag vermutet, welcher zu einem unzureichenden Aufschmelzen von Energiedirektor / Deckelfolie und somit einer geschwächten Schweißnaht führte. Durch Beaufschlagen des Kanals mit einem

Fluid und der damit einhergehenden Druckerhöhung, wölbte sich die Deckelfolie nach außen. Hierdurch trat eine Schälkraft am Energiedirektor auf, welche an den rechtwinkligen Übergängen des Energierichtungsgebers erhöht war und somit teilweise zu Leckagen ab einem Druck von 100 kPa führte. Der rechte Winkel sollte bei der Auslegung der Energiedirektoren vermieden und diese stattdessen in radialer Form konstruiert werden.

5.1.2 Charakterisierung der Verweilzeit- und Mischermodule

Druckuntersuchungen an den Mischern wurden mit Hilfe einer Pumpe des Typs SyrDos 2 (HiTec Zang GmbH) und dem elektronischen Druckmessumformer A-10 (WIKA Alexander Wiegand SE & Co. KG) durchgeführt. Hierzu wurden der Drucksensor und die Pumpe jeweils an den Eingängen des Mischers angeschlossen und der Ausgang mit einem Blindstopfen versiegelt. Die Förderung des verwendeten VE-Wassers wurde mit einem Volumenstrom von 1 mL/min durchgeführt, bis eine Leckage auftrat. Dadurch ergab sich für die erste Version des T-Mischers eine Druckdichtheit von 750 kPa mit einer Standardabweichung von 150 kPa. Diese konnte im weiteren Verlauf durch eine stabilere Deckelfolie bzw. durch die Herstellung des Mikrokanals aus miteinander verschweißten Ober- und Unterteil auf 2900 kPa $\pm$ 100 kPa (bei 20 °C) erhöht werden [4.2].

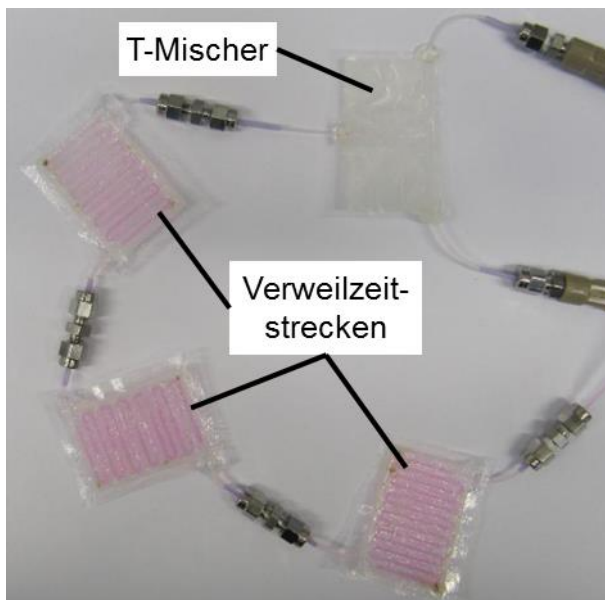


Abbildung 5.7: Neutralisationsreaktion in drei hintereinander geschalteten Verweilzeitstrecken. Die Kombination von Natronlauge und Essigsäure erfolgte in einem T-Mischer.

Die Funktionsfähigkeit der Verweilzeitstrecke und der Mischer wurde anhand einer Neutralisationsreaktion einer wässrigen Lösung von 0,5 M Natronlauge ($\geq 97,0$ %, Merck KGaA) und 0,5 M Essigsäure ($\geq 99,9$ %, VWR International GmbH) verifiziert. Als Indikatorlösung diente hierzu Phenolphthalein (Merck KGaA) in Ethanol ($\geq 99,9$ %, Merck KGaA), welche der Essigsäure hinzuge tropft wurde. Die Neutralisation konnte somit durch einen Farbumschwung am Äquivalenzpunkt ($pH = 8,72$) [5.1] von farblos zu pink sichtbar gemacht werden.

Aufgrund der rein diffusiven Vermischung im Verweilzeitmodul wurden drei dieser

Module als „in-plane“-Variante miteinander verschaltet (Abb. 5.7) und so genügend Zeit für die Reaktion ermöglicht. Die Kombination der zwei Flüssigkeiten wurde über das Vorschalten eines T-Mischers realisiert. Auf Abbildung 5.7 ist zu erkennen, dass die Reaktion bereits im zweiten Modul nahezu vollständig abgelaufen war.

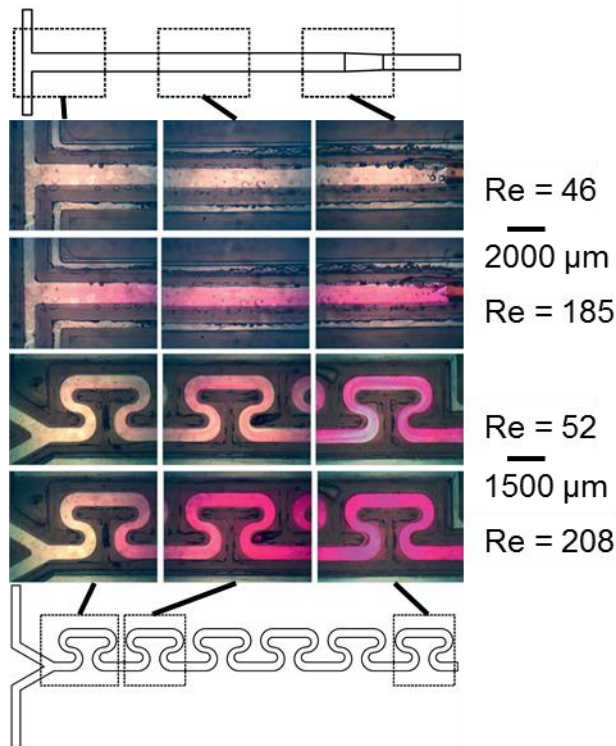


Abbildung 5.8: Neutralisationsreaktion in einem T- und SZ-Mischer für mehrere Volumenströme.

Um die Vermischung für Volumenströme zwischen 1 ml/min und 10 ml/min zu quantifizieren wurde eine Bildauswertung einzelner Positionen (siehe Abb. 5.8) in den Mixern durchgeführt.

Dies erfolgte mit Hilfe des Programms MatLab® v2012 (The MathWorks Inc.) und einem internen Skript des Lehrstuhls für ApparateDesign (TUDortmund). Hierzu wurden zunächst die RGB-Werte (Rot-Grün-Blau) auf voller Kanalbreite ausgelesen (GIMP v2.6.10, GIMP Team) und diese anhand des Skripts mit den Werten einer abgeschlossenen Reaktion verglichen.

Anhand dieser Versuche konnte eine bessere Vermischung mit zunehmendem Volumenstrom gezeigt und die Tauglichkeit der Mischer bewiesen werden [5.2].

5.2 Stofftrennung

Im Gegensatz zu makroskopischen Fluidsystemen dominiert in mikrofluidischen Kanälen die Oberflächenkraft gegenüber der Gravitationskraft. Aus diesem Grund bietet sich das Trennen von Fluiden mittels des Kapillardrucks an.

5.2.1 Fertigung des Separatormoduls

Das Konzept eines Kapillarseparators für zwei nicht mischbare Fluide sah einen Hauptkanal vor, der im Trennbereich über Spalte mit einem Seitenkanal verbunden war (vgl. Abb. 5.9). Die Abmessungen des Haupt- (2,5 mm × 1 mm; 1,5 mm × 1 mm) und Nebenkanals (1 mm × 1 mm) wurden derart gewählt, dass deren Druckverlust im Vergleich zu den Zuleitungen ($d = 0,6$ mm) vernachlässigbar war. Als Modulmaterial

kam wieder PVDF zum Einsatz. Dieses wurde von unpolaren Flüssigkeiten benetzt, welches im Testsystem n-Butylacetat / Wasser als kontinuierliche Phase eingesetzt wurde. Durch kapillare Hebung konnte die kontinuierliche Phase durch die Trennspalte in den Nebenkanal gelangen und durch den Auslauf A2 aus dem Separatormodul befördert werden. Die disperse Phase (Wasser) hingegen reichte sich am Ende des Hauptkanals an, bevor sie das Mikrosystem aus Auslauf A1 verließ (vgl. Abb. 5.9).

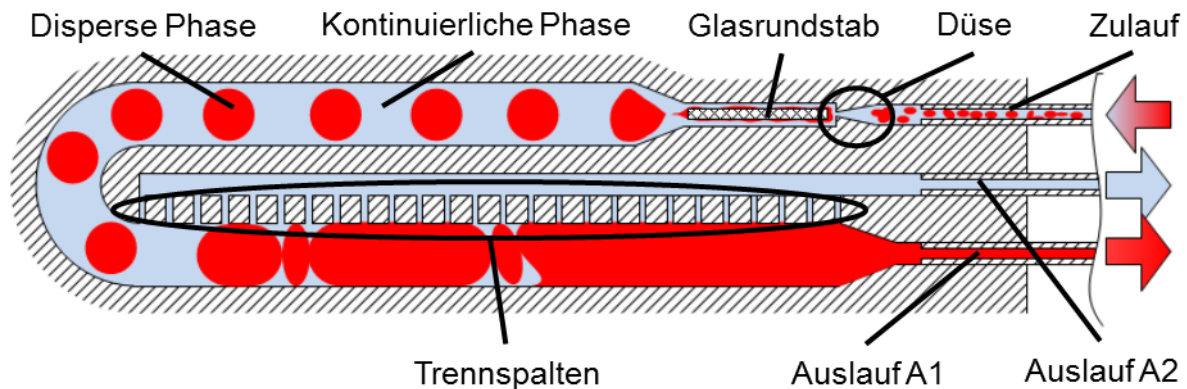


Abbildung 5.9: Aufbau des Separatormoduls zur Trennung von nicht mischbaren Fluiden.

Beobachtungen haben gezeigt, dass Tropfen der dispersen Phase deren Ausmaße kleiner waren als die der Trennspalte, letztere ungehindert passieren konnten [5.3]. Um dies zu verhindern, wurde die Koaleszenz der dispersen Phase im Anfangsbereich des Separators gefördert. Hierzu wurde

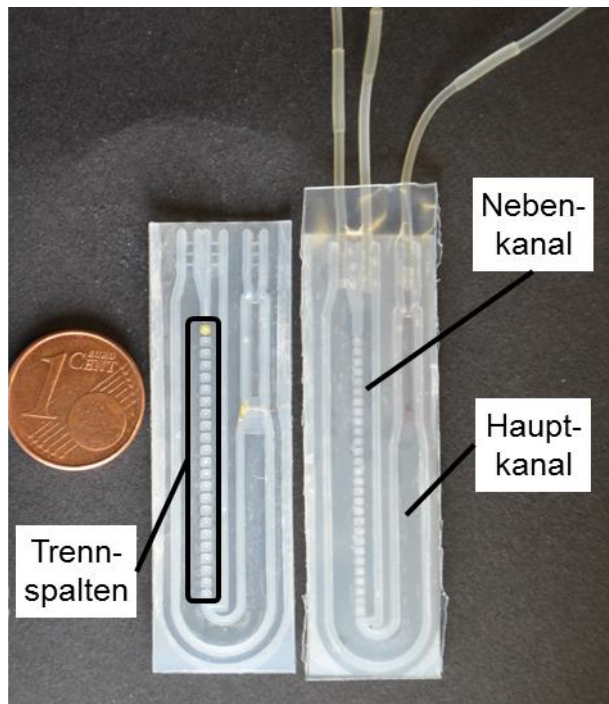


Abbildung 5.10: Ultraschallheißgeprägte Module zur Trennung von Fluiden. Hier sind Separatoren mit einer Hauptkanalbreite von 2,5 mm und einer Trennspaltenbreite von 0,3 mm dargestellt.

ein Rundstab mit einer hydrophilen Oberfläche (hier: Glas) eingelegt. Der Stab hatte einen Durchmesser von 1 mm und wurde vor dem Versiegeln in einer halbrunden Vertiefung ($r = 0,5 \text{ mm}$) positioniert. Versuche anstatt eines massiven Rundstabs, eine Glaskapillare einzubringen und so die hydrophile Oberfläche zu erhöhen, schlugen fehl. Das Glasrohr hielt den Energieeintrag während des Ultraschallschweißprozesses nicht stand und zerbarst, weshalb dieser Ansatz verworfen wurde.

Über eine düsenförmige Verengung erfolgte die Projektion des einlaufenden Fluidgemisches auf die Stirnseite des Glasstabes. Dadurch bildete sich ein dünner Film der dispersen Phase entlang der Staboberfläche, welcher sich an der entgegengesetzten Stirnseite löste und große Tropfen bildete.

Nach diesem Konzept wurden fünf Module (Tabelle 5.1, Abb. 5.10) gefertigt, bei denen die Breite des Hauptkanals ($B = 1,5 \text{ mm}$, $2,5 \text{ mm}$) und der Trennspalten ($B = 0,15 \text{ mm}$, $0,3 \text{ mm}$, $0,4 \text{ mm}$) variiert wurden. Kleinere Spalten sollten dabei die Trenneffizienz, größere hingegen die Kapazität erhöhen.

Tabelle 5.1: Abmaße der Trennspalten- und Hauptkanalbreiten für die untersuchten Module.

Bauteil	1	2	3	4	5
Trennspaltenbreite (mm)	0,3	0,15	0,3	0,15	0,4
Hauptkanalbreite (mm)	2,5	1,5	1,5	2,5	2,5

Mit diesen wurden sowohl das Koaleszenzverhalten am Glasstab als auch der Arbeitsbereich des Trennmoduls getestet. Die Untersuchungen wurden dabei für das flüssig-flüssig-Gemisch aus n-Butylacetat / Wasser und für die gasförmig-flüssig-Gemische Stickstoff / n-Butylacetat und Stickstoff / Wasser durchgeführt.

5.2.2 Charakterisierung des Separatormoduls

Die Untersuchung des Kapillarseparators erfolgte nach dem Aufbau in Abbildung 5.11.

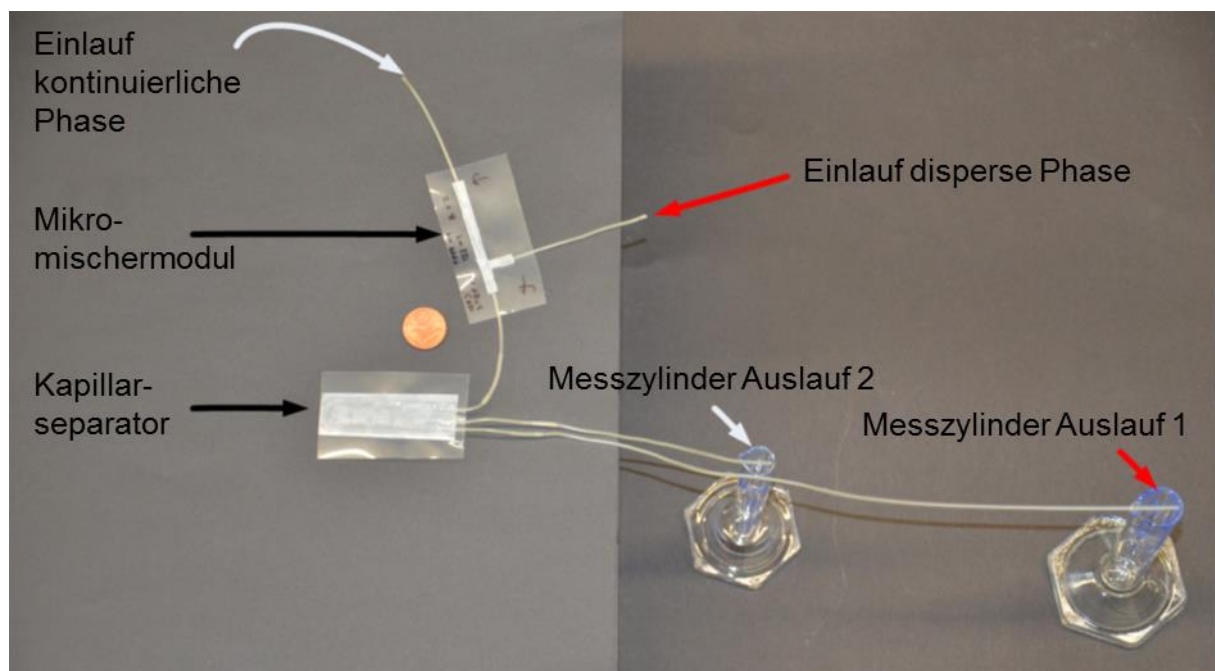


Abbildung 5.11: Versuchsaufbau zur Evaluierung der Kapillarseparatoren.

