



forschen.  
vernetzen.  
anwenden.

# Innovationsreport 2020

Industrielle Gemeinschaftsforschung

IGF-Forschungsvorhaben 18593 N

## Entwicklung und Anwendung eines funktionsintegrierten Mikroaktors auf Basis ionischer Polymer-Metall Komposite (MEMS-IPMC)

**Laufzeit:**

01.01.2017 – 31.03.2020

**Beteiligte Forschungsstelle(n):**

Zentrum für BrennstoffzellenTechnik ZBT GmbH,  
Duisburg

Hahn-Schickard-Gesellschaft für angewandte Forschung e.V.  
Institut für Mikro- und Informationstechnik  
Villingen-Schwenningen

# Schlussbericht

---

zu IGF Vorhaben Nr. 18593 N

## Thema

„Entwicklung und Anwendung eines funktionsintegrierten Mikroaktors auf Basis ionischer Polymer-Metall Komposite“ (MEMS IPMC)

## Berichtszeitraum

01.01.2017 bis 31.03.2020

## Forschungsvereinigung

Umweltechnik

## Forschungseinrichtungen

1 Zentrum für Brennstoffzellen Technik, ZBT

2 Hahn-Schickard-Gesellschaft für angewandte Forschung e.V. (Hahn-Schickard)

Duisburg, den  
24.07.2020

Dr. Moritz Pilaski

Villingen-Schwenningen, den  
22.07.2020

Dr. Sophie Billat

---

Ort und Datum

---

Name und Unterschrift aller Projektleiterinnen und Projektleiter der  
Forschungseinrichtung(en)

Gefördert durch:

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Kurzfassung</b>	<b>2</b>
<b>2</b>	<b>Ausgangslage und Zielsetzung</b>	<b>3</b>
<b>3</b>	<b>Erzielte Forschungsergebnisse</b>	<b>4</b>
3.1	AP 1: Erstellung Lastenheft Mikroaktor (ZBT/HS-VS)	4
3.2	AP2: Mechanische Auslegung Mikroaktor (HS-VS)	4
3.3	AP 3: Entwicklung geeigneter Elektroden (ZBT)	12
3.4	AP 4: Herstellung IPMC Aktor (ZBT)	14
3.5	AP5: Mechanische Charakterisierung des Aktors (HS-VS)	19
3.6	AP 6: Elektrische und Elektrochemische Charakterisierung des Aktors (ZBT).....	29
3.7	AP 7: Anwendung Mikroenergie-technik: Aufbau eines Mikroelektrolyseurs (ZBT/HS-VS)	30
3.8	AP 8: mechanische, strömungsmechanische und elektrochemische Charakterisierung des Mikro-Elektrolyseurs (ZBT/HS-VS)	32
3.9	AP 9: Anwendung Lab-on-a-Chip: Medikamentenpumpe und Sensor (HS-VS)...	41
<b>4</b>	<b>Gegenüberstellung der durchgeführten Arbeiten und des Ergebnisses mit den Zielen (ZBT/HS-VS)</b>	<b>45</b>
<b>5</b>	<b>Verwendung der Zuwendung (ZBT / HS-VS)</b>	<b>49</b>
<b>6</b>	<b>Wissenschaftlich-technischer und wirtschaftlicher Nutzen der im Projekt erzielten Ergebnisse</b>	<b>49</b>
<b>7</b>	<b>Plan zum Ergebnistransfer in die Wirtschaft (ZBT/HS-VS)</b>	<b>51</b>
7.1	Geplanter Ergebnistransfer während der Projektlaufzeit	51
7.2	Geplanter Ergebnistransfer nach Abschluss des Vorhabens	53
7.3	Einschätzung zur Realisierbarkeit des vorgeschlagenen und aktualisierten Transferkonzepts in die Wirtschaft	55
<b>8</b>	<b>Danksagung</b>	<b>56</b>

# 1 Kurzfassung

Ziel des Forschungsvorhabens MEMS-IPMC war die Entwicklung eines funktionsintegrierten Mikroaktors auf Basis ionischer Polymer-Metall Komposite.

Es konnte gezeigt werden, dass Mikro-Aktoren für die Anwendung als Mikro-Flüssigkeitspumpe geeignet sind und auch IPMC-Aktoren für diesen Zweck basierend auf den durchgeführten Simulationen eingesetzt werden können. Es wurden Si-Membranen für diesen Zweck entsprechend von Simulationen ausgewählt und mittels Nafion erfolgreich durch eine Ultraschall-Sprühbeschichtung mit einer Polymerelektrolytschicht überzogen und Poren gefüllt. Somit bilden diese Ergebnisse aus MEMS-IPMC eine wertvolle Ausgangsbasis für zukünftige Forschung und Produktentwicklungen im Bereich der Brennstoffzelle sowie Analytik.

**Die Ziele des Vorhabens wurden größtenteils erreicht.**

## 2 Ausgangslage und Zielsetzung

Der gestiegene Bedarf an mikrofluidischen Systemen, vor allem in der Medizintechnik, hat zur Entwicklung einer Reihe von Mikropumpen geführt, die das Fluidmanagement steuern. Damit einhergehend wurden verschiedene Aktorprinzipien entwickelt und aufgebaut. Wichtige Formen von Mikroaktoren sind oszillierende Membranaktoren. Diese haben sich in der Forschung bewährt und werden insbesondere durch piezokeramische und elektrodynamische Membranen angetrieben. Der Grund hierfür liegt neben dem einfachen Aufbau in der Möglichkeit, die Aktoren in bewährten Verfahren der MEMS-Technik (Mikro-Elektro-Mechanische-Systeme) aufzubauen. Nachteilig an diesen Aktoren ist allerdings der sich ergebende oszillierende Fluidstrom.

Als wichtigste Charakterisierungsgrößen bei Mikroaktoren sind die maximal mögliche Auslenkung und die die maximal erreichbare Kraft zu nennen. Diese geben unmittelbar Aufschluss über das spätere Pumpvolumen und die pumpbaren Drücke.

Ionische Polymer-Metall Komposite (engl. Ionic Polymer Metal Composite, IPMC) gehören zu den elektroaktiven Polymeren. Auf die Oberfläche eines Polymerelektrolyten werden elektrisch leitfähige Elektroden aufgebracht, sodass ein Kondensator entsteht. Beim Anlegen einer elektrischen Spannung werden mobile Ionen im elektrischen Feld zur Elektrode getrieben, während die festen, ionisierten Enden der Molekülketten an ihrem Platz verharren. Dies führt zu einer Schwellung des Materials an der Elektrode, zu der sich die mobilen Ionen bewegen. Diese asymmetrische Dehnung des Materials führt zu einem Verzug, welcher sich zur Herstellung von Aktoren nutzen lässt. Der Effekt ist darüber hinaus umkehrbar, sodass es auch möglich ist, mechanische in elektrische Energie umzuwandeln, etwa für Sensoranwendungen (Drucksensor, Dehnungssensor) oder zur Gewinnung von Energie aus der Umgebung, dem so genannten Energy Harvesting.

Zu den wichtigsten verwendeten Materialien gehören perfluorierte Ionomere, wie beispielsweise Nafion® von DuPont oder Flemion® von Asahi Glass, deren Hauptanwendungsgebiete in der Brennstoffzellentechnik und Elektrolyse liegen. Daneben werden auch Ionomere auf Polystyrolbasis verwendet. Gemein ist diesen Materialien, dass sie feucht gehalten werden müssen, um genügend Gegenionen zu den im Polymer vorhandenen ionischen Gruppen bereitstellen zu können. Für eine gute Leistungsfähigkeit der IPMC-Aktoren sind die Elektroden von entscheidender Bedeutung. Sie müssen einerseits einen guten elektrischen Kontakt zum ionisch aktiven Polymer aufweisen, andererseits einen geringen elektrischen Widerstand zeigen und mechanisch belastbar sein, um den Auslenkungen des Aktors über einen langen Zeitraum standzuhalten. Daher haben sich bislang hauptsächlich metallische Elektroden bewährt, insbesondere platin- und goldbasierte Schichten, aber auch graphitische Leiter wie beispielsweise Carbon Nano Tubes (CNT). Entscheidend für einen guten elektrischen Kontakt ist die Grenzfläche zwischen Polymer und Elektrode. Hier spielt das Beschichtungsverfahren eine Schlüsselrolle. Physikalische Aufdampfverfahren und galvanische Beschichtungen konnten gute Ergebnisse zeigen.

Insgesamt zeigt sich somit ein großer Anwendungsbereich für IPMC-basierte Mikroaktoren, welche auf Basis von Si-MEMS-Membranen und Nafion-Polymer im Rahmen dieses Projektes als neuartiger Mikroaktor entwickelt werden sollte.

### **3 Erzielte Forschungsergebnisse**

#### **3.1 AP 1: Erstellung Lastenheft Mikroaktor (ZBT/HS-VS)**

In diesem Arbeitspaket hat Hahn-Schickard in Zusammenarbeit mit ZBT das Lastenheft für den Mikroaktor aus Sicht der Silizium Technologie, der porösen Membran-Herstellung, der erforderlichen Charakterisierung des Mikroaktors, der adaptierten Aufbau- und Verbindungstechnik sowie der Entwicklung eines angepassten Messplatzes zur Messung von kleinsten Durchflüssen erarbeitet und erweitert.

#### **3.2 AP2: Mechanische Auslegung Mikroaktor (HS-VS)**

Die in AP 1 definierten Leistungsdaten des Mikroaktors sollten in diesem Arbeitspaket in ein konkretes Design umgesetzt werden. Dazu ist eine umfangreiche mechanische Auslegung notwendig. Da die Daten von Nafion bezüglich z.B. des E-Moduls nicht verfügbar sind, wurde der Akzent auf die Silizium Membran-Struktur selbst gesetzt und diese zunächst nicht als Bimorph berechnet. Die Nafion Werte werden nach der Charakterisierung und Auswahl der erfolgversprechendsten Silizium-Struktur in die Simulation einfließen.

Die Finite Elemente Simulationen wurden in SolidWorks (2014) und ANSYS Workbench (Patch 18.0) ausgeführt. Dazu wurden Silizium-Membranen als parametrisierbare 3D-Modelle mit der CAD Software SolidWorks designt. Vorteil der mechanischen Simulation in SolidWorks ist die äußerst gute Einbindung der Simulations-Benutzeroberfläche innerhalb des CAD-Programms und die schnelle Verfügbarkeit von Ergebnissen, die einen umfassenden Trend zur Beurteilung der Varianten zulassen. Eine enge Auswahl der besten Varianten wurden im Anschluss mit ANSYS Workbench mit einer feineren Element-Auflösung präziser berechnet und finalisiert. Beide Simulationswerkzeuge arbeiten mit praktisch identischem Verfahren zur Modellvernetzung und Berechnung.

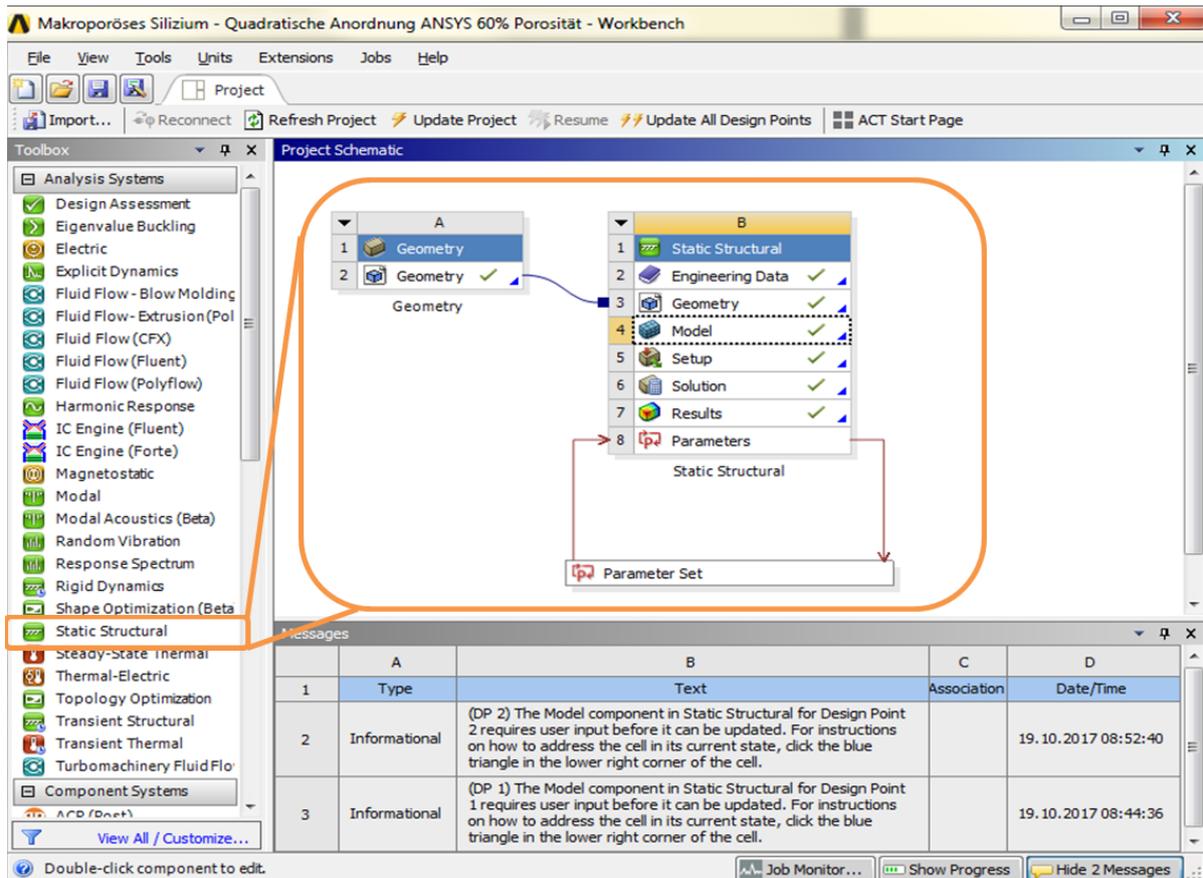
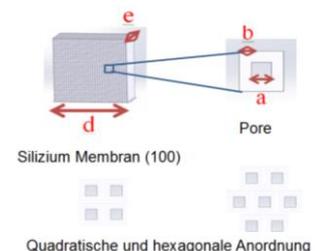


Abbildung 1 : Hauptoberfläche von ANSYS Workbench

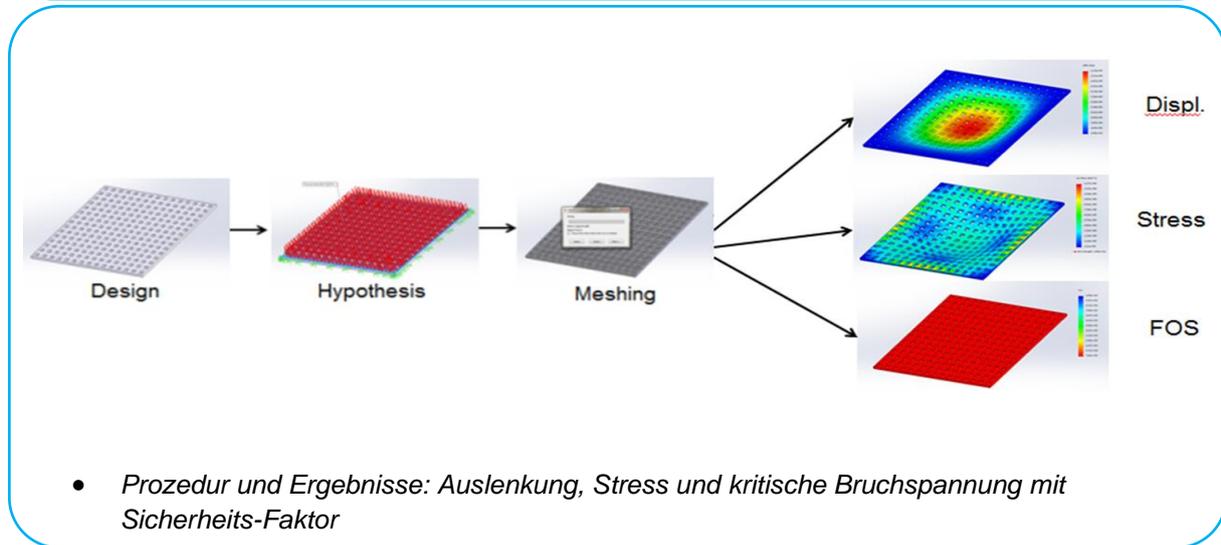
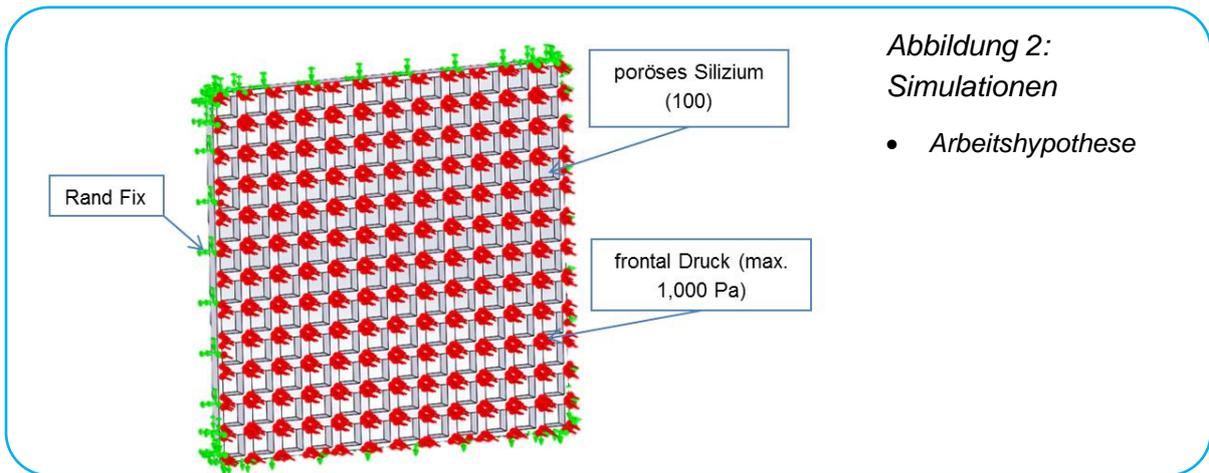
Die Software ANSYS Mechanical erlaubt die Verwaltung von Materialdatenbank und Simulationsparameterlisten, verwendet verschiedene Werkzeuge von ANSYS Mechanical in einer Simulation, importiert Geometrie aus SolidWorks (oder den meisten CAD-Systemen der Software) und tauscht Daten mit Excel aus. Dieses Werkzeug ist intuitiv, mit einer benutzerfreundlichen Oberfläche und zahlreichen einfachen dedizierten Werkzeugen, wie in Abbildung 1 präsentiert.

Begonnen wurde mit einer Simulationsreihe entsprechend den Design Rules der Firma „Smartmembranes“ zur Herstellung poröser Membranen. Das Unternehmen bietet Membranen in einer Vielzahl von kundenspezifischen Konfigurationen hinsichtlich der Dicke, Länge und Breite, sowie ihrer Porosität und Anordnung der Poren. Daneben sind vordefinierte Standard-Membran-Formen und -Anordnungen ab Lager lieferbar, die in der folgenden Tabelle aufgelistet sind:

Standard silicon-based membrane (Smartmembranes company)			
Sides breadth 'b'	Pores diameter 'a'	Structure thickness 'e'	Pores order
1.5 µm	0.8 – 1 µm	200 µm	Hexagonal
4.2 µm	2 – 2.5 µm	500 µm	Hexagonal
12 µm	5 – 6 µm	500 µm	Square



Basierend auf diesen Design Rules wurde eine Parameter-Simulationen durchgeführt und eine Simulationsprozedur definiert:



Die Parameter wurden einzeln variiert, um deren Signifikanz auf die Einfluss-Matrix zu identifizieren.

Die Ergebnisse wurden in einer Excel-Matrix zusammengefasst und wesentliche Aspekte in Diagrammen dargestellt (siehe *Abbildung 3* und *Abbildung 4*). Je dünner die Membran-Dicke ist, desto flexibler aber auch fragiler wird sie: Es muss ein Sicherheitsfaktor unterhalb der kritischen Bruchspannung eingehalten werden. Ein guter Kompromiss ist für eine Membran mit 8  $\mu\text{m}$  Dicke und einer mittleren Porosität von 50% gefunden worden.

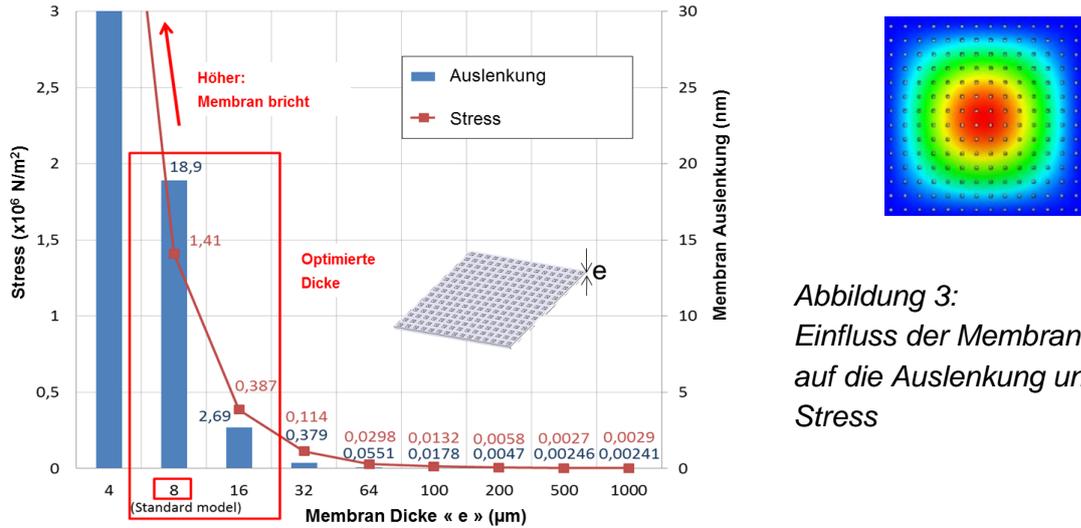


Abbildung 3:  
Einfluss der Membran-Dicke auf die Auslenkung und den Stress

Es wurden die Änderung der Porosität, die sich als wesentlicher Einfluss-Faktor herausgestellt hat, sowie die Membran-Größe untersucht, insbesondere deren Einfluss auf Stress und Membran-Auslenkung respektive. Die Variation der Porosität zeigt einen fast linearen Zusammenhang zum Stress. Für alle weiteren Simulationen wurde die optimale Porosität von 50% ausgewählt. Bei dieser Porosität liegen die Strukturen noch unter der kritischen Bruchdehnung, die mit einem Sicherheitsfaktor von 1,4 berechnet wurde.

