
Entwicklung von Drucksensorkonzepten auf Basis von Parameteränderungen an photonischen Kristallen zur Kleinstdruckmessung

Dissertation

zur Erlangung des akademischen Grades Doktor der Ingenieurwissenschaften (Dr.-Ing.)
der Technischen Fakultät der Christian-Albrechts-Universität zu Kiel
Torben Karrock | Kiel | Juni 2021



Erste Gutachterin Prof. Dr. Martina Gerken
Zweiter Gutachter Prof. Dr. Robert Rieger
Datum der mündlichen Prüfung 25.10.2021

DANKSAGUNG

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit in der Arbeitsgruppe für Integrierte Systeme und Photonik am Institut für Elektrotechnik und Informationstechnik der Technischen Fakultät der Christian-Albrechts-Universität zu Kiel.

Ich möchte mich bei allen beteiligten Personen bedanken, die mich bei der Anfertigung meiner Dissertation unterstützt haben.

An erster Stelle gilt mein Dank meiner Betreuerin Prof. Dr. Martina Gerken für die Möglichkeit, diese Arbeit anzufertigen, und ihre ausgezeichnete Betreuung und Unterstützung bei der Umsetzung der gesamten Arbeit.

Außerdem bedanke ich mich bei meinen Kollegen der Arbeitsgruppe für die fachliche Unterstützung, die produktiven Diskussionen und die gute Zusammenarbeit.

Des Weiteren gilt mein Dank auch meinen Hiwis, Bachelor- und Masterstudenten für ihre geschätzten Beiträge.

Dank der gesamten Arbeitsgruppe entstand ein Arbeitsklima, durch das ich mich während meiner gesamten Zeit dort sehr unterstützt und wohl gefühlt habe.

Auch bei meinen Freunden möchte ich mich für ihren Zuspruch bedanken.

Meiner Familie danke ich herzlich für ihre Geduld und ihre Ermutigungen während der Arbeit an dieser Dissertation, die Förderung meines Studiums und dafür, dass sie immer für mich da ist.

Besonderer Dank gilt meinem Partner, Torben, für seine Unterstützung, den Rückhalt und die Energie, die ich durch ihn immer wieder erhalte.

VERÖFFENTLICHUNGEN IN FACHZEITSCHRIFTEN

- (1) Y. Nazirizadeh, **T. Karrock**, and M. Gerken, "Visual device for pressure measurement using photonic crystal slabs", Opt. Lett., vol. 37, no. 15, pp. 3081–3, 2012.
- (2) Y. Nazirizadeh, F. Von Oertzen, **T. Karrock**, J. Greve, and M. Gerken, "Enhanced sensitivity of photonic crystal slab transducers by oblique-angle layer deposition", Opt. Express, vol. 21, no. 16, pp. 187–193, 2013.
- (3) S. Jahns, M. Bräu, B.-O. Meyer, **T. Karrock**, S. Gutekunst, L. Blohm, C. Selhuber-Unkel, R. Buhmann, Y. Nazirizadeh, and M. Gerken, "Handheld imaging photonic crystal biosensor for multiplexed, label-free protein detection", Biomed. Opt. Express, vol. 6, no. 10, p. 3724, 2015.
- (4) **T. Karrock** and M. Gerken, "Pressure sensor based on flexible photonic crystal membrane", Biomed. Opt. Express, vol. 6, no. 12, p. 4901, Dec. 2015.
- (5) **T. Karrock**, M. Paulsen, and M. Gerken, "Flexible photonic crystal membranes with nanoparticle high refractive index nanoparticle layers", Beilstein J. Nanotechnol., vol. 8, no. 1, pp. 203–209, 2017.
- (6) C. Kallweit, M. Bremer, D. Smazna, **T. Karrock**, R. Adelung, and M. Gerken, "Photoresponsive hierarchical ZnO-PDMS surfaces with azobenzene-polydopamine coated nanoparticles for reversible wettability tuning", Vacuum, vol. 146, 2017.

KONFERENZ-BEITRÄGE

- (1) **T. Karrock**, J. Schmalz, Y. Nazirizadeh, and M. Gerken, "Fabrication of Flexible Photonic Crystal Slabs", in MRS Proceedings (USA), 2014, vol. 1698.
- (2) S. Jahns, F. von Oertzen, **T. Karrock**, Y. Nazirizadeh, and M. Gerken, "Photonic crystal slabs for biosensing", in Progress in Electromagnetics Research Symposium Proceedings (China), 2014.
- (3) M. Bremer, J. Schmalz, **T. Karrock** and M. Gerken, "Photonic crystals for flexible OLEDs", Thinfacce Summer School, Alsion Sonderburg (Denmark) 2014.
- (4) **T. Karrock** and M. Gerken, „Optisch auslesbarer Drucksensor auf Basis einer nanostrukturierten Membran“, MikroSystemTechnik ,Kongress 2015, (Germany) 2015.

- (5) C. Kallweit, M. Bremer, **T. Karrock** and M. Gerken, "Nanoparticle-enhanced photoresponsive surfaces for wettability switching in integrated systems", Symposium D: Nanomaterials – electronics & -photonics E-MRS Fall Meeting, Warsaw (Poland) 2016.
- (6) **T. Karrock** and M. Gerken, "Pressure Sensor for Remote Readout in Aqueous Environment", Proc. AMA SENSOR 2017 and IRS² 2017, (Germany), 2017.
- (7) C. Kallweit, R. Adelung, M. Bremer, M. Gerken, **T. Karrock** and D. Smazna "Effect of deposition process of photoresponsive nanoparticles and substrate choice on wettability properties", Euro Intelligent Materials 2017, Kiel (Germany) 2017.

BETREUTE ARBEITEN

- Bachelorarbeit: „Herstellung und Charakterisierung photonischer Kristalle in dehnbaren Polymermembranen“, Semra Akyol (2013)
- Bachelorarbeit: „Entwicklung eines Messsystems zur Auswertung eines optischen Augeninnendrucksensors“, Jan Balke (2013)
- Masterarbeit: „Optical Tilt and Strain Measuring Strip basing on Photonic Crystals“, Moritz Paulsen (2015)
- Masterarbeit: „Betrachtung und Analyse des Frakturheilungsverlaufes mittels eines glasfaserbasierten, optoelektronischen Messsystems“, Roger Kwee (2015)

Zusammenfassung

Diese Arbeit beschäftigt sich mit der Problemstellung der Druckmessung von geringen Druckdifferenzen im Bereich bis ca. 3000 Pascal (Pa). Dies sind Druckdifferenzen, wie sie z. B. im Inneren des menschlichen Auges auftreten, weshalb diese Arbeit auch mit dem Fernziel der Realisierung eines implantierbaren Drucksensors für das Auge durchgeführt wurde. Im Speziellen ging es hierbei um eine Druckmessung mittels mechanischer Verformung einer Membran und die Wandlung dieses mechanischen in ein optisches Signal. Diese Wandlung geschah über den Einsatz planarer photonischer Kristallstrukturen.

Die Verformung einer Membran, die ein abgeschlossenes Referenzvolumen gegenüber dem zu messenden Druckniveau begrenzte, wurde in der ersten der beiden in dieser Arbeit untersuchten Methoden genutzt. Der photonische Kristall auf ihrer Oberfläche wurde verformt und so sowohl die Periodizität, also auch Bestrahlungswinkel und Hochindexmaterialstruktur, geändert. Diese Änderung schlug sich in einer lokalen Änderung der Modenstruktur nieder, welche durch entsprechende Filterverfahren als Farbmuster sichtbar gemacht wurden.

Speziell für diesen Sensor wurde im Rahmen dieser Arbeit eine Methode zur Herstellung eines sehr flexiblen, gleichzeitig aber auch stabilen planaren photonischen Kristalls entwickelt. Nur mit einem solchen Kristall ließ sich eine wiederholte starke Verformung ohne Verschleiß des Kristalls in ein Farbmuster umwandeln. Der Kristall basiert auf einer nanostrukturiert geprägten Polymermembran, die über ein Spinocoat-Verfahren eine Hochindexschicht zur Wellenleitung aus Hochindexnanopartikeln erhält.

In der zweiten Methode zur Druckmessung wurde die Verformung einer Polymermembran durch den zu messenden Druck dazu genutzt, die Membran gegen eine plane Fläche zu pressen. Die Größe der Berührungsfläche stand hierbei in Korrelation zum anliegenden Druck. Um die Auswertbarkeit der Fläche zu verbessern, wurde die plane Oberfläche mit einem planaren photonischen Kristall versehen. Durch die Berührung der Membran entstand an dieser Stelle eine starke Erhöhung des für die Moden im Kristall effektiven Brechungsindex, da die Membran selbst einen deutlich höheren Brechungsindex aufwies als das vorher präsente Gasvolumen. So ergab sich

eine starke lokale Modenverschiebung, welche sich wiederum mit entsprechender Filterung als starker Farbkontrast sichtbar machen ließ.

Für beide Methoden konnten Sensoren hergestellt werden, deren Sensorfläche einen Durchmesser in der Größenordnung eines Millimeters besaßen. Hierdurch wurde gezeigt, dass sie, was die Größendimensionen angeht, für einen möglichen Einsatz als implantierbarer Augeninnendrucksensor in Frage kamen. Auch konnten erfolgreich wiederholt Druckkurven mit diesen Sensoren aufgenommen werden.

Zu den in dieser Arbeit nicht mehr gelösten Herausforderungen gehören materialtechnische Probleme. Durch die Membran konnten über die Zeit Gase und Flüssigkeiten diffundieren, was eine Dekalibrierung des Sensors zur Folge hatte. Dies müsste durch andere Materialien für die Membran oder eine Versiegelung stark reduziert werden. Eine weitere Herausforderung für die Zukunft ist in der zweiten Messmethode die Adhäsion der Membran zum planaren photonischen Kristall. Diese sorgt dafür, dass bei einem abfallenden Druck die Berührungsfläche nicht im gleichen Maß kleiner wurde, wie sie beim Druckanstieg anwuchs. Eine Veränderung der Materialien oder der Oberflächeneigenschaften sowohl des Kristalls als auch der Membran könnten dieses Problem lösen.

Summary

This thesis deals with the problem of pressure measurement of low-pressure differences in the range up to approx. 3000 Pascal (Pa). These are pressure differences, as they occur for instance inside the human eye, which is why this work was also carried out with the long-term goal of realizing an implantable pressure sensor for the eye. In particular, it deals with pressure measurement by means of mechanical deformation of a membrane and the conversion of this mechanical signal into an optical signal. This conversion takes place through the use of planar photonic crystal structures.

The deformation of a membrane, which limited a reference volume against the pressure level to be measured, was used in the first of the two methods investigated in this work. The photonic crystal on its surface was deformed, changing the periodicity, as well as the irradiation angle and the high-index material structure. These changes were reflected in a local change in the mode structure, which has been made visible as a colour pattern using an appropriate filtering process.

Especially for this sensor a method for the production of a very flexible, but at the same time stable, planar photonic crystal was developed in scope of this work. Only with such a crystal a strong repetitive deformation could be converted into a colour pattern without damage to the crystal. The crystal was based on a nano-structured embossed polymer membrane, which was given a high-index layer from high-index nanoparticles using a spin-coat process as a waveguide.

In the second method of pressure measurement, the deformation of a polymer membrane, which is caused by the pressure to be measured, was used to press the membrane against a flat surface. The size of the contact area is related to the pressure applied. In order to improve the evaluability of the contact surface, the planar surface was provided with a planar photonic crystal. The membrane touching the photonic crystal surface resulted in a strong increase in the effective refractive index for the modes in the crystal in that area, since the membrane itself had a significantly higher refractive index than the gas volume previously present. This creates a strong local mode shift, which in turn could be made visible as a strong colour contrast with appropriate filtering.

For both methods it was possible to produce sensors with a sensor area diameter in the order of a millimetre. This showed that they would be suitable for usage as an implantable intraocular pressure sensor in terms of size. Pressure curves could also be successfully recorded repeatedly with these sensors.