Die disperse und kontinuierliche Phase wurden über ein 90°-T-Mischermodul (siehe Kapitel 5.1) miteinander vermengt. Zur Förderung der Fluide wurden dabei zwei Pumpen des Typs SyrDos 2 (HiTec Zang GmbH) eingesetzt. Nach der Auftrennung im Separator erfolgte die Aufnahme der Fluide aus Auslauf A1 und A2 in gesonderten Messzylindern. Dabei wurde darauf geachtet, dass die Fluide am Messzylinderrand abließen und nicht tropften. Für das flüssig-flüssig-Gemisch konnte durch Ablesen der Messzylinderskala der Trenngrad bestimmt werden.

Zur Untersuchung der Koaleszenz wurden die zwei Kanäle mit unterschiedlichen Breiten des Hauptkanals aber gleichen Breiten der Trennspalte eingesetzt. Die Einstufung des Koaleszenzverhaltens erfolgte hierbei über die Änderung der Tropfengröße vor und nach dem Zulaufbereich mit düsenförmiger Verengung und Glasstab (Koaleszer). Die Strömungsgeschwindigkeiten wurden für die organische Phase zwischen 1 und 5 ml/min und der wässrigen Phase zwischen 0,2 und 2,4 ml/min variiert. Es ergab sich, dass der Koaleszer im gewählten Bereich einsetzbar war und in allen Fällen zu einer Vergrößerung der Tropfen führte. Die Größe der Tropfen war hierbei vom Volumenstrom von disperser und kontinuierlicher Phase abhängig. Eine zusätzliche Vergrößerung der Tropfen ergab sich durch Erhöhung des wässrigen Volumenstroms bei konstantem organischem Volumenstrom. Auffällig war die Änderung des Benetzungsverhaltens bei Modulen, welche mit einem frisch geätzten Prägestempel gefertigt wurden. Hierbei verbesserte sich die Benetzung der wässrigen Phase an den Modulwänden, was wiederum eine Verschlechterung der Trenneffizienz zur Folge hatte. Dies lässt sich durch Verunreinigungen mit Aluminiumspänen erklären, welche während des Ultraschallheißprägeprozesses im Kunststoff eingeschlossen wurden und sich durch eine gräuliche Trübung der Mikrosysteme bemerkbar machten. Eine zeitliche Veränderung des Benetzungsverhaltens lässt sich auch für mehrfach genutzte und zwischengelagerte Module erkennen. In beiden Fällen erhöht sich die Größenverteilung der Tropfen. Ein Einfluss auf das Koaleszenzverhalten aufgrund der Breite des Hauptkanals und der Länge des Glasstabs ließ sich hingegen nicht erkennen.

Um eine Trennung mittels Kapillarkraft zu ermöglichen, musste die Druckdifferenz über beide Auslässe identisch sein. Bei einem statischen Trennmodul wäre somit nur ein enger Arbeitsbereich möglich. Durch Einstellen des Druckabfalls an den Ausgängen A1 und A2 ließ sich dieser erweitern. Zur Ermittlung der Trenneffizienz wurden die fünf

Module mit einer konstanten Schlauchlänge ($L_2 = 80 \text{ mm}$) an Ausgang A2 für jeweils drei unterschiedliche Volumenströme der kontinuierlichen Phase vermessen. Die Schlauchlänge an Ausgang A1 wurde zwischen 100 mm – 300 mm variiert. Durch die Verkürzung der Schlauchs an Ausgang A1 verschob sich der optimale Betriebsbereich zu höheren Volumenströmen der dispersen Phase. Die Trennspaltenbreite hatte im gewählten Messbereich keinen merklichen Einfluss auf die Trenneffizienz.

Für die gasförmig-flüssig-Gemische konnte gezeigt werden, dass der Separator funktionierte solange die flüssige Phase das Kanalmaterial benetzte. Somit war eine Trennung von n-Butylacetat und Stickstoff möglich, für das Stickstoff / Wasser-Gemisch versagt dieses Modul jedoch. Beim letztgenannten System benetzten beide Phasen das Modulmaterial gleichermaßen gut, wodurch keine Trennung erfolgen konnte.

5.3 Temperatur- und Multisensormodul

Der Ablauf von chemischen Reaktionen kann in einem Mikrokanal besser beobachtet und überwacht werden, wenn der Temperaturverlauf entlang des Kanals gemessen werden kann. Deshalb wurden im Rahmen der vorliegenden Arbeit mikrofluidische Kanäle mit darin integrierten Temperatursensoren entwickelt und getestet.

5.3.1 Fertigung der Sensormodule

Für die Sensormodule sollten diverse Entwürfe mit und ohne Fluidkontakt zur Messung der Temperatur getestet werden. Hierzu wurden Thermoelemente des Typs K (CHAL-003, Omega Engineering Inc.) verwendet. Einer hiervon wurde jeweils in den Kanal über einen unterbrochenen Energiedirektor, wie er in Kapitel 3.4 vorgestellt wurde, eingebracht und diente als Referenz für die anderen Konzepte. Die Kalibrierung der einzelnen Thermoelemente wurde in einem Wasserbad mit Temperaturregelung durch einen Thermostaten des Typs Polystat CC2 (Peter Huber Kältemaschinen GmbH) durchgeführt.

Die Temperaturmesseinheiten ohne direkten Kontakt zum Fluid wurden dabei zunächst so konzipiert, dass die verwendeten Thermoelemente wiederverwendet werden konnten. Hierzu gab es drei Varianten.

Das erste Konzept (Entwurf 1) sah eine mobile Messplattform vor, in welcher fünf Sensorelemente in definierten Abständen zueinander eingebracht waren. Um diese

thermisch voneinander zu trennen, wurde eine 50 mm × 40 mm × 4 mm große PMMA-Platte (Perspex, Lucite International) mit einem pyramidenförmigen Langloch versehen. Dieses hatte an zuvor definierten Positionen eine Durchgangsbohrung, welche die Messperlen der Thermofühler aufnahm. Die Anschlussdrähte der einzelnen Elemente wurden in entgegengesetzte Richtungen abgeführt und durch eine pyramidenförmige Einlage aus Styrodur sowohl elektrisch als auch thermisch voneinander getrennt (Abb. 5.12).

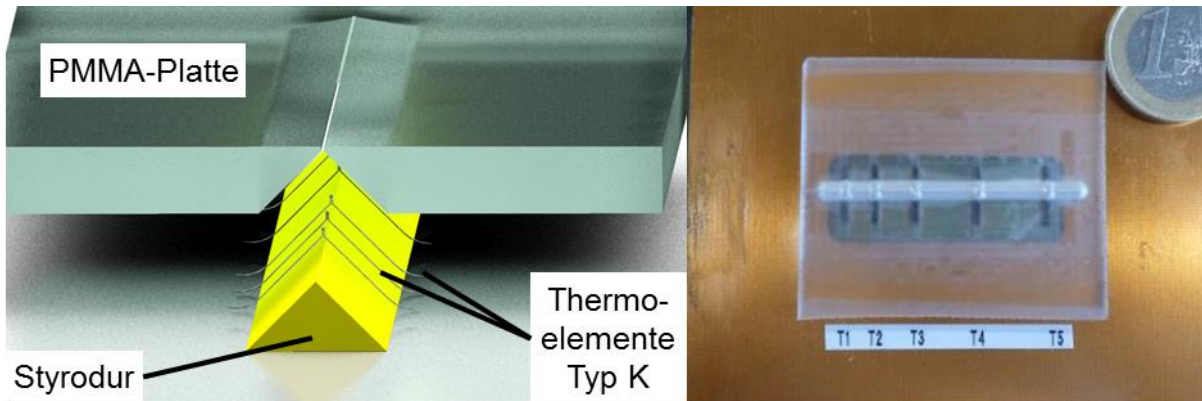


Abbildung 5.12: Darstellung und Aufbau der mobilen Temperaturmessplattform.

Die elektrische Kontaktierung erfolgte über eine Platine mit Leiterplattenklemmen. Diese Version ermöglichte das Messen durch den Deckel oder den Bodenbereich eines jeden Mikromoduls, wodurch die Plattform wiederverwertbar war und für verschiedene Messungen eingesetzt werden konnte. Im zweiten Entwurf (Entwurf 2) wurden die Elemente in zuvor geprägte Aussparungen in den Kanalwänden eingeführt. Dadurch sollten zum einen die Messung an definierten Stellen sichergestellt und zum anderen der Abstand zum Fluid minimiert werden.

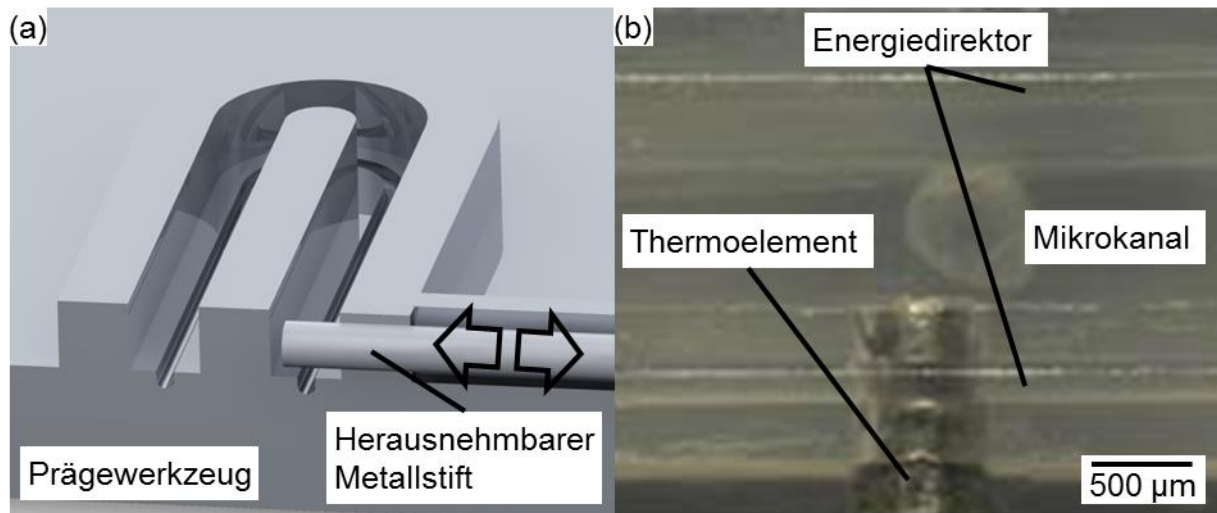


Abbildung 5.13: Ultraschallheißprägewerkzeug mit herausnehmbaren Metallstiften (a) zur Prägung von Aussparungen für die Thermoelemente (b).

Hierfür wurde ein spezielles Werkzeug design, welches über herausnehmbare Metallstifte verfügte, was wiederum das Prägen von Hinterschneidungen ermöglichte (Abb. 5.13). Der Metallstift wurde über eine seitliche Bohrung im Werkzeug eingeführt und anschließend mit Hilfe von Klebestreifen fixiert. Nach dem Ultraschallheißprägen konnte der Draht herausgezogen und das Bauteil entformt werden. Der Stift wurde während des Prozesses von der Polymerschmelze umschlossen, wodurch beim fertigen Bauteil eine Kavität für die Thermoelemente geschaffen wurde.

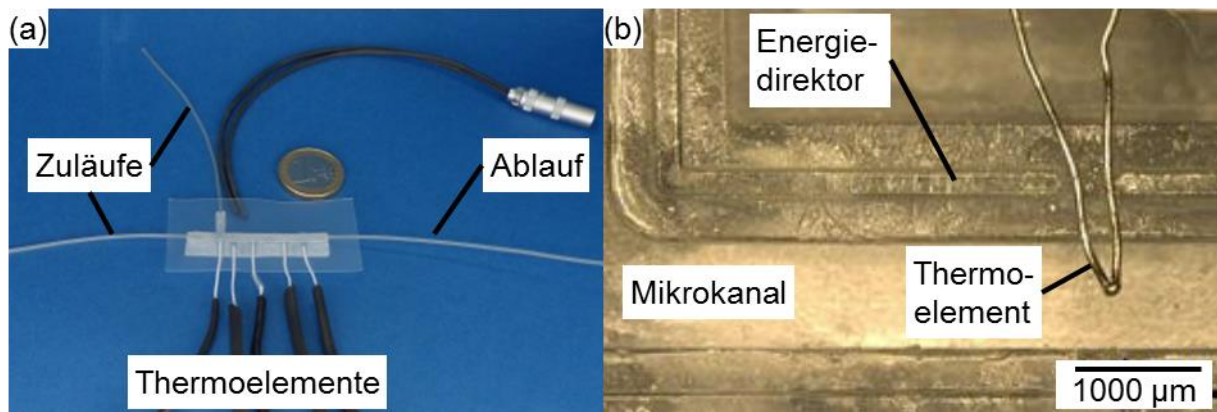


Abbildung 5.14: Der zweite Entwurf sah fünf Thermofühler, welche in die Kanalwand eingeführt wurden und ein Referenzelement (b) mit Fluidkontakt vor.

Die so geprägte Struktur enthielt fünf Sensorelemente (Abb. 5.14 (a)), welche jederzeit entfernt bzw. ersetzt werden konnten und ein zusätzliches Referenzelement im Kanal mit Medienkontakt (Abb. 5.14 (b)).

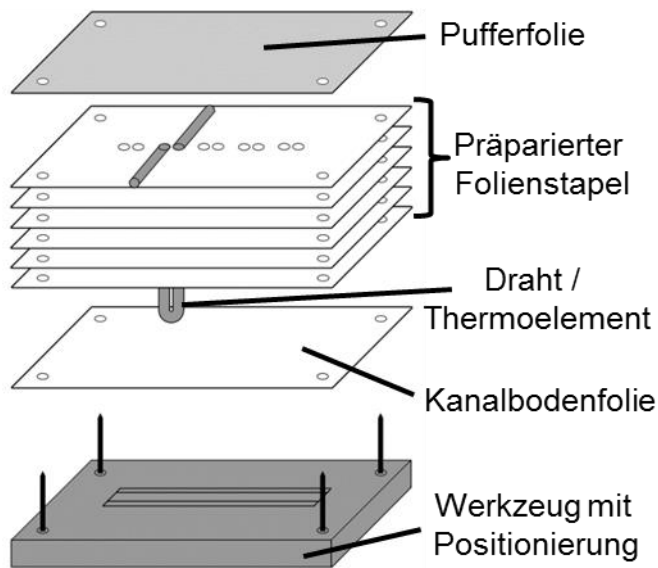


Abbildung 5.15: Skizzierte Darstellung zur Herstellung des dritten Entwurfs. Die Thermofühler werden direkt mit in den Kanal eingepreßt.

Das dritte Konzept (Entwurf 3) wurde als Weiterentwicklung der ersten beiden erdacht und sollte neben der Temperatur auch die Bestimmung der Fließgeschwindigkeit ermöglichen [5.4]. Hierfür wurden die Thermofühler mit einer Heizspule kombiniert, welche um den Anschlussschlauch gewickelt und im Kontaktbereich (vgl. Kapitel 4.2) direkt mit in das System eingeschweißt wurde. Mit Hilfe der Heizspule wurde ein Wärmepuls gene-

riert, der als Wärmepaket transportiert und an den Thermofühlern detektiert wurde. Anhand des Abstandes zwischen Spule und Thermoelement und der Zeit bis zum Eintreffen des Wärmepulses beim Letzteren wurde die Fließgeschwindigkeit ermittelt. Die Thermofühler wurden direkt während des Ultraschallprägeprozesses in den Kanalboden integriert. Hierzu wurden zunächst Öffnungen für die Sensorfilamente in einem definierten Abstand in den Folienstoß gestanzt und letztere darin platziert. Anschließend wurden die Messperlen mit einer weiteren Folie abgedeckt und die Struktur geprägt (Abb. 5.15). Die Messperle war dabei zum Werkzeug orientiert, so dass der Abstand zum Kanal so klein wie möglich wurde, später jedoch kein Fluidkontakt bestand. Durch den Prägevorgang wurde das Thermoelement komplett von der Polymerschmelze umschlossen und so thermisch besser mit dem Kanalmaterial gekoppelt. Durch Variieren der Folienanzahl und der Prägekraft ließ sich die Stärke des Restmaterials zwischen Messperle und Mikrokanal in einem gewissen Rahmen beeinflussen (Abb. 5.15). Die Thermofühler ließen sich bei diesem Verfahren nicht mehr herausnehmen und mussten demnach mit dem Modul entsorgt werden. Der Aufbau des ersten Ansatzes von Entwurf 3 sah einen Kanal mit den Maßen $L = 42 \text{ mm}$, $H = 0,9 \text{ mm}$, $B = 0,450 \text{ mm}$ mit vier Thermofühlern und einer Heizspule vor. Ein Referenzelement und ein indirektes Thermoelement, welches nach den zuvor beschriebenen Verfahren eingebracht wurde, befanden sich dabei jeweils beim Ein- und Auslauf.