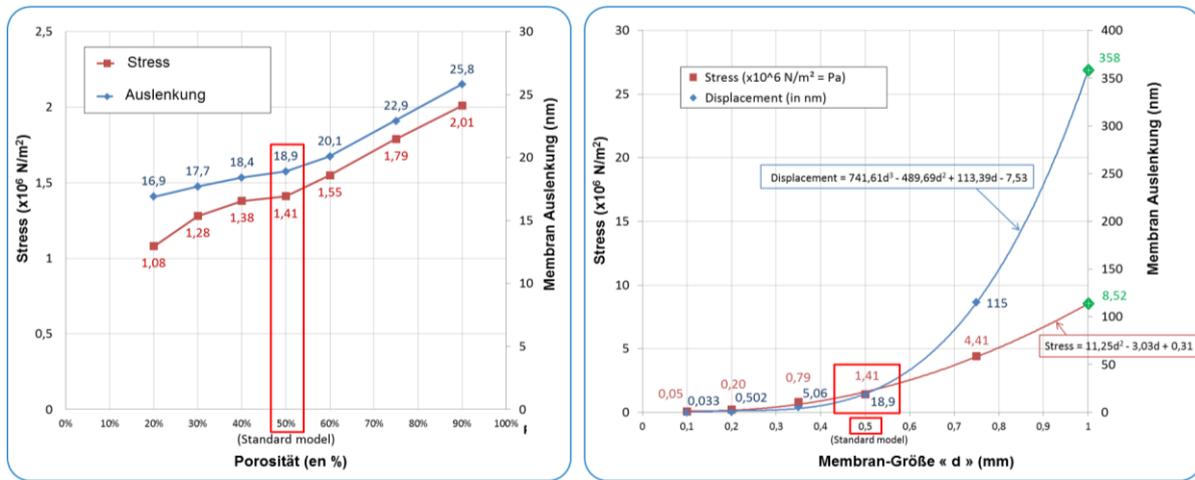


Abbildung 4: Einfluss der Membran-Porosität (links) und -Größe (rechts) auf die Auslenkung und den Stress der Silizium-Membran.

Die Membran-Größe hat einen quadratischen Einfluss auf dieselben Parameter. Eine Extrapolation bis zu einer Membran-Größe von 1 mm<sup>2</sup> wurde durchgeführt, um das Skalierungsverhalten abzuschätzen. Die Membran überschreitet ab einem Wert von 500 µm Kantenlänge die Grenze für die kritische Bruchdehnung und zerreit. Die Ergebnisse werden in Form einer Zeichnung in *Abbildung 5* präsentiert.

Die ausgewählten Simulationsparameter wurden für weitere Strukturen verwendet, die bei Hahn-Schickard in Silizium-Technologie realisierbar sind. Mit Hilfe der parametrisierten finiten Struktur-Simulation für verschiedene mikrostrukturierte Trägermembranen können gezielt

Faktoren für Geometrie- und Porosität eingestellt werden, um die erforderliche Optimierung zwischen Aktor-Auslenkung und mechanischer Stabilität zu erreichen.

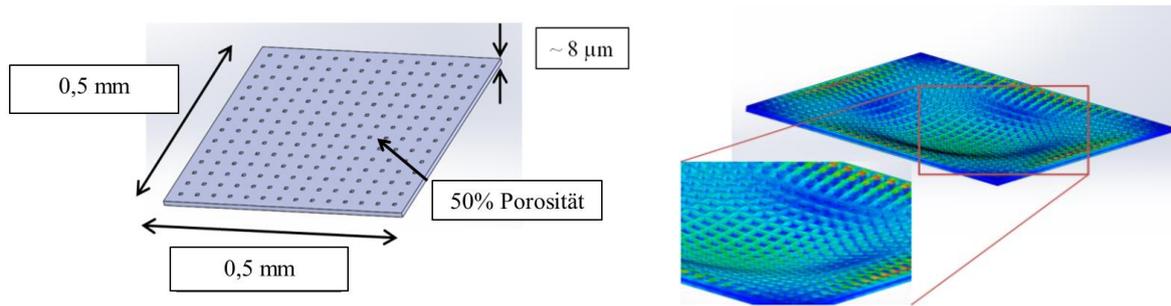


Abbildung 5: Simulationsergebnisse

Es wurde zunächst Wert auf die Erhöhung der Auslenk-Kraft gelegt, um eine bessere Aktor-Güte zu erzielen. Zu Beginn wurde eine Bienenwaben-Struktur ausgewählt und das mechanische Verhalten simuliert. Schnell wurde erkannt, dass die Waben-Strukturen sehr steif ist und keine brauchbare Auslenkung aufweist (Abbildung 6). Deshalb wurde die Wabe um zwei kleine Quadrate erweitert, um die Auslenkung zu erhöhen. Das neue oktogonale Struktur-Modell zeigte zwar den gewünschten Effekt aber auch einen lateralen Störeffekt. Um diesen zu minimieren oder zu eliminieren, wurde eine hexagonale Struktur ergänzt. Diese Struktur-Variante weist eine schöne Auslenkung auf, hat aber den Nachteil, dass sie sehr fragil ist. Die Entwicklungsfolge der Strukturen ist in *Abbildung 6* dargestellt.

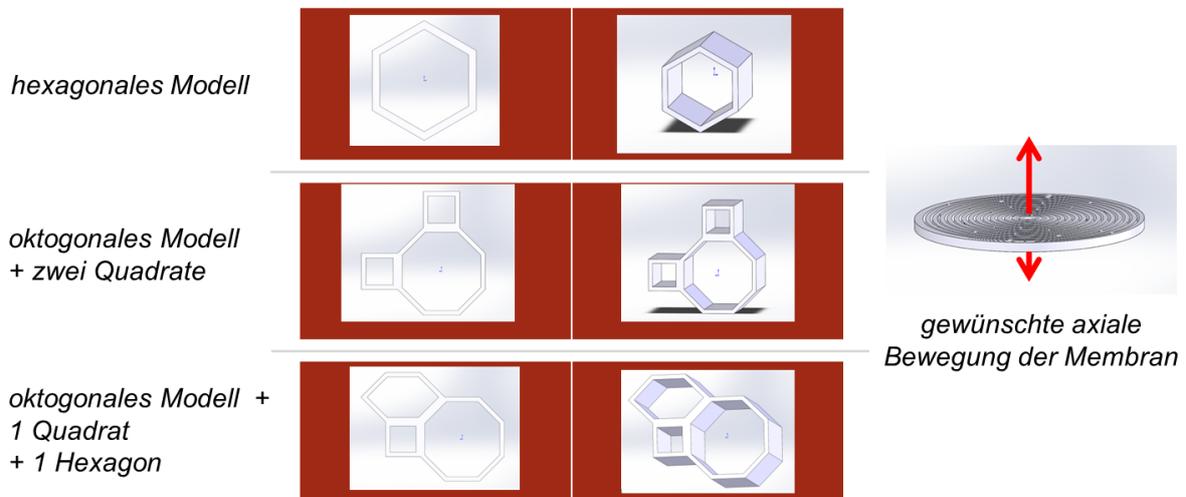


Abbildung 6 : Waben-Strukturen und Design-Optimierung zur Erhöhung der Auslenkung bei gleicher Auslenk-Kraft.

Zudem wurden weitere unterschiedliche Geometrien der Trägerstruktur, z.B. Poren-Anordnung und -Geometrie, Porengrößen oder elastisch adaptierbare Strukturen auf Siliziummembranen untersucht. Viele Ideen wurden simuliert - von runden Membranen, Feder-ähnlichen-Strukturen, Kreuzen, unterschiedlichen Aufhängungen, radförmigen Strukturen usw. Die betrachteten Strukturen sind in *Abbildung 7* schematisch dargestellt, um einen Eindruck des Umfangs der Struktur-Analyse zu vermitteln.

Das optimale Design wurde in einer radförmigen Anordnung gefunden. Die weiteren ausführlichen Auslegungen und Simulationen wurden ausschließlich mit dieser Geometrie

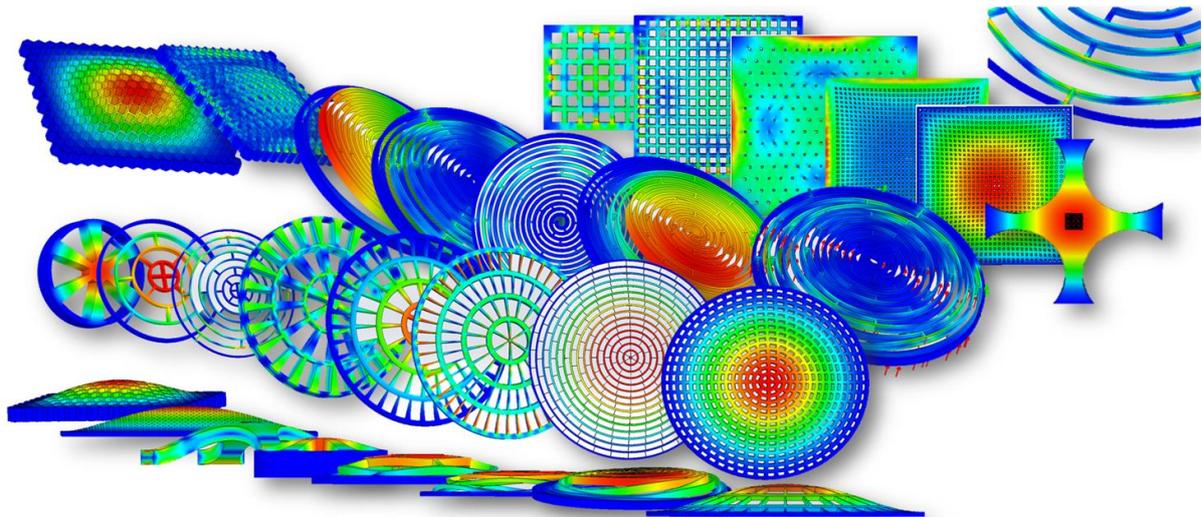
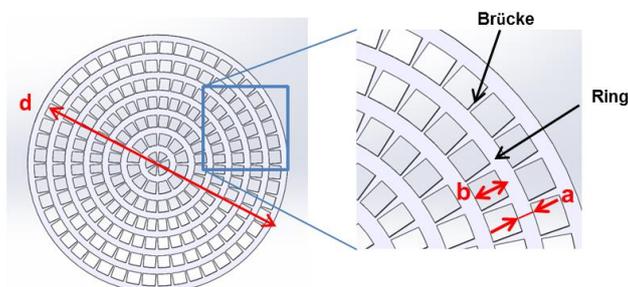


Abbildung 7 : Darstellung der verschiedenen simulierten Struktur-Modelle.

durchgeführt. Entsprechend der obigen Stabilitätsbetrachtung wurde die Membran-Porosität von 50% beibehalten. Dabei ist es unmöglich, einzelne Parameter zu variieren, ohne die anderen zu beeinträchtigen und dabei die Porosität konstant zu halten. Unter diesen Rand-Bedingungen wurde ein analytisches Modell zur Berechnung der Porosität in Abhängigkeit der möglichen geometrischen Parameter eingeführt und in einer Reihe von Variationen berechnet und verifiziert.

Die für die Berechnungen verwendeten Parameter sind folgende:

- a = Ringbreite; b
- = Abstand zwischen den Ringen;  $N_r$  = Ringanzahl ;
- $b_1$  = schmale Breite der Brücke;  $b_2$  = große Breite der Brücke;  $N_b$  =
- Brückenanzahl;
- d = Membran-Größe; e
- = Membran-Dicke;
- $S_{total}$  = Silizium-Fläche
- S = Oberfläche; V
- = Volumen;



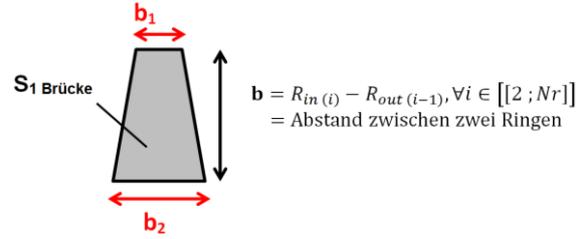
Die Porosität definiert sich als leeres Volumen in der Membran geteilt durch ihr Gesamtvolumen:

$$\text{Porosität} = x\% = \frac{V_{leer}}{V_{total}} = \frac{V_{total} - V_{voll}}{V_{total}} = 1 - \frac{V_{voll}}{V_{total}} = 1 - \frac{S_{voll} \times e}{S_{total} \times e} = 1 - \frac{S_{voll}}{\pi \times \left(\frac{d}{2}\right)^2}$$

Die Gesamt-Oberfläche der siliziumbasierten Membran entspricht der Oberfläche aller Kreisring- und Brücken-Strukturen:

$$S_{\text{voll}} = S_{\text{Ring}} + S_{\text{Brücke}}$$

Da in der Struktur insgesamt  $N_b$  Brücken-Verbindungen vorhanden sind, ergibt die Summe der Brückenstege folgende Oberfläche:



$$S_{\text{Brücken}} = N_b \times S_{1 \text{ Brücke}} = N_b \times \frac{b_1 + b_2}{2} \times b$$

Es existieren insgesamt  $N_r$  Ringe in der Struktur. Jeder Ring hat folgende Oberfläche:

$$\begin{aligned} S_{\text{Ring}(i)} &= \pi(R_{\text{out}(i)}^2 - R_{\text{in}(i)}^2) = \pi(R_{\text{out}(i)} - R_{\text{in}(i)})(R_{\text{out}(i)} + R_{\text{in}(i)}) \quad (1) \\ &= \pi \times a \times (R_{\text{out}(i)} + R_{\text{in}(i)}) \end{aligned}$$

Da alle Ringe im gleichen konstanten Abstand "a" zueinander liegen und dieselbe Breite "a" besitzen, folgt:

$$R_{\text{in}(i)} = R_{\text{out}(i)} - a \Rightarrow R_{\text{out}(i)} + R_{\text{in}(i)} = 2R_{\text{out}(i)} - a \quad (2)$$

$$R_{\text{out}(i)} = \frac{R_{\text{out}(N_r)}}{N_r} \times i = \frac{d}{2N_r} \times i, \quad \forall i \in [1; N_r] \quad (3)$$

Daher ist nach (2) und (3):

$$(1) \Leftrightarrow S_{\text{Ring}(i)} = \pi \times a \times (2R_{\text{out}(i)} - a) \Leftrightarrow S_{\text{ring}(i)} = \pi \times a \times \left( \frac{d}{N_r} \times i - a \right), \quad \forall i \in [1; N_r]$$

Somit ergibt sich der Wert der Ring-Gesamtoberfläche zu:

$$\begin{aligned} S_{\text{Ringe}} &= \sum_{i=1}^{N_r} S_{\text{Ring}(i)} = \sum_{i=1}^{N_r} \pi \times a \times \left( \frac{d}{N_r} \times i - a \right) = \pi \times a \times \frac{d}{N_r} \times \sum_{i=1}^{N_r} (i) - \pi \times a^2 \times \sum_{i=1}^{N_r} (1) \\ &= \pi \times a \times \frac{d}{N_r} \times \frac{N_r \times (N_r + 1)}{2} - \pi \times a^2 \times N_r = \pi \times a \times \left[ N_r \left( \frac{d}{2} - a \right) + \frac{d}{2} \right] \end{aligned}$$

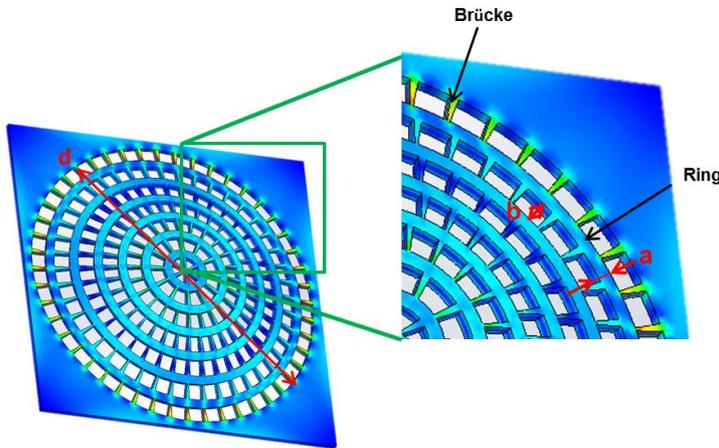
Alle Silizium-Strukturen besitzen die Gesamt-Oberfläche von:

$$S_{\text{voll}} = S_{\text{Ring}} + S_{\text{Brücke}} = \pi \times a \times \left[ N_r \left( \frac{d}{2} - a \right) + \frac{d}{2} \right] + N_b \times \frac{b_1 + b_2}{2} \times b$$

Das führt zu einer Porosität der Rad-Struktur von:

$$\text{Porosität} = x\% = 1 - \frac{S_{\text{voll}}}{\pi \times \left( \frac{d}{2} \right)^2} = 1 - \frac{\pi \times a \times \left[ N_r \left( \frac{d}{2} - a \right) + \frac{d}{2} \right] + N_b \times \frac{b_1 + b_2}{2} \times b}{\pi \times \left( \frac{d}{2} \right)^2}$$

Mit dieser Simulationsreihe der radförmigen Strukturen wurden die gleichen Trends wie bei den Betrachtungen zu den vorherigen porösen Membranen gefunden. Die optimalen Design-Rules für derartige Strukturen sind folgende:



Ergebnis bei 50% Porosität:

$$a = 6 \mu\text{m} ; \quad b = 35 \mu\text{m}$$

$$b_1 = 4 \mu\text{m} ; \quad b_2 = 6 \mu\text{m}$$

$$d = 0,5 \text{ mm} ; \quad \text{Druck} = 1.000 \text{ Pa}$$

$$N_r = 6 \text{ Ringe} ; \quad N_b = 250$$

Brücken

Das endgültige Aktor-Design wurde mit den Messergebnissen zur Ermittlung der Eigenschaften für Nafion-Membranen ergänzt. Das Design wurde vervollständigt und anschließend mit ZBT diskutiert, so dass ein kommerzieller Hersteller die mikrostrukturierten Membranen prinzipiell herstellen kann.

### 3.3 AP 3: Entwicklung geeigneter Elektroden (ZBT)

Als Basis für einen Aktor soll in diesem Projekt eine Nafion-Membran dienen. Um auf die Oberfläche einer Nafion-Membran eine gut elektrisch leitfähige Schicht als Elektrode aufbringen zu können und zusätzlich ein geeignetes Katalysatormaterial für die Anwendung als PEM-Elektrolyseur zu haben, wurde ein Konzept zur Einlagerung von Platin-Nanopartikel in der oberen Schicht der Nafion-Membran identifiziert. In der Literatur wurde dieses Konzept bereits erfolgreich für eine durchgehende Platinbeschichtung auf einer Nafion 117 Membran appliziert und als Aktor verwendet werden [Kim et al., Smart Mater. Struct. 12 (2003) 65–79].

Ebenfalls unter Verwendung einer Nafion 117 Membran konnte in eigenen Versuchen diese Beschichtung reproduziert werden. Nach einer 1x Platin-Abscheidung konnte der elektrische Widerstand auf 20  $\Omega/cm$  und nach 2x Abscheidung auf 10  $\Omega/cm$  gesenkt werden.

Diese Membranen wurden mittels Mikroskopie und REM an den Querschnitten untersucht (Abbildung 8 und Abbildung 9). Bereits nach der ersten einfachen Behandlung mit Platin-Nanopartikeln, zeigte sich an der Oberfläche der Membran in mikroskopischen Aufnahmen eine Schicht, welche durch Platin-Nanopartikel in der Oberfläche der Membran hervorgerufen worden sein kann.

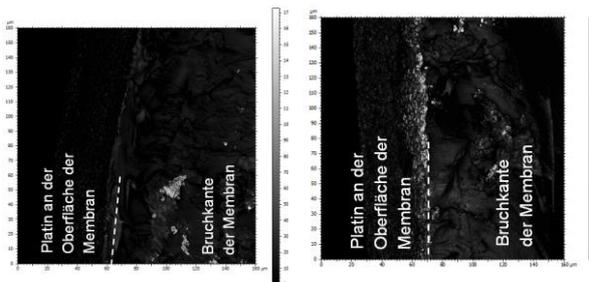


Abbildung 8: Mikroskopische Aufnahmen der Bruchkante an einer (a) einfachen und (b) doppelten platinbeschichteten Nafion-Membran.

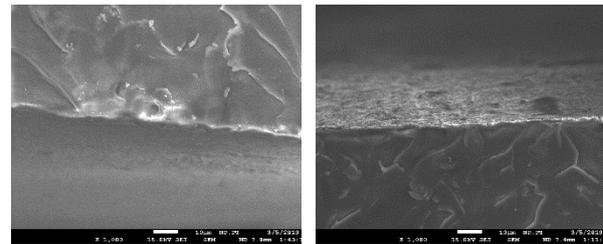
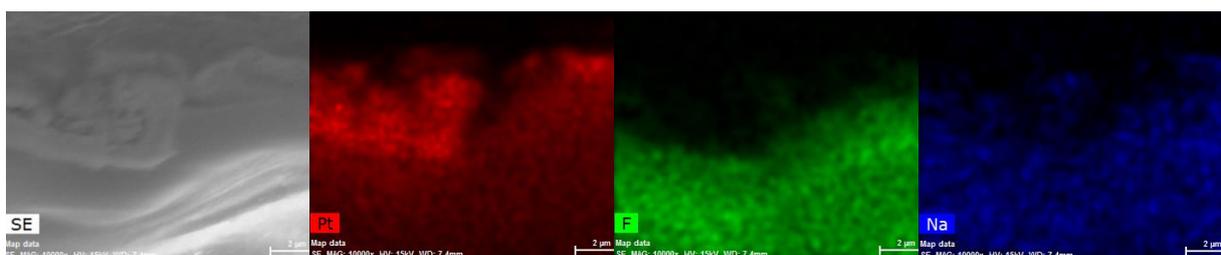


Abbildung 9: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme einer Bruchkante einer einfach (links) bzw. zweifach (rechts) mit Platin beschichteten Nafion-Membran.

Deutlicher wird der metallische Charakter der abgeschiedenen Platin-Schicht nach einer doppelten Behandlung. Um die gebildeten Platin-Zentren zusätzlich charakterisieren zu können, wurden diese mittels REM und zusätzlich EDX untersucht. Deren Ergebnisse sind in Abbildung 9 dargestellt. Sowohl bei der doppelt als auch bei der einfach beladenen Probe lässt sich eine vergleichbare Platinschicht erkennen, wie sie bereits unter dem optischen Mikroskop zu erkennen war. Um sicherzugehen, dass es sich hierbei tatsächlich um eine Platinschicht handelt, welche auf der Oberfläche abgeschieden vorliegt, wurden zusätzliche EDX-Mapping aufnahmen erstellt (Abbildung 10).



*Abbildung 10 : REM-EDX-Messungen Rasterelektronenmikroskopische an der Bruchkante einer doppelt mit Platin beschichteten Nafion-Membran. Oben links: SEM-Bild; Oben rechts: Platin EDX-Mapping; Unten links: Fluor EDX-Mapping; Unten rechts: Natrium EDX-Mapping.*

In den EDX-Mapping Aufnahmen ist die Bruchkante einer zweifach mit Platin beschichteten Nafion-Membran dargestellt. Hierbei ist die Nafion-Bruchfläche in den unteren zwei Dritteln zu erkennen während die Platinschicht an der Membranoberfläche im oberen Teil bis in den Hintergrund verläuft. Insbesondere an der Kante der Bruchfläche zur abgeschiedenen Platinschicht ist ein hoher Platin-Anteil auszumachen. Zusätzlich ist in der Membran ebenfalls Platin enthalten. Der Anteil in der Membran ist jedoch deutlich geringer und dürfte durch Ionentausch während der Platin-Behandlung gebunden worden sein. Dagegen ist an der Bruchfläche der Gehalt an Fluor und Natrium, wie es in Nafion üblicherweise vorkommt, deutlich höher.