Problems in terms of the materials belong to the challenges not solved in this thesis. Gases and liquids could diffuse through the membrane over time, which resulted in a decalibration of the sensor. This would have to be greatly reduced by using other materials for the membrane or sealing of the surface. Another challenge for the future is the adhesion of the membrane to the planar photonic crystal in the second measurement method. This ensures that when the pressure drops, the contact surface does not become smaller to the same extent as it grew when the pressure increased. Changing the materials or the surface properties of both the crystal and the membrane could solve this problem.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung.....	2
1.1	Biologie des Auges.....	3
1.1.1	Aufbau des Auges.....	4
1.1.2	Das Glaukom	5
1.1.3	Augeninnendruckmessung.....	6
1.2	Stand der Technik / Sensorkonzepte.....	7
1.3	Struktur dieser Arbeit.....	11
2	Theoretische Grundlagen	14
2.1	Photonische Kristalle	14
2.1.1	Ein- und Auskoppelverhalten eines planaren photonischen Kristalls	16
2.1.2	Ausleseverfahren	18
2.2	Materialien.....	24
2.2.1	Polydimethylsiloxan (PDMS).....	24
2.2.2	PEO PDMS.....	26
2.2.3	TiO ₂ /ZnO-Partikel	28
3	Flexible photonische Kristalle	32
3.1	Herstellung	32
3.2	Charakterisierung	35
3.2.1	Alternatives Hochindexmaterial: ZnO.....	45
3.3	Zusammenfassung	47
4	Wölbungsdrucksensor	48
4.1	Messprinzip	48
4.2	Design	48
4.2.1	Druckanalyse mit dem Boyle-Mariott'schen Gesetz.....	50
4.3	Wölbungssensorsimulationen.....	53

4.3.1	Analytisches Modell	53
4.3.2	Finite-Elemente-Modell mit COMSOL.....	58
4.3.3	Optimieren der Simulation mit experimentellen Daten	63
4.3.4	Mustervorhersage mit Hilfe von Turnbull	72
4.4	Herstellung	81
4.5	Druckexperimente	86
4.5.1	Messung in Luft.....	87
4.5.2	Vergleich in Luft und Wasser	92
4.5.3	Messungen in Wasser	95
4.5.4	Messungen ohne geschlossenes Referenzvolumen.....	97
4.6	Fazit.....	105
5	Gegenpressdrucksensor	108
5.1	Messprinzip	108
5.2	Design	110
5.2.1	Druckanalyse mit dem Boyle-Mariott'schen Gesetz.....	112
5.3	Herstellung	114
5.4	Druckexperimente	118
5.4.1	Messungen zur Wiederholbarkeit.....	120
5.4.2	Messung ohne geschlossenes Referenzvolumen.....	125
5.5	Zusammenfassung	129
6	Fazit und Ausblick	132
	Literaturverzeichnis	138
	Eigenanteil an Veröffentlichungen	144
	Anhang: Druckkammerbeschreibung	146

1 Einleitung

Das Glaukom, auch grüner Star genannt, bezeichnet eine Reihe von Augenerkrankungen, die auf lange Sicht den Sehnerv schädigen und zerstören können. Sie lassen sich nicht heilen und der Sehnerv lässt sich nicht regenerieren. Diese Gruppe der Erkrankungen gehört in den Industrienationen mit zu den häufigsten Erblindungsursachen. 2010 konnten etwa 6 % aller Erblindungen weltweit auf Glaukomerkrankungen zurückgeführt werden [1]. Bei den über 40-jährigen Personen liegt der Anteil an Glaukomerkrankungen bei über 2,6 % weltweit [2]. Aus diesem Grund sind eine frühzeitige Diagnose und permanentes Monitoring für eine angepasste Behandlung, die den Verlauf der Krankheit stoppt, von entscheidender Bedeutung für das Augenlicht des Patienten.

Ein großer Teil dieser Erkrankungen äußert sich durch einen erhöhten Augeninnendruck. Genau dieser erhöhte Augeninnendruck ist es, der mechanisch den schwächsten Teil der Augeninnenfläche, den Austrittspunkt des Sehnervs, schädigt. Hierbei sterben die Nervenfasern bei der größten Gruppe dieser Erkrankungen langsam über Monate und Jahre von außen nach innen ab und schränken so das Sichtfeld unmerklich immer weiter ein. Der Patient kann schon einen Großteil seiner Sehfähigkeit eingebüßt haben, bevor ihm dies selbst bewusst wird. Für die Diagnose reicht in vielen Fällen schon die Überwachung des Augeninnendrucks aus. Momentan geschieht dies ausschließlich in der Augenarztpraxis mittels einer von mehreren Tonometriemethoden, bei denen auf unterschiedliche Weise eine Verformung der Hornhaut von außen unter kontrollierten Bedingungen erzeugt wird. Über Beobachtung und Messung der Rahmenparameter kann ein Rückschluss auf den im Augeninneren herrschenden Druck gezogen werden.

Diese Art der Messung hat mehrere Nachteile. Zum einen kann nur eine begrenzte Genauigkeit erreicht werden, da der Druck nicht direkt im Auge, sondern durch die Hornhaut hindurch gemessen wird. Da diese aber bei verschiedenen Patienten mehr oder weniger stark variieren kann, sind keine exakten Messungen möglich. Ein weiterer Punkt ist, dass solch eine Messung nur eine Momentaufnahme zeigt. Der Augeninnendruck schwankt im Tagesverlauf und je nach Tätigkeit des Patienten schon um relevante Größenordnungen. So kann der Druck bei einer nur einfachen Messung leicht unter- oder überschätzt werden. Dies führt zum dritten Nachteil: Für eine korrekte

Medikation muss der Druckverlauf über den Tag hinweg beobachtet werden. Da die Messungen nur beim Augenarzt und in manchen Fällen nur mit einer Betäubung des Auges stattfinden, ist die Aufnahme eines Druckverlaufs über ein oder mehrere Tage eine sehr umständliche Angelegenheit. Diese kann mehrere Besuche am gleichen Tag in einer Praxis oder eine stationäre Aufnahme des Patienten erfordern und ihn zusätzlich belasten.

Aus diesem Grund werden in dieser Arbeit zwei neue Sensorkonzepte für die Messung des Augeninnendrucks vorgestellt. Im Gegensatz zur herkömmlichen Technik handelt es sich um Implantate, die den Druck direkt im Inneren des Auges messen können, die Auslesung vereinfachen und es dem Patienten später sogar ermöglichen, die Messungen selbst während seiner normalen Tagesabläufe ohne größere Störungen durchzuführen. So wird die Aufnahme von Druckkurven unter realistischen Bedingungen ermöglicht, die den Patienten nicht behindert und eine besser abgestimmte Medikation ermöglicht.

Für die Implantation wird hier der Ansatz gewählt, dass keine zusätzliche Operation für diesen Sensor nötig ist. Es wird stattdessen die Operation für eine Kataraktbehandlung genutzt. Bei der Katarakt, die auch grauer Star genannt wird, trübt sich die Linse durch Einlagerungen und wird zu diffus und undurchsichtig, um eine akzeptable Sehfähigkeit gewährleisten zu können. Die Behandlung hierfür ist ein Austausch der Augenlinse durch eine Kunstlinse. Diese Operation ist eine der häufigsten in der westlichen Welt. Auf die eingebrachte Kunstlinse sollen die Augeninnendrucksensoren, die in dieser Arbeit präsentiert werden, integriert und somit ins Auge gebracht werden. Dies hat zwar den Nachteil, dass nur Patienten mit einer Katarakterkrankung diese Sensoren erhalten, dies erspart jedoch eine zusätzliche Operation. Darüber hinaus bietet es ein praktisches Trägersubstrat für den Sensor und aufgrund der Häufigkeit dieser Erkrankung, vor allem im Alter, kann so trotzdem noch eine große Zahl potenzieller Glaukompatienten mit diesen Sensoren ausgestattet werden.

1.1 Biologie des Auges

Da sich diese Arbeit mit dem Auge, dem Glaukom und der Diagnose dessen durch Augeninnendruckmessungen beschäftigt, wird in diesem Kapitel eine detailliertere Beschreibung dieser drei Themen vorgenommen. Dies dient zur besseren

Orientierung, auch in Bezug auf den späteren Einsatzort, hinsichtlich der in dieser Arbeit vorgestellten Sensorprinzipien.

Das Auge ist für Menschen eines der wichtigsten, wenn nicht sogar das wichtigste Sinnesorgan. Wir nehmen über das Auge eine enorme Menge an Informationen über unsere Umwelt auf. Im Folgenden wird der Aufbau des Auges in Kürze dargestellt.

1.1.1 Aufbau des Auges

Das menschliche Auge ist ein optischer Apparat, der über ein adaptierbares Linsensystem ein Bild der Umgebung auf die Netzhaut abbildet. Dieses Bild wird mit den dort vorhandenen Sinneszellen in für das Gehirn verwertbare Signale der Umgebung umgewandelt und an dieses über den Sehnerv weitergeleitet. Der für diese Arbeit hauptsächlich interessante Teil des Auges besteht aus dem Augapfel (Abbildung 1.1: a).

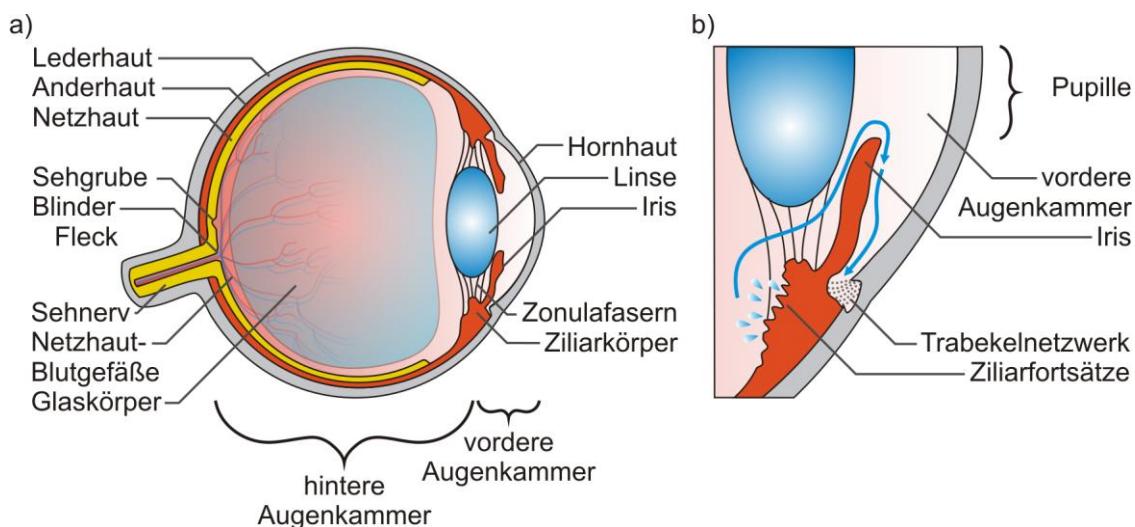


Abbildung 1.1: a) Schematischer Aufbau des Augapfels. b) Kammerwasser-Produktion in den Ziliarfortsätzen, Strömung von der hinteren in die vordere Augenkammer und Abfluss des Kammerwassers durch das Trabekelnetzwerk [3].

Er ist ein nahezu kugelförmiger Körper mit einem Durchmesser beim Erwachsenen von etwa 24 mm, dessen äußere Hülle aus drei Schichten besteht. Die innerste Schicht, die Netzhaut mit ihren Sinneszellen, ist zur Umwandlung der abgebildeten Umgebung in Nervensignale zuständig. Die Nervenbahnen werden am blinden Fleck gebündelt und gehen dort in den Sehnerv über. Über diesen werden die Signale an das Gehirn weitergeleitet. Nach vorn liegt eine Öffnung in den drei erwähnten Hautschichten, welche durch die transparente Hornhaut abgeschlossen wird. Diese bildet zusammen mit der Linse, die eine Größe von etwa 6,5 bis 9 mm hat, und dem

Kammerwasser den sogenannten dioptrischen Apparat und ermöglicht die scharfe Abbildung der Umgebung auf die Netzhaut. Die Linse besteht aus zwiebelartigen Schichten von elastischen Zellfasern. Sie ist über ihren äquatorialen Rand mit Hilfe der sogenannten Zonulafasern am Ziliarkörper aufgehängt, der die Akkommodation, also das Justieren des optischen Apparats für eine scharfe Abbildung durch die Verformung der Linse ermöglicht.