Bei einem alternativen Ansatz für diesen Entwurf wurden zwei Werkzeuge eingesetzt. Eins zum Ultraschallheißprägen des Grundkörpers und ein zweites zur Herstellung der Endstruktur. Die Grundstruktur stellte den Kanal mit seinen Kanalwänden, den Einlegebereichen für die Anschlussschläuche und die Heizspule dar. Er enthielt zusätzlich eine Aussparung im Kanalboden für das Thermoelement und Unterbrechungen in den Kanalwänden für dessen Anschlussdrähte (Abb. 5.16; Abb. 5.17). Dadurch sollte ein exaktes Platzieren der Sensoren ermöglicht werden.

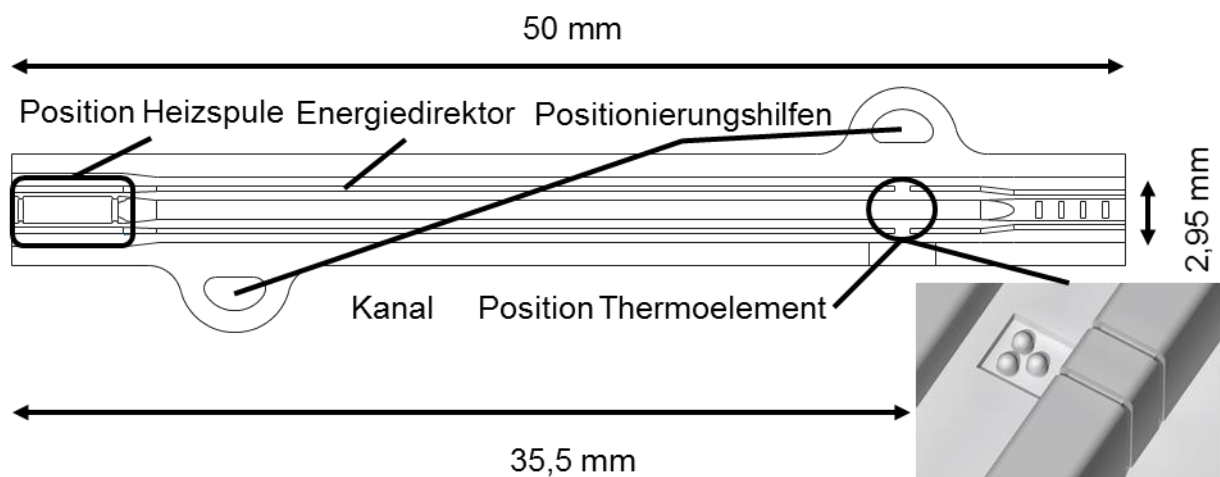


Abbildung 5.16: Zeichnung des Endformwerkzeugs mit den Positionen von Heizspule und indirektem Thermoelement. Die Vergrößerung zeigt die Aussparungen für das Einfügen des Thermofühlers bei dem Grundkörper.

Nach dem Einlegen des Thermoelements wurde der Grundkörper mit einer weiteren Folie (100 μm) bedeckt und anhand der elliptischen Positionierungshilfen im Endformwerkzeug ausgerichtet (Abb. 5.17 (b)).

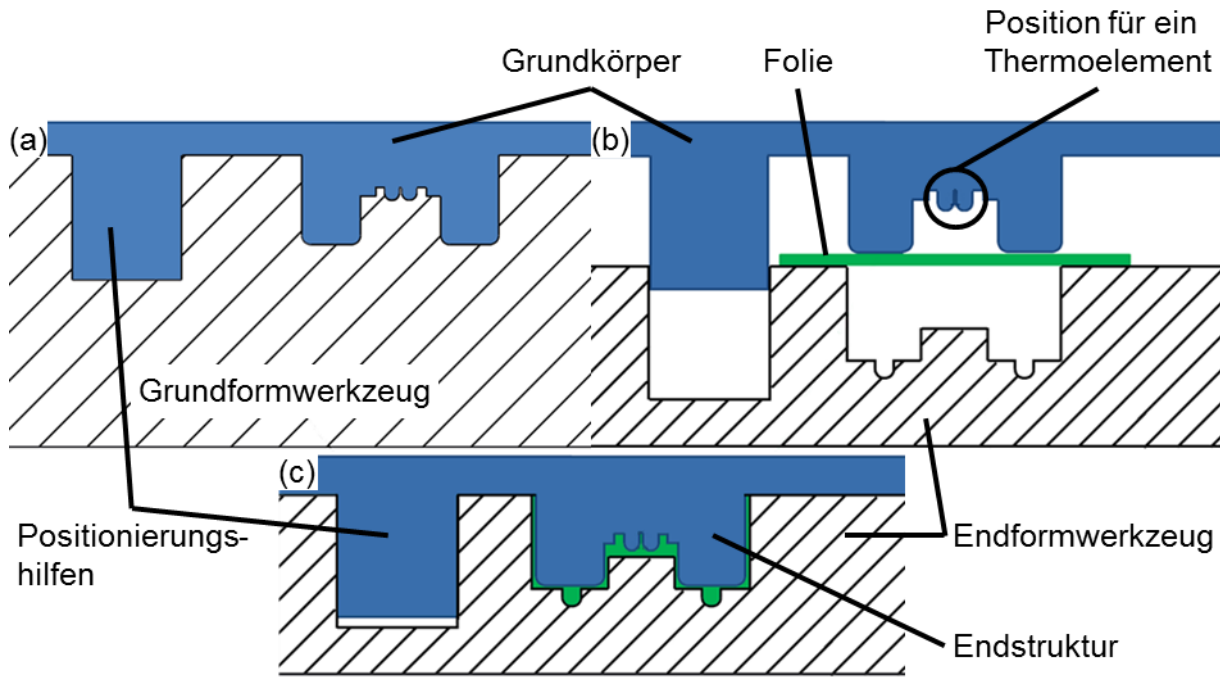


Abbildung 5.17: Schematische Darstellung der Prägefolge des alternativen Ansatzes von Entwurf 3. Dieser wurde in zwei Prägeschritten mit einem Grundformwerkzeug (a) und einem Endformwerkzeug (b)(c) durchgeführt.

Durch eine zweite Prägestufe mit weniger Energie wurde die einzelne Folie mit dem Grundkörper verbunden, die Energiedirektoren abgeformt und das Thermoelement versiegelt (Abb. 5.17 (c)). Dieser Ansatz ermöglichte eine positionsgetreuere Ausrichtung der Sensoren und minderte, aufgrund der reduzierten Prägeenergie, die Wahrscheinlichkeit von Brüchen an den Metallfilamenten.

Der Aufbau des zweiten Ansatzes von Entwurf 3 sah einen Kanal mit den Maßen $L = 50 \text{ mm}$, $H = 0,9 \text{ mm}$, $B = 0,450 \text{ mm}$ mit einem indirekten Thermofühler und einer Heizspule vor. Der Thermofühler wurde im Abstand von $35,5 \text{ mm}$ von der Heizspule eingebaut.

5.3.2 Charakterisierung der Sensormodule

Die Validierung der ersten beiden Messkonzepte erfolgte am Computer. Die Thermoelemente wurden hierfür über ein Messumformermodul mit dem COM-Port des Messcomputers verbunden. Die Datenerfassung und Auswertung erfolgte über das Programm LabView (National Instruments).

Entwurf 1 und 2 wurden zunächst mit unterschiedlich temperiertem Wasser getestet. Hierzu wurde bei den T-förmigen Temperatursensormodulen der seitliche Zulauf mit

einem Blindstopfen versiegelt und deionisiertes Wasser mit definierter Temperatur ($T = 29 - 72\text{ °C}$) durch den Hauptkanal des Sensormoduls gepumpt.

Die Temperaturmessung wurde bei jedem Modul zeitgleich für alle Messfühler durchgeführt und mit der Referenz im Kanal verglichen. Für die Messung auf der mobilen Messplattform wurde der Mikrokanal mit der Deckelfolienseite über den Messstellen positioniert und mit einem Gewicht angedrückt.

Sowohl für Entwurf 1 als auch 2 wichen die Temperaturen von der Referenz ab, wobei die Differenz mit zunehmender Temperatur größer wurde. Im gewählten Messbereich bedeutete dies für Entwurf 2 eine mittlere Abweichung von 10 °C und bei maximaler Temperatur um bis zu 19 °C (Abb. 5.18). Für Entwurf 1 war die Temperaturdifferenz zwischen externem Messfühler und Referenz nochmals um 3 °C größer als beim Entwurf 2. Dies wurde auf eine schlechtere Wärmeankopplung zurückgeführt. Durch Einsatz von Wärmeleitpaste konnte nur die Wärmeankopplung für Entwurf 2 nachhaltig verbessert werden. Dabei wurde die Abweichung zwischen Referenz und den Sensoren um bis zu 4 °C verringert.

Weil seine Messwerte dichter an den Referenzwerten lagen, wurde deshalb Entwurf 2 für das Durchführen einer exothermen flüssig-flüssig und gasförmig-flüssig Reaktion gewählt. Um eine Steuerung der Umgebungstemperatur und somit der Reaktionsgeschwindigkeit zu ermöglichen, wurde das Sensormodul auf einer Heizplatte fixiert.

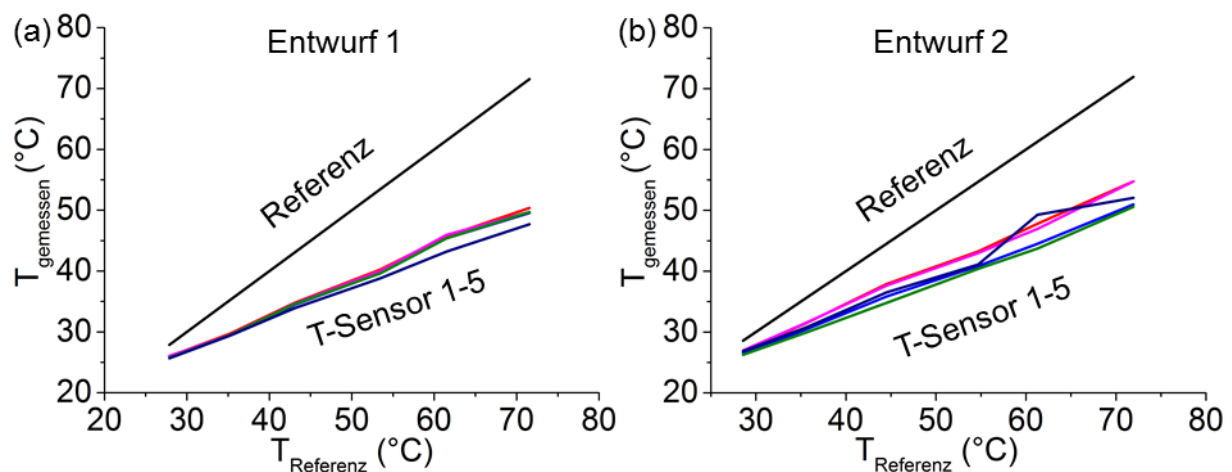
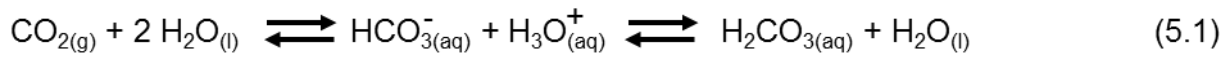


Abbildung 5.18: Evaluierung der Temperatursensormodule Entwurf 1 (a) und 2 (b) anhand von deionisiertem Wasser im Temperaturbereich zwischen 29 °C und 72 °C .

Bei der gasförmig-flüssig-Reaktion wurde Kohlensäure mit Natronlauge neutralisiert. Hierzu wurde in einem 90° -T-Mischer (Entwurf 2) einer 2 M wässrigen Lösung von

Natriumhydroxid ($\geq 97,0$ %, Merck KGaA), Kohlenstoffdioxid (99,5 %, Messer Group GmbH) zugeführt. In dem wässrigen Medium erfolgten eine Umsetzung von CO_2 nach der Gleichgewichtsreaktion (5.1) zu Kohlensäure und eine anschließende Neutralisation durch die Natronlauge.



Die Neutralisationsreaktion ist schwach exotherm, wodurch ein Temperaturanstieg gemessen werden konnte. Dieser betrug bei einer Umgebungstemperatur von 23°C , einer NaOH-Fördermenge von 10 ml/min und einem CO_2 -Druck von 6 bar , 5°C , welcher am Referenzelement gemessen wurde. Bei höheren Umgebungstemperaturen bzw. niedrigeren CO_2 -Drücken reichte die Sensitivität des Moduls nicht aus, um einen verlässlichen Nachweis über das Voranschreiten der Reaktion auf thermischen Wege zu ermöglichen

Bei der flüssig-flüssig-Reaktion handelte es sich um eine Oxidation einer $0,61 \text{ M}$ Natriumthiosulfat-Lösung ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) durch $1,34 \text{ M}$ Wasserstoffperoxid (H_2O_2) zu einem Sulfat. Im Vergleich zu der zuvor beschriebenen Zweiphasenreaktion wurde hierbei mehr Wärmeenergie frei. Bei einer Heizplattentemperatur von 80°C konnte so ein Temperaturanstieg von 65°C auf 105°C für das Referenzelement und von 75°C auf 95°C für die externen Thermoelemente beobachtet werden. Durch den Medienkontakt korrodierte der interne Messfühler bei der Reaktion und fiel letzten Endes aus.

Basierend auf diesen Ergebnissen wurde Entwurf 3 konzipiert, bei dem sich durch das Einschweißen der Messperle, die Wärmeankopplung an das Modul und den Fluidkanal im speziellen, verbesserte. Eine Messung der Temperatur ohne Fluidkontakt wurde forciert, um den Einfluss einer Reaktion auf das Sensorelement und umgekehrt zu verhindern und so ein „Ein-Material-System“ zu ermöglichen.

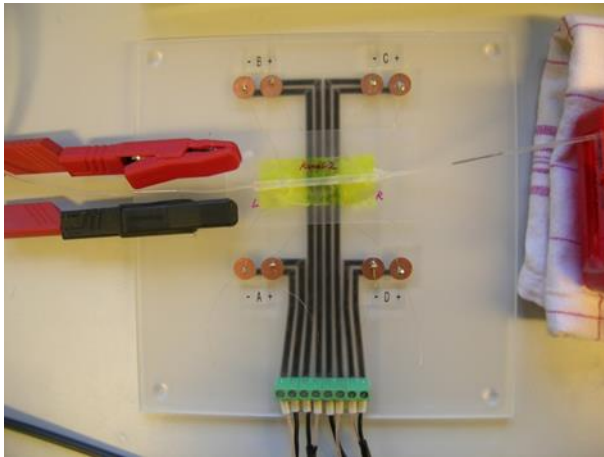


Abbildung 5.19: Plattform zur elektrischen Kontaktierung der Thermoelemente.

Für die Evaluierung der Module des Entwurfs 3 wurde eine Spritzenpumpe des Typs Perfusor segura FT (BBraun AG) genutzt, welche über eine Kanüle mit dem Sensorkanal verbunden war. Der eingestellte Volumenstrom war 1,7 ml/min. Das Modul wurde auf einer Kontaktplatte (Abb. 5.19) fixiert, welche die Thermoelemente über Lüsterklemmen mit der Endstufenbox und einer DI-

Box mit dem Computer verband. Für die zusätzlichen Flussmessungen wurde ein Funktionsgenerator des Typs AFG 3101 (Tektronix Inc.), zur Generierung des Wärmepulses, mit der Endstufenbox verbunden. Die Überwachung der Impulsdauer und -stärke erfolgte durch ein Oszilloskop (Tektronix Inc.).

Die Temperaturuntersuchungen am Modul des ersten Ansatzes wurden anhand von Kühlkurven von Wasser durchgeführt. Die Messdauer an den vier Thermoelementen betrug 20 min (Abb. 5.20), was der maximalen Anzahl an möglichen Datenpunkten bei einer Samplerate von 10 Hz entsprach.