Durch die positiven Ergebnisse der Versuche mit einfachen Nafion-Membranen, soll das Konzept nun auf eine Si-Membran mit Nafion-Beschichtung in AP4 übertragen werden.

### 3.4 AP 4: Herstellung IPMC Aktor (ZBT)

Zunächst musste ein passendes Gehäuse konstruiert werden, welches den Betrieb und die Untersuchung des Aktors unter Reaktionsbedingungen ermöglicht.

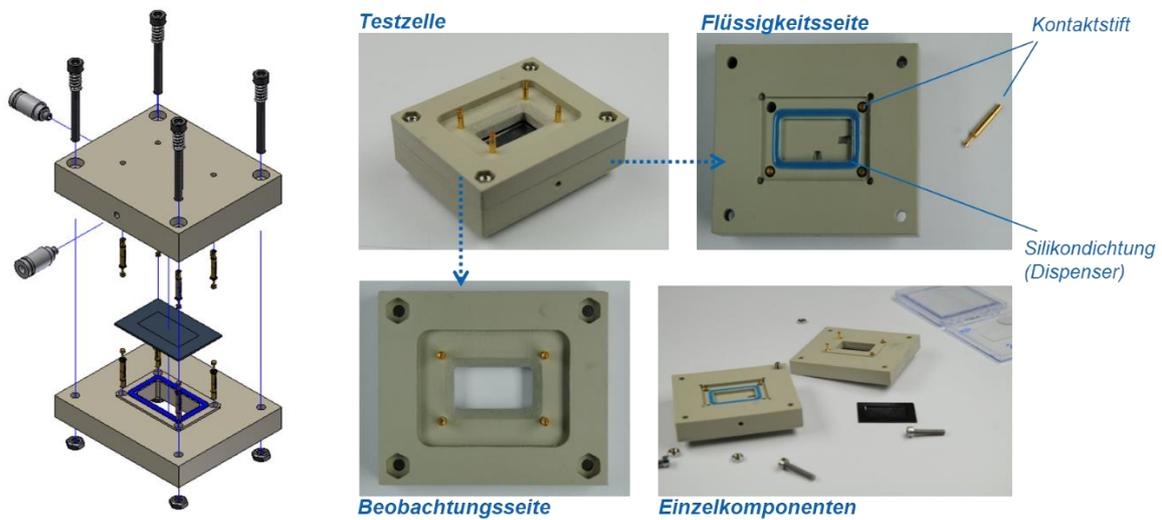


Abbildung 11: Testzelle für die Untersuchung der MEMS-IPMC Aktoren am ZBT.

Als Formfaktor für den Aktor wurde gemeinsam mit HSG ein Aktor von 20x30mm äußeren Maßen und einer aktiven Membranfläche von 10x20mm abgestimmt. Diese Testzelle ermöglicht die Messung der Auslenkung auf der einen Seite während auf der Rückseite das Testfluid gepumpt werden kann. Die Spannungsübertragung wird durch je Seite durch vier Hochstrom-Kontaktstifte gewährleistet. Für die Herstellung eines passenden Aktors auf Basis von Si-Trägermembran wurde eine einfaches Stencil-Membranlayout mit einer Si-Membrandicke von 10 µm ausgewählt. Diese Membranen wurden durch IMS Chips gefertigt. Die Applikation von Nafion in die Poren dieser Si-Membran und auf deren Oberfläche sollte über eine Tauchbeschichtung. Das entsprechende Auftragungsprinzip ist in Abbildung 12 dargestellt und wird mittels des in Abbildung 13 dargestellten Tauchbeschichters abgeschlossen.

Um einen ausreichend starken Aktor herstellen zu können, ist eine dicke Nafion Schicht notwendig. Aus diesem Grund kommen für die Tauchbeschichtung nur hoch konzentrierte Nafion-Lösungen in Kombinationen mit langsamen Tauchbeschichtungsgeschwindigkeiten für die Beschichtung in Frage. Hierfür wurde die 20 wt.%ige Nafion Lösung D2020 in Isopropanol/Wasser ausgewählt.

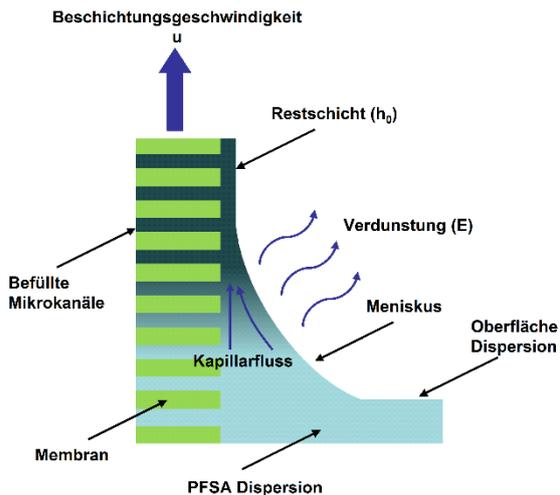


Abbildung 12: Konzept der Tauchbeschichtung.

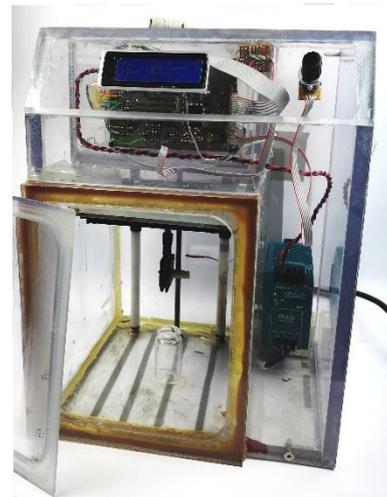


Abbildung 13: Tauchbeschichter mit Vakuummotte.

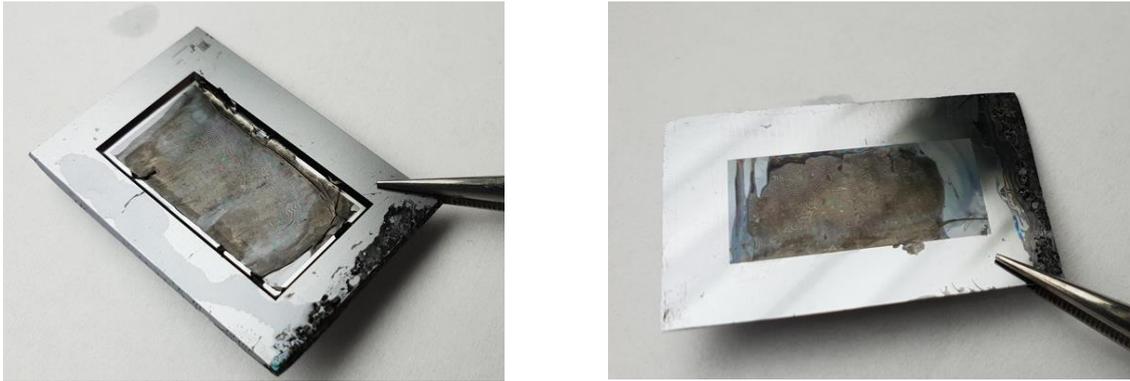
In Abbildung 14 ist das Ergebnis einer Beschichtung der Si-Membran mit D2020-Dispersion mittels Tauchbeschichtung dargestellt. Dieser Versuch zeigt, dass eine Beschichtung mit Nafion D2020 zu einer dicken Nafion-Beschichtung mit flächiger Porenfüllung zu führen scheint.



Abbildung 14: Foto einer mit Nafion D2020 mittels Tauchbeschichtung beschichteten Si-Membran.

Im linken Bereich der Membran fand jedoch während der Tauchbeschichtung eine ungewünschte Verklebung mit dem Lösungsmittelgefäß statt, weswegen die Probe aus selbigem nicht mit der eingestellten Geschwindigkeit (0.2 mm/min) herausgezogen wurde. Dies wurde daraufhin mit deutlich höherer Geschwindigkeit (ca. 30mm/min) nachgeholt und dabei bildete sich der im rechten Teil ersichtliche fast homogene Teil der Beschichtung. Da es jedoch nicht wie gewünscht zu einer direkten Trocknung an der Grenzfläche zur Lösung kam, ist die aufgetragene Schicht jedoch nicht homogen. Zusätzlich ist die Membran durch den zusätzlichen Stress der im linken Bereich ungleichmäßigen Beschichtung an dieser Stelle gerissen und kann somit nicht als Membran für Aktoversuche verwendet werden. Für weitere Versuche zur Bestimmung geeigneter Prozessparameter der weiteren Herstellungsschritte, wurde diese Membran jedoch eingesetzt.

Zunächst wurden Platinpartikel in die Nafion-Schicht eingelagert und reduziert, wie es bereits in der Literatur beschrieben wurde [Kim et al., Smart Mater. Struct. 12 (2003) 65–79]. Die dementsprechend behandelte Membran ist in Abbildung 15 dargestellt.



*Abbildung 15: Testzelle für die Untersuchung der MEMS-IMPC Aktoren am ZBT*

In dieser Probe sind an den dunklen Bereichen deutliche Platinablagerungen in Bereichen der Membran und in einem Randbereich zu erkennen. In den anderen Bereichen ist unbedecktes Silizium zu erkennen und die dort zuvor abgeschiedene Nafionschicht scheint sich auf Grund von Oberflächenspannungen im Rahmen der Reduzierung der Platinpartikel durch Natriumborhydrid abgelöst zu haben.

Im nächsten Schritt soll eine Vergrößerung der Platin-Partikel durch weitere Reduktionsvorgänge mit Natriumborhydrid in Gegenwart von Platin-Lösung erfolgen, wie es in der Literaturquelle beschrieben wird [Kim et al., Smart Mater. Struct. 12 (2003) 65–79].



*Abbildung 16: Si-MEMS-Membranen mit Nafionbeschichtung und oberflächlich eingelagerten Platinpartikeln nach dem Versuch eines Partikelwachstums.*

In Abbildung 16 sind zwei Membranen dargestellt, die zunächst mit Nafion mittels Tauchbeschichtung beschichtet wurden, anschließend Platin auf der Oberfläche eingelagert wurde und im letzten Schritt versucht wurde die Platin-Partikel in einem weiteren Reduzierungsschritt zu vergrößern. Eine Nafionbeschichtung ist an diesen Proben nicht mehr zu erkennen und auch die Si-Trägermembran wurde im Rahmen des Prozesses leicht angegriffen. Die Nafion-Beschichtung löste sich vermutlich, wie zuvor bereits in der initialen Partikeleinlagerung beobachtet von der Si-Membran ab bevor es im Weiteren zur Zersetzung der Trägermembran kam.

Aufgrund der Ablösung der Nafion-Beschichtung während der Ausbildung von Platin-Nanopartikeln auf der Oberfläche der Membranen, erscheint dieses Verfahren nicht zielführend für die Herstellung eines Aktors auf Basis einer mit Nafion gefüllter Si-MEMS-Membran zu sein. Alternativ wurde ein Konzept entwickelt, bei dem zunächst eine Goldschicht auf die Si-Membran durch die Firma PT&B aufgebracht wurde und anschließend Nafion mittels einer Ultraschallsprühbeschichtung aufgebracht wurde. Die einzelnen Fertigungsschritte dieses alternativen Herstellungsverfahrens sind in Abbildung 17 dargestellt.

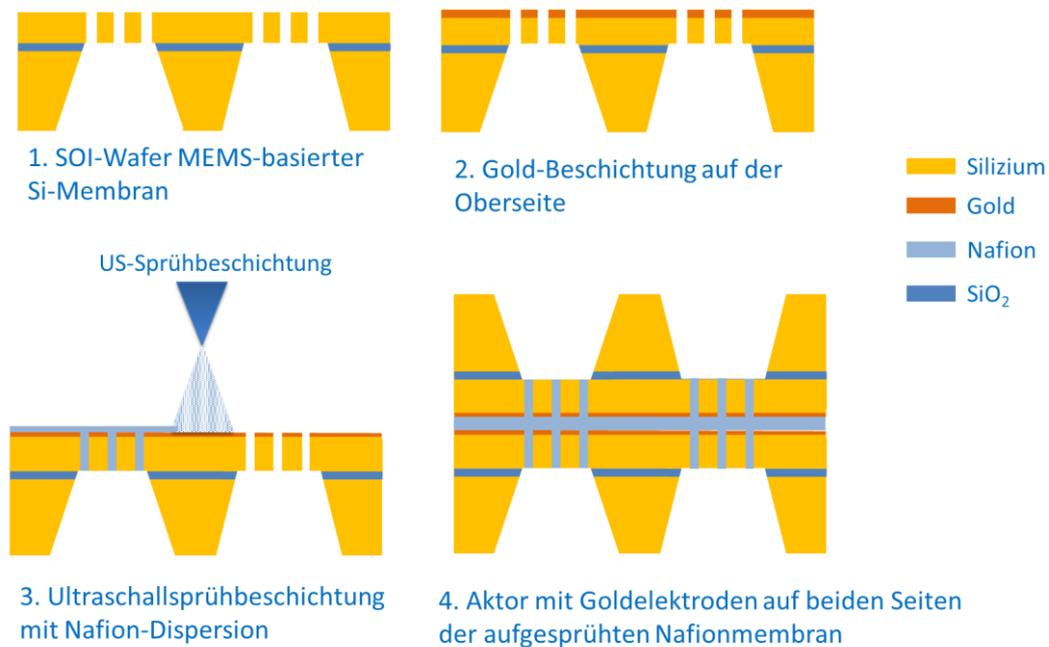


Abbildung 17: Herstellungsschritte für die Fertigung eines Si-MEMS basierten Aktors. 1) blanke SOI basierte Si-MEMS-Membran. 2) Beschichtung der Oberseite mit einer elektrisch leitfähigen Goldschicht in einem PVD-Verfahren. 3. Ultraschallsprühbeschichtung der Membran mit einer Nafion-Dispersion. 4) Kombination zweier beschichteter Membranen zu einer Aktormembran.

Es konnten erfolgreiche Membranen nach diesem Herstellungsverfahren beschichtet werden. In Abbildung 18 ist eine Si-Membran mit Gold- und Nafionbeschichtung dargestellt.

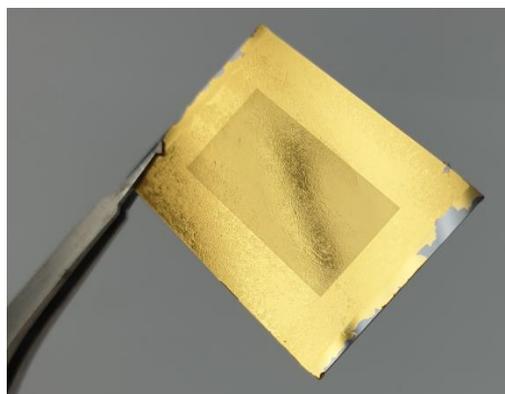
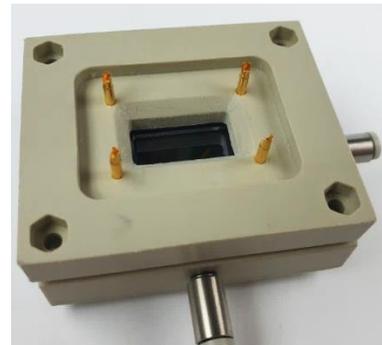
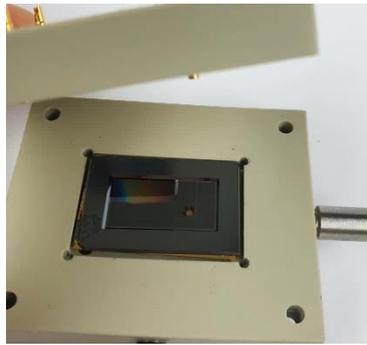
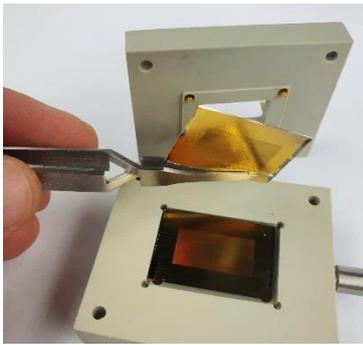


Abbildung 18: Mit Nafion beschichtete Si-Membran mit leitfähiger Goldschicht.

Die Nafionbeschichtung konnte flächig aufgetragen werden. Im Randbereich der Membran sind dagegen Fehlstellen der Goldbeschichtung zu erkennen. In diesen Bereichen wurde die Membran für die Gold-PVD-Abscheidung fixiert.

Zwei dieser Zellen können nun zu einem Aktor kombiniert werden. Hierfür wurden diese in dem bereits erwähnten (Abbildung 11) Testgehäuse platziert. Für die Untersuchung sollten Federkontaktstifte zur elektrischen Kontaktierung eingesetzt werden.



*Abbildung 19: Zwei Aktor-Halbzellen werden im Testgehäuse zusammengelegt.* *Abbildung 20: Zwei Aktor-Halbzellen sind im Testgehäuse kombiniert.* *Abbildung 21: Kompletter Aktor im Testgehäuse bestehend aus zwei Halbzellen.*

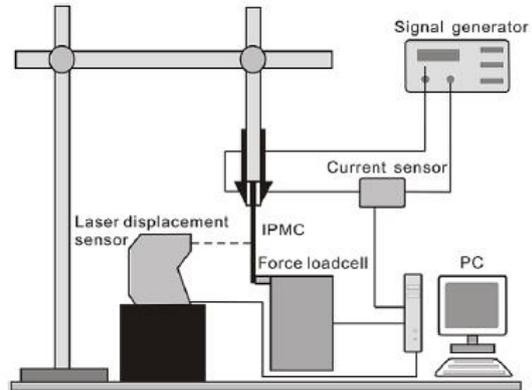
Die beiden Halbzellen ließen sich im Gehäuse gut zu einem Aktor zusammenfügen (Abbildung 19 bis Abbildung 21). Jedoch konnte keine elektrische Verbindung zwischen der Goldschicht und den Federkontaktstiften hergestellt werden.

Somit konnte leider kein Aktor auf Basis von MEMS-Technologie hergestellt werden um für die folgenden Arbeitspakete und eine weitere Verwendung zur Verfügung zu stehen.

### 3.5 AP5: Mechanische Charakterisierung des Aktors (HS-vs)

Ziel dieses Arbeitspaktes ist die mechanische Charakterisierung des Aktors. Dies wurde zunächst durch Messungen der Auslenkungen an Nafion Membranen mit beschichteten Elektroden ohne Last ermittelt. Hierbei kann punktuell in der Membranzmitte mittels Triangulation die maximale Membranauslenkung bestimmt werden. Dafür wurde bei Hahn-Schickard ein Messplatz konzipiert und aufgebaut. Das Konzept ist in *Abbildung 22* dargestellt.

Ein wesentlicher Arbeitsaufwand lag darin, mehrere Samples herkömmlicher IPMC-Membranen nach State-of-the-Art ohne Silizium-Verbund zu charakterisieren, um die mechanischen Eigenschaften des Nafion-IPMC kennenzulernen und zu versuchen, die Membran unter Spannung auszulenken.



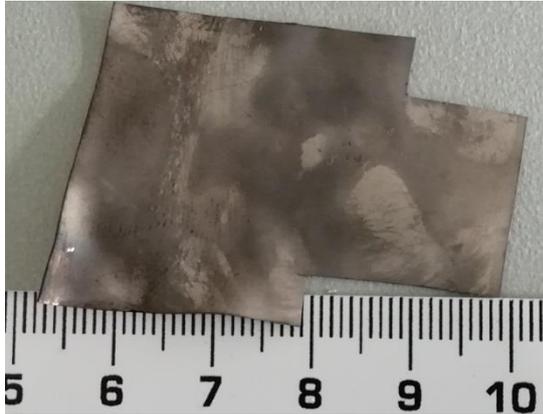
*Abbildung 22: Schematische Darstellung des Messplatzes zur Charakterisierung von Nafion-Membranen*

Die mechanische Charakterisierung des Aktuators erfolgte zunächst mittels einfacher Messung der Auslenkungen ohne Last an Nafion Membranen, die vom ZBT mit Elektroden beschichtet waren. Da HSG relativ wenig Erfahrung mit dem Material Nafion besitzt, wurden verschiedene in der Literatur beschriebene Versuche nachvollzogen, um auf diesem Weg auch ein Gefühl für die unterschiedlichen Charakterisierungsmethoden zu erhalten und diese gegeneinander bewerten zu können. Insbesondere stachen dabei in der Literatur beschriebene „Rezepte“ zur maximalen Auslenkung der Nafion Membrane hervor, die es zu verifizieren galt, um daraus die beste Charakterisierungs-Methodik zu implementieren. Ausgangsmaterial für alle Versuche war Elektroaktives Polymer (Nafion 117) mit einer Dicke von etwa 190  $\mu\text{m}$ , das beidseitig mit Platinelektroden (Anode + Kathode) beschichtet war.

Die Platinelektroden wurden am ZBT hergestellt und weisen eine Dicke kleiner als 1  $\mu\text{m}$  auf. Die Qualität dieser Metallisierung ist ein wesentlicher Faktor für die erreichbare Auslenkung der Membran. Je weiter diese Metallisierung in das Nafion Material eindringt, desto intensiver findet der Ionentransfer zwischen den beiden äußeren Elektroden statt und umso größer wird die mögliche Auslenkbiegung.

Zwingend notwendig zum Erreichen des elektrostatischen Biegeeffektes ist die Gegenwart von Elektrolyt-Flüssigkeit im Inneren des Nafion-Materials, um den Transfer von Ionen zwischen den beiden Elektroden zu ermöglichen. Als Elektrolyt dient im einfachsten Fall Wasser, bereits die natürliche Feuchteaufnahme des Nafions aus der Umgebungsluft genügt. Eine alternierende Spannung wird angelegt (im Bereich von 1 bis 5 V oder 6 V), um das notwendige elektrische Feld zwischen den Elektroden zu erzeugen. Der Umlade-Effekt und der damit verbundene Ionen-Transport geht sehr langsam von statten, die Periode für den Wechsel der Umpolungsrichtung liegt im Minutenbereich.

Begonnen wurde mit der Untersuchung einiger Samples von herkömmlichen IPMC-Membranen nach State-of-the-Art ohne mechanische Verstärkung im Silizium-Verbund, um die mechanischen Eigenschaften von Nafion-IPMC kennenzulernen und die aus den Messergebnissen gewonnenen Materialparameter rekursiv in die Simulationen implementieren zu können. Das von ZBT gelieferte metallisierte Material (*Abbildung 23*) wurde in kleinere Proben mit identischer Größe geschnitten, um einen adäquaten Vergleich zwischen den Proben machen zu können.