Der Ziliarkörper geht über in die Iris, die als durchstimmbare Blende die Lichteinstrahlung ins Auge reguliert. Die Freiräume zwischen diesen Elementen sind mit Kammerwasser gefüllt. Diese ständig in den Ziliarfortsätzen gebildete klare Flüssigkeit versorgt unter anderem die Linse und die Innenseite der Hornhaut mit Nährstoffen, da diese keine eigene Blutversorgung besitzen. Das Kammerwasser fließt von der hinteren Augenkammer, in der es gebildet wird, an der Linse vorbei durch die Pupille in die vordere Augenkammer und kann dort durch ein siebartiges Geflecht im Augenwinkel, dem Trabekelnetzwerk, auch Schlemm-Kanal genannt, wieder abfließen (Abbildung 1.1: b). Produktion und Abfluss sind so tariert, dass ein leichter Überdruck von 10 bis 20 Millimeter-Quecksilbersäule (mmHg) im Auge entsteht. Dieser Überdruck sorgt ebenfalls für eine stabile Form des Augapfels und somit eine stabile optische Abbildung (für detailliertere Informationen über die Anatomie des Auges siehe [3]).

Im Alter kann durch Einlagerungen in der Linse eine Trübung entstehen, die das Sehen behindert. Wird diese Trübung zu stark, spricht man vom Katarakt oder auch grauen Star. Die Behandlung der Katarakt ist ein Entfernen der Linse, die durch eine Kunstlinse ersetzt wird. Auch diese Erkrankung spielt im Zusammenhang mit dieser Arbeit eine Rolle. Da die Operation aufgrund der Art der Erkrankung bei verhältnismäßig vielen Menschen durchgeführt wird, stellt sie eine gute Gelegenheit dar, zusätzlich zur Kunstlinse weitere Funktionalitäten ins Auge einzubringen. Die Grundidee ist, die beim Katarakt eingesetzte Kunstlinse mit dem in dieser Arbeit vorgestellten Drucksensor auszurüsten und so eine zusätzliche Implantation überflüssig zu machen.

1.1.2 Das Glaukom

Das Glaukom bezeichnet eine Reihe von Augenkrankheiten, die einen Verlust von Nervenfasern zur Folge haben [4]. Bei fortgeschrittenem Krankheitsverlauf macht sich dies vor allem an der Austrittsstelle des Sehnervs bemerkbar und führt zu

charakteristischen Gesichtsfeldausfällen bis hin zur Erblindung. Erhöhter Augeninnendruck ist hierbei einer der wichtigsten Risikofaktoren. Dieser kann, falls er über längere Zeit unbehandelt bleibt, den Sehnerv zerstören. Ursache für den erhöhten Augeninnendruck ist ein Ungleichgewicht zwischen Kammerwasserproduktion und dessen Abfließen über das Trabekelnetzwerk. Wenn es sich nicht um ein Engwinkel-Glaukom handelt, bei dem der Augeninnendruck sprunghaft und sehr stark ansteigt, was sich durch starke Schmerzen bemerkbar macht, bleibt das Glaukom, das dann als Offenwinkel-Glaukom bezeichnet wird, vom Betroffenen meist lange unbemerkt. Die Gesichtsfeldausfälle beginnen am Rand des Sehfeldes und können zum Teil vom anderen Auge ausgeglichen werden. Das Offenwinkel-Glaukom verläuft auch völlig schmerfrei, was eine Selbstdiagnose ebenfalls erschwert.

Schädigungen der Nerven sind nicht wieder zu beheben und es ist auch keine Heilung des Glaukoms möglich. Das Therapieziel ist eine Senkung des Augeninnendrucks unter eine je nach Patient*in individuelle kritische Grenze. Diese Grenze muss im Behandlungsverlauf erst mit Hilfe von häufigen Messungen des Augeninnendrucks ermittelt werden. Eine Behandlung erfolgt zumeist medikamentös. Die Medikamente stellen die Kammerwasserproduktion so ein, dass der kritische Druck nicht überschritten wird. Hierzu müssen die Medikamente meist mehrmals täglich ins Auge geträufelt werden. Es gibt noch andere Behandlungsmöglichkeiten. Zum Beispiel kann eine operative Erweiterung der Abflussmöglichkeit des Kammerwassers durch das Trabekelnetzwerk durchgeführt werden. Durch eine Laserbehandlungen können die Ziliarfortsätze teilweise verödet werden, um so die Produktion des Kammerwassers zu reduzieren. Auch können mithilfe eines Lasers neue Abflussmöglichkeiten im Trabekelnetzwerk geschaffen oder kleine Abflussröhren in die Hornhaut eingesetzt werden, um dem Kammerwasser einen zusätzlichen Ausgang zu schaffen. Diese Behandlungen bringen zumeist keine endgültige Heilung und müssen, soweit dies möglich ist, wiederholt werden. Der Einsatz der unterschiedlichen Behandlungsmöglichkeiten liegt im Ermessen des Arztes und muss je nach Patient und Ausprägung des Glaukoms entschieden werden.

1.1.3 Augeninnendruckmessung

Wie im vorangegangenen Abschnitt bereits erwähnt, ist die Messung des Augeninnendrucks einer der wichtigsten Bestandteile einer Glaukomdiagnose und

deren Behandlung. Es gibt verschiedene Möglichkeiten, den Augeninnendruck zu messen. Zu ihnen gehören die Applanationstonometrie, Impressionstonometrie, die Non-Contact-Tonometrie, Transpalpebrale Scalerale Tonometrie und die Dynamic Contour Tonometrie ([4] Kap. 4).

Die gängigste Methode ist die Applanationstonometrie. Hierbei wird vom Arzt ein beleuchteter flacher Stempel aufs Auge gedrückt und die Kraft gemessen, welche nötig ist, um das Auge so weit abzuflachen, bis der Stempel vollflächig aufliegt (Abbildung 1.2). Zur visuellen Überprüfung mit Hilfe der Spaltlampe, ob dieser Punkt erreicht ist, muss vor der Untersuchung ein Farbstoff ins Auge geträufelt werden. Da bei dieser Untersuchung ein direkter Kontakt zum Auge hergestellt wird, muss zusätzlich ein Betäubungsmittel ins Auge gegeben werden, welches zwar das Sehen nicht beeinträchtigt, aber das Auge unempfindlich gegen Berührungen macht.

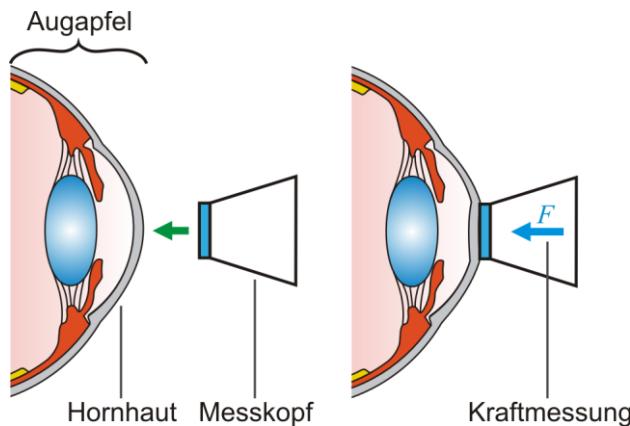


Abbildung 1.2: Schematische Darstellung der Applanationstonometrie am menschlichen Auge.

Diese und ähnliche Messmethoden messen allerdings den Druck immer nur indirekt. Effekte wie von Patient zu Patient unterschiedliche Hornhautstärken können die Kraftmessung beeinflussen. Somit kann der wirkliche Augeninnendruck vom gemessenen Wert um mehrere mmHg abweichen [5]. Bisher sind Augeninnendruckmessungen nur in Arztpraxen möglich, was zu einem enormen Aufwand für Patienten führt, da diese Messungen während des Krankheitsverlaufs und vor allem während der Einstellphase für Medikamente häufig durchgeführt werden müssen.

1.2 Stand der Technik / Sensorkonzepte

Für die Einordnung dieser Arbeit in den aktuellen Stand der Technik sind verschiedene Aspekte von Bedeutung, da diese Arbeit thematisch unterschiedliche Themenbereiche berührt. Ein Kernaspekt ist die Augeninnendruckmessung. Hierfür werden in der Praxis

verschiedene Tonometrieverfahren eingesetzt. Die gängigste Methode ist die Applanationstonometrie, welche von Hans Goldmann entwickelt und beschrieben wurde [6]. Hierbei wird ein kleiner Stempel auf die Cornea des Auges gedrückt und die Kraft gemessen, welche für ein bestimmtes Maß an Verformung nötig ist. Eine andere Methode ist die Impressionstonometrie, schon im 19. Jahrhundert von Prof. Hjalmar Schiøtz entwickelt. Hierbei wird bei einer liegenden Person das sogenannte Schiøtz-Tonometer aufs Auge gesetzt. Es wird geprüft, wie tief ein kleiner Metallstift mit einem definierten Gewicht die Hornhaut verformen kann. Eine modernere Methode ist die Non-Contact-Tonometrie. Bei dieser Methode wird ein kurzer Luftpuls auf das betreffende Auge geschossen und dessen Verformung mittels Kamera beobachtet [7]. Eine sich momentan noch in der Entwicklung befindliche Möglichkeit der Augeninnendruckmessung ist eine auf das Auge aufgebrachte Kontaktlinse, welche mittels Dehnungsmessstreifen ihre eigne Verformung und damit auch die Verformung der Cornea messen kann. Die Energie und Datenübermittlung geschieht hierbei über Induktion bzw. Funk. Allerdings können so momentan nur relative Änderungen und keine Absolutwerte gemessen werden [8]. In einer weiteren Arbeit wurde eine ähnliches Prinzip der Messung auf Grundlage eines dehnungsempfindlichen Materials zur Messung der Cornea-Verformung vorgestellt [9].

All diese Methoden haben den Nachteil, dass sie den Druck nur indirekt über die Verformung der Cornea bestimmen können. Da diese allerdings in ihren Eigenschaften von Patient zu Patient unterschiedlich sein kann, sind gewisse Schwankungen der Messgenauigkeit unvermeidlich. Aus diesem Grund gibt es verschiedene Ansätze, den Druck direkt im Inneren des Auges über ein Implantat zu vermessen.