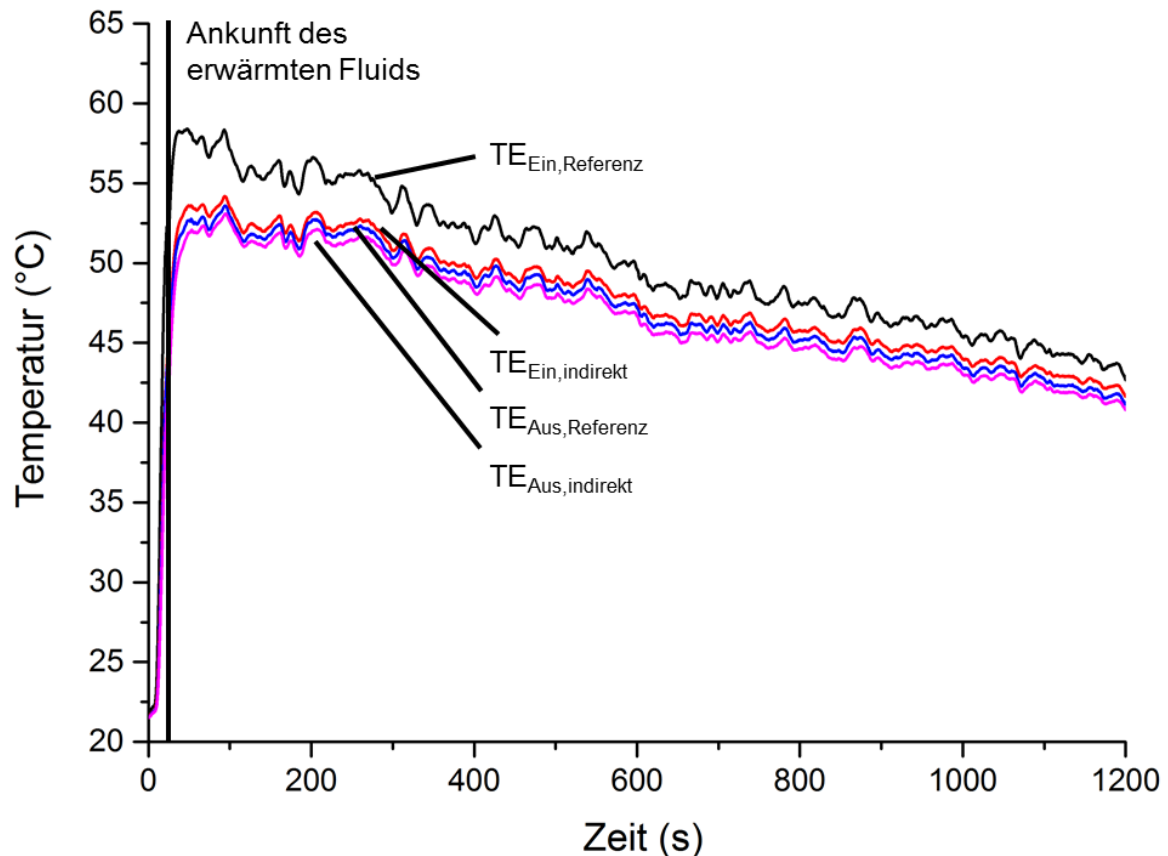


Abbildung 5.20: Evaluierung des Entwurfs 3. Dargestellt sind die vier aufgenommenen Kühlkurven von Wasser, anhand der indirekten und Referenzelemente am Ein- und Auslauf des Moduls.

Die Temperaturdifferenz am Eingang zwischen dem indirekten Thermofühler und dem Referenzelement betrug dabei 4 °C und entsprach somit eher der aufgenommenen Temperatur am Ende des Kanals. Dies ist auf ein Verrutschen des indirekten Thermoelements beim Einbringen zurück zu führen. Dies hatte zur Folge, dass die Messperle stärker durch die sie umgebende Schmelze vom Mikrofluidkanal abgeschirmt wurde und somit niedrigere Temperaturen ausgab. Für das indirekte Mess-element am Kanalauslauf war dies nicht der Fall. Die Temperaturdifferenz zwischen den Thermofühlern am Modulauslauf blieb konstant und betrug 1 °C. Die Temperaturkurve zeigte in ihrem Verlauf eine Fluktuation um 1 °C, welche von der Pulsation der verwendeten Spritzenpumpe herrührte und für alle vier Elemente sichtbar war. Generell zeigte das Einbringen nach dem Verfahren des ersten Ansatzes, dass das Verrutschen der Messperle vom Prägedruck abhängig war. Bei niedrigen Prägedrücken (350 kPa) neigten die Thermofühler zu Schwankungen in vertikaler Richtung (bezüglich des Kanalbodens), bei höheren Drücken (600 kPa) in horizontaler Richtung (bezüglich der Kanalmittelachse).

Beim Vergleich der drei Temperaturmesskonzepte, welche im Kapitel 5.3 vorgestellt wurden, wies somit Entwurf 3 die kleinste Abweichung von der Referenztemperatur auf und würde sich somit am besten als Sensormodul eignen. Die schadensfreie Rückgewinnung der verwendeten Temperaturfühler (5,60 € p. Stk.; Stand Juli 2015) ist jedoch nicht gegeben, wodurch die Nutzung des Moduls als „Einweg-Artikel“ auf diesem Stand nicht empfehlenswert wäre.

Entwurf 3 wurde zudem als Prototyp für ein Multisensormodul konzipiert. Durch eine den Anschlussschlauch umgebende Spule (Abb. 5.21) ließ sich das Fluid pulsartig erwärmen. Für einen kontinuierlichen Volumenstrom konnte das Wärmepaket anschließend an den Thermofühlern detektiert und die Flussgeschwindigkeit über die Zeit ermittelt werden, die zwischen der Erzeugung des Wärmepaketes und dessen Eintreffen an den Thermofühlern vergangen war.

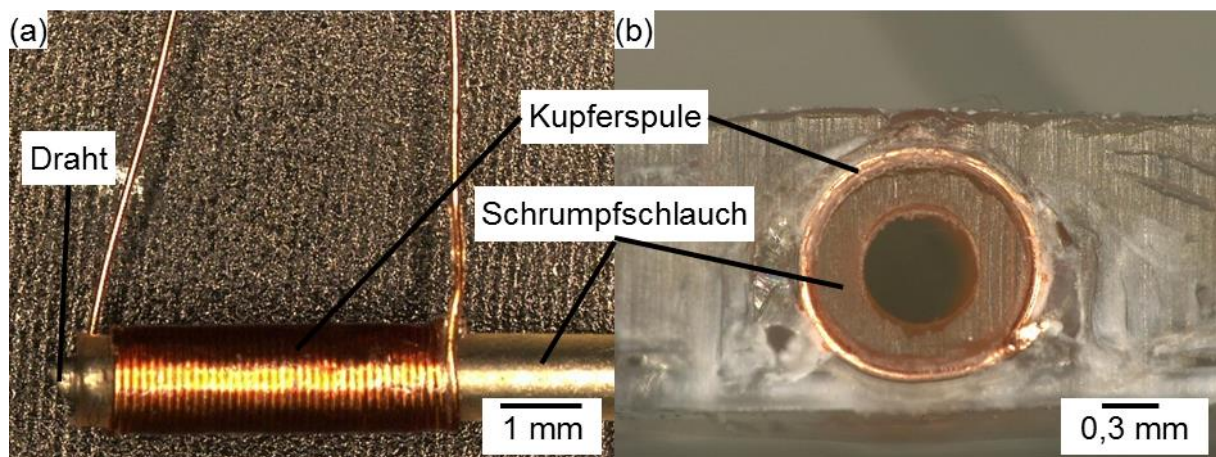


Abbildung 5.21: Zur Generierung eines Wärmepulses wurde eine Heizspule mit 39 Windungen um den Einlaufschlauch des Systems gewickelt (a). Schnitt durch den eingeschweißten Schlauch samt Heizspule (b).

Der Einfluss der Stromstärke und Länge des Pulses auf das an den Thermoelementen detektierte Wärmepaket wurde untersucht. Hierzu wurde die Stromstärke zwischen 0,5 A und 0,7 A und die Dauer zwischen 0,5 s und 1,5 s variiert.

Eine höhere Stromstärke führte zu einer stärkeren Erwärmung des Fluids bei gleichbleibender Breite des an den Thermoelementen detektierten Signals. Wurde die Impulsdauer erhöht, so führte dies sowohl zu einer höheren Amplitude des gemessenen Wärmesignals als auch zu einer Verbreiterung des selbigen. Ein breites Signal erschwert die Ermittlung der Flussgeschwindigkeit aufgrund der schlechten zeitlichen Einordnung des Pulsmaximums. Ein kurzer Impuls mit hoher Stromstärke ist somit zu erstreben, wird jedoch durch die maximale Belastungsgrenze der Spule eingeschränkt.

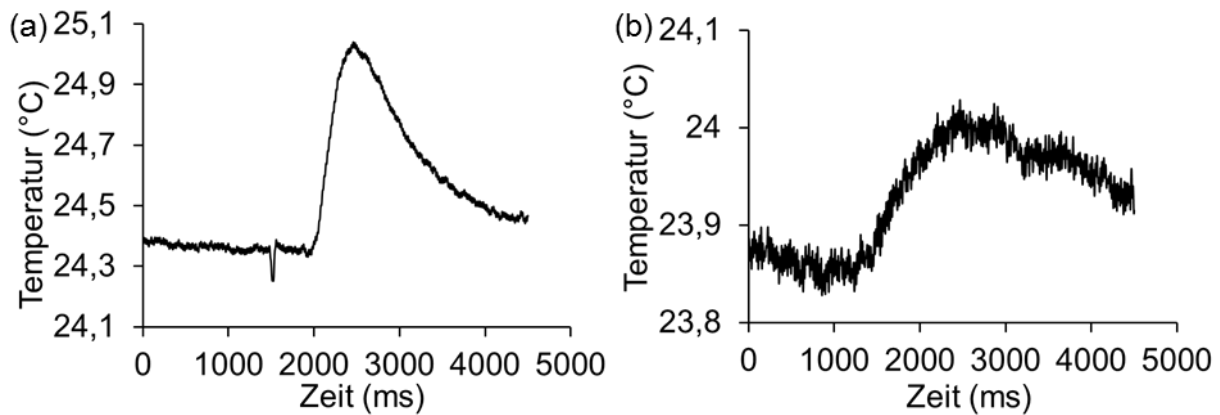


Abbildung 5.22: Detektiertes Wärmepaket an einem direkten (a) und indirektem (b) Thermoelement, eines Heizpulses mit einer Stromstärke von 6 A und einer Dauer von 40 ms.

Diese lag bei den Untersuchungen im Bereich von 7 A, ab welcher die Spule zerstört wurde. Die Messungen zeigten, dass die Wärmepakete detektiert und ausgewertet werden können (Abb. 5.22). Die Höhe des Maximums und der zeitliche Versatz zwischen einem direkten und einem indirektem Thermoelement an gleicher Position, hängen jedoch von der Schichtdicke und somit vom Abstand zwischen indirektem Thermoelement und Fluid ab. Mit zunehmendem Abstand wird das detektierte Signal flacher und der zeitliche Versatz größer.

Der mittlere Fehler aus neun Messungen für die Module des zweiten Ansatzes, zwischen eingestellter und ermittelter Flussgeschwindigkeit, lag bei 8.8 %.

6 Sonstige Mikrosysteme

6.1 Bioreaktor

In Kooperation mit dem Lehrstuhl für Angewandte Mikrobiologie der RWTH Aachen unter Leitung von Prof. Dr.-Ing. Lars Blank wurde ein Mikrobioreaktor entwickelt. Bei diesem handelte es sich um ein System, welches aus zwei geschichteten Kammern, die durch eine Membran voneinander getrennt waren, bestand. Die obere Kammer (K1) wurde mit einer Hefekultur (*Saccharomyces cerevisiae*) bestückt. Die untere Kammer (K2) diente zur Versorgung der Zellen mit Nährstofflösung und war als Y-Mischergeometrie ausgelegt. Dadurch ließen sich zwei unterschiedliche Nährlösungen zeitgleich als laminarer Strom zuführen.

Der Aufbau des Systems sollte es ermöglichen, die Kulturen im Durchfluss mit verschiedenen Nährmedien zu versorgen, um den Einfluss der einzelnen Medien auf die Bäckerhefe zu ermitteln. Hierzu wurde ein Gen in die Hefekultur eingebracht, welches durch ein Triggerereignis dazu führte, dass die Hefe ein grün fluoreszierendes Protein bildete (GFP). Die Expression dieses Gens wurde durch einen Galaktose-induzierten Promoter reguliert. Sobald die Bäckerhefe durch eine Nährlösung (z.B. YNB) mit Galaktose als Kohlenstoffquelle versorgt wurde, führte dies zum Lumineszieren der Zellen. Die Untersuchungen erfolgten auf Basis von Fluoreszenz mit Hilfe eines Mikroskops.

6.1.1 Fertigung des Bioreaktors

Für diese Untersuchungen wurden zwei Versionen des Mikroreaktors aus Polycarbonat gefertigt. Die erste Version verfügte über einen Kanal für die Versorgung mittels der Nährmedien und einen Kanal für die Hefekulturen (vgl. Abb. 6.1). Beide Kanäle waren mit Steckverschraubungen (QSML-M3-3; Festo AG & Co. KG) ausgestattet, so dass diese unabhängig voneinander mit einem Fluid gefüllt werden konnten. Die Kontaktierung für den Nährstoffkanal erfolgte senkrecht zur Anschlussplatte. Die Befüllung der Kammer für die Hefekulturen geschah über Bohrungen ($L = 1,6 \text{ cm}$, $d = 1 \text{ mm}$), welche seitlich in die Anschlussplatte eingebracht waren (Abb. 6.1).

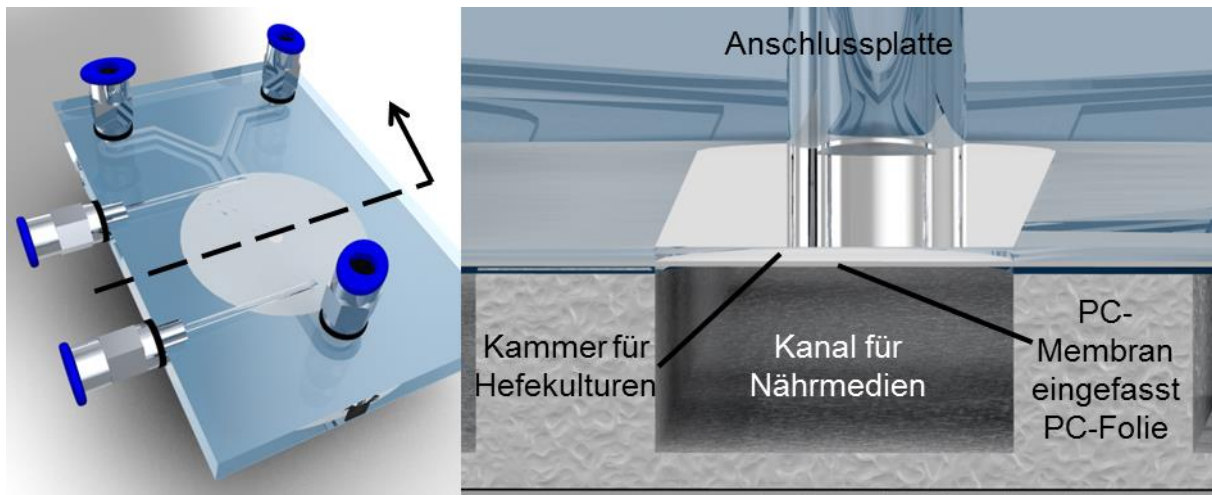


Abbildung 6.1: Erste Version des Bioreaktors zur Züchtung und Untersuchung von Bäckerhefe und dessen Schnittdarstellung.

Die 25 μm dicke Membran aus PC (GTTP02500; Merck Millipore), welche eine Versorgung der Hefekulturen ermöglichen sollte, wurde für diese Version in zwei 40 μm dicke PC-Folien (Pokalon N 331 EM) eingefasst. Dadurch konnte die Membran stabilisiert und der Diaphragma-Effekt bei der späteren Montage abgeschwächt werden. In die Pokalon-Folien wurde im Vorfeld eine Öffnung ($d = 2\text{ mm}$) im Bereich des Übergangs zwischen den beiden Kammern gestanzt. Dadurch lag die Membran frei, was wiederum ein Durchtreten des Nährmediums in die Hefekulturkammer ermöglichte. Die 0,22 μm großen Poren der Membran verhinderten jedoch ein Abwandern der Hefe in die entgegengesetzte Richtung.