*Abbildung 23 :Foto einer metallisierten Nafion-Folie (Ausgangsmaterial für die Untersuchungen bei Hahn-Schickard).*

Um eine ohmsche Kontaktierung erzielen zu können, wurden Adapter-Leiterplatten mit einer großen Gold-Kontaktfläche layoutet und angefertigt. Damit die Nafion-Proben ausreichend Feuchte aufnehmen konnten, wurden diese für zwei Stunden in Wasser getaucht. Zur Untersuchung des Wasser-Aufnahme-Verhaltens wurde die Verweildauer im Wasserbad variiert. Dabei führten unterschiedliche Eintauchzeiten im Wasser von ca. einer Stunde bis zu einem Tag zu keiner wesentlichen Änderung des Proben-Verhaltens bei den Auslenkungsversuchen. Die Proben wurden zwischen zwei Adapter-Leiterplatten eingespannt und kontaktiert, danach mit unterschiedlichen Spannungen beaufschlagt. Die Spannung wurde stufenweise von 1 V bis zu 5 V erhöht. Alle Proben zeigen leider keine Veränderung oder gar eine Auslenkung.

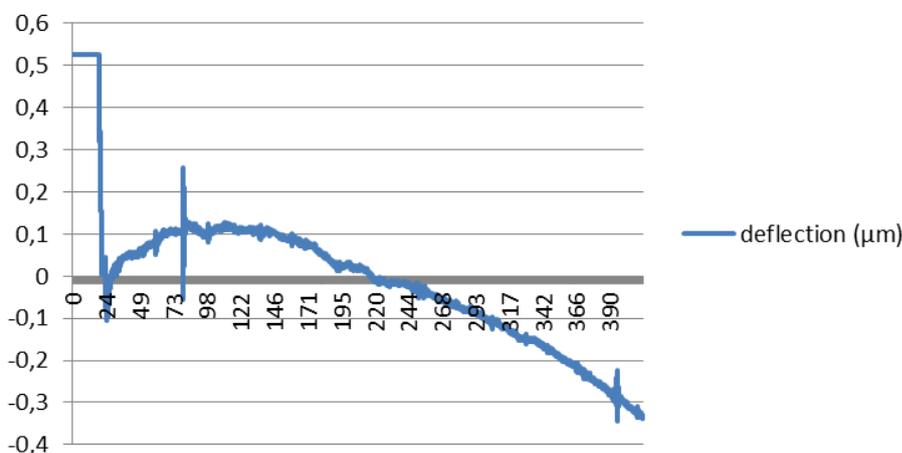
Bei einer dieser Proben wurde die angelegte Spannung über 5 V hinaus erhöht, um den Auslenkungseffekt möglicherweise dennoch zu induzieren. Ab etwa 7 V wird ein Defekt in der Metallisierung beobachtet: Durch einen nicht begrenzten Stromfluss kann die Oberfläche verbrennen oder es treten Kurzschlüsse durch Metallisierungsflitter im Randbereich zwischen den beiden Elektroden auf. Daraus leitet sich zwingend die naheliegende Design-Regel ab, dass die Probestücke in ihrem Randbereich nicht metallisiert sein dürfen, d.h. es sollte für die zukünftige Elektrodenpräparation mit einem Lift-Off Maskenverfahren oder dergleichen gearbeitet werden. Diese Probe wurde in weiteren Versuchen nicht mehr verwendet, da nur eine Bewegung der Kationen möglich ist, wenn die Membran hydriert ist und das aufgenommene Wasser nicht durch zu große Öffnungen in der Metallisierung ungehindert austreten kann. Angemerkt sei, dass bereits bei niedrigen Spannungspotentialen an den Elektroden ab etwa 1,36V auch Elektrolysereaktionen stattfinden können, die die vom Nafion aufgenommene Feuchte elektrolytisch zerlegen können: Beobachtete Bläschenbildung an verletzten / abgeplatzten Elektrodenbereichen deuten darauf hin. Die nur geringe Überspannung des Wasserstoffes an der Platin-Kathode und das relativ hohe Potential des Redoxpaares  $H_2/H_3O^+$  führen zur Entwicklung von Wasserstoff an der Kathode.

So berichtet z.B. wikipedia (<https://de.wikipedia.org/wiki/Wasserelektrolyse>) davon, dass sich insbesondere im Markt von Kleinelektrolyseuren die SPE-Elektrolyse als Verfahren durchzusetzen scheint, mit dem selbst destilliertes Wasser durch Elektrolyse zerlegt werden kann. Bei der SPE-Wasserstoffelektrolyse wird eine protonengeladene Nafionmembran benutzt, um der Verminderung der Leitfähigkeit durch Gasblasenbildung und Gastransport (SPE) bei der Elektrolyse entgegen zu wirken. Die dünnen durchbrochenen Elektroden befinden sich auf der Oberflächenschicht (englisch zero gap „abstandsfreie Zellengeometrie“) der Membran. Als Elektrodenmaterial werden z.B. Rutheniumoxidhydrate (Anode) oder Platin (Kathode) verwendet werden. Die Nafionmembran dient zur Trennung zwischen Anoden- und Kathodenraum. So ermöglichen die stark sauren Sulfonsäuregruppen im Nafion ein perfluoriertes Polymer mit ionischen Eigenschaften. Es zeigt einige grundlegend abweichende Charakteristiken zu Teflon unter Beibehaltung der hohen chemischen Resistenz:

- schnelle Diffusion von Wasser und Alkoholen, aber hydraulisch dicht
- selektiv leitend für Protonen und andere Kationen (Sperreffekt für Anionen)
- hohe Betriebstemperaturen im Vergleich zu anderen Polymeren (bis 190 °C)

Die Materialeigenschaft der selektiven Protonenleitung und der Sperreffekt gegenüber Anionen wird ebenfalls in der Protonenaustauschmembran-Brennstoffzelle, engl. Proton Exchange Membrane Fuel Cell, PEMFC genutzt.

Gemäß Veröffentlichungen muss die Biegung des Polymers bereits mit bloßem Auge erkennbar sein (~ 20 mm Durchbiegung), doch mit dieser Methode wurde keine Auslenkung registriert. So musste die Nachweisgrenze mit 5 Größenordnungen deutlich empfindlicher eingestellt werden: Dazu kam ein optisches Weg-Messsystem M5 (M5L/0,5-10B25NK) der MEL Mikroelektronik GmbH Eching bei München zum Einsatz, das mit einem Laser Triangulations-Verfahren arbeitet. Der Laser besitzt eine Auflösung von 0,1 µm. Die Versuchsreihe wurde mit immer gleichem Protokoll wiederholt: An den Proben wurden Messreihen mit verschiedenen Anregungs-Spannungen innerhalb des Bereichs von 0 V bis 6 V durchgeführt. Die Proben wurden wie oben beschrieben für zwei Stunden im Wasserbad vorbehandelt, danach in die Messhalterung eingespannt, eine feste Spannung an den Elektroden angelegt und die Auslenkung des Probestreifens über der Zeit aufgezeichnet. Die Daten einer aufgenommenen Messung sind in *Abbildung 24* beispielhaft dargestellt.



*Abbildung 24 :*  
*gemessene*  
*Biege-Auslenkung*  
*für 5 V*  
*Anregungs-*  
*Spannung in*  
*Abhängigkeit mit*  
*der Zeit.*

In der Grafik ist zu erkennen, dass sich das Probestück in etwa 6 min um ca. 0,4 µm bewegt hat. Die Nafion-Probe trocknet in der Umgebungsluft. Dieses geringfügige Biege-Verhalten wurde an allen Proben beobachtet und war reproduzierbar. Die Auslenkung unter einer konstanten Spannung kehrt sich nach ein einigen Minuten um, und scheint nicht von der erwarteten Bewegung der Kationen im Nafion-Material zu stammen, die nach der Theorie die Auslenkung verursachen sollen. Mit großer Wahrscheinlichkeit ist davon auszugehen, dass die beobachtete Auslenkung durch Austrocknung der Membran an Umgebungsluft verursacht wird, da das Material nicht im permanenten Kontakt mit Wasser gehalten wurde. Die angelegte Auslenk-Spannung scheint keinen Einfluss auf das Phänomen zu haben.

Nach weiterer Recherche in der Literatur wurde in einer Dissertation entdeckt, dass die Temperatur ein relevanter Punkt für die Materialeigenschaften ist. Die Membran muss zwischen 30° C und 80° C erhitzt werden, um die größte Auslenkung zu erzielen. Die Membran besitzt einen intrinsischen Stress von 700 MPa bei 0°C und je höher die Temperatur ist, desto geringer wird ihre innere mechanische Verspannung. Eine dritte Versuchsreihe – nun mit Temperung der Probe - wurde nach gleichem Muster wie oben durchgeführt. Die Proben wurden in definiertem Abstand über einer Heizplatte positioniert und die Temperatur mit einem Temperatur Sensor (PT100) kontrolliert, der nahe an der Probe im selben Abstand zur Heizplatte eingespannt war. Auch die erwärmten Proben zeigten ähnliches Verhalten wie oben und nicht die gewünschte Auslenkung in erwarteter Größenordnung. Auf der Suche nach der systematischen Fehler-Ursache wurden folgende Einflussgrößen untersucht:

- Zuschnitt der Proben: Die Präparation der Proben durch einfaches Zerschneiden der ganzflächig metallisierten Membran scheint nicht angemessen zu sein. Es wurde der elektrische Widerstand zwischen den beidseitigen Elektroden gemessen der so geschnittenen Proben. Dieser Widerstand soll hochohmig sein. Bei der Messung wurde aber ein Wert von wenigen Ohm ermittelt, was auf einen Kurzschluss zwischen den beiden Elektroden schließen lässt. Platinrückstände an den Flanken der Schnittkante der Proben wurden beobachtet. Infolge dessen wurden die Proben mit einem Skalpell vorsichtig geschnitten: Durch den Schneidvorgang wird das Elektrodenmaterial mit der Klinge weg und zur Seite geschoben und nicht wie mit der Schere gequetscht und durch die Schnittflanke transportiert. An den auf diese Art präparierten Proben traten keine weiteren Kurzschluss-Probleme auf.
- Wasserqualität: Anfangs wurde für die ersten Messungen Leitungswasser verwendet, was zu Ablagerung auf der Elektroden-Oberflächen führte. Leitungswasser enthält ionisierte Moleküle, die die Widerstandswerte an der Oberfläche erhöhen, insbesondere aufgrund der hohen Carbonathärte im Trinkwasser von Villingen-Schwenningen. Um dies zu vermeiden wurden alle weiteren Tests mit desionisiertem Wasser durchgeführt. Die Kontakt-Widerstände waren um Faktor 3 kleiner als mit Leitungswasser. Dies bedeutet, dass der Hauptteil der angelegten Spannung durch den hohen Kontakt-Widerstand bei der Kontaktierung der Proben mit den Goldkontakten der Leiterplatten abgefallen ist, was zu einer sehr geringen Biegeeffizienz führt. Wir hoffen, dass die Nutzung von desionisiertem Wasser eine homogenere Potential-Verteilung über der Elektrode ermöglicht. Leider hatte die Verwendung von desionisiertem Wasser keinen Einfluss auf die Auslenk-Ergebnisse.
- Wasser Absorption durch das Material: Statt uns auf die Veröffentlichungen zu fokussieren, die sich mit der Auslenkung von Nafion-Membranen befassen, haben wir den Fokus auf Literatur zur Herstellung dieser Membranen gesetzt, um mehr über das

Material Nafion zu erfahren. Wir sind auf einen sehr interessanten Artikel gestoßen [4]. Die Prozess-Herstellung ist in *Abbildung 25* präsentiert. Dabei fällt auf, dass die Membranen aus reinem Nafion in eine Alkohollösung getaucht werden, um zu quellen. Alkohol verringert die Oberflächen-Spannung des Nafions und erleichtert somit die stromlose Metall-Abscheidung zur Elektrodenherstellung auf der IPMC Membran. Die Nanopartikel des Elektrodenmaterials dringen als Dispersion relativ tief (5  $\mu\text{m}$ ) ins Nafion, was zur gewünschten Struktur der Elektrode führt: Durchlässig für Wasser und Gase, gute elektrische Ankopplung ans Nafion, gute mechanische Haftung bei poröser Struktur.

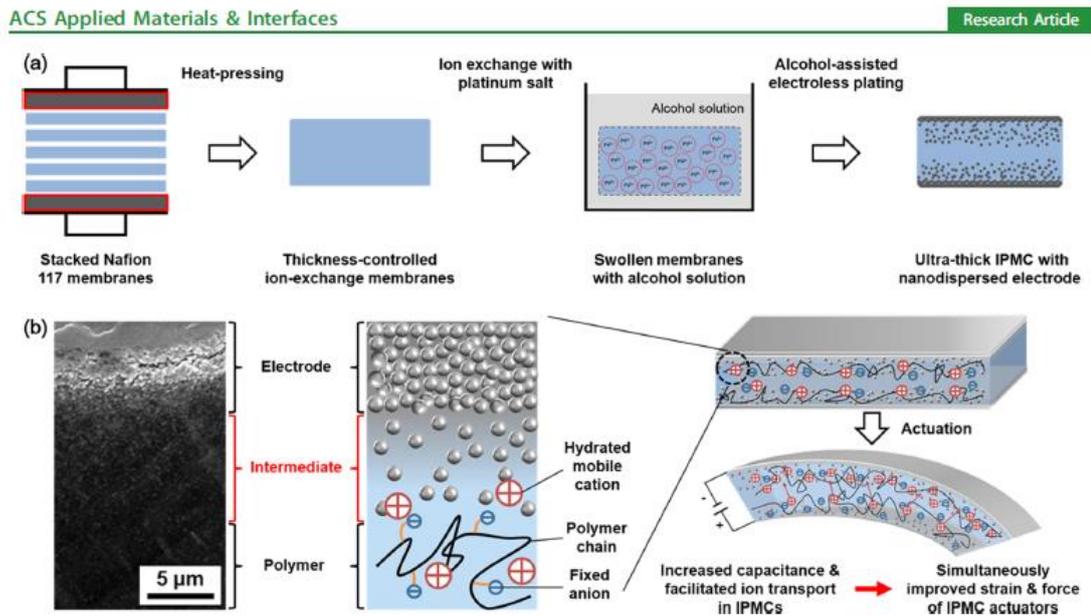


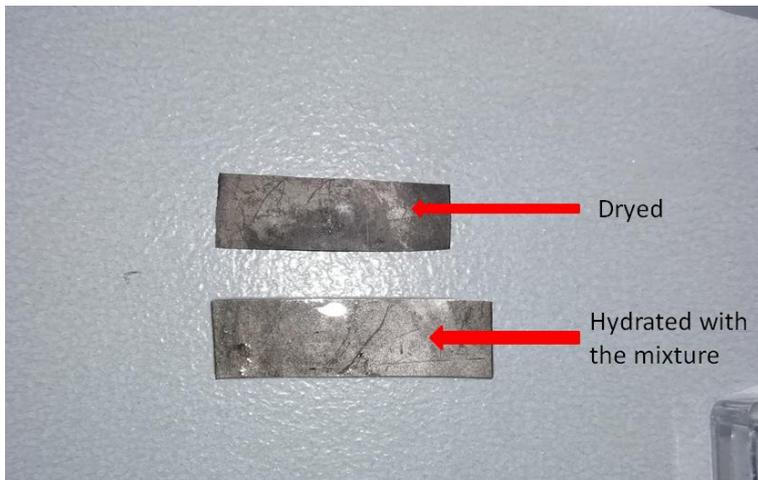
Abbildung 25 : Herstellungsprozess einer IPMC Membran.

Um unsere Membran zu hydrieren, haben wir die gleichen Lösungsparameter benutzt. Isopropanol (*i*-PrOH) wird mit Wasser gemischt. Es wurde aber festgestellt, dass die Vorbehandlung in  $\text{H}_2\text{O}$ -*i*-PrOH-Lösungen mit einem Alkoholvolumenverhältnis von 1:1 stark zerknitterte Elektroden-Oberflächen erzeugt, was die Morphologie und Haftung der Metallelektroden verschlechtert. Daher wurden die Proben in einer Lösung mit dem Volumenverhältnis Alkohol zu Wasser von 1:3 vorbehandelt, um diesen negativen Quereffekt zu vermeiden.

- Ein weiter relevanter Punkt ist die korrekte Einbindung der Elektroden an das Nafion Material. In *Abbildung 25* ist die Verteilung der Platinatome an der Oberfläche des Materials präsentiert. Es ist zu bemerken, dass die Atome nicht nur eine geschlossene Fläche auf dem Nafion bilden, sondern auch in das Material selbst eindringen. Die Platin-Nanopartikel erhöhen die Kapazität und erleichterten den Ionentransport in den resultierenden IPMCs, wodurch gleichzeitig sowohl die Auslenkungs-Dehnung als auch die erreichbare Aktuator-Kraft verbessert werden. Die große Oberfläche und die hohe Kapazität der nanodispersen Elektroden sind günstig, um hydrierte Ionen unter elektrischem Potential zu bewegen und den Ionentransport zu erleichtern. In den

folgenden Untersuchungen wurde diese Lösung zur Hydratation der Membran verwendet.

Neue Proben wurden in die H<sub>2</sub>O-iPrOH-Lösung getaucht. Nach kurzer Zeit zeigten die Membranen eine starke Ausdehnung durch das Schwellen unter Flüssigkeitsaufnahme. *Abbildung 26* präsentiert die Dilatation einer in alkoholischer Lösung gequollener Probe-Membran im Vergleich zu einer trockenen Probe gleicher Ausgangsgröße: Der Unterschied ist signifikant.



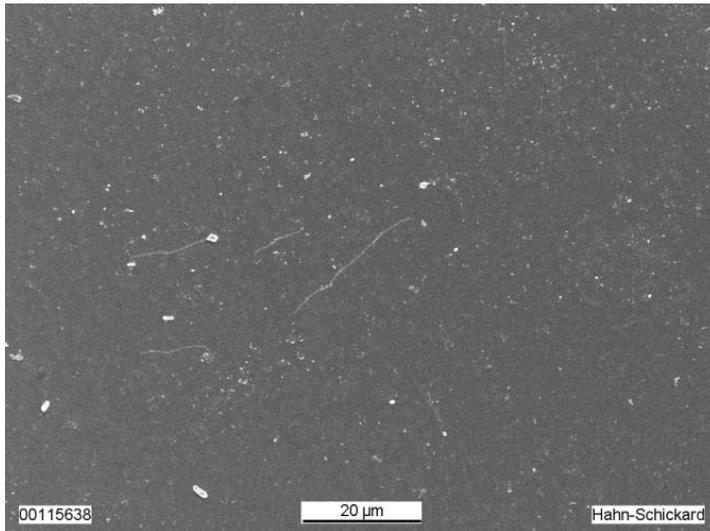
*Abbildung 26 :  
Größenvergleich einer  
trockenen Probe mit einer  
Probe nach der  
Hydratation.*

In der nachfolgenden Tabelle wird der Einfluss der Hydratations-Lösung auf die Proben-Dimension zusammengefasst.

Hydratations-Lösung	Länge (mm)	Breite (mm)	Fläche (mm <sup>2</sup> )	Flächen-Zuwachs
trockene Membran	18	5	90,0	0%
mit H <sub>2</sub> O hydriert	19	5,2	98,8	10%
mit H <sub>2</sub> O-iPrOH hydriert	22	6,3	138,6	54%

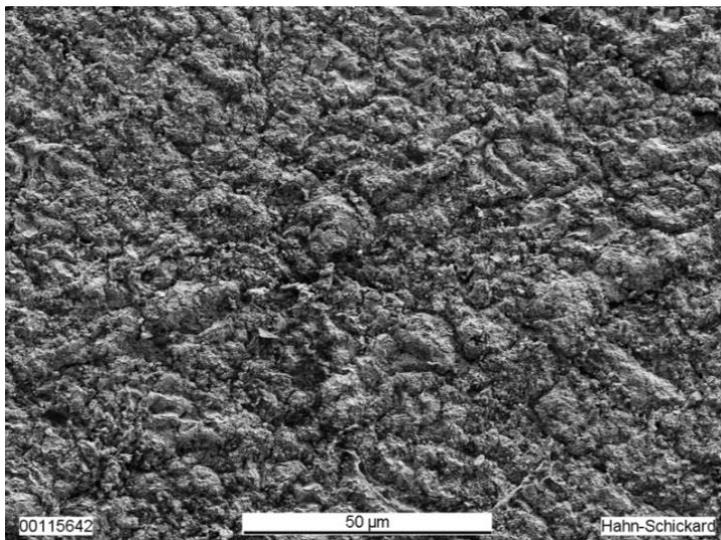
Wie in der Tabelle gezeigt, ist die Dilatation des Materials größer, wenn für die Hydratation Isopropanol verwendet wird. Dies ist darauf zurückzuführen, dass Alkohol den Oberflächenwiderstand sowie den Stress im Nafion reduziert. Dadurch können Wasser- und Isopropanol-Moleküle leichter und tiefer in das Material eindringen. Jedoch kann eine Volumenausdehnung des Materials von mehr als 30% zu Problemen aufgrund der Materialeigenschaften des Schichtaufbaus führen. In der Tat kann es aufgrund der Dilatation des Materials möglich sein, die Metallelektroden zu beschädigen. Die Elektroden wurden mit dem Raster-Elektronen-Mikroskop (REM) auf Fehler und Risse untersucht.

Nach Aufbereitung der Proben, wurde zunächst Nafion ohne Metallisierung untersucht. *Abbildung 27* zeigt die nahezu glatte und ebene Oberfläche einer Nafion Folie.



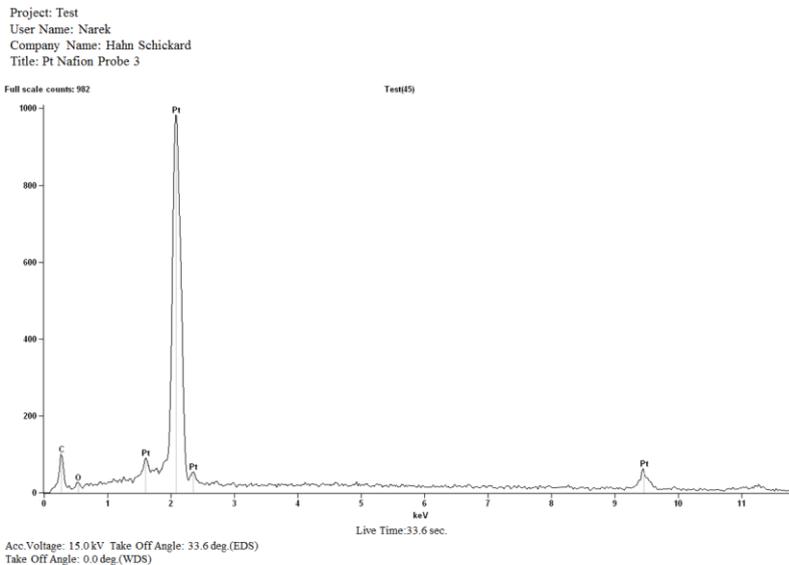
*Abbildung 27 : Foto der Oberfläche einer Nafion Folie ohne Metallisierung.*

*Abbildung 28* zeigt die Oberfläche des IPMC mit beschichteter Platin-Elektrode im trockenen unverwendeten Ausgangszustand. Eine spezifische Körnung des Elektroden-Materials ist zu beobachten. Die Oberflächenstruktur in dieser REM-Aufnahme entspricht weitestgehend der Struktur aus *Abbildung 25(b)*, in der der Herstellungsprozess einer IPMC dargestellt ist.