Ning Xue et al. haben in ihrer Veröffentlichung einen solchen Sensor vorgestellt. Er basiert auf einem Schwingkreis, der an eine Induktionsschleife angeschlossen ist und von außen mit einer weiteren Spule angeregt werden kann. So kann von außen dann auch die Resonanzfrequenz des Schwingkreises bestimmt werden. Diese ändert sich durch die Bauform bei Druckänderungen der Umgebung des Sensors [10]. Es wurden noch weitere Veröffentlichungen über andere Sensoren, die mit ähnlichen Prinzipien den Augeninnendruck vermessen, publiziert [11], [12]. All diese Methoden weisen die Gemeinsamkeit auf, dass zum einen teils empfindliche elektronische Komponenten ins Auge implantiert und zum andern diese auch mit Energie versorgt werden müssen. Die Energieversorgung geschieht entweder durch Induktion, durch Energiespeicher

oder z. B. auch durch Solarzellen [13]. Dies macht sie anfällig, bringt ggf. nicht biokompatible Materialien ins Auge und erfordert teils aufwändige Peripheriegeräte. Ein anderer Ansatz sind mehr mechanische Messprinzipien, welche auf optischem Weg ausgelesen werden können. Po-Jui Chen et al. zeigen in ihrer Veröffentlichung einen spiralförmig aufgewickelten Hohlkörper. Dieser generiert aufgrund seiner Geometrie bei Druckänderung eine auf- oder abwickelnde Bewegung, die einen Zeiger am Ende der Spirale mitbewegt, über den der Druckwert abgelesen werden kann [14]. Araci et al. schlagen ein anderes Prinzip vor. Bei ihrer Technik wird um eine Implantatlinse ein sehr dünner Kanal angelegt. Dieser ist an einem Ende zum Augeninneren offen und ermöglicht es dem Kammerwasser einzudringen. Da der Durchmesser des Kanals sehr gering ist, wird die vorher enthaltene Luft durch die Oberflächenspannung des eintretenden Wassers gefangen gehalten und durch den Augeninnendruck komprimiert. Je nachdem, wie die Druckverhältnisse im Auge sind, steigt die Flüssigkeitssäule weiter im Kanal auf oder sinkt ab und zeigt so das Druckniveau an [15]. Ein anderer Drucksensor, der wie die Sensoren dieser Arbeit mit einer Kombination aus Mechanik und optischen Effekten arbeitet, wurde von Spandet Havrelan et al. vorgestellt. Bei ihm wird mittels an MEMS-Fabrikationstechnologie („Micro Electro Mechanical System“) angelehnter Aufdampftechnik in Schichtbauweise eine Hohlkammer konstruiert, deren obere Deckschicht so dünn ist, dass sie durch erhöhten Außendruck nach innen verformt werden kann. Im Inneren der Kammer befindet sich ein Bragg-Gitter. Durch die Seitenwand der Kammer kann Licht über eine optische Faser eingekoppelt werden. Verformt sich die obere Deckschicht, verändert sich der effektive Brechungsindex des Bragg-Gitters und damit die reflektierte Resonanz, welche zurück in die Faser gestrahlten wird. Durch diese Resonanzverschiebung kann eine Druckänderung wahrgenommen werden [16]. Allerdings sind die Resonanzverschiebungen im Verhältnis zum angelegten Druck verglichen mit den Werten, welche mit den Sensoren dieser Arbeit erreicht werden, sehr gering ($\sim 0,6 \text{ nm}/100 \text{ kPa}$). Weiterhin wird ein direkter Anschluss an die Lichtquelle und das nötige präzise Messgerät über eine optische Faser benötigt, weswegen diese Art von Sensor eher für andere Einsatzbereiche geeignet ist als das Szenario, das in dieser Arbeit betrachtet wird. Eine weitere Möglichkeit der Verwendung von Verformungseffekten und photonischen Kristallen haben Lu et al. gezeigt. Eine Art planarer photonischer Kristall, bestehend aus senkrecht stehenden Silicon-Nanowires, wird als Versiegelung einer Druckkammer genutzt. Durch die

Differenz von Innen- und Außendruck verformt sich dieser und eine Veränderung des Farbbilds, das durch die lokale Veränderung der Resonanzwellenlängen bestimmt wird, kann gemessen werden [17]. Die verwendete Nanowire-Technologie ist allerdings ein deutlich komplexeres und aufwändigeres Herstellungsverfahren für einen photonischen Kristall als die in dieser Arbeit präsentierte Herstellung äußerst flexibler und stabiler planarer photonischer Kristalloberflächen.

In dieser Arbeit wird ein Ansatz untersucht, der eine optische Detektion einer mechanischen Verformung verfolgt. Druckänderungen werden durch die Verformung einer dünnen flexiblen Membran, welche ein Druckvolumen abschließt, wahrgenommen. Die Verformung dieser durchsichtigen Membran muss wiederum sichtbar gemacht werden. Hierfür werden photonische Kristalle verwendet. Diese verändern aufgrund der Verformung ihre Eigenschaften, was sich wiederum in ihren Resonanzwellenlängen widerspiegelt. Diese Veränderung kann dann sichtbar gemacht werden. Aus diesem Grund ist ein weiterer Aspekt dieser Arbeit die Thematik der photonischen Kristalle.

Hierbei handelt es sich um dielektrische Strukturen mit periodisch modifiziertem Brechungsindex in einer oder mehreren Raumdimensionen. Die Periode liegt hierbei in der Größenordnung der Wellenlänge des Lichts, mit dem sie interagieren sollen. In der Natur kommen solche Strukturen zum Beispiel auf Schmetterlingsflügeln vor und erzeugen so den schillernden Farbeindruck.

Zum ersten Mal beschrieben wurden solche Strukturen 1972 von V. P. Bykov [18] und 1979 zum ersten Mal experimentell hergestellt [19].

In dieser Arbeit finden planare photonische Kristalle Anwendung. Es handelt sich hierbei um einen planaren Wellenleiter, der entlang seiner Ebene an seiner Oberfläche oder durch seine gesamte Schicht hindurch in einer oder beiden Dimensionen der Ebene periodisch strukturiert ist. Die spektralen Transmissions- und Reflexionseigenschaften solcher Kristalle reagieren sowohl auf die Verformung der periodischen Struktur als auch auf die Änderung des Einstrahlwinkels des Lichts empfindlich [20], [21]. Auch die Änderungen des Brechungsindex an der Oberfläche des Kristalls [22] führt zu Veränderungen transmittierter oder reflektierter spektraler Signale. Alle drei Aspekte werden in dieser Arbeit an verschiedenen Stellen verwendet. Für die Herstellung flexibler photonischer Kristalle gab es in der Literatur

schon verschiedene Beispiele [23]–[30]. Jedoch ist bei keinem die Flexibilität hoch genug, um mit den geringen Druckschwankungen im Auge ein möglichst starkes Signal für eine verlässliche Auswertung zu erzeugen, oder die Herstellungsverfahren sind deutlich komplexer und aufwändiger als das in dieser Arbeit präsentierte Verfahren. Aus diesem Grund wurde im Rahmen dieser Arbeit ein Herstellungsverfahren für einen flexiblen photonischen Kristall entwickelt, welcher auf Basis einer sehr dünnen flexiblen nanostrukturierten Membran und Hochindexnanopartikeln basiert [21]. Die hohe Flexibilität ermöglichte es, die Aspekte Einstrahlwinkelveränderung und Periodenstrukturmodifikation in das Funktionsprinzip eines der hier vorgestellten Sensoren zu integrieren [20].

Die Änderung des Brechungsindex an der Oberfläche eines photonischen Kristalls kann für verschiedene sensorische Zwecke genutzt werden. Eine Anwendung im Besonderen wird in dieser Arbeit genutzt – die Kontrasterhöhung. Nazirizadeh et al. stellen in einer ihrer Publikationen [31] eine Möglichkeit vor, den Kontrast beim Mikroskopieren von Zellen durch einen Objektträger zu erhöhen, dessen Oberfläche mit einem planaren photonischen Kristall besetzt ist. Die zu beobachtenden Zellen auf der Oberfläche des Kristalls verändern lokal den Brechungsindex und mit einer einfachen Filteranordnung lässt sich eine starke Veränderung des Farbeindrucks sichtbar machen. Dieses Prinzip funktioniert ebenfalls für die Kontrasterhöhung beim Anpressen einer Membran an einen photonischen Kristall [32]. Es wurde für den Einsatz in einem Augeninnendrucksensor im Rahmen dieser Arbeit weiter adaptiert und miniaturisiert.

1.3 Struktur dieser Arbeit

Diese Arbeit ist thematisch strukturiert.

Zunächst werden in Kapitel 2 die nötigen theoretischen Grundlagen für das Verständnis der verwendeten Techniken vorgestellt. Außerdem wird eine Übersicht über die verwendeten Materialien gegeben, welche für die Herstellung der Sensoren genutzt werden.

Kapitel 3 beschreibt, bevor es zur Entwicklung der eigentlichen Sensoren geht, die Entwicklung eines flexiblen photonischen Kristalls. Diese Entwicklung wurde im Rahmen dieser Arbeit durchgeführt und publiziert [20], da für eines der Sensorkonzepte ein solcher flexibler photonischer Kristall benötigt wurde und bis zu diesem Zeitpunkt kein adäquater Ersatz oder eine andere existente

Herstellungsmethode publiziert wurde, die einen Kristall mit der nötigen Flexibilität erzeugen konnte. Eine grobe schematische Darstellung wird in Abbildung 1.3 gezeigt.

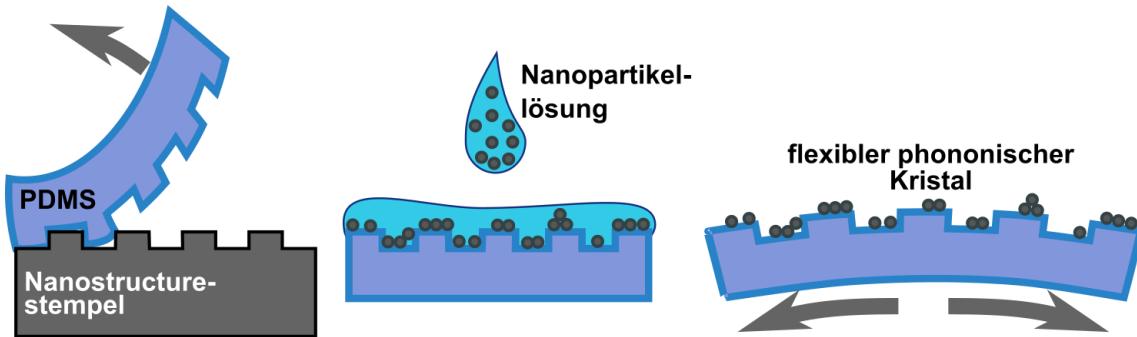


Abbildung 1.3: Prinzip-Übersicht der Herstellung eines flexiblen photonischen Kristalls. Es wird ein PDMS-Abdruck einer entsprechenden Nanostruktur genommen. Dieser wird mit Nanopartikeln als Hochindexschicht besetzt. Die photonische Kristallschicht lässt sich beliebig verformen, ohne dass die Hochindexschicht ihre Wellenleitereigenschaften verliert.

Kapitel 4 zeigt die Entwicklung und Charakterisierung des ersten der beiden in dieser Arbeit entwickelten Sensorkonzepte. Der Wölbungsdrucksensor misst den Augeninnendruck, indem dieser eine Membran, auf der ein flexibler photonischer Kristall aufgebracht ist, gegenüber einem Referenzdruck verformt. Die Verformung hat Einfluss auf die Eigenschaften des Kristalls, welche sich wiederum in Form von optischen Effekten kontaktlos auslesen lassen und so Rückschlüsse auf die Druckverhältnisse zulassen. Eine grobe schematische Darstellung des Wirkungsprinzips ist in Abbildung 1.4 dargestellt.

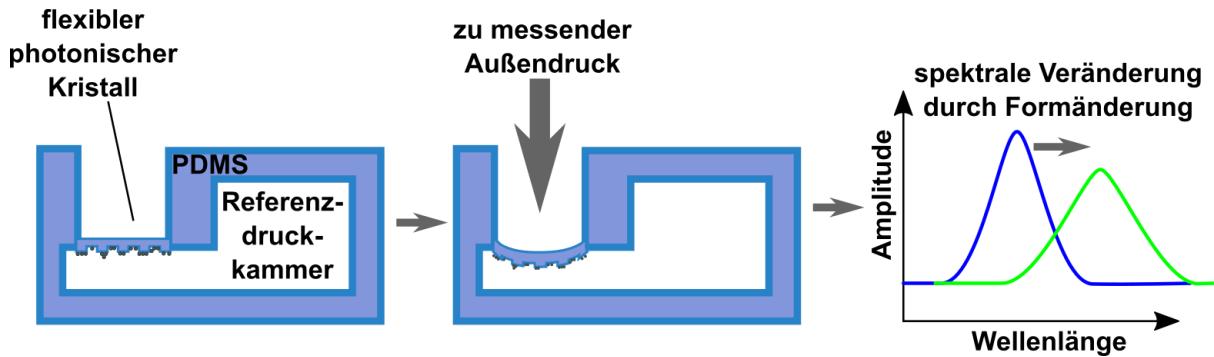


Abbildung 1.4: Prinzip-Übersicht der Funktionsweise des Wölbungssensors. Die Druckdifferenz zwischen innen und außen erzeugt eine Verformung des flexiblen photonischen Kristalls und damit eine Änderung seiner optischen Eigenschaften.