Die Herstellung des Nährstoffkanals ($B = 2\text{ mm}$; $H = 1\text{ mm}$) erfolgte durch Ultraschallheißprägen in einen Stapel aus acht Polycarbonat-Folien ($D = 125\text{ }\mu\text{m}$, Lexan FR83, SABIC Innovative Plastics).

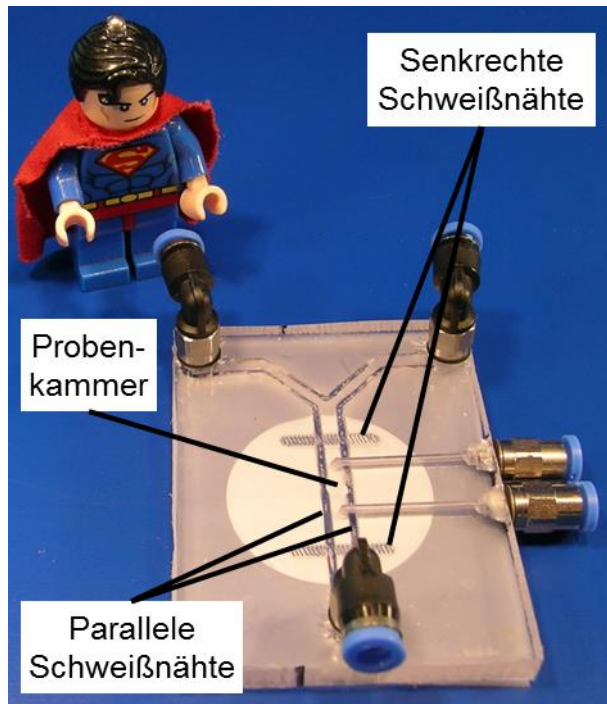


Abbildung 6.2: Montierter Bioreaktor der ersten Version. Die Probenkammer entsteht durch das Ultraschallschweißen der verstärkten Membran an die Anschlussplatte durch ein geriffeltes Werkzeug (senkrechte Naht) und anschließendem Aufschweißen des Nährstoffkanals (parallele Naht).

Die anschließende Montage des Systems wurde mittels Ultraschallschweißen durchgeführt. Die verstärkte Membran wurde hierfür zunächst durch eine geriffelte Struktur an die Anschlussplatte geschweißt, wobei die Schweißnaht in einem 90 °-Winkel zum späteren Probenkanal angebracht war und somit das obere und untere Ende dessen markierte. Anschließend wurde hierauf die Kammer für das Nährmedium geschweißt und so die abschließenden Maße des Probenkanals definiert (Abb. 6.2).

Die Untersuchung der Kulturen sollte durch die 4 mm dicke Anschlussplatte (Lexan, SABIC Innovative Plastics) aus Polycarbonat erfolgen. Die Brennweite

des verwendeten Fluoreszenzmikroskops ließ dies jedoch nicht zu. Aus diesem Grund wurde eine weitere Version des Bioreaktors gefertigt, welche einen geringeren Abstand zum Probenraum vorsah.

Die zweite Version wurde zum einen auf andere Weise gefertigt und sah zudem ein alternatives Konzept der Probenzufuhr vor (Abb. 6.3). Statt einem Kanal war hierfür eine Analysekommer bestimmt, in welche die Hefekulturen pipettiert und anschließend mit einem Deckglas (rechteckig, 18 mm × 18 mm, Carl Roth GmbH + Co. KG) abgedeckt wurden. Hierdurch wurde der Abstand zur Probe von 4 mm (Dicke der Anschlussplatte der ersten Version) auf 0,16 mm (Dicke des Deckglases) verkleinert. Das Deckglas musste bei dieser Anwendung durch ein Geliermittel (Agar-Agar, Carl Roth GmbH + Co. KG) auf Zuckerbasis fixiert werden, um dem Druck aus dem Nährstoffkanal standzuhalten.

Der Mikrokanal für die Zufuhr der Nährmedien wurde bei dieser Version direkt in eine Kombination aus Polycarbonat-Platte + Folie geprägt. Diese wurde dabei so aufgelegt, dass die einzelne Folie zum Werkzeug und die Platte zur Sonotrode orientiert war. Die zusätzliche Folie schaffte eine weitere Grenzfläche an der Oberflächenreibung

stattfinden und die während des Prägeprozesses entstehende Schmelze leichter abfließen konnte. Dies schafft sowohl eine homogenere Oberfläche auf der Folienseite als auch eine bessere Sicht durch das System im Vergleich zum Ultraschallheißprägen eines Folienstapels.

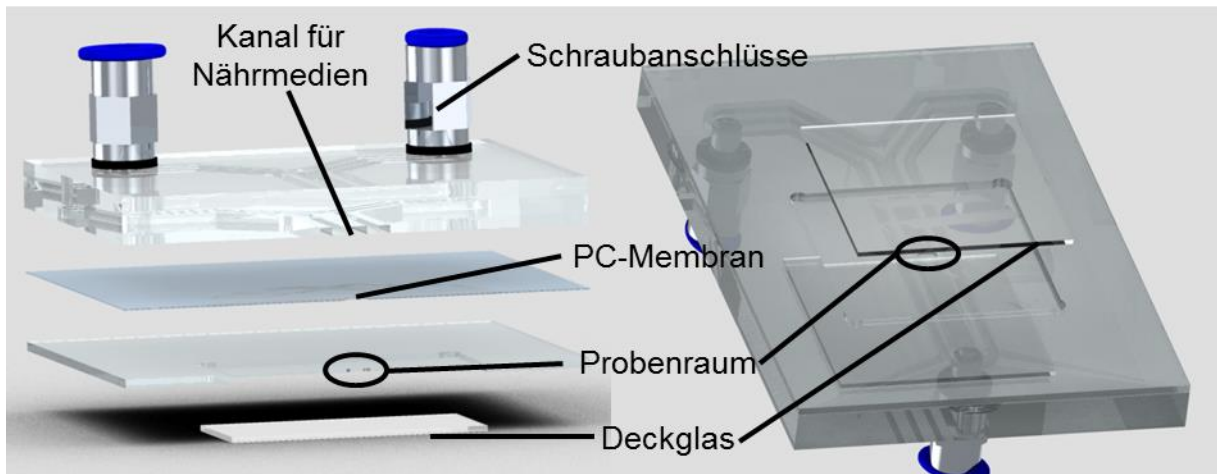


Abbildung 6.3: Aufbau der zweiten Version des Bioreaktors.

Für das Ultraschallheißprägen in Platten sollte die Prägefläche minimiert werden, aus diesem Grund wurde die äußere Hilfsstruktur des Prägewerkzeugs auf 1/3 ihrer Höhe runtergefräst. Dadurch erfolgte die Energieeinkopplung in zwei Stufen. Zunächst auf die Fläche des Hauptkanals und gegen Ende des Prozesses zusätzlich auf der Fläche der Hilfsstruktur. Letztere dient hierbei nicht mehr zur Generierung von Schmelzvolumen, sondern forciert in erster Linie die entstandene Schmelze in Richtung von Werkzeugkavitäten. Dadurch wird das Ausformen von kleinen Strukturen, so zum Beispiel der Energiedirektoren, verbessert oder gar ermöglicht.

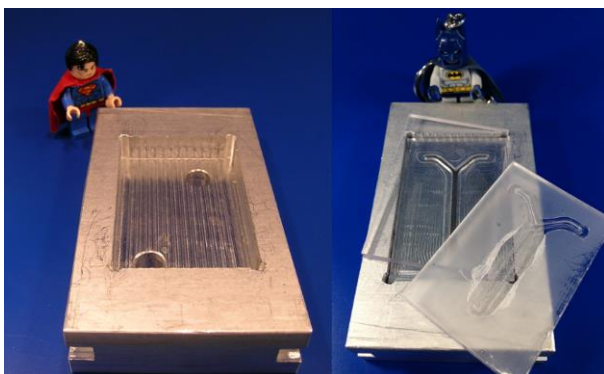


Abbildung 6.4: Fixierrahmen zur Herstellung und Montage der zweiten Version des Bioreaktors. Die Bohrungen im Boden des Rahmens ermöglichten das Auswerfen der Prägewerkzeuge.

Der Probenraum ($B = 1 \text{ mm}$, $H = 0,30 \text{ mm}$, $L = 2 \text{ mm}$) wurde in eine $750 \text{ }\mu\text{m}$ dicke Kunststoffplatte (Makrolon GP clear 099, Bayer Material Science) samt Vertiefung für das Deckglas gefräst. Die Membran (RTTP01300, Merck Millipore) wurde anschließend, wie bereits bei der ersten Version, mittels einer geriffelten Struktur aufgeschweißt. Aufgrund der geringen Abmaße der Analysekammer ist

eine Stabilisierung der Membran durch zusätzliche Folien nicht notwendig. Es wurde

dennoch eine weitere Polycarbonatfolie (125 μm) zur Fixierung verwendet, da die Membran trotz identischen Materials nicht mit dem Rest des Systems verschweißbar war. Sowohl das Prägen des Nährstoffkanals als auch die Montage des Gesamtsystems wurde in einem für diesen Zweck gefertigten Rahmen durchgeführt (Abb. 6.4). Dieser ermöglicht eine passgenaue Ausrichtung der einzelnen Komponenten.

6.1.2 Analyse

Die Untersuchungen erfolgten anhand der Mikrostations AF6000LX (Leica Microsystems GmbH). Hierzu wurde die zweite Version des Bioreaktors auf dem beweglichen Mikroskoptisch mit Klebestreifen fixiert und mit der Spritzenpumpe KDS230 (KD Scientific Inc.) verbunden. Nährlösung welche sich im Durchfluss durch den Kanal erschöpfte, konnte in einem Ausschussbehälter aufgefangen werden (Abb. 6.5). Die Durchlichtaufnahmen der Zellen erfolgten nach der Methode des Differentialinterferenzkontrasts (DIC).

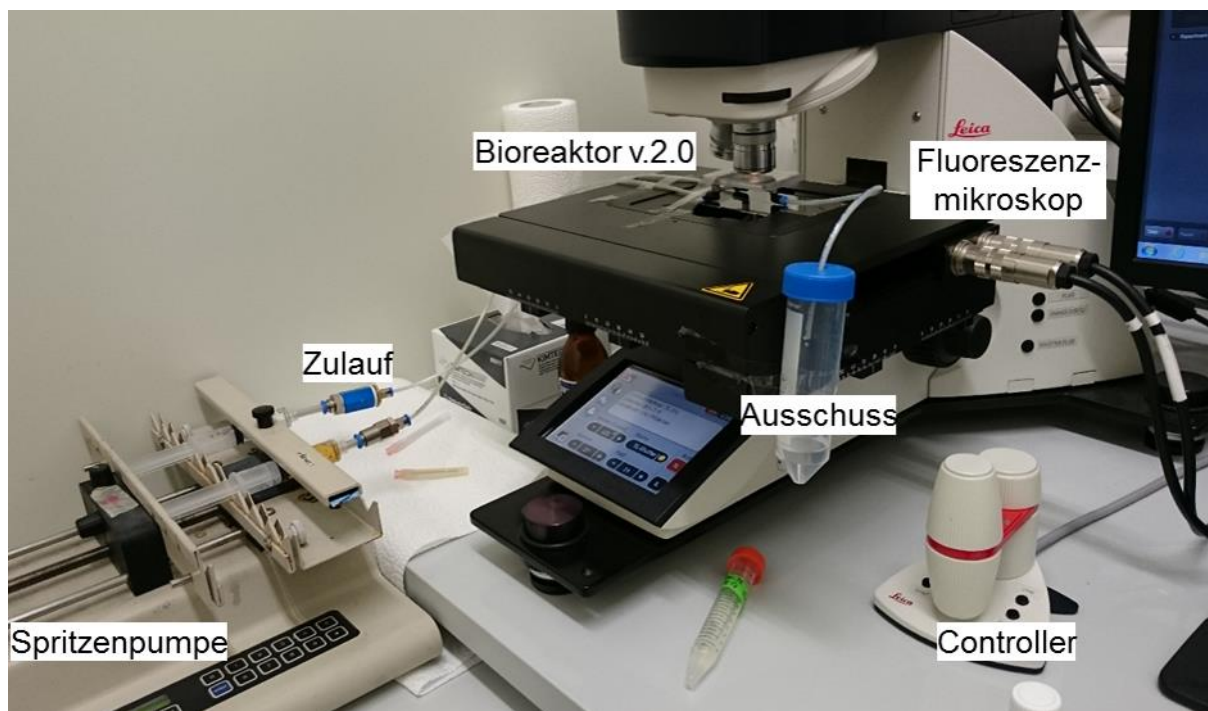


Abbildung 6.5: Versuchsbau zur Evaluierung der Bioreaktorfunktionalität anhand der Beckerhefe *S. cerevisiae*.

Zur Probenpräparation wurde zunächst 1 μl einer Kultur von *S. cerevisiae* in den Probenraum pipettiert und dieser mit einem Tropfen Agar-Agar und einem Deckglas verschlossen. Die Zufuhr der Nährlösungen erfolgte für Experimente mit einer Dauer unter fünf Stunden mit einer Flussrate von 2 ml/h. Bei längeren Untersuchungen wurde

die Flussrate auf 0,25 ml/h reduziert. Eine Evaluierung der aufgenommenen Bilder wurde mit ImageJ (National Institutes of Health) durchgeführt [6.1].

Ein Wachstum der Zellen konnte nachgewiesen werden, indem an einer festgesetzten Position in mehreren zeitlichen Abständen Aufnahmen der Bäckerhefe durchgeführt wurden. Abbildung 6.6 zeigt die Zunahme an Zellen nach einem Zeitintervall von 22 h.

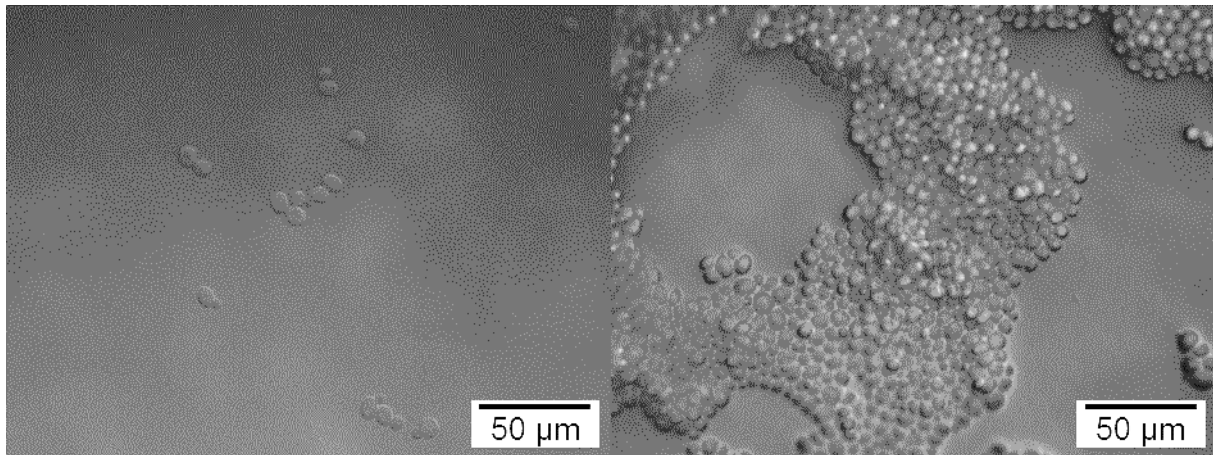


Abbildung 6.6: Zellwachstum im Bioreaktor v2 in einem Zeitintervall von 22 h.

Generell konnte zusätzlich zum Wachstum ein Anstieg des Signals der Fluoreszenz beobachtet werden. Die Untersuchung der Grenzfläche zweier unterschiedlicher Nährlösungen und somit zweier Genexpressionen (mit / ohne Fluoreszenz) gestaltete sich jedoch als diffizil. Der Grund hierfür war die genutzte Membran. Diese war zum einen herstellungsbedingt opak und erschwerte somit die Sicht auf die Nährlösungen. Zudem war sie nach der Montage nicht eben und planparallel zum Mikroskop ausgerichtet, wodurch das Fokussieren einzelner Zellen / Zellenverbünde behindert wurde.

6.2 Chip zur Bestimmung von Diffusionskonstanten

In Kooperation mit dem Lehrstuhl für Technische Thermodynamik wurde ein Mikrofluidikchip zur Messung von Diffusionskonstanten erarbeitet [6.2].