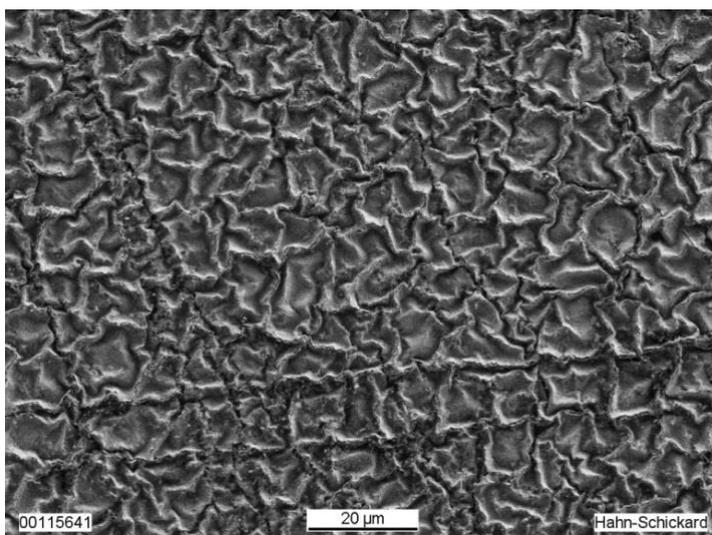
*Abbildung 28 : Foto einer Nafion Folie mit Metallisierung im trockenen, noch unbenutzten Ausgangszustand.*

Darüber hinaus wurde eine Oberflächen-Analyse mit EDX durchgeführt, um eine genaue Bestimmung der Material-Partikel zu erhalten. Die Ergebnisse sind in *Abbildung 29* dargestellt: Das Analyseergebnis zeigt Platin als den Hauptbestandteil des durchstrahlten Probenvolumens.



*Abbildung 29 : EDX  
Analyse einer Nafion-  
Membran mit Platin-  
beschichteter Elektroden-  
Oberfläche (IPMC).*

Die elektrische Kontaktierung und die Homogenität der Metallisierung auf der Nafion-Oberfläche ist ein wesentlicher Aspekt für die Funktionalität als Aktuator. Durch zyklisches Quellen in der Lösung und nachfolgende Schrumpfung durch Trocknung an der Luft wurde in den Materialverbund ein wesentlicher Stress initiiert, insbesondere in die Metall-Schicht des Elektroden-Materials. In *Abbildung 30* ist die Oberfläche der Platin-Elektrode nach einigen Quell- und Trocken-Zyklen einer Probe dargestellt. Die Variationen des Probenvolumens haben ein deutliches Struktur-Muster hinterlassen, die wir als "Elefantenhaut" bezeichnen. Auch wenn Metallisierungs-Schicht in sich geschlossen ist, lässt sich einfach vermuten, dass die erhabenen Wellen der Elefantenhaut sich von der Nafion-Oberfläche abgelöst haben, die Elektrodenschicht somit nicht mehr in ihre ursprüngliche Position zurückgeht und in Konsequenz daraus die elektrische Verbindung zwischen Elektrode und Nafion leidet.



*Abbildung 30 : Foto einer Nafion  
Folie mit Metallisierung nach  
mehreren Quell- und  
Trocknungs-Zyklen im trockenen  
Zustand vor der Wasser-  
Aufnahme.*

Eine Untersuchung des Membran-Querschnittes wurde durchgeführt, um die Güte der Metallisierung zu charakterisieren als Ausgangspunkt weiterer Auslenkungs-Experimente.

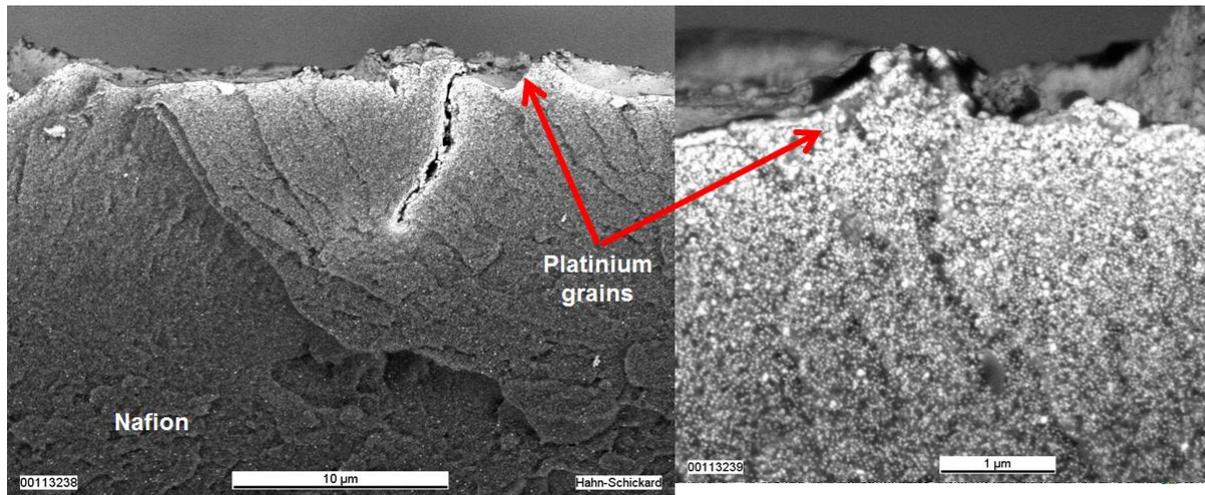


Abbildung 31 : REM Aufnahme der Bruchkante einer metallisierten Nafion Folie nach Wasser-Aufnahme.

In Abbildung 31 ist zu beobachten, dass sich die Platin-Schicht nicht nur an der Oberfläche des Nafions befindet, sondern auch kleine Platin-Cluster in die Tiefe des Materials gewandert sind. Die Dichte dieser Cluster sinkt mit der Tiefe. Dies ermöglicht eine sehr gute Leitfähigkeit zum Nafion und somit ist ein vernünftiges Auslenkungs-Verhalten der Membran unter Spannung zu erwarten.

Für die Versuchsreihe wurden die Proben wie folgt vorbehandelt und die Auslenkungszyklen im folgenden Zeitablauf durchgeführt:

- Hydratation der Proben im Tauchbad mit H<sub>2</sub>O-iPrOH-Lösung für 2 Stunden.
- Membran wurden freitragend zwischen Anode und Kathode elektrisch kontaktiert
- 45 Sekunden mit Spannung beaufschlagt
- 15 min Entspannung
- 45 Sekunden mit Spannung beaufschlagt
- 15 min Entspannung
- Etc...
- Für jede Spannung (1V-6V) wurden die Membranen horizontal oder vertikal positioniert um den eventuellen Einfluss der Gravitation zu erkennen.

Die Ergebnisse zeigen, dass die Membran-Proben nun endlich eine deutliche Auslenkung aufweisen. Dieses Ergebnis ist beispielhaft in *Abbildung 32* dargestellt. Hierfür wurden die Membranen mit einer Konstant-Spannung von 6V beaufschlagt.

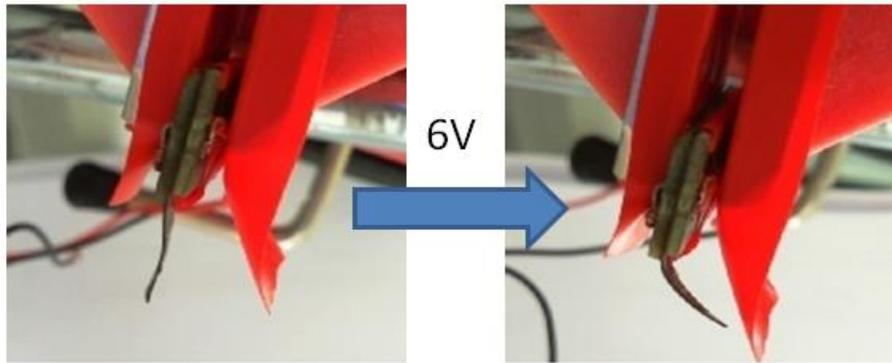


Abbildung 32 :  
Foto der  
Auslenkung einer  
IPMC-Probe unter  
Spannung. Die  
Membran ist hier  
vertikal positioniert

Die Winkel-Differenz zwischen der initialen Position der Membran und der Auslenkungs-Position unter Spannung wurde für unterschiedlichen Spannungen und Position der Probe-Membranen ermittelt. Membranen, die horizontal platziert wurden, sind mit Spannung **G** in *Abbildung 33* benannt. Es ist zu erkennen, dass die ursprüngliche Position der Membran keinen Einfluss auf das Ergebnis bewirkt. Höhere Spannungen führen zu einer größeren Proben-Auslenkung. Auffällig ist, dass sich der Probestreifen nach Abschalten der Spannung nur langsam zurückstellt: Dieser Entladungs-Effekt wirkt nach Anlegen einer höheren Auslenk-Spannung stärker als bei niedrigerer Spannungs-Anregung, jedoch ging keiner der Probestreifen in seine ursprüngliche Ausgangslage zurück. Ein Optimum der Auslenkung wurde bei 5V Anregungs-Spannung gemessen.

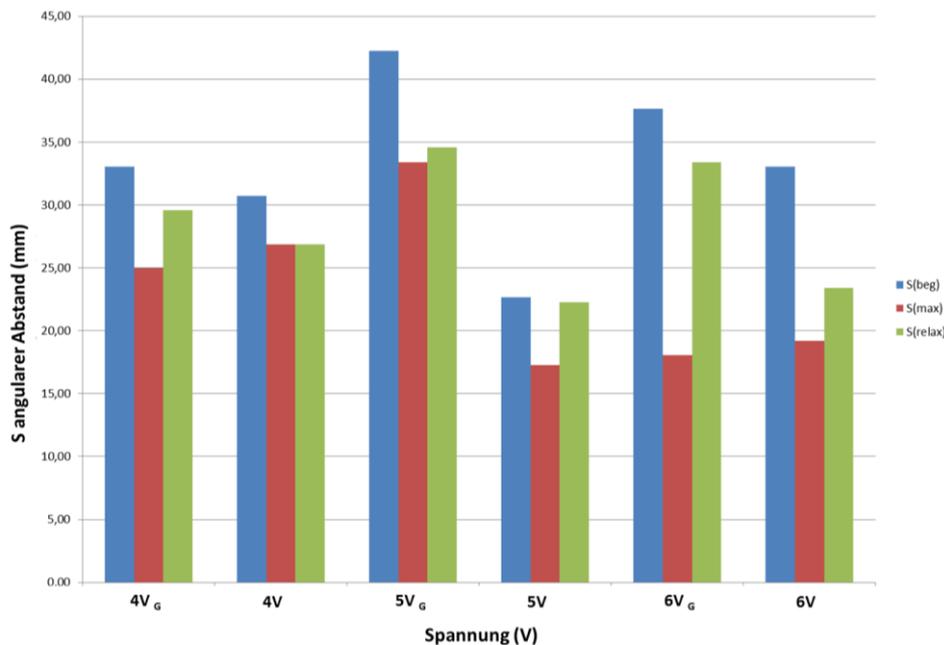


Abbildung 33 :  
Auswertung  
der  
Auslenkungen  
der IPMC unter  
Spannung.

Zusammenfassung der Auslenkungs-Versuche an Nafion-Membranen:

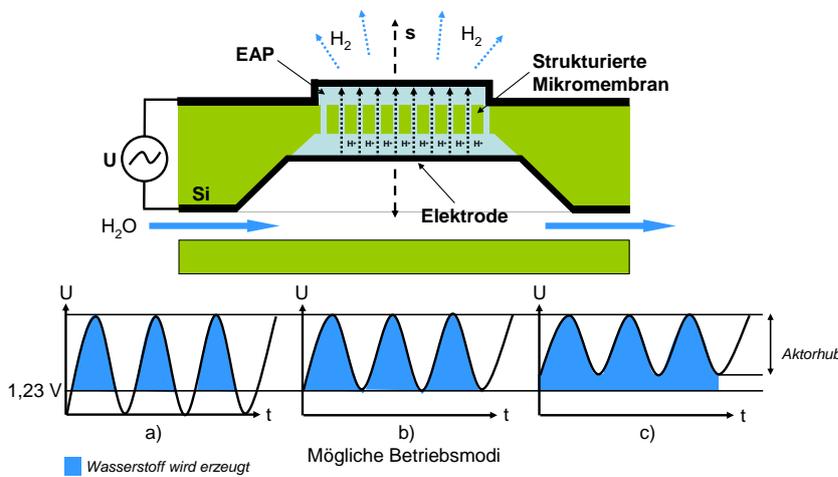
- Die Charakterisierung des IPMC konnte erfolgreich abgeschlossen werden.
- Die experimentellen Parameter zum Erreichen einer Auslenkung sind definiert.
- Eine deutlich sichtbare Auslenkung wurde erreicht.
- Das Material Nafion wurde bzgl. des Vorhabens ausreichend analysiert.
- Die Arbeitsbedingungen für Auslenk-Anregung und Zyklen-Zeit wurden bestimmt.

### **3.6 AP 6: Elektrische und Elektrochemische Charakterisierung des Aktors (ZBT)**

Da bei der Herstellung geeigneter MEMS basierter IPMC Aktoren in Arbeitspaket 4 nicht vorhersehbare Komplikationen aufgetreten sind und somit kein geeignetes Aktorsystem für Elektrische und Elektrochemische Charakterisierungen während der Projektlaufzeit hergestellt werden konnte, war es nicht möglich entsprechende Charakterisierungen dieser Aktoren durchzuführen. Die hierfür eingeplante Arbeitszeit wurde auf die Identifikation alternativer Herstellungsverfahren im Arbeitspaket 4 verwendet.

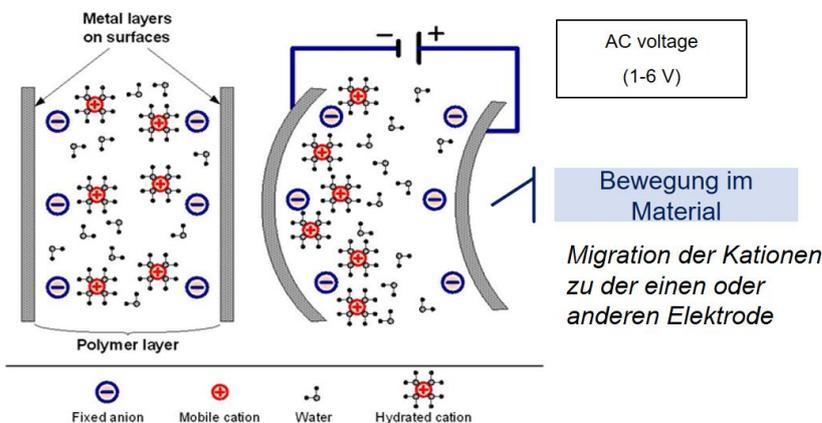
### 3.7 AP 7: Anwendung Mikroenergietechnik: Aufbau eines Mikroelektrolyseurs (ZBT/HS-VS)

Für den in enger Zusammenarbeit der beiden Forschungspartner entwickelten Aktor (AP 1 – AP 5) war die konkrete Anwendung im Bereich der Energietechnik geplant: Es sollte ein Mikroelektrolyseur aufgebaut werden, der das zur Elektrolyse benötigte Wasser eigenständig ansaugt (siehe schematische Darstellung in *Abbildung 34*). Der Mikroelektrolyseur kann prinzipiell in verschiedenen Betriebsmodi arbeiten, entsprechend des gewählten Potenzial-Offsets können die Aktorhübe des Mikroaktors und die Wasserstoffproduktion eingestellt werden. Es ist dabei wichtig zu evaluieren, wie die Versorgungsspannung (Offset, Amplitude, Frequenz) einzustellen ist, um ein optimales Verhältnis aus Pumpvolumen und erzeugtem Wasserstoff zu erhalten. Mit nur einer Aktor-Membran würde das System Flüssigkeit ansaugen, aber noch keine Strömung in einer definierten Richtung generieren.



*Abbildung 34 :  
Prinzipskizze des selbstversorgenden Mikroelektrolyseurs sowie mögliche Betriebsmodi und deren Auswirkung auf Aktorhub und erzeugten Wasserstoff.*

Zur Lösung der Problemstellung hatte Hahn-Schickard nach Analyse des mechanischen Verhaltens von *IPMCs* auf Basis von Nafion-Membranen (*Abbildung 35*) die Idee, mit diesem Material das Funktionsprinzip einer peristaltischen Pumpe abzubilden.



*Abbildung 35 :  
Funktionsprinzip von IPMCs.*

Die Idee liegt in die Realisierung eines Chips mit mehreren Membranen, die sich in Pumprichtung hintereinander befinden und abwechselnd mit positiver und negativer Spannungen beaufschlagt werden. Das Prinzip ist im *Abbildung 36* dargestellt.

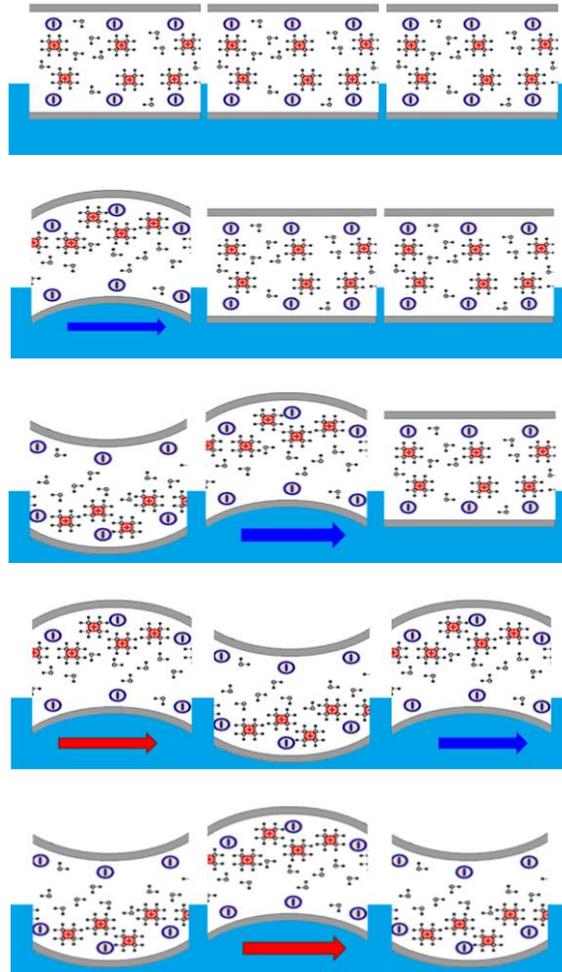


Abbildung 36: Schematische Darstellung des Funktionsprinzips einer peristaltischen Pumpe, aufgebaut aus drei nebeneinander platzierter IPMCs, um das Fluid in eine Vorzugs-Richtung zu transportieren.

Die praktische Umsetzung ist jedoch nicht trivial: Unter diesen Bedingungen ist eine Lösung für weitere Arbeiten nach Projekt-Abschluss vorgesehen.

### **3.8 AP 8: mechanische, strömungsmechanische und elektrochemische Charakterisierung des Mikro-Elektrolyseurs (ZBT/HS-VS)**

Der in AP 7 aufzubauende Mikroelektrolyseur soll umfassend verifiziert werden, wobei die fluidische Charakterisierung der Mikromembranpumpe des Mikroelektrolyseurs eine der Teilaufgaben war. Um den späteren Aktuator auf Basis von IPMC charakterisieren zu können, sollte ein Messplatz entwickelt werden: Diese Aufgabe war für Hahn-Schickard im Forschungsvorhaben ein wesentliches Arbeitspaket. Herausforderung war dabei die korrekte Messung äußerst niedriger Durchflussraten für wässrige Lösungen wie sie vom Aktuator zu erwarten sind. Da in diesem Entwicklungsstadium noch kein Aktuator vorhanden war, mussten die Durchflüsse künstlich erzeugt werden, um den Aktuator-Durchfluss zu simulieren und auch den Durchflusssensor für diesen Messbereich zu kalibrieren.

Es wurde ein Messplatz-Konzept zur Messung minimaler Durchflüsse erarbeitet. Dafür wird ein Durchflusssensor benötigt, der im unteren Messbereich bis zu  $1 \mu\text{l}/\text{min}$  messen kann, wobei der Sensor wenigstens eine Dynamik von 1:100 abbilden sollte und somit Durchflüsse von wenigen  $\text{nl}/\text{min}$  auflösen können muss. Mittels einer präzisen Spritzenpumpe werden die geforderten Durchflüsse erzeugt. Ein Messprogramm übernimmt die Steuerung der Pumpe, des Referenz-Sensors und des Test-Devices, liest und visualisiert die Messdaten am Mess-PC und speichert die zusammenfassten Ergebnisse in Dateien ab. Das Messprogramm wurde auf Basis des bei Hahn-Schickard vorhandenen Microsoft C# Treibers für den Strömungssensor weiterentwickelt. Zur Ansteuerung der Spritzenpumpe musste die verfügbare Gerätetreiber-Bibliothek in C# implementiert werden.

Der thermische MEMS-Sensor zur Messung kleinster Durchflüsse wurde von Hahn-Schickard an die Messanforderungen adaptiert und weiterentwickelt. *Abbildung 37* präsentiert das modulare zweischalige Design des Sensor-Moduls mit einfach wechselbarem Kanal. In der Grundplatte ist der MEMS-Sensor mit seiner sensitiven Membran bündig zur Oberfläche eingeklebt. Der Deckel enthält den feinwerktechnisch gefrästen Strömungs-Kanal, der an die Messaufgabe angepasst werden muss. Grundplatte und Deckel werden über Führungsstifte passgenau zusammengefügt und miteinander lösbar verschraubt. Ein O-Ring um den Fluidkanal herum übernimmt die Dichtung nach außen. Der Kanal-Querschnitt bestimmt zum großen Teil den Messbereich des Strömungssensors. Unterschiedliche Kanalquerschnitte wurden untersucht, um in den Nano-Liter Messbereich vorzudringen. Der Querschnitt wurde stufenweise reduziert, um die untere Auflösungsgrenze bestimmen zu können.

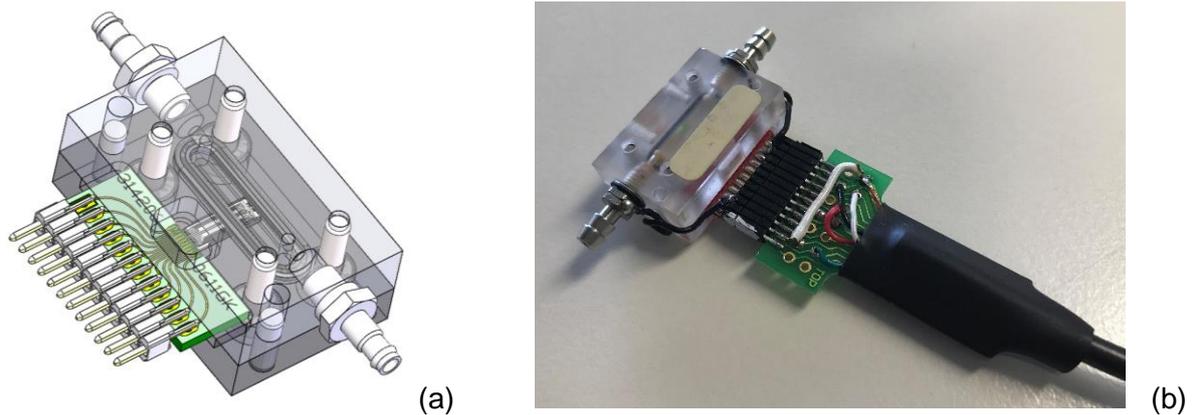


Abbildung 37 : Design des Sensor-Moduls (a) mit wechselbarem Kanal-Deckel zur Variation verschiedener Kanal-Geometrien und dessen Realisierung (b).