Kapitel 5 präsentiert das zweite Sensorkonzept zur Druckmessung mittels optischer Effekte im Auge. Der Gegenpressdrucksensor basiert ebenfalls auf dem Prinzip der Verformung einer Membran. Jedoch wird hier die Membran gegen eine plane Fläche mit einem photonischen Kristall gepresst, die sich vor der Verformung in einem

geringen Abstand zur Membran befindet. Hierdurch entsteht eine druckabhängige Berührungsfläche. Um diese sichtbar zu machen, dient der photonische Kristall zur Kontrasterhöhung. Die Berührung der Membran mit dem Kristall verändert den Brechungsindex an dessen Oberfläche enorm. So ändert sich auch die optische Wahrnehmbarkeit dieser Fläche unter bestimmten Filterbedingungen und erzeugt so einen farblich stark abgesetzten Berührungsfleck. Die Größe dieses Flecks kann ausgewertet und mit den herrschenden Druckverhältnissen in Verbindung gesetzt werden. Eine grobe schematische Darstellung des Wirkungsprinzips ist in Abbildung 1.5 dargestellt.

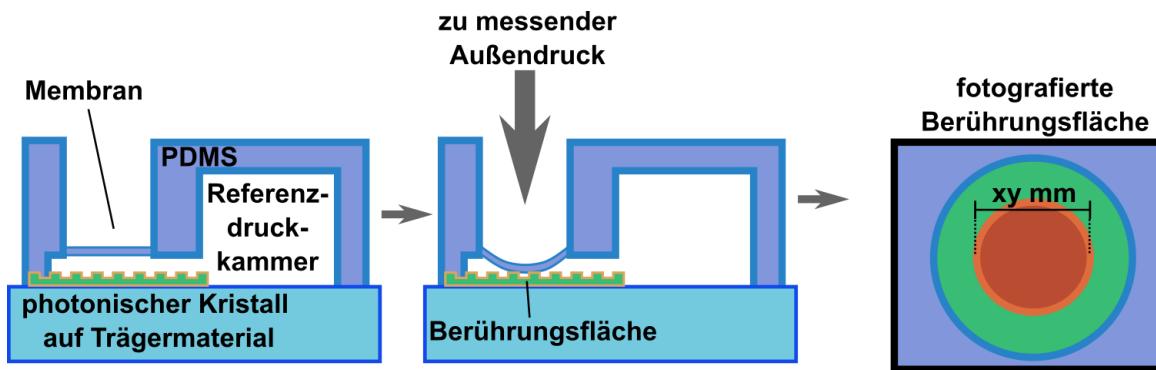


Abbildung 1.5: Prinzip-Übersicht der Funktionsweise des Gegenpressensensors. Die Druckdifferenz zwischen innen und außen erzeugt eine Verformung der Membran, die den photonischen Kristall berührt. Die Größe der Berührungsfläche ist druckabhängig und kontrastverstärkt durch die Eigenschaften des photonischen Kristalls bei einfacher optischer Filterung.

In Kapitel 6 wird eine abschließende Zusammenfassung und ein Ausblick auf mögliche weitere Forschung- und Entwicklungsmöglichkeiten dieser Sensoren gegeben.

Im Anhang befinden sich einige Ergebnisse von Messungen an tierischen Augenhornhäuten, welche als Vorbereitung für entsprechende Experimente an Augen mit den Sensoren geplant waren. Zu diesen Experimenten kam es aus Zeitgründen und aufgrund noch nicht endgültig gelöster Herausforderungen bei den Sensoren innerhalb dieser Arbeit nicht mehr.

2 Theoretische Grundlagen

2.1 Photonische Kristalle

Als photonische Kristalle werden Materialen bezeichnet, bei denen sich periodische Strukturen in einer oder mehreren Raumdimensionen durch den Wechsel von Brechungsindizes bilden, deren Periodizität im Bereich der optischen Wellenlängen liegt, für die sie gedacht sind. Der Kristall kann somit ein-, zwei- oder auch dreidimensional ausgebildet sein, je nachdem, in wie vielen Raumdimensionen sich die periodischen Änderungen des Brechungsindex ausprägen ([33]). Beispiele hierfür sind in Abbildung 2.1 zu sehen.

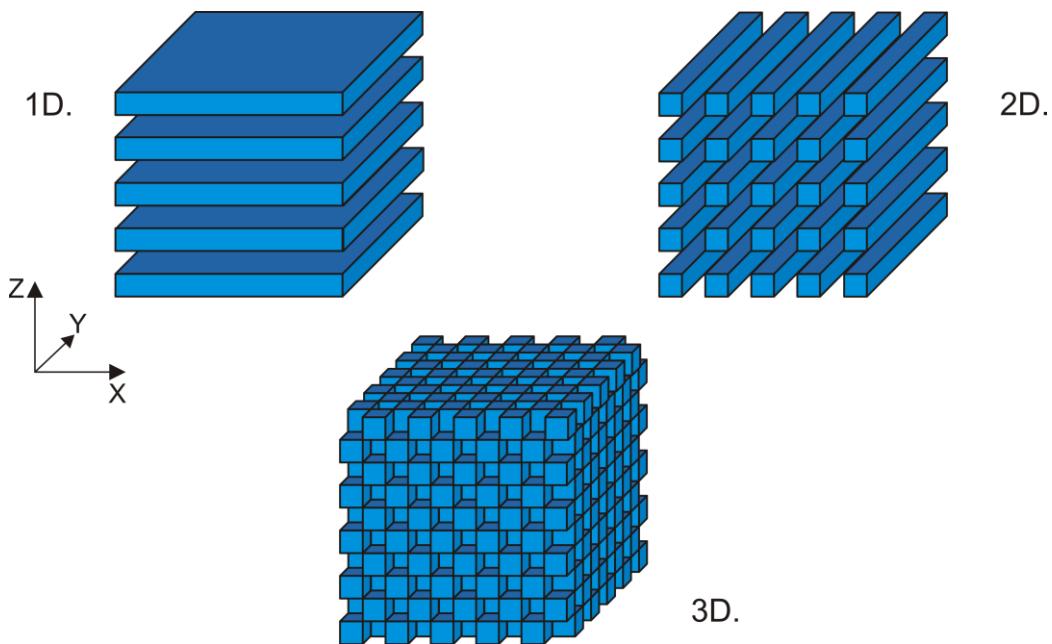


Abbildung 2.1: Beispiele für ein-, zwei, und dreidimensionale photonische Kristallstrukturen. Die sich periodisch abwechselnden Materialien sind hier Luft und das Hochindexmaterial (hier blau).

Der einfachste Fall ist das periodische Aufeinanderschichten zweier verschiedener Brechungsindizes als plane Schichten. Die Periodizität ergibt sich hier somit in Z-Richtung des in Abbildung 2.1 gezeigten Koordinatensystems. Es wird angenommen, dass sich die Schichten, zumindest im Größenverhältnis zur Periodizität, in den übrigen Raumdimensionen unendlich ausdehnen. Durch die Teilreflektionen an den Grenzschichten innerhalb des Kristalls bilden sich Interferenzeffekte, welche zu bestimmten erlaubten Energiezuständen innerhalb des Kristalls führen. Diese

sogenannten Moden beschreiben die Lichtausbreitung im photonischen Kristall. Diese Effekte treten auch bei mehrdimensionalen photonischen Kristallen auf, allerdings in deutlich komplexerer Form.

Die in dieser Arbeit verwendeten photonischen Kristalle gehören zu einer speziellen Untergruppe der eindimensionalen photonischen Kristalle. Es handelt sich um sogenannte planare photonische Kristalle (de.: PPK, eng.: photonic crystal slab). Hierbei wird der Umstand genutzt, dass bereits eine einzelne Schicht eines Materials mit hohem Brechungsindex, welche von Materialien niedrigeren Brechungsindex umgeben ist, eine Modenstruktur ausbildet. Es handelt sich hierbei um einen Wellenleiter, der innerhalb der Schicht in dieser Modenstruktur in der Lage ist, Licht zu leiten. Jedoch kann Licht nicht über die obere oder untere Grenzfläche der Hochindexschicht in den Wellenleiter und dessen Modenstruktur ein- oder auskoppeln. Dies zeichnet gleichzeitig einen guten Wellenleiter aus, da dieser, wie der Name schon sagt, die Lichtwellen in seinem Inneren leiten und nicht auskoppeln lassen soll. Um das Auskoppeln zu ermöglichen, wird mindestens eine der Oberflächen oder die gesamte Schicht periodisch entlang einer oder beider Ausdehnungsrichtungen der Schicht strukturiert. Eine schematische Darstellung hiervon ist in Abbildung 2.2 zu sehen. Auf diese Weise bildet sich ein PPK.

1D.
planarer Kristall

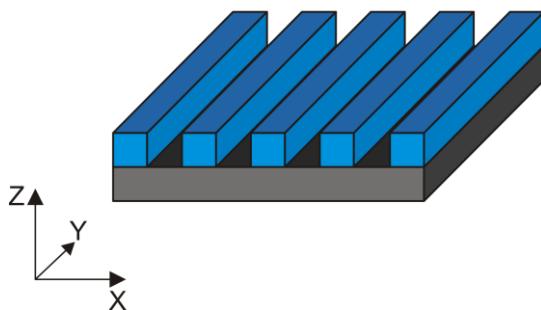


Abbildung 2.2: Beispiel für eine eindimensionale planare photonische Kristallstruktur. Eine einzelne Schicht aus Hochindexmaterial (blau) ist hier periodisch entlang der X-Achse strukturiert und befindet sich auf einer Trägermaterialschicht (grau), deren Brechungsindex sich von ihr deutlich unterscheidet. So entsteht eine Wellenleiterschicht, die durch die periodische Struktur Kristalleigenschaften aufweist.

Diese Strukturierung sorgt für eine geänderte Modenstruktur, in der es nun zwei unterschiedliche Arten von Moden gibt. Die schon bekannten geführten Moden (eng.: guided modes; GM) und Moden, welche die in ihnen enthaltene Energie nach außen

abgeben (eng.: quasi guided modes; QGM). Da diese Moden, je nach Güte, ihre Energie durch die Strukturierung an die Umgebung des PPKs abgeben, kann dieser Weg auch in die andere Richtung genutzt werden, um Energie von außen über die Oberfläche des PPKs in die Moden einzukoppeln. Die Wellenlängen, mit denen man den Kristall von außen anregen kann und die dieser auch wieder nach außen abgibt, werden als resonante Wellenlängen bezeichnet. Wie viel Energie welcher Wellenlänge unter welchem Winkel in den PPK einkoppeln kann, hängt sowohl von dessen Geometrie, den verwendeten Materialien, der Polarisation des Lichts und den ihn direkt umgebenden Materialien ab. Eine genauere Betrachtung der Zusammenhänge für die Ein- und Auskopplungsbedingungen für einen eindimensional strukturierten planaren photonischen Kristall wird im folgenden Abschnitt durchgeführt.