Eines der wichtigsten Kriterien hierfür und somit an den Chip ist die Kontaktzeit der Fluide. Diese muss derart gewählt werden, dass ein Stoffaustausch mittels Diffusion möglich ist, jedoch kein vollständiger Konzentrationsausgleich stattfindet. Die Kontaktzeit lässt sich sowohl durch die Kanaldimensionen als auch die Förderrate der Fluide beeinflussen. Die Wahl der Förderrate wird durch die Strömungsgeschwindigkeit eingeschränkt, da die Strömung im Kanal streng laminar sein muss. Dies ist der Fall für kleine Reynolds-Zahlen, welche wiederum von dem hydraulischen Durchmesser

also der Höhe und der Breite des Kanals abhängen. Mit der Länge des Kanals erhöht sich die Verweilzeit und somit die Kontaktzeit.

Als Untersuchungsmethode zur Validierung der Tauglichkeit der Mikrostrukturen wurde eine offline-Messmethode gewählt. Bei dieser wurden die Konzentrationen von Saccharose-Lösungen (VE-Wasser) vor und nach Durchlauf der Diffusionsstrecke durch Refraktometrie bestimmt und die Konstante anhand eines lehrstuhlinterne MatLab-Skripts berechnet.

6.2.1 Fertigung der Diffusionskanäle

Basierend auf den Anforderungen wurde für die Form des Kanals eine H-Mischer-Struktur gewählt. Dabei war es wichtig, dass die zwei Lösungen sowohl am Zu- als auch am Ablauf des Kanals möglichst scharf und sauber getrennt und turbulente Strömungsregime verhindert wurden. Dies wurde durch einen 250 µm breiten Steg erreicht, an dem zwei Zuckerlösungen über ein Strecke parallel zueinander ohne Querschnittsänderung des Kanals fließen. Die Breite und Höhe des Kanals wurden auf 800 µm und 100 µm festgelegt. Beim Ultraschallschweißen wurde die benötigte Schmelze durch hervorstehende Strukturen (Kanal- und Hilfsstruktur) am Werkzeug erzeugt. Aufgrund der geringen Höhe des eigentlichen Kanals musste die gesamte Prägekontur auf einem Plateau gefertigt werden. Hierdurch wird mehr Prägeenergie benötigt und somit die Gefahr auf Zersetzung des Polymers gesteigert.

Das Höhenverhältnis von Energiedirektor zu Kanal betrug 2,5:1 wodurch die Kanaldimensionen bei Einsatz von „herkömmlichen“ Energierichtungsgebern durch die entstehende Schmelze stark schwankten. Werden stattdessen Energiedirektoren mit Drainagen für die Schmelze verwendet, wie sie in Kapitel 3.4 vorgestellt wurden, so kann verhindert werden, dass Schmelze in den Hauptkanal gelangt. Diese erfordern jedoch wiederum eine höhere Schmelzmenge beim Ultraschallheißprägen der Mikrostruktur.

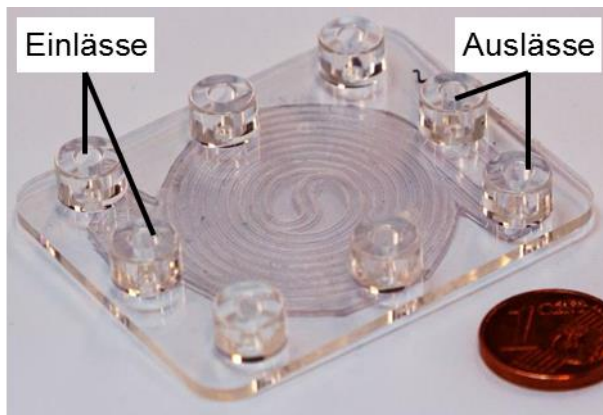


Abbildung 6.7: Gewundene Diffusionsstrecke mit einer Länge $L = 584$ mm, aufgeschweißt auf eine PC-Anschlussplatte.

Um die Länge der Kontaktstrecke möglichst groß zu machen, wurden zwei Ansätze getestet. Der erste sah einen Mikrokanal mit spiralförmigen Windungen in die und aus der Mitte der Struktur vor (Abb. 6.7). Dadurch ergäbe sich eine Diffusionsstrecke von 584 mm. Die große Fläche und der damit einhergehende inhomogene Wärmetransport führten wie auch bereits bei der Verweilzeitstrecke

aus Kapitel 5.1 zu einem nicht zufriedenstellenden Schweißergebnis. Der Kanal löste sich im Bereich der Zuläufe vom Deckel und wies gleichzeitig überschüssige Schmelze im Mittelteil auf. Durch die Montage der Diffusionsstrecke auf einer speziellen Anschlussplatte (Abb. 6.7), ließ sich eine gleichmäßigere Schweißung erzielen. Im Bereich der Anschlüsse blieben die Kanäle aber dennoch undicht. Dieser Entwurf wurde letztendlich verworfen, da zusätzlich die Gefahr der nicht-diffusiven Vermischung, durch die Spiralform und im Speziellen in der Region des Richtungswechsels (Mitte), bestand.

Im zweiten Ansatz wurde der Kanal in zwei Teilschritten mit demselben Werkzeug geprägt. Vor der zweiten Prägung wurde das Werkstück um 180° gedreht, sodass eine Diffusionsstrecke mit einer Länge von 88 mm entstand (Abb. 6.8 (b)). Die Positionierung erfolgte über zwei Prägestifte im Werkzeug und über einen Überlappbereich der Strukturen von 9 mm (Abb. 6.8 (a)).

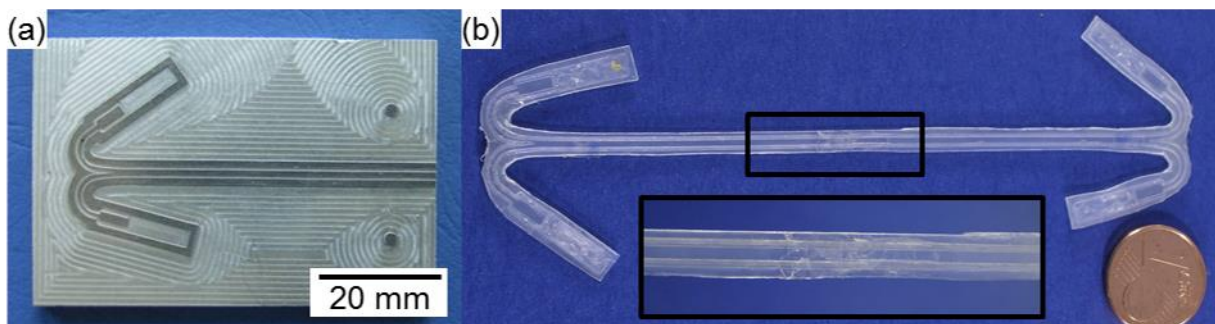


Abbildung 6.8: Werkzeug zu Ultraschallheißprägung einer Diffusionsstrecke (a). Das Prägen in zwei Teilschritten führt zu einer erhöhten Rauheit an der Schnittstelle (b).

Diese Mikrostruktur wies eine erhöhte Rauheit an der Schnittstelle der zwei Prägeschritte auf, wodurch die Diffusionsuntersuchungen negativ beeinträchtigt werden können.

Um den grundsächlichen Einsatz der geprägten Mikrokanäle zu zeigen, wurde eine Diffusionsstrecke in einem Schritt geprägt. Dieses war in seiner Länge auf 30 mm beschränkt und wurde über eine Anschlussplatte mit den Spritzenpumpen des Messaufbaus verbunden.

6.2.2 Analyse

Der Messaufbau bestand aus einem inversen Mikroskop (Carl Zeiss AG), einer Spritzenpumpe für kontinuierlichen Durchfluss (KDS270, KD Scientific Inc.) und einer PIV (particle image velocimetry) -Kamera (Imager pro x, LaVision GmbH) (Abb. 6.9 (a)). Die Auswertung des Trennungsverhaltens erfolgte mittels der zur Kamera gehörigen DaVis-Software (LaVision GmbH). Dabei werden den Graustufenaufnahmen des Mikroskops Farben zugeordnet um den Kontrast zu verbessern (Abb. 6.9(d)).

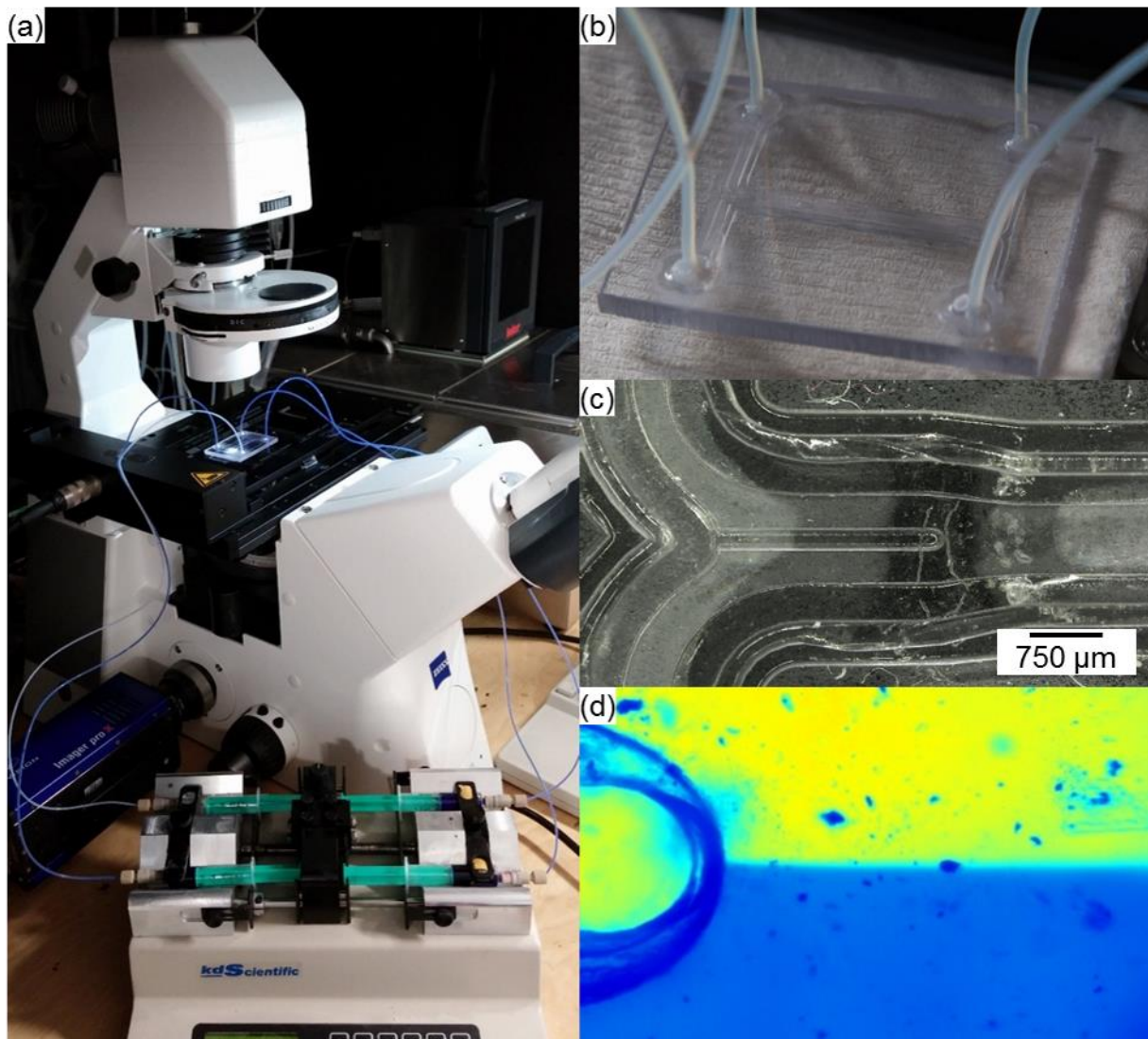


Abbildung 6.9: Versuchsaufbau zur Ermittlung der Diffusionskonstante einer Zuckerlösung (Saccharose) (a). Die mikrofluidische Kontaktierung der 30 mm langen Diffusionstrecke erfolgte über eine PC-Platte mit eingeklebten Schläuchen (b). (c) und (d) zeigen jeweils den Steg an dem die Flüssigkeitsströme getrennt wurden.

Zur Analyse des Trennungsverhaltens wurde jeweils eine Spritze mit reinem VE-Wasser und eine weitere mit blauem Farbstoff versehen. Es konnte beobachtet werden, dass direkt nach dem Einschalten der Pumpe zunächst ein „Einschwingen“ der zwei flüssigen Phasen erfolgte. Dieses zeichnete sich durch teilweise an dem Trennsteg (Abb. 6.9 (c)) auftretende Strömungsabrisse und Verwirbelungen aus, welche in eine Fluktuation der Diffusionsgrenze zwischen den zwei Ausläufen überging. Das Schwanken der Grenze nahm ab bis sich ein gleichmäßiger Strom, wie er in Abbildung 6.9 (d) zu sehen ist, ausbildete. Dieses Verhalten lässt sich durch Lufteinschlüsse im System und dem ungleichmäßigen Anfahren der Pumpen erklären und führt bei einem Probenvolumen von 1 ml zu einem Fehler von 0,3 % [6.2].

Für die Bestimmung eines Diffusionskoeffizienten wurde das Mikroskop entfernt und die Schläuche für den Zulauf gekürzt um das Totvolumen zu verringern. Die zwei Spritzen für die Zuläufe wurden jeweils mit reinem VE-Wasser und einer Saccharose-Lösung mit der Konzentration 44,02 mmol/l gefüllt. Das Probenvolumen jeder Messung betrug 0,9 ml. Die Konzentration der Zuckerlösungen in den Auslaufspritzen wurde bei Abschluss mittels eines Abbe-Refraktometers (Typ 2WAJ, PCE Deutschland GmbH) bestimmt. Die Konzentration ergab sich dabei aus dem Mittel zweier unabhängiger Messungen. Die gewonnenen Daten wurden in einem lehrstuhlinterne MatLab®-Skript verarbeitet und so der Diffusionskoeffizient der Messung ermittelt. Dieser betrug $1,3 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2/\text{s}$ und wich somit um 151 % vom Literaturwert ($0,52 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2/\text{s}$) [6.3] ab. Bei den gewählten Bedingungen entsprach dies den Erwartungen und zeigte, dass der Einsatz generell möglich ist jedoch noch Änderungen an den Kanaldimensionen bedarf.

7 Ausblick

Im Rahmen dieser Arbeit wurden Aspekte zum Verständnis des Prozessablaufs beim Ultraschallheißprägen diskutiert und hierfür eine Methode zur Untersuchung der vertikalen Ultraschallenergieverteilung vorgestellt. Durch den Einsatz mehrerer Messpunkte innerhalb einer Folienebene ergäbe sich die Möglichkeit zur Darstellung des horizontalen Wärmetransports. Durch die Kombination der Werte (vertikal, horizontal) wäre somit ein Konturplot möglich, welcher Aufschlüsse über die räumliche Verteilung der durch den Ultraschall erzeugten Wärme geben würde. Der Einfluss des Halbzeugs und des Prägewerkzeugs auf die Bildung der Wärmeverteilung ließe sich dadurch untersuchen. Interessant wären hierbei die Abhängigkeiten des Werkstückmaterials und deren Füllmaterialien (Glas- / Kohlefasern, -kugeln) auf die Ausbildung der Wärmeverteilung und inwieweit sich diese durch die Form und den Werkstoff des Prägewerkzeugs homogenisieren ließe.

Die Änderung der Kunststoffstruktur während des Ultraschallheißprägens wurde angesprochen. Diese äußerte sich in einer verbesserten Transparenz und der erhöhten Kombinationsfreiheit beim Ultraschallschweißen verschiedener Kunststoffe. Eine systematische Gegenüberstellung von geprägten und nicht-geprägten Polymeren, anhand von spektroskopischen Methoden (UV-Vis, IR) oder Interferometrie, ist bislang nicht vorhanden. Diese könnten die Zunahme der Transparenz quantifizieren und deren Zusammenhang mit der Rauheit der Werkzeugoberfläche aufzeigen. Der Einfluss, die Art und das Ausmaß der Strukturänderung des Polymers während des Ultraschallheißprägens auf das Temperaturprofil der Kunststoffe, könnten durch weitere Untersuchungen mit einer dynamischen Differenzkalorimetrie dargestellt werden.