Der Messplatz zu Charakterisierung wurde im Verlauf des Jahres 2019 fertiggestellt und Messungen zur Charakterisierung und Optimierung durchgeführt. Das Strömungssensor-Modul ist Bestandteil des Messplatzes zum Durchfluss-Monitoring und zur Bestimmung der Sprungantwort (Reaktionszeit), da der Sensor bidirektional mit hoher Frequenzauflösung messen kann.

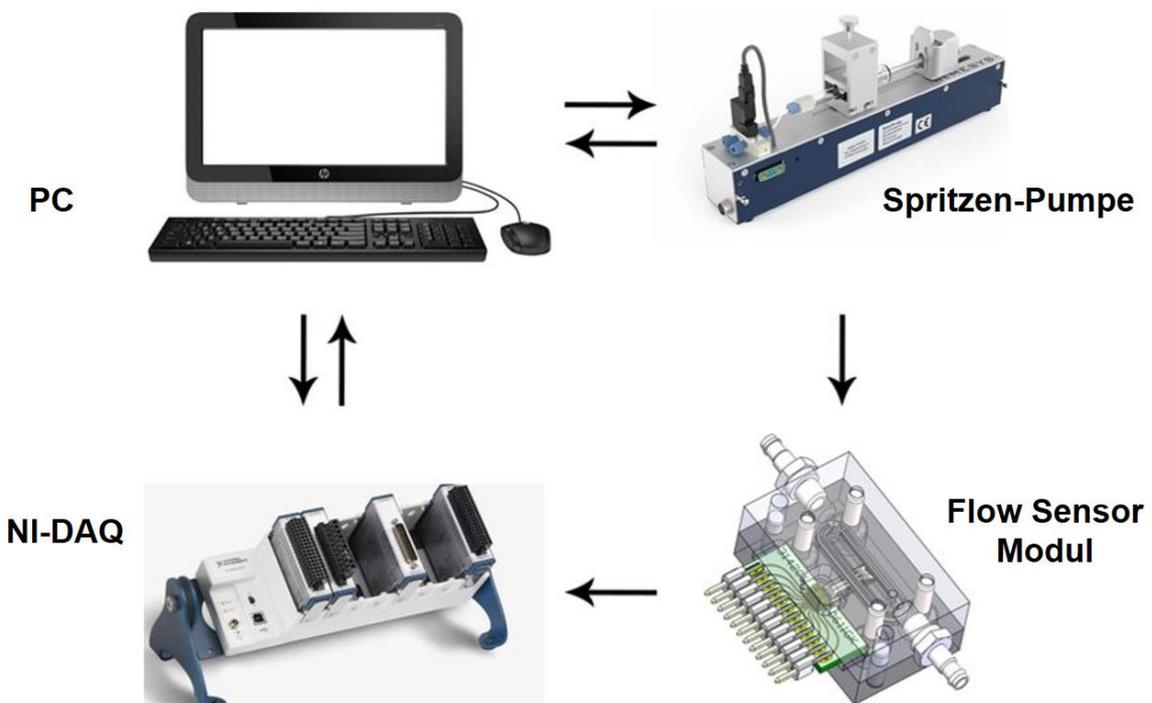


Abbildung 38 : Vereinfachte Darstellung des Messplatzes.

Die ausgewählte Spritzenpumpe für den Messaufbau war eine *Nemesys* von *Cetoni*, was auf die Genauigkeit der Pumpe bis in den Nano-Liter-Bereich zurückzuführen ist. Die Motoren der

Pumpe bewegen den Spritzenkolben Hamilton-Glasspritze nahezu ruckelfrei und ermöglichen so eine pulsationsfreie kontinuierliche Bewegung der Flüssigkeit.

Die Adaption und Implementation der *Nemesys* Gerätetreiber begann mit der Identifizierung der verfügbaren Optionen zur programmatischen Steuerung der Spritzenpumpe, wobei die lobenswerte umfangreiche und hilfreiche Dokumentation der Schnittstellentreiber durch *Cetoni* hervorzuheben ist.

Ein *nemesys* Pumpen-Basismodul kann um bis zu fünf Spritzenmodule erweitert werden, die jeweils mit verschiedenen Spritzen bestückt und zu unterschiedlichen Zeiten in verschiedenen Vorschubgeschwindigkeiten gesteuert werden können: Auf diese Weise lassen sich in der Praxis komplizierte Analytik-Rezepturen abbilden. Der nach C# implementierte Geräte-Treiber sollte diese Möglichkeiten zumindest strukturell berücksichtigen – auch wenn das im vorliegenden Forschungsvorhaben nicht in dieser Ausbaustufe benötigt wird. Die Hauptfunktionalität umfasst die Geräte-Initialisierung, die wichtigsten Funktionen der Spritzenpumpe wie das Abgeben und Füllen der Flüssigkeit in die Spritze, aber auch die Steuerung mehrerer Spritzen gleichzeitig für einen längeren Testzeitraum. Diese Funktionalität wurde schematisch in Blöcken dargestellt, um daraufhin die dafür notwendigen Treiber-Funktionen aus der zur Verfügung stehenden Library „nemesys\_dll.dll“ ins C#-Projekt zu implementieren. Die Pumpen werden an einem PC über einen virtuellen CAN-Bus betrieben, für den der sogenannte „Andrea-Treiber“ installiert werden muss: Es steht somit im Gegensatz zu Spritzenpumpen anderer Hersteller kein Low-Level Schnittstellen-Protokoll wie z.B. für einen COM-Port zur Verfügung, die „nemesys\_dll.dll“ stellt für alle Hochsprachen die einzige Programmierschnittstelle zur Spritzenpumpe dar.

*Cetoni* bietet für die *nemesys*-Pumpe Libraries für *LabView*, *Delphi* und *C++* an. Da die dll-Schnittstelle aus 2009 stammt, ist C# in der Dokumentation noch nicht berücksichtigt worden. So war es also Aufgabe, die in Delphi und C++ dokumentierten Funktionsaufrufe an die Parameter-Konventionen von C# anzupassen. Das Portierungsverfahren wurde durch die Erstellung einer Library und den Import der vom Hersteller bereitgestellten Low-Level-Programmierung für die Kommunikation mit dem Gerät initialisiert. Diese Library war aufgrund der Inkompatibilität von „Unmanaged“ und „Managed“ Code besonders schwierig zu erstellen.

Die Original Library wurde für ein 16-Bit-System in und für C++ geschrieben. Auf einer Win10 Maschine musste die Compiler-Einstellung von „any CPU“ auf „X86“ geändert werden. Daher wurde der größte Teil des Codes in „X86“ (32bit) konvertiert, um einen reibungsloseren Betrieb der Spritzenpumpe innerhalb des C# Projektes zu gewährleisten (*Abbildung 39*). Nachdem alle Low-Level-Kommunikationsfunktionen portiert waren, begann die Entwicklung der Software. Die Spritzenpumpe enthält eine modulare Funktionalität, d.h. dem Basismodul der Pumpe können mehrere Pump-Module hinzugefügt werden.

```

unsafe class NCS_Func
{
    /// <summary>
    /// Opens a connection for sending and receiving data.
    /// </summary>
    /// <param name="bShowStatusWnd">If true it displays a status window during
    ///         initialisation search for dosing units.</param>
    /// <param name="phDevice"> If the error code is ERR_NOERR then this parameter
    ///         returns a valid device handle for device access</param>
    /// <returns>Error code - ERR_NOERR indicates success</returns>
    ///
    [DllImport("nemesys_dll.dll", CharSet = CharSet.Auto, CallingConvention = CallingConvention.StdCall)]
    public static extern UInt32 NCS_OpenDevice(bool bShowStatusWnd, ref ncs_hdl hDev);

    /// <summary>
    /// Closes connection and frees all resources.
    /// </summary>
}

```

Abbildung 39 : Quelltext-Ausschnitt der C# Klasse „NCS\_Func“ zum implementierten Aufruf der Pumpentreiber-Funktionen in der „nemesys\_dll.dll“.

Das Basismodul kann eine einzelne Spritzenpumpe aufnehmen. Zusätzliche Module können entweder eine oder zwei Spritzen mit unterschiedlichen Spritzenparametern enthalten. Das Vorhandensein zusätzlicher Module musste identifiziert und die Funktionalität des gewünschten Spritzenmoduls erkannt werden, bevor zusätzliche Funktionen in die Software integriert werden konnten. Daher wurde in der Gerätetreiber-Oberfläche basierend auf der Anzahl der in der Spritzenpumpe vorhandenen Dosiereinheiten (Spritzenmodule) ein Optionsschalter zur Auswahl der gewünschten Dosiereinheit eingefügt. Vervollständigt wurde der Treiber mit geräteabhängigen Einstellungen zur Dosierkontrolle wie die Auswahl von Volumeneinheiten, Durchflusseinheiten, Spritzenparametern und weiteren Pumpenkontrollen.

Für die Steuerung der Spritzenpumpe wurde eine grafische Benutzeroberfläche (GUI) erstellt (**Fehler! Verweisquelle konnte nicht gefunden werden.**), die als wiederverwendbares C#-„userDefined“-Panel in das Messprogramm integriert wurde.

Das Messprogramm setzt und kontrolliert die Einstell-Parameter des Durchflusssensors, list die Sensor-Messwerte von der Schnittstelle und konvertiert die Daten in Bezug auf die Durchflussrate. Das Programm führt auch die Kalibrierung des Sensorsystems auf der Grundlage verschiedener Parameter wie der verwendeten Flüssigkeit, dem Sensor-Messbereich und der definierten Heizleistung, auf die geregelt wird, durch.

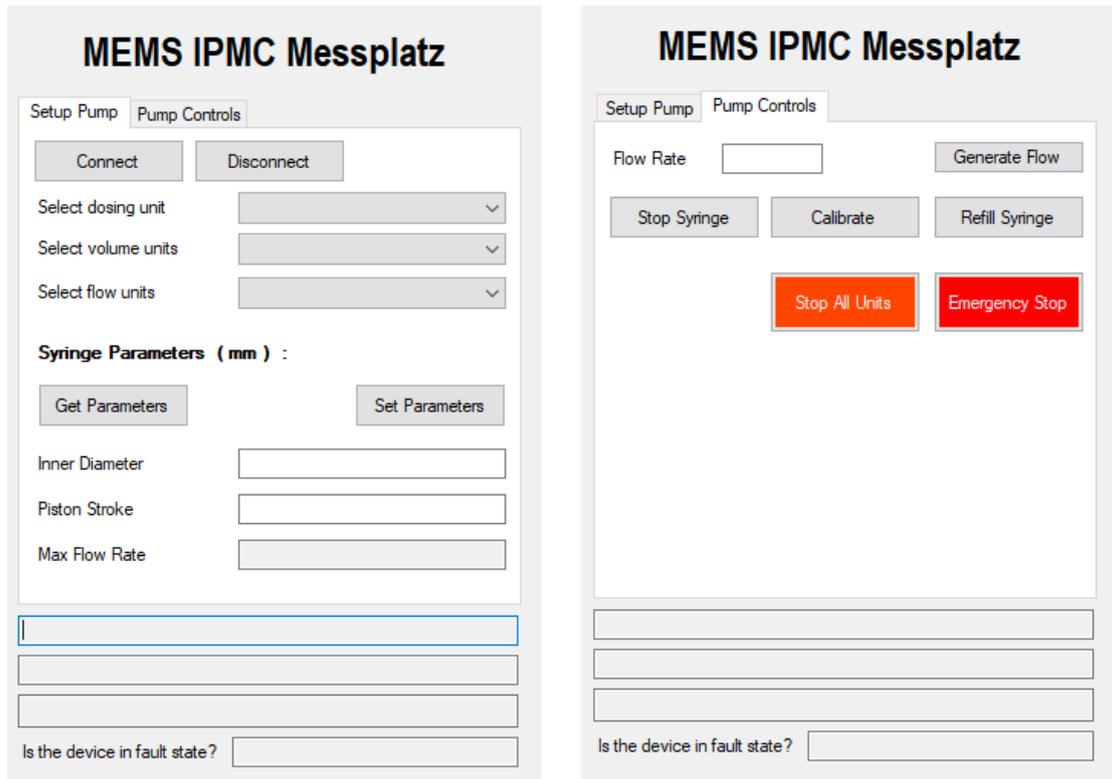


Abbildung 40 : Oberfläche des in C# implementierten nemesys-Pumpentreibers.

Neben der Integration in das aktuelle Messprogramm wurde für die Spritzenpumpe ein zusätzliches Programm erstellt, das als Teil eines Demonstrators verwendet werden kann (Abbildung 41).

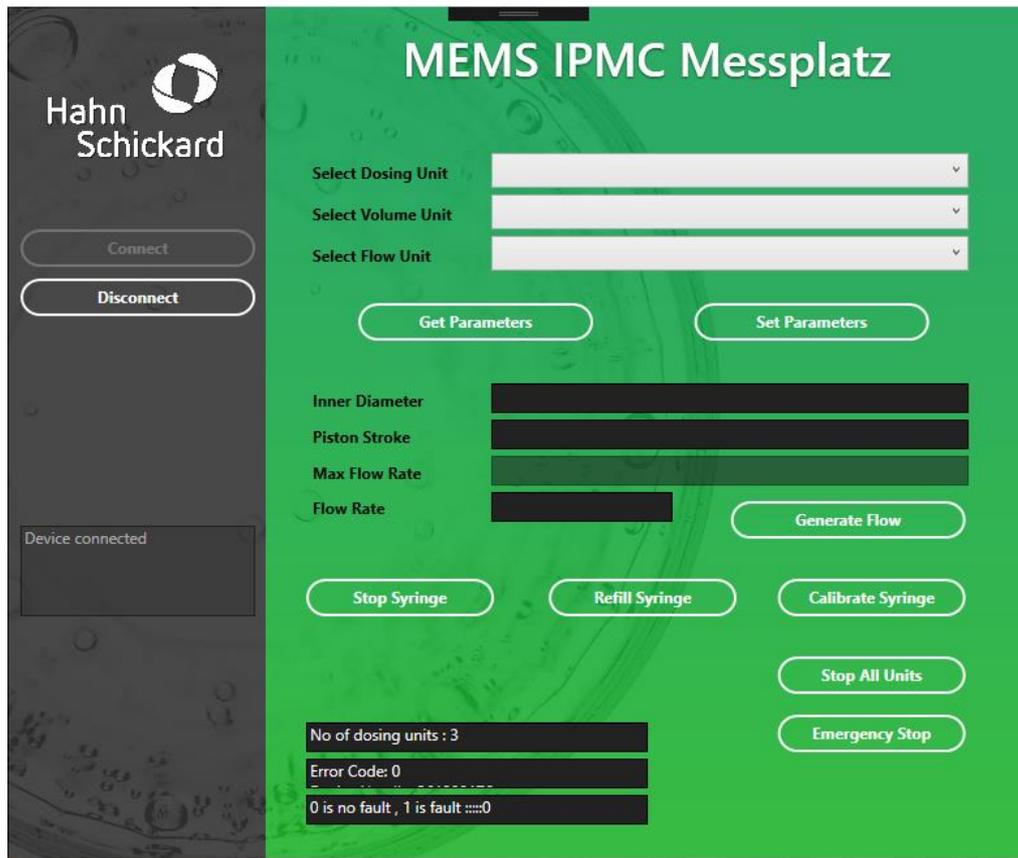


Abbildung 41 : GUI der Messplatz-Oberfläche

Die Sensoren wurden verschiedene Prüfungen unterzogen: Insbesondere wurden sie in Bezug auf Wiederholbarkeit, Genauigkeit und langfristige Gebrauchseffekte getestet. Es hat sich schnell herausgestellt, dass eine zu hohe Heizleistung im Dauerbetrieb eine Absenkung des Sensor-Signals verursacht. *Abbildung 42* zeigt das Ergebnis von 14 Testdurchläufen der Strömungsvariation zur Aufnahme einer Kennlinien-Charakteristik an einem Sensor des Typs: 600 - 120 - 8TPU. Die ersten 12 Tests wurden nacheinander durchgeführt, d.h. sobald der vorherige Test beendet war, wurde der nächste Test gestartet. In jedem dieser zwölf Tests wurde die Durchflussrate von  $10\mu\text{L}/\text{min}$  auf  $1\mu\text{L}/\text{min}$  stufenweise verringert, wobei ein Test-Intervall innerhalb von 30 Sekunden durchlaufen wurde. Im Diagramm (*Abbildung 42*) wurde eine Referenz-Linie für das erste  $10\mu\text{L}/\text{min}$ -Signal, das der Sensor während des ersten Test lieferte, eingezeichnet. Für die nachfolgenden 11 Test-Wiederholungen der Strömungs-Variation ist deutlich zu sehen, dass bei jedem weiteren Test-Durchlauf das Sensorsignal driftet: Sowohl das  $10\mu\text{L}/\text{min}$ -Signal als auch der Nullpunkt bei ruhender Flüssigkeitssäule verringern sich im Verlauf der Tests immer mehr. Nach dem zwölften Versuch wurde die Heizung abgeschaltet, es wurde über einen Zeitraum von zwei Stunden gewartet und danach die letzten beiden Test-Variationen 13 und 14 durchgeführt. Im dreizehnten Test wurde mit einem erhöhten Durchflussbereich von  $30\mu\text{L}/\text{min}$  bis  $1\mu\text{L}/\text{min}$  variiert und schließlich beim letzten 14. Test mit denselben Strömungsparametern wie für die Tests 1 bis 12 gearbeitet. Beim letzten Test lag die Signalantwort des Sensors für  $10\mu\text{L}/\text{min}$  wieder auf der Referenz-Linie wie beim Ausgangs-Test 1. Unter dem Mikroskop betrachtet war eine weiße Substanz auf der Sensor-Membran zu beobachten, die zum Heizelement hin aggregiert ist.

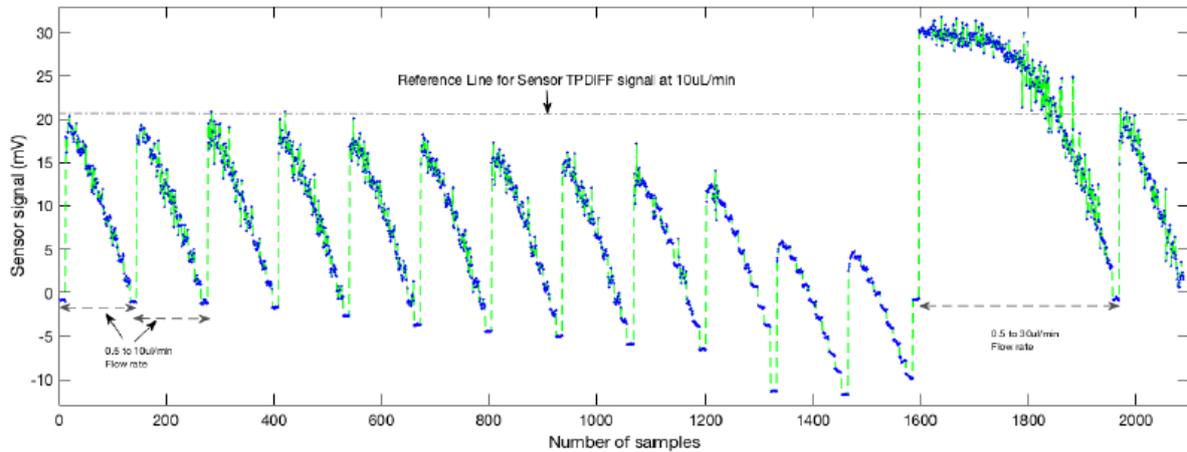


Abbildung 42 : Degradierung des Sensor-Signals über der Zeit

Daraufhin wurde der Sensor im Dauerbetrieb mit konstantem Durchfluss von  $1\mu\text{L}/\text{min}$  über den Zeitraum von 5 Tagen betrieben. Täglich einmal wurde der Sensor unter dem Mikroskop fotografiert, um die Veränderungen auf der Sensor-Membran zu dokumentieren und somit die Entwicklung der Degradierung zu quantifizieren.

Abbildung 43 zeigt die Entwicklung der Ablagerungen innerhalb der 5 Tage. Nur der beheizte Membranbereich ist im Wesentlichen betroffen. Es ist deutlich zu erkennen, dass sich die Ablagerungen auf der Membran-Mitte stark um den Heizer konzentrieren. Die lokale Erwärmung bei kleinsten Durchflüssen scheint eine Ausfällungsreaktion in Form einer Kalk-Sedimentation zu verursachen. Außerdem wächst im gesamten Membranbereich ein diffuser körniger Film auf.