2.1.1 Ein- und Auskoppelverhalten eines planaren photonischen Kristalls

Der Effekt der Bragg-Streuung durch das Einbringen eines Gitters in einen Wellenleiter, was zu einem photonischen Kristall führt, kann im reziproken Raum (k -Raum) verständlich visualisiert werden. Abbildung 2.3 zeigt neben einer schematischen Darstellung eines photonischen Kristalls und den für die Erklärung wichtigen Achsendefinitionen, Winkeln und der Definition von k_0 die geometrische Konstruktion und Erklärung für die spezifischen Resonanzen in einem photonischen Kristall und die auftretenden Effekte bei variierender Bestrahlungsrichtung. Der Streuwinkel θ der Mode zur Oberflächennormalen für die Auskopplung hängt von der Wellenlänge λ des Lichts, der Periodizität des Gitters Λ , dem effektiven Brechungsindex der Mode n_{eff} und dem Winkel φ zwischen Ausbreitungsrichtung und Gitterliniennormalen in der Wellenleiterebene ab. Formel (2.1) muss für das Ein- und Auskoppeln einer Mode mit dem Wellenvektor $k_{\text{mode}} = n_{\text{eff}} k_0$ erfüllt sein ([34],[20]).

$$k_{\text{mode}}^2 = (mk_{Gx} - k_0 \sin \theta \cos \varphi)^2 + (k_0 \sin \theta \sin \varphi)^2 \quad (2.1)$$

In dieser Formel gilt $k_0 = 2\pi/\lambda$ als Vakuumwellenvektor, $k_{Gx} = 2\pi/\Lambda$ ist der Gittervektor und m als ganze Zahl ist die Kopplungsordnung.

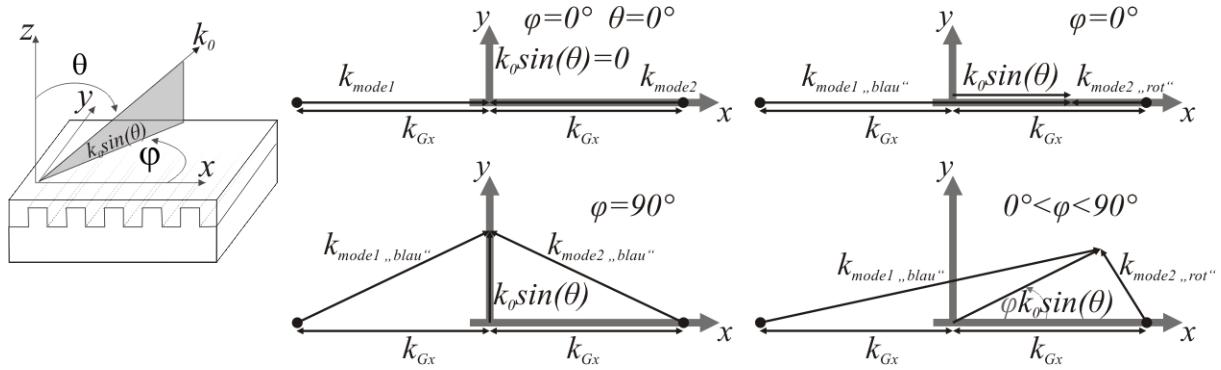


Abbildung 2.3: Schema zur Verdeutlichung der Geometrie der generellen Bragg-Streuung von Wellenleitermoden in einem eindimensionalen photonischen Kristall basierend auf einer Gitterstruktur.

Abbildung 2.3 veranschaulicht, dass für eine erfolgreiche Kopplung der Gittervektor k_{Gx} , der Wellenvektor k_{mode} und der auf die Wellenleiterebene projizierte Anteil von k_0 ($k_0 \sin \theta$) ein Dreieck bilden müssen. Hierfür gibt es jeweils zwei mögliche Konfigurationen. Da der Wellenvektor als $k_{\text{mode}} = n_{\text{eff}} k_0$ definiert ist, lässt sich hieraus dann ein theoretisches n_{eff} für diesen Wellenvektor errechnen. Ob es allerdings im photonischen Kristall eine Mode mit diesem n_{eff} gibt, hängt von den Parametern des photonischen Kristalls ab. Die vier exemplarisch konstruierten Fälle in Abbildung 2.3 rechts für unterschiedliche Winkelkonfigurationen von θ und φ verdeutlichen dennoch unabhängig von der Berechnung von n_{eff} und der Existenz der jeweiligen Mode die Gründe für verschiedene Effekte bei variierender Beleuchtung des photonischen Kristalls. Ein Effekt ist die Bandlücke, die in der Theorie bei $\theta = 0^\circ$ und $\varphi = 0^\circ$ bei der Resonanzwellenlänge auftritt, jedoch in Messungen oft schwer nachweisbar ist, da sie durch andere herstellungs- und messbedingte Effekte überlagert wird. Sie ergibt sich durch die betragsmäßig gleich großen und entgegengesetzten Modenvektoren $k_{\text{mode}1}$ und $k_{\text{mode}2}$, welche sich gegenseitig auslöschen. Ein weiterer Effekt ist die Aufspaltung der Resonanz und entgegengesetztes Verschieben der neu entstandenen Resonanzen zu sowohl höheren als auch niedrigeren Wellenlängen bei $\varphi = 0^\circ$ und $\theta > 0^\circ$, in der Abbildung gekennzeichnet als „blau“ und „rot“. Dies entsteht durch die Asymmetrie. Durch die x-Komponente $k_0 \sin \theta$ bei $\theta > 0^\circ$ entstehen zwei unterschiedlich lange k_{mode} Vektoren. Eine Verlängerung bedeutet hierbei eine Verringerung der Wellenlänge, also eine „Blauverschiebung“, eine Verkürzung hingegen eine Vergrößerung der Wellenlänge, also eine „Rotverschiebung“. Der dritte herausgegriffene Fall entspricht einer reinen „Blauverschiebung“ durch die hinzugekommene y-Komponente $k_0 \sin \theta$ bei $\varphi = 90^\circ$ und $\theta > 0^\circ$, da hierdurch zwei

gleichlange k_{mode} Vektoren entstehen, die jedoch länger sind als bei $\theta = 0^\circ$, wodurch wiederum λ sinkt. Im letzten Fall liegen durch $0^\circ < \varphi < 90^\circ$ und $\theta > 0^\circ$ sowohl die reine „Blauverschiebung“ als auch die Aufspaltung und entgegengesetzte Verschiebung der neuen Resonanzen gemischt vor.

2.1.2 Ausleseverfahren

Eine spektrale Auswertung der Transmission durch einen in dieser Arbeit verwendeten eindimensionalen photonischen Kristall zeigt unter unpolarisierter Beleuchtung deutlich einen Dip, also eine Verringerung der Intensität für einen begrenzten Wellenlängenbereich für jede Resonanz des Kristalls. Dies folgt direkt aus der Abstrahlcharakteristik des Kristalls für die in ihm resonanten Wellenlängen. Das Licht der Wellenlängen, welche mit dem Kristall resonant interagieren, werden von ihm teilweise in Transmissions- und teilweise in Reflexionsrichtung abgestrahlt. Der in Reflexionsrichtung abgestrahlte Anteil verringert zusätzlich zur gewöhnlichen Oberflächenreflektion, die sich auf alle Wellenlängen auswirkt, die Intensität speziell im Bereich der resonanten Wellenlängen in Transmission. Somit ergibt sich im Transmissionsspektrum ein lokales Minimum bei der Resonanzwellenlänge. Für eine einfache Auswertung ist allerdings ein Spektroskopaufbau meist zu aufwändig. Es gibt jedoch Möglichkeiten, über einen Polarisationsfilteraufbau ein Transmissionsspektrum zu erzeugen, das nur bei der resonanten Wellenlänge ein Intensitätsmaximum aufweist und in dem alle anderen Wellenlängen stark reduziert sind. Dieses Maximum im Bereich der resonanten Wellenlängen ist als Farbeindruck für einen Beobachter, wie z. B. eine Kamera, sichtbar.

Lüder und Paulsen haben gezeigt, dass die Resonanzwellenlänge einer quasi geführten Mode eines planaren photonischen Kristalls, die durch die Materialien und die Geometrie des Kristalls und seiner Umgebung bestimmt werden, je nach Art des Messaufbaus zu unterschiedlichen Wellenlängenpositionen des charakteristischen Minimums bzw. Maximums führen [35]. Sie kommen in ihrer Analyse zu dem Schluss, dass die Wellenlängenposition der quasi geführten Mode, wie sie durch eine Nanostruktur in einer Wellenleiterschicht entsteht, durch die Betrachtung mittels eines Polarisationsfilteraufbaus mit gekreuzten Polfiltern genauer bestimmt werden kann als mittels der Bestimmung des Minimums in einem Transmissionsspektrum mit polarisiertem Anregellicht. Da für die Sensoranwendungen in dieser Arbeit die exakte Wellenlängenposition der Resonanzen nicht relevant ist, sondern Unterschiede

zwischen aufgezeichneten Farbeindrücken ausgewertet werden, wird hier eine Vereinfachung eingeführt. Mit der Resonanz des photonischen Kristalls in dieser Arbeit wird immer die Wellenlänge des Intensitätsmaximums bei der Betrachtung mittels eines Polfilteraufbaus mit gekreuzten Polfiltern bezeichnet.

Je nach Beleuchtungs- und Ausleseposition gibt es zwei verschiedene Möglichkeiten, das Licht mit Hilfe von Polarisationsfiltern so zu analysieren, dass das Hintergrundlicht entfernt wird. Für eine Transmissionsmessung wird der Kristall von einer Seite beleuchtet und auf der anderen Seite ausgelesen. Hierbei müssen die Polarisationsfilter so angeordnet sein, dass das einfallende Licht linear polarisiert auf den Kristall trifft. Auf der Ausleseseite muss dann ein weiterer Polarisationsfilter als Analysator in einem 90° -Winkel zum ersten angeordnet sein. Dieser löscht das Hintergrundlicht aus und ein Resonanzpeak wird im Spektrum sichtbar. Die Linien der periodischen Struktur müssen hierzu, wie in Abbildung 2.4 gezeigt, in einem 45° -Winkel zu beiden Polarisationsebenen der zwei Filter ausgerichtet sein. Auf diese Weise kann der Kristall eine Drehung der Polarisation bewirken. Je präziser diese Ausrichtung eingestellt ist, desto effizienter ist die Transmission des Lichts in Bezug auf die am Ende auswertbare Intensität. Das Licht des Resonanzpeaks kann den zweiten Polarisationsfilter durchdringen, da es durch das Zusammenspiel mit dem photonischen Kristall eine gedrehte Polarisationsrichtung in Relation zum einfallenden Licht erhalten hat. Der Beobachter nimmt diesen Resonanzpeak als Farbeindruck wahr. Ein entsprechendes Ausleseverfahren wurde bereits von Nazirizadeh et al. beschrieben [36].

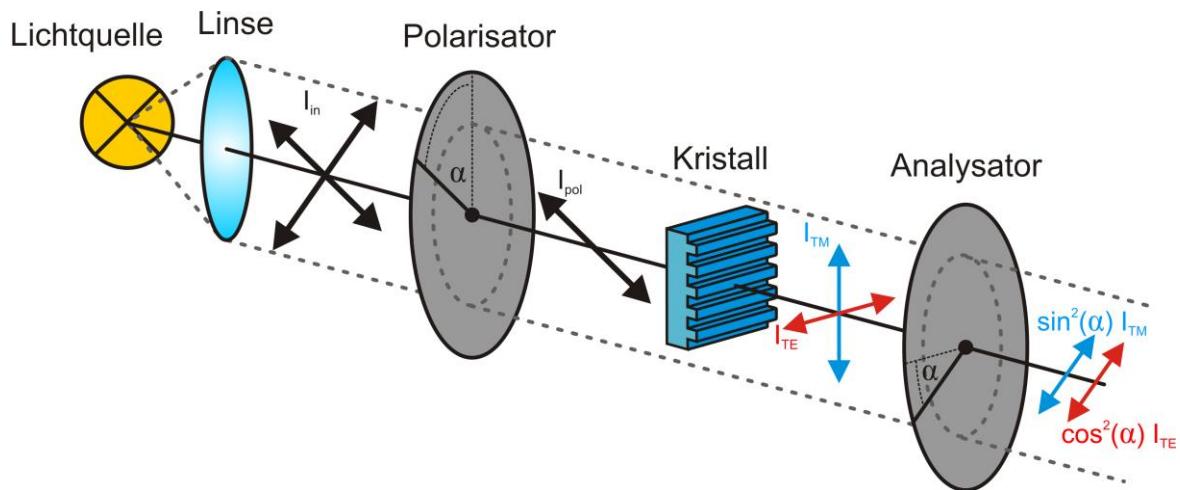


Abbildung 2.4: Hier wird eine schematische Darstellung des Ausleseverfahrens für Transmissionsmessungen an einem linearen photonischen Kristall gezeigt. Das unpolarisierte Licht der Quelle wird parallelisiert. Die Hälfte seiner Intensität kann den Polarisator passieren und liegt dann linear polarisiert vor. Nach der Interaktion mit dem Kristall liegt das Licht der resonanten Wellenlängen parallel oder senkrecht polarisiert zu den Gitterlinien des Kristalls vor. Nur Licht der Wellenlängen, welche im Kristall resonant sind, können somit den Analysator passieren und erzeugen für den Betrachter einen Farbeindruck.