Die Zusammenstellung eines mikrofluidischen Systems aus standardisierten Komponenten ist langfristig dazu geeignet, chemische Reaktionen zu überwachen und zu steuern. Die prinzipielle Funktionalität wurde gezeigt, eine Verbesserung der Sensibilität und Funktionsweise gerade in Bezug auf die Sensormodule ist jedoch noch notwendig. Darüber hinaus wäre für eine Prozesssteuerung die Erweiterung um weitere Module notwendig. So zum Beispiel für die Untersuchung von pH-, O₂ und CO₂-Werten.

In einigen Fällen zeigten sich die Grenzen der Ultraschallverfahren aufgrund der Einschränkung auf die festgelegte Sonotrodenfläche. Dies wurde besonders bei der Herstellung der Diffusions- und der Verweilzeitstrecke deutlich. Durch den Einsatz von rotierenden Sonotroden, welche in der Industrie zum Verschweißen von Vliesstoffen eingesetzt werden, könnten Kanäle ohne Längeneinschränkung geprägt und versiegelt werden.

8 Literaturverzeichnis

- [II.1] L.N. Matsyuk, A.V. Bogdashevskii, "Ultrasonic welding of polymeric materials", Soviet plastics (English translation of Plasticheskie massy) H. 12, S. 30 -35, **1960**.
- [II.2] Sonotronic Nagel GmbH, <http://www.sonotronic.de/technologien/ultraschall>, besucht am **27.01.2015**.
- [II.3] P. Khuntontong, "Fabrication of a polymer micro devices by ultrasonic hot embossing", Dissertation an der RWTH Aachen, Aachen, **2008**.
- [1.1] Arbeitsgemeinschaft Deutsche Kunststoff-Industrie (Hrsg.), „Kunststoffe – Werkstoffe unserer Zeit“, Frankfurt a. M., 15. Auflage, **2014**.
- [1.2] H.V. Fairbanks, "Applying ultrasonics to the moulding of plastic powders", Ultrasonics, 12, S. 22-24, **1974**. [doi:10.1016/0041-624X\(74\)90082-1](https://doi.org/10.1016/0041-624X(74)90082-1)
- [1.3] D.W. Paul, R.J. Crawford, "Ultrasonic moulding of plastic powders", Ultrasonics, 19, S. 23-27, **1981**. [doi:10.1016/0041-624X\(81\)90028-7](https://doi.org/10.1016/0041-624X(81)90028-7)
- [1.4] Sonobond Ultrasonics, "Ultrasonic Metal Welding – A Primer", **2014**.
- [1.5] T. Wagenknecht, „Mikrostrukturierung von Kunststofffolien durch Inline-Ultraschall-Prägen“, KuZ-Leipzig Newsletter, 1/13, **2013**.
- [1.6] S.-J. Liu, Y.-T. Dung, "Hot Embossing Precise Structure Onto Plastic Plates by Ultrasonic Vibration", Polymer Engineering Science, 45, S. 915-925, **2005**. [doi:10.1002/pen.20357](https://doi.org/10.1002/pen.20357)
- [1.7] C.-H. Lin, R. Chen, "Ultrasonic nanoimprint lithography: a new approach to nanopatterning", J. Micro/Nanolith. MEMS MOEMS, 5, S. 011003, **2006**. [doi:10.1117/1.2172992](https://doi.org/10.1117/1.2172992)
- [1.8] H. Mearu, H. Goto, M. Takahashi, "Development of ultrasonic micro hot embossing technology", Microelectronic Engineering, 84, S. 1282-1287, **2007**. [doi:10.1016/j.mee.2007.01.235](https://doi.org/10.1016/j.mee.2007.01.235)
- [1.9] P. Khuntontong, T. Blaser, W.K. Schomburg, "Ultrasonic micro hot embossing of polymers exemplified by a micro thermal flow sensor", Proceedings Smart

- Systems Integration, S. 327-334, Barcelona, Spain, **2008**. ISBN 978-3-8007-3081-0
- [2.1] DVS – Deutscher Verband für Schweißen und verwandte Verfahren E.V., „Ultraschallschweißen von Kunststoffserienteilen – Prozessbeschreibung, Maschinen und Geräte, Einflussgrößen, Konstruktion, Qualitätssicherung“, DVS Richtlinie DVS 2216-1, **2007**.
- [2.2] H. Potente, „Fügen von Kunststoffen - Grundlagen, Verfahren, Anwendung“, Carl Hanser Verlag, München, **2004**. ISBN 3-446-22755-6
- [2.3] J. Sackmann, K. Burlage, C. Gerhardy, B. Memering, S. Liao, W.K. Schomburg, „Review on ultrasonic fabrication of polymer micro devices“, Ultrasonics 56, S. 189-200, **2014**. [doi:10.1016/j.ultras.2014.08.007](https://doi.org/10.1016/j.ultras.2014.08.007)
- [2.4] Sonotronic Nagel GmbH, <http://www.sonotronic.de/technologien/ultraschall/ultraschall-schweißen>, besucht am **27.01.2015**.
- [2.5] H. Potente, „Untersuchung der Schweißbarkeit thermoplastischer Kunststoffe mit Ultraschall“, Dissertation an der RWTH Aachen, Aachen, **1971**.
- [2.6] Sonotronic Nagel GmbH, <http://www.sonotronic.de/technologien/ultraschall/ultraschall-nieten>, besucht am **27.01.2015**.
- [2.7] H. Thews, Thermoplaste + Fügetechniken, Angewandte Technik, Verlag für Technikliteratur Groebel - infotip, Limeshain, **1990/1**.
- [2.8] H. Thews, „Zeitgemäße Kunststoff-Verbindungs-Technik für Thermoplaste - konstruktive und technische Arbeitshilfen, substituierende und alternative Fügetechniken, Groebel – infotip, Limeshain, **1986**.
- [2.9] W. Kazmirzak, J. Michaelis, T. Jahnke, Verbindung schaffen – Ultraschallnieten von Hochtemperaturkunststoffen, Joining Plastics – Fügen von Kunststoffen, 6, S. 189-193, **2012**.
- [2.10] Herrmann Ultraschalltechnik GmbH & Co. KG, <https://www.herrmannultraschall.com/de/kunststoffe-schweißen>, besucht am **27.01.2015**.
- [2.11] EASTMAN KODAK CO, „Embossing plastic films- using an ultrasonic vibrator“, DE2154129-A1; FR2112368-A ; DE2154129-B ; CH550076-A, **1970**.

- [2.12] BRANSON ULTRASONICS CORP, "Ultrasonic embossing appts. – e.g. for putting serial numbers on plastic workpiece, has embossing rings at antinodal position on horn", US4028033-A, **1975**.
- [2.13] TORAY IND INC, "Leather-like material surface treatment – combines ultrasonic wave heating process with embossing", JP59009281-A, **1982**.
- [2.14] H.W. Yu, C.H. Lee, P.G. Jung, B.S. Shin, J.-H. Kim, K.-Y. Hwang, J.S. Ko, "Polymer microreplication using ultrasonic vibration energy", J. Micro/Nanolith. MEMS MOEMS, 8/2, S. 021113, **2009**. [doi:10.1117/1.3129824](https://doi.org/10.1117/1.3129824).
- [2.15] C.H. Lee, P.G. Jung, S.M. Lee, S.H. Park, B.S. Shin, J.-H. Kim, K.-Y. Hwang, K.M. Kim, J.S. Ko, "Replication of polyethylene nano-micro hierarchical structures using ultrasonic forming", J. Micromech. Microeng., 20, S. 035018, **2010**. [doi:10.1088/0960-1317/20/3/035018](https://doi.org/10.1088/0960-1317/20/3/035018).
- [2.16] Y.H. Cho, Y.S. Seo, I.Y. Moon, B.H. Kim, K. Park, "Facile fabrication of super-hydrophobic poly(methyl methacrylate) substrates using ultrasonic imprinting", J. Micromech. Microeng., 23, S. 055019, **2013**. [doi:10.1088/0960-1317/23/5/055019](https://doi.org/10.1088/0960-1317/23/5/055019)
- [2.17] B. Altmann, R. Ahrens, A. Welle, H. Dinglreiter, M. Schneider, A. Schober, "Microstructuring of multiwell plates for three-dimensional cell culture applications by ultrasonic embossing", Biomedical Microdevices, 14, S. 291-301, **2012**. ISSN: 13872176, [doi:10.1007/s10544-011-9605-8](https://doi.org/10.1007/s10544-011-9605-8).
- [2.18] B. Memering, „Rolle-zu-Rolle Fertigung von Mikrostrukturen durch Ultraschall- heißprägen“, Dissertation, Hochschulbibliothek der RWTH Aachen, Aachen, **2014**.
- [2.19] K. Burlage, C. Gerhardy, W.K. Schomburg, "PVDF micro heat exchanger manufactured by ultrasonic hot embossing and welding", Proc. 21st Micro Mechanics Europe Workshop, C09, **2010**. ISBN: 978-9081673716
- [2.20] K. Burlage, C. Gerhardy, W.K. Schomburg, "Ultrasonic Hot Embossing and Welding of Micro Structures", Mechanisms and Machine Science, 2, **2012**. ISBN 978-94-007-2720-5

- [2.21] K.-M. Shu, W.-H. Hsieh, H.-S. Yen, "On the Design and Analysis of Acoustic Horns for Ultrasonic Welding", Trans. Can. Soc. Mech. Eng., 37 / 3, S. 905-916, **2013**.
- [2.22] S.G.M. Amin, H.M. Ahmed, H.A. Youssef, "Computer-aided design of acoustic horns for ultrasonic machining using finite-element analysis", J. Mat. Proc. Tech., 55, S. 254-260, **1995**.
- [2.23] S.-Y. Teh, R. Lin, L.-H. Hung, A.P. Lee, "Droplet microfluidics", Lab Chip, 8, S. 198-220, **2008**. [doi:10.1039/B715524G](https://doi.org/10.1039/B715524G)
- [2.24] G.M. Whitesides, "The origins and the future of microfluidics", Nature, 442, S. 368-373, **2006**. [doi:10.1038/nature05058](https://doi.org/10.1038/nature05058)
- [2.25] A. Manz, N. Graber, H.M. Widmer, "Miniaturized Total Chemical Analysis Systems: a Novel Concept for Chemical Sensing", Sensors and Actuators B: Chemical, 1, S. 244-248, **1990**. [doi:10.1016/0925-4005\(90\)80209-I](https://doi.org/10.1016/0925-4005(90)80209-I)
- [2.26] A. Manz, D.J. Harrison, E.M.J. Verpoorte, J.C. Fetting, A. Paulus, H. Lüdi, H.M. Widmer, "Planar chips technology for miniaturization and integration of separation techniques into monitoring systems – Capillary electrophoresis on a chip", Journal of Chromatography A, 593, S. 253-258, **1992**. [doi:10.1016/0021-9673\(92\)80293-4](https://doi.org/10.1016/0021-9673(92)80293-4)
- [2.27] T. Pfohl, S. Herminghaus, „Mikrofluidik mit komplexen Flüssigkeiten“, Physik Journal, 1, S. 35-40, **2003**.
- [2.28] Little Things Factory GmbH, http://www.ltf-gmbh.com/produkte/lab_on_chip.html, besucht am **02.02.2015**.
- [2.29] microfluidic ChipShop GmbH, http://www.microfluidic-chipshop.com/index.php?pre_cat_open=159, besucht am **02.02.2015**.
- [2.30] Ehrfeld Mikrotechnik BTS GmbH, <http://www.ehrfeld.com/produkte/mmrs.html>, besucht am **02.02.2015**.
- [3.1] R. Wise, "Initiation of ultrasonic welding in amorphous thermoplastic polymers", Conference on Joining Plastics, DVS-Berichte, 269, S. 29-43, **2010**.

- [3.2] E. Hörter, „Herstellung und Evaluation mehrlagiger, mikrofluidischer Systeme mittels Ultraschallbearbeitungsmethoden“, Projektarbeit, RWTH Aachen, Betreuer: Johannes Sackmann (KEmikro / RWTH Aachen), **2013**.
- [3.3] Dukane Intelligent Assembly Solutions, “Guide to Ultrasonic Plastics Assembly“, Design Guide, **2011**.
- [3.4] M. Ziegltrum, „Untersuchung von Ultraschallschweißverbindungen in der Kombination unterschiedlicher Thermoplaste mit einer und mehreren Fügeebenen“, Dissertation, Hochschulbibliothek der Universität Paderborn, Paderborn, **2000**.
- [3.5] Branson Ultrasonics Corporation, “Ultrasonic Plastic Joining“, Technical Information PW-3, **2013**.
- [3.7] K. Burlage, C. Gerhardy, H. Praefke, M.A. Liauw, W.K. Schomburg, “Slug length monitoring in liquid-liquid Taylor-flow integrated in a novel PVDF micro-channel“, Chemical Engineering Journal, 227, S. 111-115, **2013**. [doi: 10.1016/j.cej.2012.08.070](https://doi.org/10.1016/j.cej.2012.08.070)
- [3.8] J. Sackmann, A. Barth, B. Memering, C. Gerhardy, W.K. Schomburg, “Ultrasonic fabrication of polymer micro devices“, APT '13 – 10th International Conference Advances in Plastics Technology, Sosnowiec, Poland, **2013**. ISBN: 978-83-63555-23-8
- [4.1] T. Baldhoff, „Entwicklung und Bau eines kostengünstigen, modularen Mikroreaktorsystems aus Kunststoff“, Masterarbeit, TU Dortmund, Betreuer: Alexander Tollkötter (AD / TU Dortmund), Johannes Sackmann (KEmikro / RWTH Aachen), **2013**.
- [4.2] A. Tollkötter, J. Sackmann, T. Baldhoff, W.K. Schomburg, N. Kockmann, „Modulares Mikroreaktorsystem aus ultraschallheißgeprägten Polymerfolien“, Chemie Ingenieur Technik, 87, S. 823-829, **2015**. [doi: 10.1002/cite.201400146](https://doi.org/10.1002/cite.201400146)
- [4.3] P. Elsner, P. Eyerer, T. Hirth, „*Domininghaus – Kunststoffe*“, 8. Auflage., Springer Verlag, Heidelberg, **2012**.
- [4.4] J. Sackmann, K. Burlage, C. Gerhardy, D. Loibl, L. Cui, “Polymer Micro fluidic Systems fabricated by Ultrasound“, MFHS 2012 – 1st International conference on Micro Fluidic Handling Systems, Enschede, The Netherlands, **2012**.

- [4.5] N.D. Scott, J.F. Walker, V.L. Hansley, "Sodium Naphthalene. I. A New Method for the Preparation of Addition Compounds of Alkali Metals and Polycyclic Aromatic Hydrocarbons", Journal of the American Chemical Society, 58, S. 2442-2444, **1936**. [doi: 10.1021/ja01303a022](https://doi.org/10.1021/ja01303a022)
- [4.6] E.R. Nelson, T.J. Kilduff, A.A. Benderly, "Bonding of Teflon", Industrial and Engineering Chemistry, 50, S. 329-330, **1958**. [doi: 10.1021/ie50579a030](https://doi.org/10.1021/ie50579a030)
- [4.7] S. Liao, Persönliche Mitteilung, LuF KEmikro / RWTH Aachen University, Aachen, **19.03.2015**.
- [4.8] N. Ovat, "Development of reaction and sensor micro modules made of polymers for gas-liquid systems", Master Thesis, TU Dortmund, Betreuer: Alexander Tollkötter (AD / TU Dortmund), Johannes Sackmann (KEmikro / RWTH Aachen), **2014**.
- [4.9] IDEX Health & Science, Catalog 2011-2012, **2012**.
- [4.10] Hy-Lok D, Ky-Lok Klemmringverschraubungen, Katalog, http://www.hy-lok.de/download-pdf/kataloge/Hy_Lok_Klemmringverschraubungen.pdf, besucht am **02.04.2015**.
- [4.11] Upchurch, "LuerTight Fitting (F09) Instructions For Use", **2013**.
- [5.1] C.E. Mortimer, U. Müller, „Chemie: Das Basiswissen der Chemie“, 9. Auflage, Thieme Verlag, **2007**. ISBN 978-3134843095
- [5.2] A. Tollkötter, J. Sackmann, T. Baldhoff, W.K. Schomburg, N. Kockmann, "Ultrasonic Hot Embossed Polymer Microreactors for Optical Measurement of Chemical Reactions", Chemical Engineering Technology, 38, S. 1-10, **2015**. [doi: 10.1002/ceat.201400522](https://doi.org/10.1002/ceat.201400522)
- [5.3] M. Bussmann, „Entwicklung eines Mikrosystemmoduls aus Kunststofffolien zur Phasentrennung“, Masterarbeit, TU Dortmund, Betreuer: Alexander Tollkötter (AD / TU Dortmund), Johannes Sackmann (KEmikro / RWTH Aachen), **2015**.
- [5.4] J. Bäßler, S. Berg, M. Wiens, „Entwicklung und Herstellung eines Multisensormoduls mittels Ultraschallfertigungsmethoden“, Projektarbeit, RWTH Aachen, Betreuer: Johannes Sackmann, Sebastian Krabbe, **2015**.