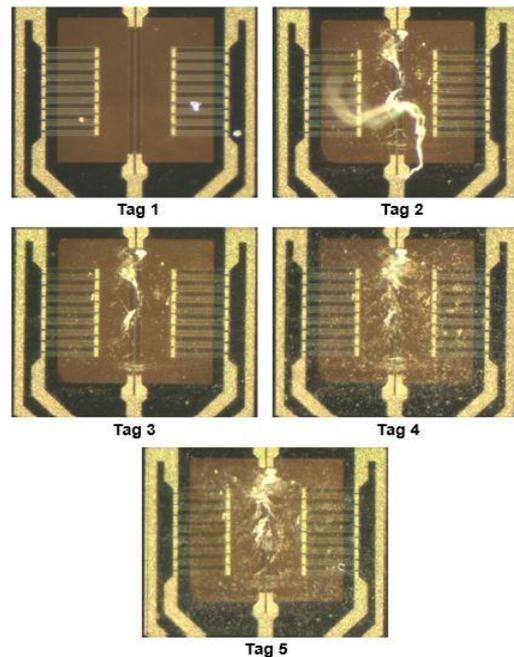
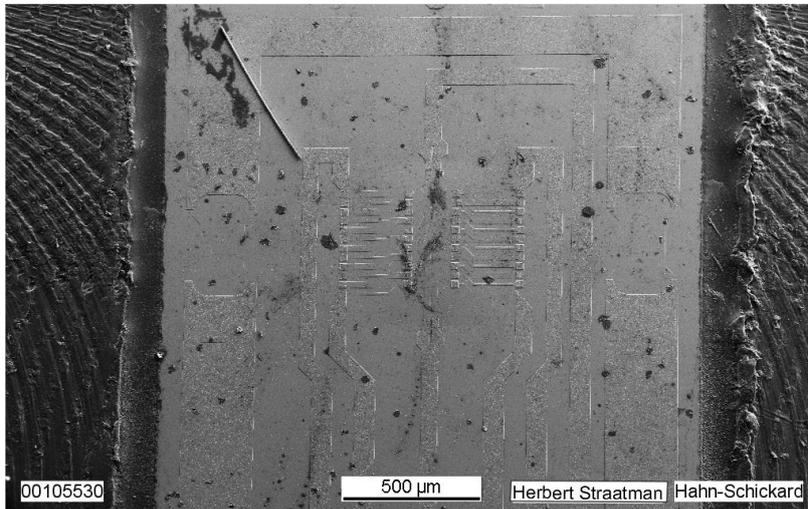


Abbildung 43 : Mikroskop-Fotos der Membran-Veränderungen über der Zeit

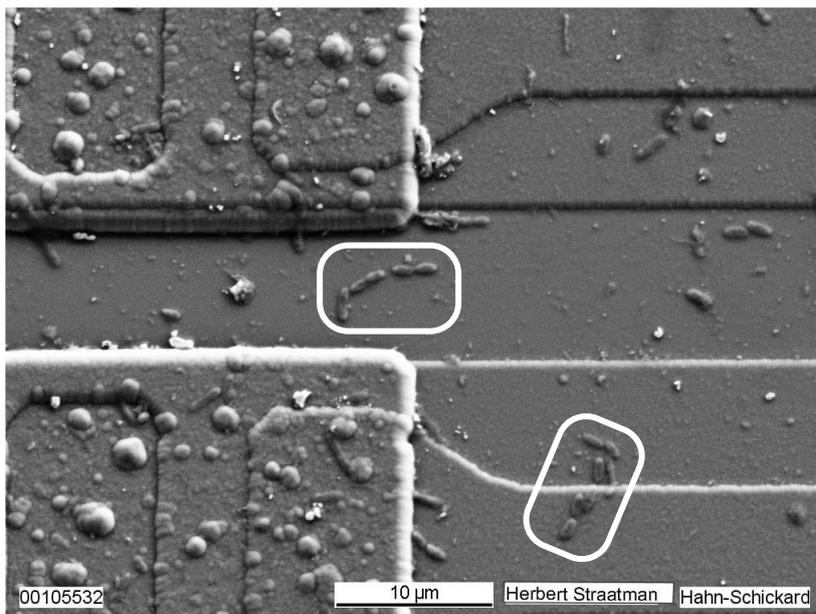
Da die Substanz nicht durch einfache Säure/Base-Reinigung entfernt werden konnte, wurde eine Spektralanalyse durchgeführt, um die Zusammensetzung der anhaftenden Substanzen zu bestimmen.

Um die zunächst spekulativen Vermutungen wie Kalk-Ablagerungen, Wachstum von Bakterien und anderes zu bestätigen, wurde ein Sensor im Rasterelektronenmikroskop (REM) untersucht, das bei Hahn-Schickard praktischerweise zusätzlich mit einer Röntgen-Photoelektronenspektroskopie (EDX) ausgestattet ist, die eine spektrale Materialanalyse ermöglicht. EDX ist ein oberflächenempfindliches quantitatives spektroskopisches Verfahren, mit dem die elementaren Zusammensetzungen in einem Material gemessen werden können.

Die Analyse wurde bei verschiedenen Vergrößerungen durchgeführt. Die Ergebnisse sind in *Abbildung 44* dargestellt. Sphärische und stabförmige Formen sind deutlich zu erkennen, entsprechend ihrer Form vom bearbeitenden Analytiker als Bakterien klassifiziert wurden. Um das Vorhandensein organischer Substanzen qualitativ zu bestätigen, wurde mit dem EDX eine Spektralanalyse durchgeführt.



REM-Analyse bei 5kV mit einer Vergrößerung von 128.039, wobei die dunklen Flecke auf der Sensoroberfläche zu den gezeigten weißen Ablagerungen korrespondieren.



Die REM-Analyse bei 15kV mit einer Vergrößerung von 7233.309 zeigt in der Detail-Aufnahme der Sensoroberfläche sphärische und stabförmige Formen, die auf eine Anhaftung von Bakterien auf der Oberfläche hinweisen.

*Abbildung 44* : REM Bilder des Sensors nach 5 Tagen Dauerbetrieb bei verschiedenen Heizleistungen.

Die Ergebnisse (*Abbildung 45*) zeigten das Vorhandensein organischer Elemente (Kohlenstoff, Stickstoff und Sauerstoff) und damit die Präsenz organischer Substanzen auf dem Sensorchip. Auch nach der Bestätigung eines Biofilms auf dem Chip blieb die Frage offen: Warum hat die Reinigung des Chips mit Kalilauge den vorhandenen Biofilm nicht entfernt oder abgetötet? Nach unserer Erkenntnis der Aggregation des Biofilms in der Nähe zum Heizelement lässt sich schließen, dass der Heizer bei niedriger Fluid-Strömung mit einer geeigneten Temperatur günstige Wachstumsbedingungen für Bakterien und Algen bereitstellte. Da aber der Biofilm

durch den Heizer-Betrieb im Membranbereich de Facto eingebrannt wurde, konnte er nicht durch einfache chemische Reinigung entfernt werden.

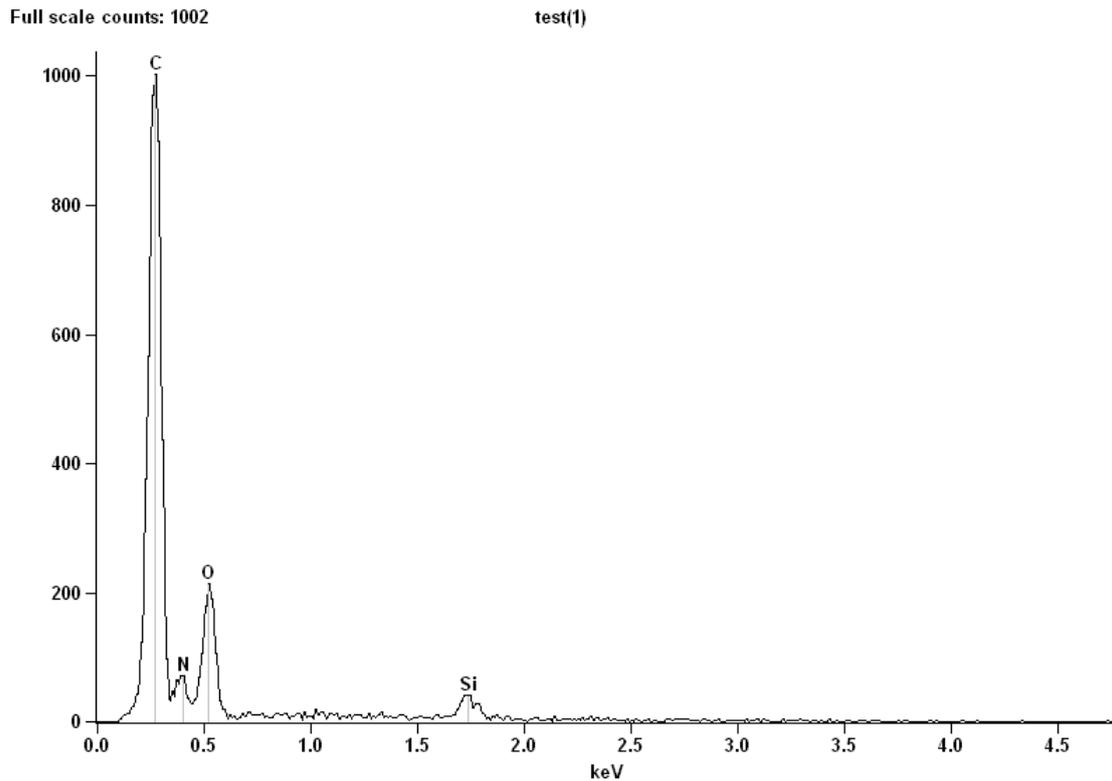


Abbildung 45 : EDX Analyse der Sensor-Membran-Oberfläche nahe am Heizelement.

Um diese Problematik zu beseitigen, wurden verschiedenen Maßnahmen ergriffen. Es wurde die Chip-Oberfläche beschichtet, um das Wachstum von Bakterien zu vermeiden. Ebenfalls wurde eine neue Elektronik entwickelt, die die in den Heizer eingetragene Heizleistung in Abhängigkeit vom Durchfluss regelt und somit kontrolliert, dass insbesondere bei ruhender Flüssigkeit eine bestimmte Temperatur nicht überschritten wird. Ein Redesign des Sensor-Gehäuses mit neuen Materialien wurde erarbeitet. Diese Entwicklung wurde innerhalb von AP9 durchgeführt.

### 3.9 AP 9: Anwendung Lab-on-a-Chip: Medikamentenpumpe und Sensor (HS-vs)

Hahn-Schickard entwickelt das Flow-Modul als Mess- und Dosier-Zusatzinheit zur Verwendung an der Mikroliterpumpe der Firma Cetoni, um die IPMC Aktuator charakterisieren zu können. Die Idee ist zu evaluieren, inwieweit sich die Aktor-Komponente für medizinische Mikrosysteme eignet. Konkrete Anwendungsbeispiele beinhalten IPMC-basierte Mikropumpen/Ventilen für Analytik und Zellhandling oder Infusionspumpen. Unter diesem Anwendungsbezug wurde das System konzipiert (siehe vorherige Kapitel) und entsprechend adaptiert.

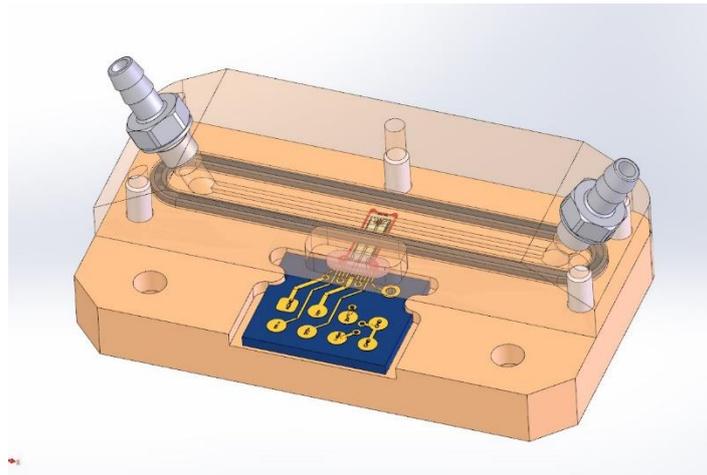
Ein Redesign des Flow-Moduls erfolgte, um diverse Anomalien aufgrund der Effekte durch ungünstige Kombination aus Heizleistung und kleinsten Durchflüssen zu eliminieren. Dieses Modul besteht aus zwei separaten Baugruppen, dem Grundgerät (Elektronik) und dem wechselbaren Flow-Sensor, der später als Kunststoffteil zur Einmalverwendung (Disposable) eingesetzt werden könnte. Der Flow-Sensor enthält einen EEprom mit Personalisierung und Kalibrier-Daten, die vom Grundgerät bei der Sensor-Initialisierung ausgelesen werden. Die Sensordaten werden vom Grundgerät kontinuierlich erfasst: Nach einer Verstärkerstufe werden die Messwerte als analoge Spannungssignale im ADC des  $\mu$ Controllers digitalisiert, entsprechend einer Kalibrierfunktion in physikalische Einheiten umrechnet und dem PID-Regler der Aktuator-Steuerung zur Verfügung gestellt.

Über die Variation von MEMS-Sensortyp und Kanal-Querschnitt lassen sich verschiedene Durchfluss-Messbereiche abbilden. Da kalorimetrisch gemessen wird, ist für verschiedene Analytik-Flüssigkeiten auf Basis wässriger Lösungen eine medienabhängige Kalibrierung erforderlich (Dichte  $\rho$ , Wärmekapazität  $c_p$ ).

Der Flow-Sensor ist ein thermischer Membran-Sensor in Silizium-Technologie (MEMS), der sich bündig an der Kanalunterseite befindet und mit dem zu messenden Fluid berührend in Kontakt steht. Der Sensor misst bidirektional. Das Sensorgehäuse ist aus *Victrix Peek 450G* gefräst, die Schlauchanschlüsse *CN-M3-PK-2* sind aus Edelstahl. Die strömungsberührenden Materialien des Sensors bestehen aus Silizium, Glas, Silizium-Nitrid und Epoxidharzkleber.

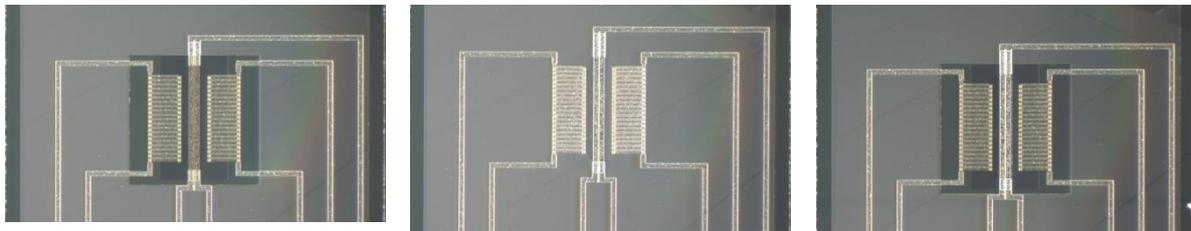
Der Flow-Sensor wird in das Grundgerät gesteckt bis die beiden Kugel-Feder-Elemente (Federnde Druckstücke) in der Grundplatte des Flow-Sensors fühlbar einrasten. Elektrisch werden die Kontakte auf der hervorstehenden Leiterplatte von einem *Samtec SIB-107-02-F-S-LC Board-to-Board Connector* im Grundgerät kontaktiert. Die Kalibrierdaten werden aus dem EEprom gelesen und der Sensor damit im Grundgerät angemeldet und initialisiert.

Um den geforderten Messbereich zu realisieren und Flüssigkeiten mit unterschiedlichen thermischen Eigenschaften messen zu können, muss der Heizer entsprechend dem Sensorsignal nachgeführt werden. Dafür ist eine Treiberstufe für den Membranheizer des thermischen Sensors auf der Hauptplatine vorgesehen und eine digitale Regelung in die Software des  $\mu$ Controllers implementiert. Diese Maßnahme ist besonders wichtig, um ein Wachstum von organischen Filmen oder Sedimentationen in Flüssigkeiten zu vermeiden (siehe AP8).



*Abbildung 46 : Flow-Sensor-Gehäuse: Die beiden Schlauchanschlüsse befinden sich seitlich auf der Oberschale des 2-teiligen Gehäuses und sind schräg im 60° Winkel angeordnet. Die 8-polige Adapter-Leiterplatte wird von einem Samtec SIB-107-02-F-S-LC Board-to-Board Connector kontaktiert, der sich auf der Hauptplatine im Grundgerät befindet. Die Adapter-Leiterplatte trägt auf ihrer Vorderseite den MEMS Flow-Sensor und auf der Rückseite den EEPROM mit den Kalibrierdaten. Vier Anschlussleitungen übertragen die Analog-Signale des Sensors, die restlichen werden für den digitalen Datenverkehr mit dem EEPROM und zur Anwesenheitserkennung benötigt.*

Zeitlich parallel dazu wurden neue Sensoren mit einer sehr dünnen Platin- oder Gold-Metallisierung auf der Sensor-Membran im Hahn-Schickard Reinraum gefertigt (*Abbildung 47*). Diese zusätzliche Schicht dient zur Erdung der Flüssigkeit und als antibakterielle Beschichtung. Die Metall-Schicht ist allerdings auch eine nicht zu unterschätzende thermische Masse, die das Sensor Signal beeinflusst.



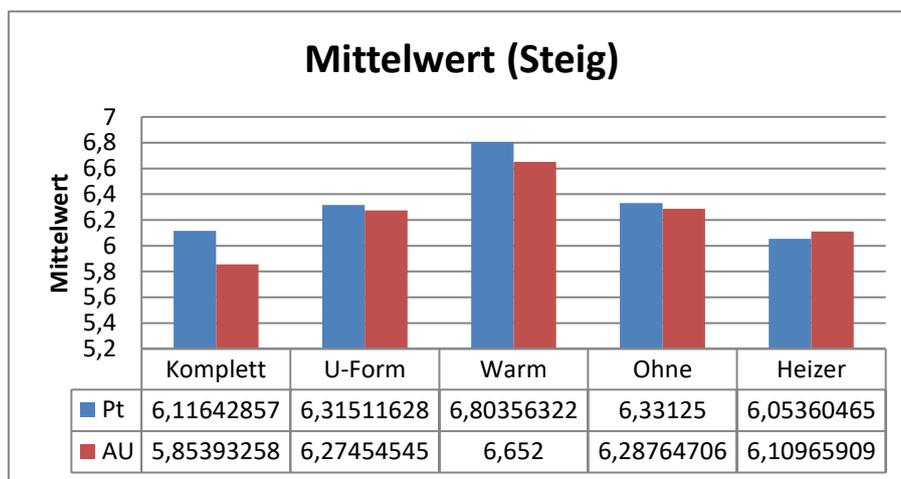
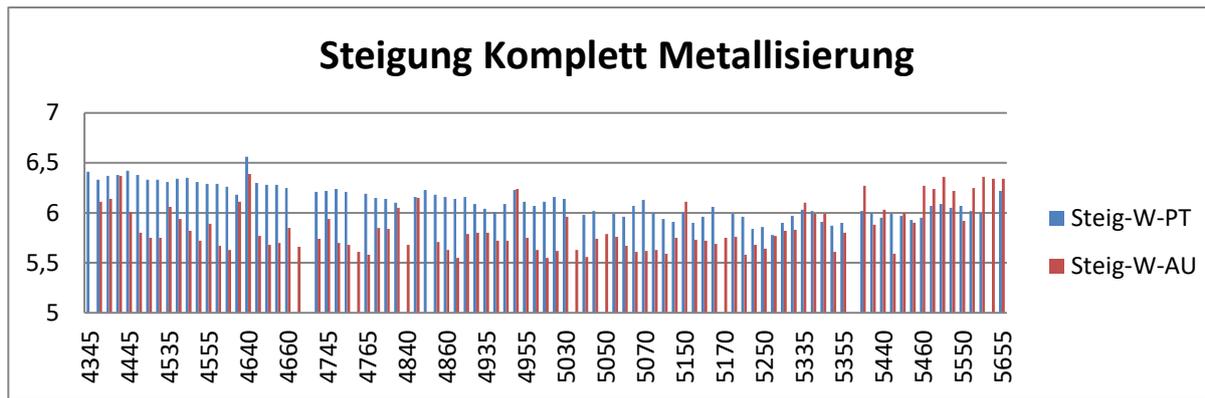
Metallisierung außerhalb der Membran

Oberfläche des Sensorchips komplett metallisiert

Metall auf Heizer und außerhalb der Membran

*Abbildung 47 : Verschiedene Metallisierungs-Layouts zur Variation und Charakterisierung des thermischen Sensors für unterschiedliche Metallbedeckungen der Membran.*

Bereits auf Wafer-Ebene konnte mit der Messung am Wafer-Prober ausgewertet werden, welche der Metallisierungs-Geometrie das höchste statische Signal liefert: Das lässt natürlich noch keine Aussage für das Signal-Rausch-Verhältnis im tatsächlichen Messbetrieb unter Flüssigkeits-Strömung zu.



**Abbildung 48** : Beispielhafte Auswertung der Sensoren auf Wafer-Ebene am Wafer-Prober. Mit der Platin-Beschichtung werden für die meisten Varianten höhere Signale als mit Gold erzielt.

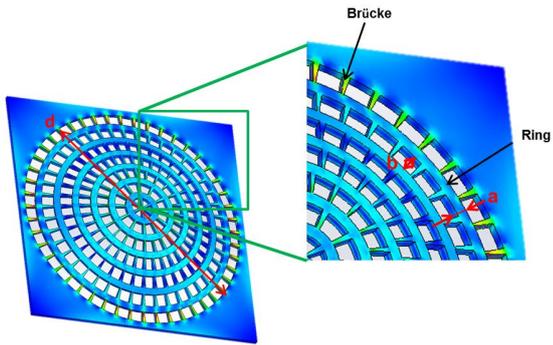
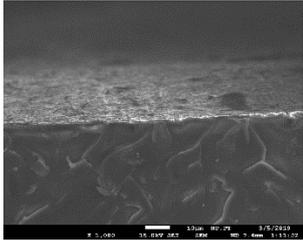
Die Platin-Beschichtungen liegen in verschiedenen Geometrien vor und sollen einerseits die Medienbeständigkeit des Sensors erhöhen (Flüssigkeiten), andererseits die elektrische Qualität des Messsignals verbessern, resp. das Rauschen vermindern. Die aufgebrauchte Metallschicht ist leider nicht prozesstechnisch mit dem GND-Potenzial verbunden, das wurde entweder durch Drahtbond oder Leitklebstoff nachgerüstet, um die Erdung zu gewährleisten

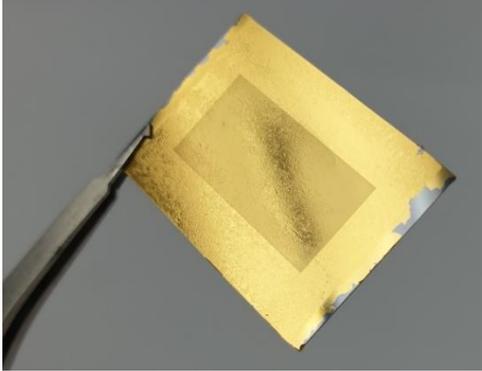
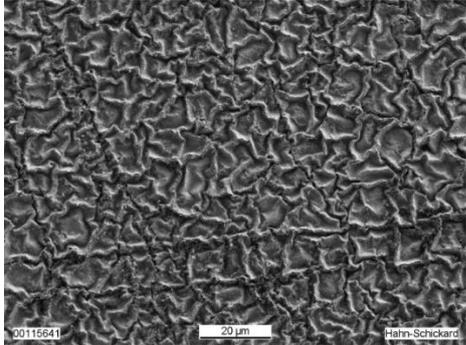
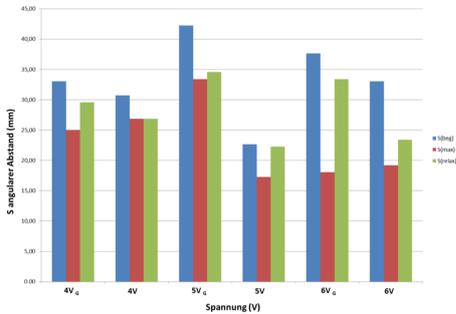
Die gefertigten Sensoren wurden wie im *Abbildung 46* dargestellt, in Gehäusen aufgebaut und mit der neuen Elektronik charakterisiert. Ein Teil des elektronischen Schaltungsdesigns (Analog-Teil) ist in *Abbildung 49* präsentiert.