Formel (2.2) (entspricht Formel (4.1) aus der Dissertation von Y. Nazirizadeh [37]) beschreibt, wie viel Intensität des eingestrahlten Lichts maximal bei einem solchen Aufbau, wie er in Abbildung 2.4 zu sehen ist, den Betrachter erreichen kann.

$$I_{\text{out max}} = \frac{1}{2} I_{\text{in}} \cos^2(\alpha) \sin^2(\alpha) \quad (2.2)$$

Es ist leicht zu erkennen, dass ein 45° -Winkel zwischen den Gitterlinien des Kristalls und den Polarisationsrichtungen beider Filter zu einem maximalen Ergebnis von 12,5 % der Eingangsintensität führt.

Für eine Reflexionsmessung, bei der sich Beleuchtung und Beobachter auf der gleichen Seite des Kristalls befinden, gibt es eine andere Filterkonfiguration. Um den Kristall in Reflexion zu betrachten, kann man sich zirkularer Polarisation bedienen. Hierbei wird das direkt reflektierte Licht geblockt und nur das gestreute bzw. in der Polarisation beeinflusste reflektierte Licht passiert den Filter. Der detaillierte Ablauf ist hier wie folgt.

Das einfallende Licht wird, nachdem es einen Strahlteiler passiert hat, der für den Rückstrahlweg entscheidend ist, durch einen Zirkularpolfilter geschickt und trifft

danach auf den Kristall. Ein Zirkularpolfilter besteht aus einem Linearpolfilter, dem eine $\lambda/4$ Verzögerungsschicht nachgeschaltet ist. Abbildung 2.5 zeigt den schematischen Aufbau eines solchen Zirkularpolfilters und dessen Funktionsweise.

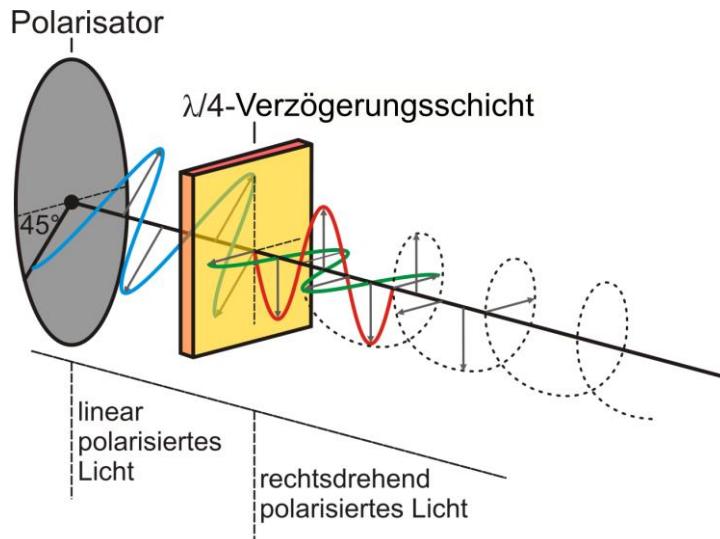


Abbildung 2.5: Schematische Darstellung der Erzeugung zirkular polarisierten Lichts.

Die optische Achse der $\lambda/4$ Verzögerungsschicht ist um 45° zur Polarisationsrichtung des Linearpolfilters orientiert. Hierdurch kann das linear polarisierte Licht für die Schicht als Überlagerung von zwei senkrecht in Phase zueinander schwingenden Anteilen angesehen werden. Die Verzögerungsschicht verursacht eine Phasenverschiebung von $\sigma = \pi/2$ der beiden Teilstrahlen zueinander, wenn diese die Schicht passieren, da Licht, je nachdem zu welcher Achse parallel seine Polarisation orientiert ist, im Verhältnis zu der jeweils senkrecht dazu stehenden Polarisation verlangsamt wird. Die Drehrichtung des Lichts hängt hierbei davon ab, ob die verzögernde Achse der $\lambda/4$ Verzögerungsschicht um $+45^\circ$ oder -45° im Verhältnis zur Polarisationsrichtung des Linearpolfilters gedreht ist. Vom zirkular polarisierten Licht sind Anteile bestimmter Wellenlängen und Polarisationsrichtung resonant im Kristall und können mit diesem interagieren. Eine Darstellung dieses Vorgangs ist in Abbildung 2.6: 1) zu sehen. Resonantes Licht, welches direkt in Reflexion vom Kristall wieder abgegeben wird, hat nach der Interaktion mit dem Kristall wieder eine rein lineare Polarisation. Auch transmittiertes Licht der resonanten Wellenlängen hat entweder durch direkte Abstrahlung oder durch das Fehlen bestimmter polarisierter Anteile, welche zum Beispiel in Reflexion linearpolarisiert abgegeben wurden, wieder eine lineare Polarisation. Wohingegen an der Oberfläche oder am Hintergrund reflektiertes Licht anderer Wellenlängen bei der Reflexion seine Rotationsrichtung

durch einen Phasensprung umkehrt, solange die Reflexion für den Erhalt der Polarisationseigenschaften sorgt und keine diffuse Reflexion stattfindet, die die Polarisation aufhebt. Trifft dieses durch den Phasensprung veränderte zirkular polarisierte Licht wieder auf den Zirkularpolfilter, so sorgt die Verzögerungsschicht des Filters für eine weitere Phasenverschiebung zwischen den Polarisationsachsen, und das Licht wird wieder linear polarisiert. Seine Polarisation ist nun jedoch um 90° in Relation zur Linear-Polfilter-Schicht des Zirkularpolfilters gedreht. Somit kann das Hintergrundlicht den Filter nicht passieren.

Das linear polarisierte Licht des Kristalls trifft wieder auf den Zirkularpolfilter und kann diesen zum Teil passieren, da es beim Passieren des Verzögerungsplättchens zunächst in zirkular oder zumindest elliptisch polarisiertes Licht umgewandelt wird und somit Anteile enthält, die den folgenden linearen Polfilter durchdringen können. Durch diesen wird das Licht nun wieder linear polarisiert und in seiner Intensität reduziert. Der Strahlteiler, der anschließend wieder durchlaufen wird, lenkt 50 % der Intensität des eintreffenden Lichts zum Beobachter um, wodurch bei diesem ein resonanzwellenlängenabhängiger Farbeindruck entsteht. Abbildung 2.6: 2) zeigt diesen Rückstrahlvorgang.

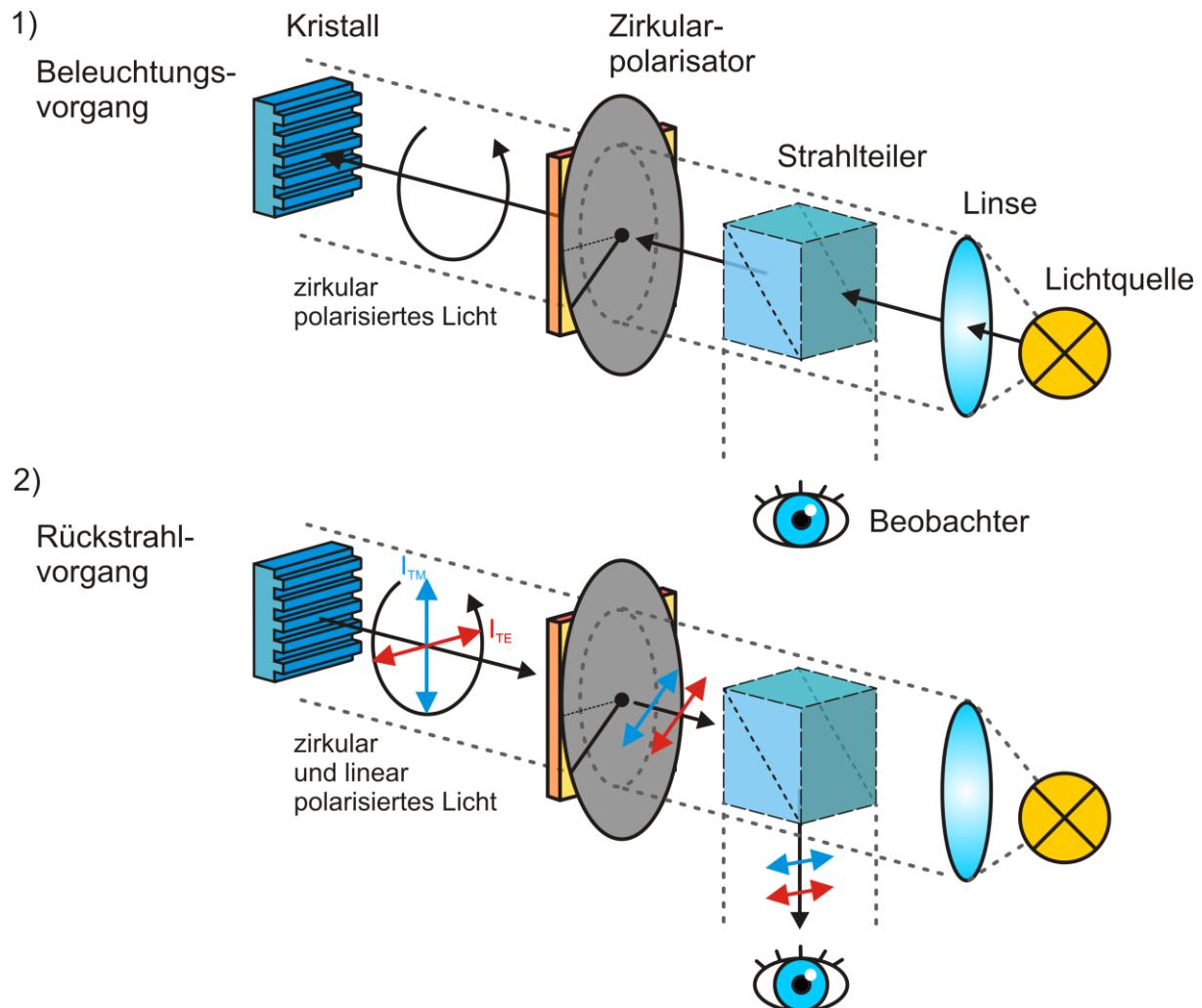


Abbildung 2.6: Hier wird eine schematische Darstellung des Ausleseverfahrens für Reflexionsmessungen an einem linearen photonischen Kristall gezeigt. Der Vorgang wird hier in zwei Abschnitte gegliedert. 1) zeigt den Beleuchtungsvorgang. Hierbei wird das unpolarisierte Licht der Quelle parallelisiert. Es passiert dann einen Strahlteiler, der abgesehen von einer Reduktion der nutzbaren Intensität um 50 % für den Beleuchtungsvorgang keine Bedeutung hat. Danach wird das Licht zirkular polarisiert und trifft dann auf den photonischen Kristall. Die Interaktion des Lichts der resonanten Wellenlängen für den Kristall mit diesem modifiziert die Polarisation. In Schritt 2) wird gezeigt, wie linear polarisiertes Licht der resonanten Wellenlängen und zirkular polarisiertes Hintergrundlicht vom Kristall aus auf den Zirkularpolfilter treffen. Der Zirkularpolfilter fängt das zirkular polarisierte Hintergrundlicht ab und das linear polarisierte Licht wird in Teilen durchgelassen. Der Strahlteiler sorgt nun dafür, dass 50 % des noch übrigen Lichts zum Beobachter umgelenkt wird und bei diesem einen Farbeindruck hervorruft.