- [6.1] T. Runge, "Design and construction of an ultrasonically fabricated microfluidic system for phenotypic analysis of *Saccharomyces cerevisiae*", Master Thesis, RWTH Aachen, Betreuer: Johannes Sackmann (KEmikro / RWTH Aachen) **2015**.
- [6.2] D. Wackerbauer, M. Reisse, „Auslegung, Herstellung und Validierung von ultraschallheißgeprägten Diffusionskanälen“, Projektarbeit, RWTH Aachen, Betreuer: Johannes Sackmann (KEmikro / RWTH Aachen), **2015**.
- [6.3] L.J. Gosting, M.S. Morris, "Diffusion Studies on Dilute Aqueous Sucrose Solutions at 1 and 25° with the Gouy Interference Method", Journal of the American Chemical Society, 71, S. 1998-2006, **1949**. [doi: 10.1021/ja01174a028](https://doi.org/10.1021/ja01174a028)

9 Anhang

A1 – Schaltskizzen für den Ladungsverstärker

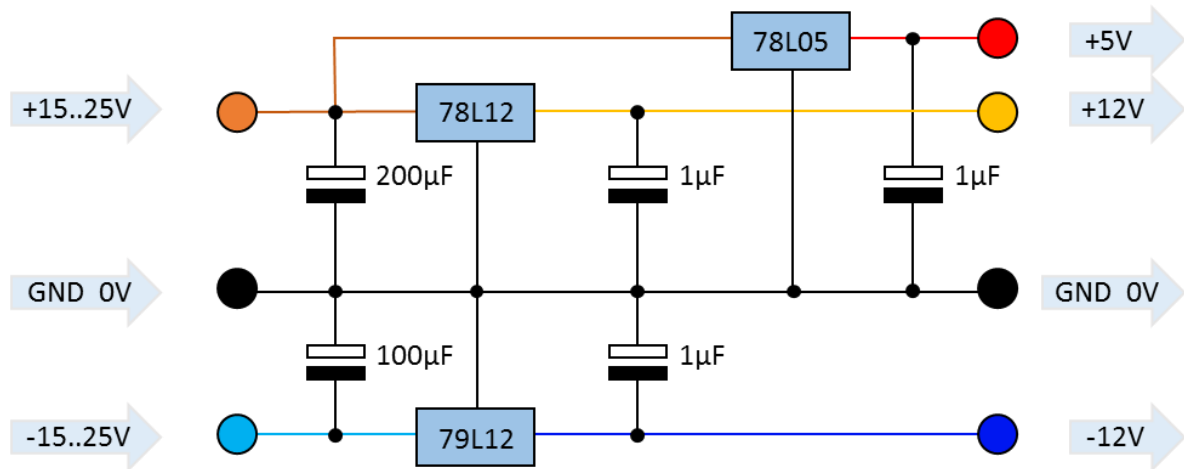


Abbildung 9.1: Anhang 1: Schaltskizze zur Spannungsversorgung des Messaufbaus.

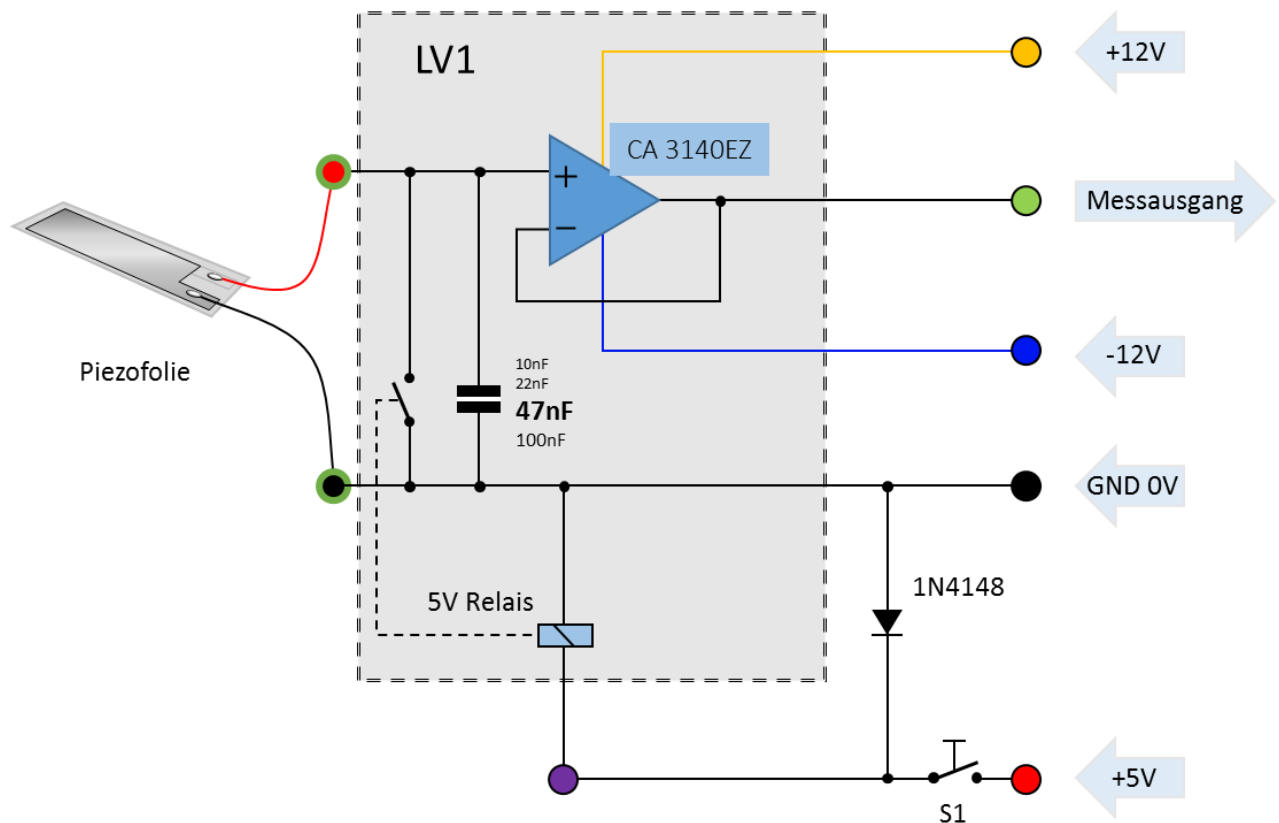


Abbildung 9.2: Anhang 1: Ladungsverstärkerschaltung für ein einzelnes Sensorelement.

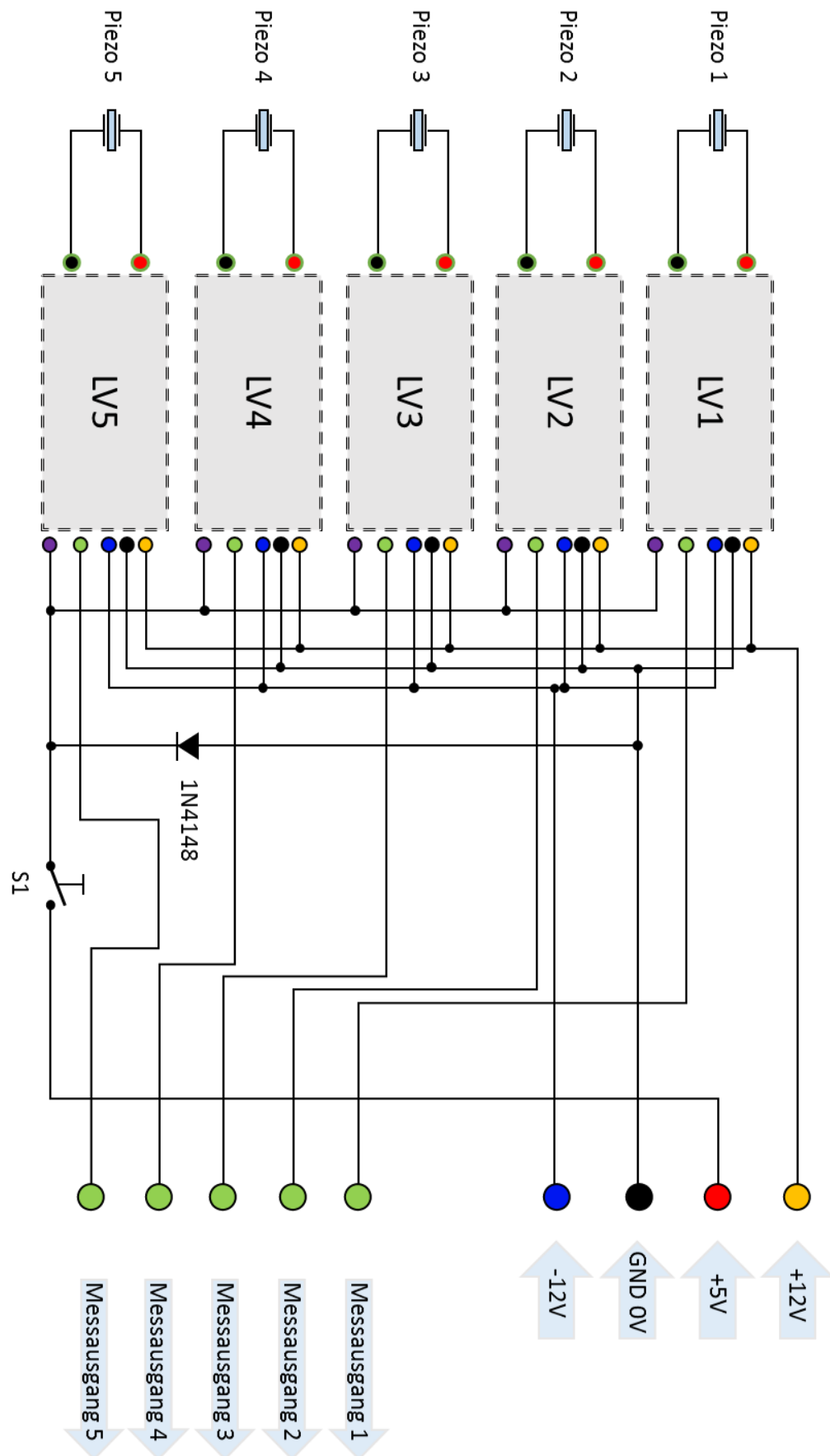


Abbildung 9.3: Anhang 1: Gesamtschaltskizze der Ladungsverstärkerschaltung für bis zu fünf Piezosensoren.

A2 – Verwendete Materialien

Tabelle 9.1: Anhang 2: Verwendetes Material (Dicke und Hersteller) für die Kompatibilitätsversuche.

Material	Dicke [µm]	Lieferant	Typ / Bemerkung
PA12	150	Nowofol Kunststoffprodukte GmbH & Co. KG	NOWOBAX PA12 / 9212
PA12	260	Nowofol Kunststoffprodukte GmbH & Co. KG	NOWOBAX PA12 / 9212
PVDF	100	Nowofol Kunststoffprodukte GmbH & Co. KG	NOWOFLON PVDF-Homopolymer
PP-HM	150	Nowofol Kunststoffprodukte GmbH & Co. KG	NOWOCAST HD
PP-HM	250	Nowofol Kunststoffprodukte GmbH & Co. KG	NOWOCAST HD
HDPE	150	Nowofol Kunststoffprodukte GmbH & Co. KG	NOWOCAST HD
PET	270	Institut für Kunststoffverarbeitung an der RWTH Aachen	
PLA	270	Institut für Kunststoffverarbeitung an der RWTH Aachen	
PEEK	100	Victrex plc	amorph, Aptiv 2000 Serie
PEEK	250	Victrex plc	amorph, Aptiv 2000 Serie
PEEK	150	Victrex plc	kristallin, Aptiv 1000 Serie
PEEK	250	Victrex plc	kristallin, Aptiv 1000 Serie
PS	50	Goodfellow GmbH	biaxial orientiert
PVC	140	Modulor GmbH	Rückprojektionsfolie
SAN	100		
SAN	250		
PFA	100	Nowofol Kunststoffprodukte GmbH & Co. KG	NOWOFLON PFA
PFA	120	Nowofol Kunststoffprodukte GmbH & Co. KG	NOWOFLON PFA
FEP	100	Nowofol Kunststoffprodukte GmbH & Co. KG	NOWOFLON FEP

A3 – Parameter zur Untersuchung des Ultraschallheißprägeprozesses

Tabelle 9.2: Anhang 3: Versuchsparameter zur Untersuchung des Ultraschallheißprägeprozesses anhand von PVDF-Sensorfolien. Untersuchtes Material PP.

Messnummern	00/01/02/ 03/16	04/05/06	07/08/09	10/11/12	13/14/15	49/50/51
Pretravel						
Velocity	9	9	9	9	9	9
Slowdown						
Velocity	3	3	3	3	3	3
Force buildup						
Rise of Force (N/s)	100	100	100	100	100	100
Trigger force (N)	100	100	100	100	100	100
Melting on						
Rise of Force (N/s)	0	0	0	0	0	0
Amplitude	1	1	1	1	7	1
US-Time (ms)	50	50	50	100	50	50
Solidification						
Force (N)	100	100	100	100	100	100
Time (ms)	1000	0	5000	1000	1000	1000
Return stroke						
Velocity	9	9	9	9	9	9
Material	PP					
Kommentar	Abtastrate 32 kHz					

Tabelle 9.3: Anhang 3: Versuchsparameter zur Untersuchung des Ultraschallheißprägeprozesses anhand von PVDF-Sensorfolien. Untersuchtes Material PVDF – Teil 1.

Messnummern	17/18/19/ 30	20/21/22	23/24/25	26	27/28/29	31
Pretravel						
Velocity	9	9	9	9	9	9
Slowdown						
Velocity	3	3	3	3	3	3
Force buildup						
Rise of Force (N/s)	100	100	100	100	100	100
Trigger force (N)	100	100	100	100	100	100
Melting on						
Rise of Force (N/s)	0	0	0	0	0	0
Amplitude	1	1	1	1	1	7
US-Time (ms)	50	50	50	100	100	50
Solidification						
Force (N)	100	100	100	100	100	100
Time (ms)	1000	0	5000	5000	1000	1000
Return stroke						
Velocity	9	9	9	9	9	9
Material	PVDF					
Kommentar	Abtastrate 32 kHz					

Tabelle 9.4: Anhang 3: Versuchsparameter zur Untersuchung des Ultraschallheißprägeprozesses anhand von PVDF-Sensorfolien. Untersuchtes Material PVDF – Teil 2.

Messnummern	33/35	34	36/38	37	39
Pretravel					
Velocity	9	9	9	9	9
Slowdown					
Velocity	3	3	3	3	3
Force buildup					
Rise of Force (N/s)	100	100	100	100	200
Trigger force (N)	100	600	100	100	200
Melting on					
Rise of Force (N/s)	0	0	0	0	500
Amplitude	1	1	1	1	9
US-Time (ms)	50	50	50	50	500
Solidification					
Force (N)	100	100	100	100	475
Time (ms)	1000	1000	1000	1000	2000
Return stroke					
Velocity	9	9	9	9	9
Material	PVDF				
Kommentar	Abtastrate 1 GHz / Error bei 34		Abtastrate 32 kHz / 38 mit Präge- struktur durchgeführt	6,25 MHz	Struktur geprägt / Abtastrate 32 kHz / 2 V pro Kästchen (y- Achse)

Tabelle 9.5: Anhang 3: Versuchsparameter zur Untersuchung des Ultraschallheißprägeprozesses anhand von PVDF-Sensorfolien. Untersuchtes Material PC.

Messnummern	40/41/42/43/44	45 46/47/48
Pretravel		
Velocity	9	9
Slowdown		
Velocity	3	3
Force buildup		
Rise of Force (N/s)	100	100
Trigger force (N)	100	100
Melting on		
Rise of Force (N/s)	0	0
Amplitude	1	1
US-Time (ms)	50	50
Solidification		
Force (N)	100	100
Time (ms)	1000	1000
Return stroke		
Velocity	9	9
Material	PC	
Kommentar	Abtastrate 32 kHz / 41 und 42 Kurzschluss CH1	Abtastrate 32 kHz / Stapel umgedreht und Ausgabe invertiert