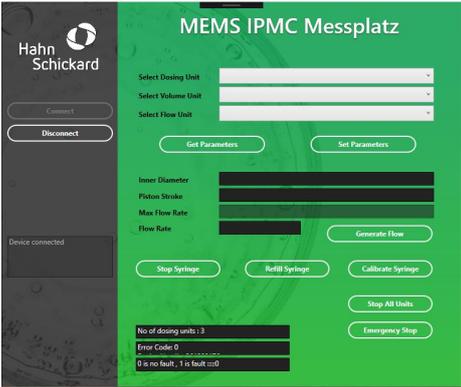
Die Messergebnisse zeigen eine deutliche Verbesserung des Signal-Rausch-Verhältnisses sowie stabile Sensor-Signale und das trotz der Signal-Verringerung, die mit dem Auftragen einer dünnen Metallisierung (sozusagen einer zusätzlichen thermischen Masse) in Kauf genommen wurde. Eine Kalibrierung der Sensoren wurde durchgeführt und die Stützwerte im EEPROM des jeweiligen Sensors abgespeichert. Leider konnten die Sensoren noch nicht an einem IPMC-Aktuator getestet werden. *Abbildung 50* zeigt die Sensor-GUI mit grafischer Darstellung der Strömungs-Messdaten eines Sensors, an dem mit einer Spritze manuell verschiedene alternierende Durchflüsse generiert wurden. Insbesondere die schnelle Reaktionszeit des Sensors aufgrund seiner geringen thermischen Masse ist beeindruckend. Allerdings können über eine Vibration von flexiblen Schläuchen ebenfalls Strömungspeaks



## 4 Gegenüberstellung der durchgeführten Arbeiten und des Ergebnisses mit den Zielen (ZBT/HS-VS)

Ziele der Arbeitspakete (AP) laut Antrag	Durchgeführten Arbeiten und Ergebnisse
<p><b>AP 1: Erstellung Lastenheft Mikroaktor (ZBT/HS-VS)</b></p> <p><b>Ziel:</b> Validiertes Lastenheft</p> <p>✓</p>	<p>ZBT: Lastenheft aus Sicht der Brennstoffzellen-/Elektrolysetechnik der notwendigen Porengrößen für die porösen Membranen und der geeigneten Polymerelektrolytmaterialien.</p> <p>HS-VS: Lastenheft aus Sicht der Silizium Technologie, der porösen Membran-Herstellung, der erforderlichen Charakterisierung des Mikroaktors, der adaptierten Aufbau- und Verbindungstechnik sowie der Entwicklung eines angepassten Messplatzes zur Messung von kleinsten Durchflüssen wurde erarbeitet und erweitert.</p>
<p><b>AP2: Mechanische Auslegung Mikroaktor (HS-VS)</b></p> <p><b>Ziele:</b> Bestimmung von Porosität und Design Rules für die Silizium Membran</p> <p>✓</p>	<p>Eine umfangreiche mechanische Auslegung wurde erfolgreich durchgeführt und an ZBT überleitet.</p> 
<p><b>AP 3: Entwicklung geeigneter Elektroden (ZBT)</b></p> <p><b>Ziele:</b> Optimierung des Aktors</p> <p>✓</p>	<p>Basierend auf bisherigen literaturbekannten Ergebnissen wurde die Herstellung eines Nafion-MEMS-basierten IPMC Aktors durch Einlagerung von Platin-Nanopartikeln erfolgreich angepasst. In Kombination mit Si-basierten MEMS Membranen konnte jedoch keine erfolgreiche Abscheidung leitfähiger elektrischer Schichten durchgeführt werden. Hierfür wurde eine mittels PVD abgeschiedene Goldschicht auf den Si-Membranen als Elektodenschicht identifiziert.</p> 

<p><b>AP 4: Herstellung IPMC Aktor</b> (ZBT)</p> <p><b>Ziele:</b> Funktionsfähiger MEMS-IPMC-Aktor</p> <p>✓</p>	<p>Es konnte im Rahmen dieses Arbeitspakets ein Konzept für ein funktionsfähigen Si-MEMS-basierten IPMC-Aktor entwickelt werden. Da das zuvor verfolgte Konzept einer Pt-Nanopartikel-Einlagerung in die oberste Nafion-Schicht nicht zielführend war, konnte im Rahmen der Projektlaufzeit kein vollständig lauffähiges Funktionsmuster gefertigt werden. Dies soll nach Abschluss des Projektes finalisiert werden.</p> 																												
<p><b>AP5: Mechanische Charakterisierung des Aktors</b> (HS-VS)</p> <p><b>Ziele:</b> IPMC Charakterisierung</p> <p>✓</p>	<p>Platinbeschichtete Nafionmembranen wurden als IPMC Aktor untersucht und deren Struktur analysiert, um die Phänomene besser zu verstehen und daraus die Optimierung des Aktors iterativ in den Herstellungsprozess zu integrieren.</p>  <p>Optimierung der Auslenkung der Membran an Luft.</p>  <table border="1"> <caption>Data from the bar chart: Maximum deflection distance (S_max) in mm vs. Voltage [V]</caption> <thead> <tr> <th>Voltage [V]</th> <th>S1-H2 (mm)</th> <th>S1-H3 (mm)</th> <th>S1-H4 (mm)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>4V<sub>c</sub></td> <td>~33</td> <td>~25</td> <td>~29</td> </tr> <tr> <td>4V</td> <td>~30</td> <td>~25</td> <td>~25</td> </tr> <tr> <td>5V<sub>c</sub></td> <td>~42</td> <td>~33</td> <td>~34</td> </tr> <tr> <td>5V</td> <td>~23</td> <td>~17</td> <td>~23</td> </tr> <tr> <td>6V<sub>c</sub></td> <td>~37</td> <td>~18</td> <td>~33</td> </tr> <tr> <td>6V</td> <td>~33</td> <td>~19</td> <td>~25</td> </tr> </tbody> </table>	Voltage [V]	S1-H2 (mm)	S1-H3 (mm)	S1-H4 (mm)	4V <sub>c</sub>	~33	~25	~29	4V	~30	~25	~25	5V <sub>c</sub>	~42	~33	~34	5V	~23	~17	~23	6V <sub>c</sub>	~37	~18	~33	6V	~33	~19	~25
Voltage [V]	S1-H2 (mm)	S1-H3 (mm)	S1-H4 (mm)																										
4V <sub>c</sub>	~33	~25	~29																										
4V	~30	~25	~25																										
5V <sub>c</sub>	~42	~33	~34																										
5V	~23	~17	~23																										
6V <sub>c</sub>	~37	~18	~33																										
6V	~33	~19	~25																										
<p><b>AP 6: Elektrische und Elektrochemische Charakterisierung des Aktors</b> (ZBT)</p>	<p>Da leider kein geeigneter MEMS basierter IPMC Aktor in Arbeitspaket 4 entwickelt werden konnte, war es nicht möglich elektrische und elektrochemische Charakterisierungen an einem solchen Aktor durchzuführen.</p>																												

<p><b>Ziele:</b> Untersuchung eines MEMS-IPMC-Aktors</p> <p>✓</p>	
<p><b>AP 7: Anwendung Mikroenergie-technik: Aufbau eines Mikroelektrolyseurs</b> (ZBT/HS-VS)</p> <p><b>Ziele:</b> Entwicklung eines Anwendungsfalls für ein MEMS-IPMC-Aktors</p> <p>✓</p>	<p>Von der HS-VS Seite liegt Idee in die Realisierung eines Chips mit mehreren Membranen, die sich in Pumprichtung hintereinander befinden und abwechselnd mit positiver und negativer Spannungen beaufschlagt werden. Das Konzept steht, stellt aber als sehr Aufwand intensiv und wird nach Projektende verfolgt.</p>
<p><b>AP 8: mechanische, strömungsmechanische und elektrochemische Charakterisierung des Mikro-Elektrolyseurs</b> (ZBT/HS-VS)</p> <p><b>Ziele:</b></p> <p>Aufbau einer Messeinrichtung zur Untersuchung der in diesem Projekt entwickelten MEMS-IPMC-Aktoren</p> <p>✓</p>	<p>Um den Aktuator auf Basis von IPMC charakterisieren zu können, wurde am HS-VS ein Messplatz entwickelt mit Bediener Oberfläche. Herausforderungen, die nicht im Vorfeld vorhersehbar waren (wie Ablagerung, Bakterien Züchtung etc...) wurden untersucht und mit Erfolg gelöst.</p> 
<p><b>AP 9: Anwendung Lab-on-a-Chip: Medikamentenpumpe und Sensor</b> (HS-VS)</p> <p><b>Ziele:</b></p> <p>Überprüfung der Funktionalität des Strömungssensorsystems unter anwendungsnahen Bedingungen.</p> <p>✓</p>	<p>Hahn-Schickard entwickelt das Flow-Modul als Mess- und Dosier-Zusatzeinheit zur Verwendung an der Mikroliterpumpe der Firma Cetoni, um die IPMC Aktuator charakterisieren zu können. Es ist zu evaluieren, inwieweit sich diese Idee für die Aktor-Komponente in medizinischen Mikrosysteme eignet. Konkrete Anwendungsbeispiele beinhalten IPMC-basierte Mikropumpen/Ventilen für Analytik und Zellhandling oder Infusionspumpen. Unter diesem Anwendungsbezug wurde das System konzipiert und entsprechend adaptiert. Die Sensoren und System wurde mit Erfolg von der Firma DNE getestet.</p>

	Leider konnte ein MEMS IPMC Aktor nicht eingebunden werden. Die Einbindung wird nach Projektende integriert.
--	--

✓ erfolgt

✗ nicht erfolgt

✓ in Bearbeitung

○ geplant

## **5 Wissenschaftlich-technischer und wirtschaftlicher Nutzen der im Projekt erzielten Ergebnisse insbesondere für KMU**

Für sich alleine betrachtet haben Mikroelektrolyseur und Ihre Überwachung oder Kontrolle durch MEMS Strömungssensoren für Flüssigkeiten noch zu wenig Bedeutung. Erst im Bezug zu weiteren Applikationen wie in Mikropumpen, kombiniert z.B. mit Lab On Chip Systemen und anderen Sensoren, oder in Kombination mit Brennstoffzellen ergibt sich ein Blick für diese zukünftigen Anwendungen. Insbesondere wurde in diesem Bereich mit der Firma DNE im Rahmen dieses Projektes intensiv zusammengearbeitet und so sind bereits Folgeprojekte entstanden. Das Potential von MEMS-IPMC wird insbesondere im Kontext zu Energie Management und Analytik, vor dem Hintergrund der dynamischen Entwicklung dieser Bereiche in den letzten Jahren deutlich. Hier kann die MEMS-IPMC Technologie zukünftig ein wichtiger Baustein sein.

Insgesamt bilden die Ergebnisse aus MEMS-IPMC eine wertvolle Ausgangsbasis für zukünftige Forschung und Produktentwicklungen im Bereich der Strömungsmessung, der CPR Analytik und Pumpenentwicklung sowie Anwendungen für die Kontrolle von kleinen Durchflussmengen. Hierbei waren die KMUs Bartels Mikrotechnik und PlanOptic sehr an den Ergebnissen des Projektes und einer Weiterführung der Arbeiten interessiert.

Dies spiegelt sich auch in der Absicht der PA-Mitglieder wider, deren Arbeitsgebiet in direkten Zusammenhang mit der Raumluftechnik steht, sich für die Weiterführung der Arbeiten hin zu einer 3D-Messung, in einem nachfolgenden Forschungsprojekt zu engagieren.

Weiter ist als indirektes Ergebnis des Projekts zu nennen: Die Etablierung moderner  $\mu$ Prozessor- (PSoC5) und Daten-Transfer (SPI) zur Erfassung, Verarbeitung und Weitergabe von Sensorsignalen bei Hahn-Schickard.

In beiden beteiligten Forschungsstellen (ZBT und Hahn-Schickard) ist durch die Arbeiten in MEMS-IPMC Know-how entstanden, das bestehende Kompetenzen ergänzt, das Angebot an Ingenieurtechnischer Dienstleistung erweitert. Dies geht am ZBT in den Bereich der Elektrolyse- und allgemeinen MEA-Forschung am ZBT und der Universität Duisburg Essen ein und wird durch Hahn-Schickard im Bereich von Material Analyse sowie in die Lehre der Universität Freiburg genutzt.

## 6 Verwendung der Zuwendung (ZBT / HS-VS)

### Forschungsstelle 1: Zentrum für Brennstoffzellen Technik, ZBT:

#### Personaleinsatz

Jahr	Wiss.	Techn.
2017	6,1 PM	-
2018	8,6 PM	-
2019	10,4 PM	-
2020	4,4 PM	-
Summe	29,5 PM	-

Es wurden am ZBT Leistungen des Instituts für Mikroelektronik Stuttgart (IMS Chips) in Höhe von 24565,60 € (netto) für die Fertigung von Si-MEMS-Membranen in Anspruch genommen.

### Forschungsstelle 2: Hahn-Schickard:

#### Personaleinsatz

Jahr	Wiss.	Techn.
2017	4,21 PM	0,47 PM
2018	9,18 PM	0,44 PM
2019	16,11 PM	5,95 PM
2020	0 PM	0,472 PM
Summe	29,5 PM	7,332 PM

Es waren keine Geräte und Leistungen Dritter am HS-VS benötigt.

#### Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit

Die im Rahmen des Forschungsvorhabens durchgeführten Arbeiten waren für die Erreichung der Forschungsziele notwendig und angemessen und folgten im Wesentlichen der Planung im Projektantrag. Die darin formulierten Aufgaben wurden erfolgreich bearbeitet.

## 7 Plan zum Ergebnistransfer in die Wirtschaft (ZBT/HS-VS)

### 7.1 Geplanter Ergebnistransfer während der Projektlaufzeit

Maßnahme	Ziel	Ort / Rahmen	Datum / Zeitraum	Status
Veröffentlichung von Projekt-informationen	Informationen der Öffentlichkeit	Internetseiten und Jahresberichte der Forschungsvereinigung und FS	Fortlaufend während der Projektlaufzeit	✓
Workshop „AiF-Brennstoffzellen-Allianz“	Information von interessierten Firmen zum Projekt, vor allem kmU	Am ZBT im Rahmen von Postern und persönlichen Gesprächen	Mai 2017 Mai 2018 Mai 2019	✓
Hannover-Messe	Info eines breiten Fachpublikums zu Zielen und Ergebnissen des Projektes	Informationsmaterial zum Projekt auf dem Messestand des ZBT und der Hahn-Schickard-Gesellschaft	April 2017 April 2018 April 2019	✓
Compamed Messe	Info eines breiten Fachpublikums zu Zielen und Ergebnissen des Projektes	Informationsmaterial zum Projekt auf dem Messestand der Hahn-Schickard-Gesellschaft	November 2017	✓
wissenschaftliche Vorträge und Poster	Informationen eines breiten Fachpublikums aus der MST	Nat. und Intern. Fachvorträge zu dem Vorhaben, z.B. MEMS, NRW Nano-konferenz	Im Rahmen eines Vortrags bei PowerMEMS 2018	✓
Wissenschaftliche Publikationen	Information eines breiten Fachpublikums zu Zielen und Ergebnissen des Projektes	Fachveröffentlichungen zum Projekt in: Sensors and Actuators, Smart Materials and Structures, etc.	Die bisherigen Ergebnisse erlaubten bisher noch keine wiss. Publikation	X
Information und Beratung interessierter Unternehmen,	Direkter Know-How-Transfer zu Unternehmen, vornehmlich kmU; Informationen zum Projekt	Gezieltes Ansprechen und Information von interessierten	Fortlaufend während der Projektlaufzeit	✓

Maßnahme	Ziel	Ort / Rahmen	Datum / Zeitraum	Status
Entwicklung von Folgeprojekten		Unternehmen außerhalb und innerhalb des PA	insbesondere während PA-Treffen und bei Besuchen auf Messen	
Akademische Lehrveranstaltungen	Information von Studierenden zur Mikrofluidik vor Ihrem Eintritt ins Berufsleben	Akademische Lehre: Prof. Heinzl Prof. Manoli/Prof. Zengerle/ Prof. Zimmermann	Fortlaufend während der Projektlaufzeit	✓
Information von Verbänden	Know-How-Transfer an interessierte Firmen durch Verbände, z. B. Micro-Tec Süd-west, IVAM, MNWP.NRW	Gezieltes Informieren der Repräsentanten der Verbände zum Stand der Arbeiten	Fortlaufend während der Projektlaufzeit	✓
Projektbegleitender Ausschuss (PA)	Kontinuierliche Diskussion von Ausrichtung, Stand der Arbeiten und Detailergebnissen	Vorstellung des Projektes und der Ziele; Diskussion der geplanten Arbeiten; Vorstellung erster Resultate und Festlegung des weiteren Vorgehens;	14.11.2017 (im Rahmen der Compamed in Düsseldorf)  15.08.2019 in Villingen-Schwenningen bei HS	✓

✓ erfolgt

X nicht erfolgt

## 7.2 Geplanter Ergebnistransfer nach Abschluss des Vorhabens

Maßnahme	Ziel	Ort / Rahmen	Datum Zeitraum	Status
Abschlussbericht	Bereitstellung der Forschungsergebnisse.	Webseite - Hahn-Schickard Webseite – ZBT	Juli 2020	✓
Jahresberichte	Publikation der Projektergebnisse	ZBT & Hahn-Schickard	geplant für Frühjahr 2021	○
Präsentation auf Fach-Konferenzen	Publikation der Ergebnisse Multiplikation der Projektergebnisse	Technology Mountains Innovationsforum für Smarte Technologien & Systeme. Donaueschingen	03.2021	○
Wissenschaftliche Publikationen	Information eines breiten Fachpublikums zu Ergebnissen des Projektes	Fachveröffentlichungen zum Projekt in: Sensors and Actuators, Smart Materials and Structures, etc.	Voraus. 2021	○
Aus- und Weiterbildung Einbindung in studentische Ausbildung	Multiplikation der Projektergebnisse	ZBT – Universität Freiburg	Projektlaufzeit und Folgejahre	✓
Akademische Lehrveranstaltungen	Information von Studierenden zur Brennstoffzellentechnik vor Ihrem Eintritt ins Berufsleben	Akademische Lehre: Prof. Heinzl, Univ. Duisburg-Essen Prof. Manoli/Prof. Zengerle, Universität Freiburg Prof. Zimmermann, Universität Stuttgart	Fortlaufend nach Projektende	✓
Information und Beratung interessierter Unternehmen	Direkter Know-How-Transfer zu Unternehmen, vornehmlich kmU; Information zu Ergebnissen des Projektes	Gezieltes Ansprechen und Information von interessierten Unternehmen außerhalb und innerhalb des PA; Übersenden des Abschlussberichtes	Fortlaufend nach Projektende	✓
Information von Verbänden	Institutionalisierter Know-How-Transfer an interessierte Firmen durch Verbände: Micro-Tec Südwest, IVAM, MNWP.NRW	Gezieltes Informieren der Repräsentanten der Verbände zu den Arbeiten; Übersenden des Abschlussberichtes	Fortlaufend nach Projektende	✓

<b>Maßnahme</b>	<b>Ziel</b>	<b>Ort / Rahmen</b>	<b>Datum Zeitraum</b>	<b>Status</b>
Workshop „AiF-Brennstoffzellen-Allianz“	Information von interessierten Firmen zum Projekt, vor allem kmU	Am ZBT im Rahmen von Postern und persönlichen Gesprächen	Mai 2021	○
Hannover-Messe	Info eines breiten Fachpublikums zu Zielen und Ergebnissen des Projektes	Informationsmaterial zum Projekt auf dem Messestand des ZBT und der Hahn-Schickard-Gesellschaft	2021	○
Planung und Beantragung eines Folgeprojekts	Weiterentwicklung des MEMS-IPMC-Konzepts	IGF-Projekt	Einreichung geplant für 2021	○

✓ erfolgt



nicht erfolgt



in Bearbeitung



geplant

### **7.3 Einschätzung zur Realisierbarkeit des vorgeschlagenen und aktualisierten Transferkonzepts in die Wirtschaft**

Das vorgeschlagene und aktualisierte Transferkonzept hat sich im Projektverlauf größtenteils als realisierbar erwiesen.

Die erzielten Ergebnisse wurden sowohl innerhalb der Treffen des PbA als auch bei öffentlichen Präsentationen und Messen Vertretern der Wirtschaft präsentiert.

Hinter der ursprünglichen Planung blieben leider Applikations- und Feldtests bei durch im PbA vertretene Firmen zurück was in erster Linie fehlenden personellen Ressourcen bei diesen Partnern geschuldet war. Zudem war das Interesse der im PbA vertretenen Firmen geringer als es während der Beantragung erwartet wurde, weswegen nur zwei Sitzungen des projektbegleitenden Ausschusses realisiert werden konnten. Aufgrund der geringen Resonanz, mussten weitere Partner für das Projekt gewonnen werden um alle Arbeiten abschließen zu können. Für eingeplante vorhabensbezogene Aufwendungen der Wirtschaft mussten zudem Ersatzlieferanten identifiziert werden.

Über die Weiterführung der Arbeiten hin zu einem funktionierenden Mikroelektrolyseur wird mit allen bisherigen Partnern intensiv diskutiert – ein weiteres IGF-Projekt erscheint dafür als passender Rahmen.

Eine vielfältige Publikation der Ergebnisse aus MEMS-IPMC wird durch ZBT und Hahn-Schickard auch über das Projektende hinaus verfolgt, um eine möglichst breite Anzahl potentieller Anwender aufmerksam zu machen.

## 8 Danksagung

Das IGF-Vorhaben 18593 N der Forschungsvereinigung **Umweltechnik** über die AiF im Rahmen des Programms zur Förderung der industriellen Gemeinschaftsförderung und Entwicklung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Technologie aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.

Die Forschungseinrichtungen, Zentrum für Brennstoffzellen Technik, ZBT und Hahn-Schickard Villingen-Schwenningen, möchten für diese Förderung und Unterstützung ausdrücklich danken.

Die Forschungseinrichtungen danken zudem den Mitgliedern des projektbegleitenden Ausschusses für die Unterstützung bei der Bearbeitung des Forschungsvorhabens durch die fruchtbaren Diskussionen und kritischen Anmerkungen bei der Planung des Projektes, in den Sitzungen des projektbegleitenden Ausschusses und bei den Arbeitstreffen in den Unternehmen sowie den Forschungsstellen.

Mitglieder des projektbegleitenden Ausschusses waren (in alphabetischer Reihenfolge):

AFT GmbH Herr Bartels	Craft-Zeiss-Straße 6 75248 Ölbronn-Dürrn
Bartels Mikrotechnik GmbH Dr. Johann Dorner	Otto-Hahn-Strasse 15 44227 Dortmund
DNE GmbH Norbert Kaspers	Bergstrasse 10 92253 Schnaittenbach
FuMATech Dr. Michael Jeske	Carl-Benz-Straße 4 74321 Bietzigheim
GeSiM Hr. Howitz	Bautzner Landstrasse 45 01454 Grosserkmannsdorf
IKAM GmbH	Universitätsplatz 2 39106 Magdeburg
MiNaCon Johannes Herrnsdorf	Auf dem Schnee 104 c 58313 Herdecke
Parker Hannifin Marc Zimmermann	Am Metallwerk 9 33659 Bielefeld
PlanOptik AG Michael Schilling	Über der Bitz 3 56479 Elsoff
SensLab Gesellschaft zur Entwicklung und Herstellung bioelektrochemischer Sensoren mbH Hr. Gründig	

smart membranes GmbH  
Monika Lelonek

Heinrich-Damerow-Str. 4  
06120 Halle (Saale)