Auf diese Weise kann die Resonanz genutzt werden, um einen messbaren Farbwert zu erzeugen, der wiederum als Messwert für verschiedene Anwendungsfelder dienen kann.

2.2 Materialien

2.2.1 Polydimethylsiloxan (PDMS)

Die tragenden Komponenten der im Rahmen dieser Arbeit entwickelten und untersuchten Proben müssen, um ihre eigentliche Funktion erfüllen zu können, sowohl flexibel und transparent als auch biokompatibel sein. Ein Material, das all diese Anforderungen erfüllt, ist Polydimethylsiloxan (PDMS), ein Polymer auf Siliziumbasis [38], [39]. In dieser Arbeit wird PDMS von Sigma Aldrich als Zwei-Komponenten-Set aus Curing Agent und Base-Material mit der Bezeichnung Sylgard 184 in unterschiedlichen Mischungsverhältnissen verwendet. PDMS findet in vielen Bereichen auch außerhalb der Forschung oder der Anwendung im Medizinbereich Verwendung. Unter anderem ist es als Lebensmittelzusatzstoff als Schaumverhüter zugelassen (E900). Des Weiteren wird es als Schmierstoff, als Wärmeträgeröl oder für Stempel in der Polymerelektronik verwendet [40].

2.2.1.1 Eigenschaften von PDMS

PDMS besitzt viele Eigenschaften, die es für die Anwendung im Bereich der flexiblen photonischen Kristalle und für die hier entwickelten Drucksensoren besonders geeignet machen. Es gilt als ungiftig, was die Verwendung in der Entwicklung implantierbarer Sensoren begünstigt. Seine Biokompatibilität sorgt für geringe bis keine Abstoßungsreaktionen des Körpers. Es ist farblos und durchsichtig. Da die hier entwickelten Komponenten für optische Anwendungen gedacht sind, sorgen diese Eigenschaften dafür, dass Transmissionsmessungen und entsprechende Anwendungen möglich sind, ohne das Messsignal zu verfälschen oder gar zu blockieren. PDMS ist aus Ketten von Siliziumatomen aufgebaut, die untereinander über einzelne Sauerstoffatome verbunden sind. An den Siliziumatomen hängen jeweils zwei Methylgruppen der Form CH_3 . Methylgruppen sind ausgesprochen reaktionsträge, was das chemisch inerte Verhalten von PDMS erklärt. Somit sind keine strukturellen Änderungen der Proben über die Zeit zu erwarten, was ebenfalls Langzeitanwendungen wie zum Beispiel Implantate begünstigt [38]. Seine allgemeine Strukturformel ist in Abbildung 2.7 zu sehen.

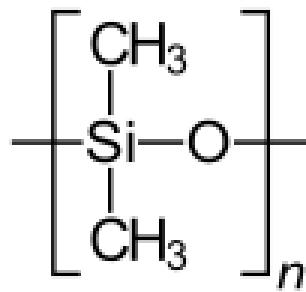


Abbildung 2.7: Strukturformel von Polydimethylsiloxan (PDMS)

PDMS besitzt eine Dichte von $0,98 \frac{g}{cm^3}$. Es besitzt keinen Schmelzpunkt, seine Glasübergangstemperatur liegt bei $-120^\circ C$ und der Siedepunkt von niedermolekularen Typen liegt etwa bei $200^\circ C$. Hochmolekulare Typen besitzen keinen Siedepunkt, sie zersetzen sich vor der Verdampfung bei $> 200^\circ C$.

2.2.1.2 Gasdurchlässigkeit von PDMS

Eine Eigenschaft, welche hier nicht unerwähnt bleiben darf, ist die Gasdurchlässigkeit von PDMS. Diese Eigenschaft stellt für einige der in dieser Arbeit erwähnten Anwendungen ein Hindernis dar. Die Probleme, die sich hieraus ergeben, müssen in der Zukunft noch gelöst werden, bevor eine Anwendung der hier beschriebenen Drucksensoren für Langzeiteinsätze in Betracht gezogen werden kann, da die Gasdurchlässigkeit mit der Zeit einen Druckausgleich zwischen Innenraum und Umgebung der Sensoren herstellt, was ihrem Funktionsprinzip entgegenwirkt. Genaueres zum entsprechenden Messprinzip wird in späteren Kapiteln erklärt.

In [41] wird unter anderem die Gasdurchlässigkeit dünner PDMS Membranen genauer untersucht und beschrieben. Die Gasdurchlässigkeit ist hier mit folgender Formel beschrieben:

$$P = \frac{N d}{p_2 - p_1} \quad (2.3)$$

Hierbei ist P der Permeabilitätskoeffizient, p_1 ist der höhere und p_2 der niedrigere Druckwert für die beiden Seiten der Membran. N ist der stationäre Gasfluss und d ist die Dicke der Membran. Die Flussrate für einen gegebenen Gasfluss durch eine dünne Membran kann mit folgender Formel berechnet werden:

$$\frac{dV}{dt} = \frac{P A (p_2 - p_1)}{d} \frac{T}{273} \frac{76}{p_{atm}} \quad (2.4)$$

$\frac{dV}{dt}$ entspricht hierbei der Volumenflussrate in cm^3/s , A entspricht der Oberfläche in cm^2 .

T ist die absolute Temperatur in Kelvin und p_{atm} ist der atmosphärische Druck in cmHg . In [41] wurde der Permeabilitätskoeffizient für puren Stickstoff experimentell durch PDMS ermittelt und mit einer Größe von 245 Barrer bei Raumtemperatur angegeben. 1 Barrer entspricht $(10^{-10} \text{ cm}^3)/(\text{cm cmHg s})$ (STP). Für das Modell wurde angenommen, dass der Gasfluss durch das PDMS hindurch wesentlich größer ist als der Fluss ins angrenzende, massive PDMS hinein.

Eine Möglichkeit, die Diffusion zu mindern, die aus Zeitgründen in dieser Arbeit nicht mehr für diese Anwendungsfälle getestet werden konnte, wird in [42] beschrieben. Hierbei wird die Membran mit einer zusätzlichen Schutzschicht versehen. Zur Verwendung kommt Parylen C, ein polymeres Beschichtungsmaterial mit hervorragenden Eigenschaften zur Abdichtung ([43], [44]). Inwieweit die Beschichtung die Verformungen der Membran schadfrei überstehen würde, müsste in der Zukunft getestet werden. Eine weitere Alternative aus [42] wäre eine Abdichtung mit einer minimalen Ölschicht auf der Membran. Diese Schicht könnte ebenfalls Diffusion unterbinden. Auch dies konnte aus Zeitgründen in dieser Arbeit nicht mehr getestet werden.

2.2.2 PEO PDMS

Viele der PDMS-eigenen Eigenschaften sind nützlich und notwendig für die im Rahmen dieser Arbeit vorgestellten Proben, wie zum Beispiel die hohe Transparenz, die Elastizität, die Biokompatibilität und die einfache Verarbeitung. Jedoch ist für bestimmte Schritte der Weiterverarbeitung der Proben die hydrophobe Eigenschaft der Oberfläche von unbehandeltem PDMS sehr hinderlich. Es geht hier im Einzelnen um das Auftragen und Spincoaten einer wässrigen Lösung, wie es in einem der späteren Kapitel durchgeführt werden muss, um die Funktionalität der Proben herzustellen.

Dieses Problem kann auf unterschiedlichste Weise behoben werden. Die üblichste Methode, um die Oberfläche von PDMS von einem hydrophoben zu einem hydrophilen Zustand zu überführen, ist das Plasmaverschen. Hierbei wird die Oberfläche mit einem Sauerstoffplasma behandelt. Die Veränderung der Oberfläche ist hierbei jedoch nur temporär und bildet sich innerhalb weniger Stunden wieder zurück [45].

Andere Möglichkeiten bestehen darin, die Oberfläche von PDMS mit hydrophilen Materialien zu beschichten, was jedoch höheren Aufwand und unter Umständen eine Verschlechterung anderer Eigenschaften wie der Flexibilität zur Folge haben kann [46], [47].

Die Methode, welche für die Proben dieser Arbeit gewählt wurde, besteht darin, poly(dimethylsiloxane-ethylene oxide polymeric) (PDMS-b-PEO) als Tensidzusatz zur unausgehärteten PDMS-Mischung hinzuzugeben [48]. Seine Strukturformel ist in Abbildung 2.8 zu sehen.

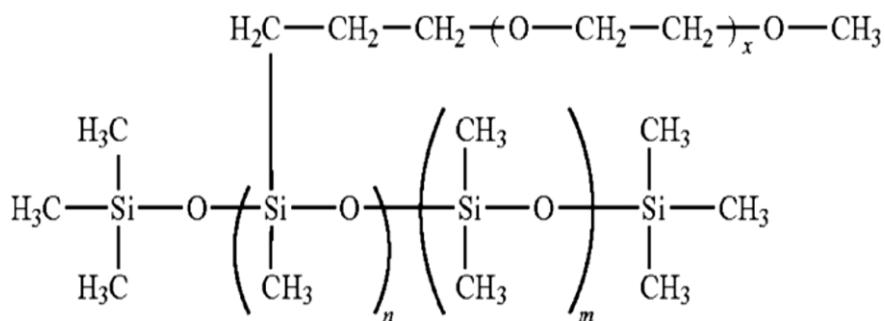


Abbildung 2.8: Strukturformel von poly(dimethylsiloxaneb-ethylene oxide).

Es besitzt einen hydrophoben Anteil, der mit PDMS kompatibel ist. Dies sorgt für eine gute Löslichkeit des Tensidzusatzes in der PDMS-Mischung vor dem Aushärten und dient gleichzeitig zur Verankerung im ausgehärteten PDMS. Weiterhin befinden sich Molekülketten am Tensidzusatz, die hydrophile Eigenschaften zum Gesamt molekül beitragen. Sie sorgen im gemischten und ausgehärteten PEO-PDMS für die Veränderung der Oberfläche hin zur Hydrophilizität. Die Stärke der Hydrophilizität lässt sich über das Mischungsverhältnis von poly(dimethylsiloxaneb-ethylene oxide) und PDMS in gewissen Grenzen einstellen. Hierbei kann laut Mingjin Yao und Ji Fang ([48]) die Konzentration des Tensidzusatzes im PDMS von 0 bis 2 % erhöht werden, was den Wasserkontaktwinkel von 103° auf etwa 21° sinken lässt. Bei größeren Mengen des Zusatzes als 2 % wird es zunehmend schwierig, das PEO-PDMS auf einem Siliziumwafer mittels Plasmabonding zu fixieren. Dies war für die in Minjin Yaos und Ji Fangs Paper fokussierte Anwendung im Bereich der Mikrofluidik jedoch eine Voraussetzung, weswegen höhere Konzentrationen nicht weiter getestet wurden.

Für die Anwendungen in dieser Arbeit wurde eine Konzentration von 2 % des Tensidzusatzes gewählt, was sich in Bezug auf die Benetzbarkeit der Oberfläche durch die wässrige Lösung, die gespincoatet werden soll, als ausreichend erwiesen hat. Der Wasserkontaktwinkel bei einer PEO-PDMS Oberfläche ist, wie Mingjin Yao

und Ji Fang feststellten, zeitabhängig. Nach dem Kontakt mit Wasser richten sich die Molekülketten des poly(dimethylsiloxaneb-ethylene oxide) neu aus, um die freie Grenzflächenenergie zu reduzieren. Nach etwa 200 Sekunden ist dieser Vorgang abgeschlossen und der Kontaktwinkel ändert sich nicht weiter. Somit muss bei der weiteren Nutzung wie zum Beispiel für einen Spincoatprozess, wie er in dieser Arbeit auf eine solche PEO-PDMS Oberfläche angewendet werden soll, darauf geachtet werden, eine entsprechende Wartezeit einzuhalten. So kann die volle Kapazität der hydrophilen Wirkung des PEO-PDMS ausgenutzt werden.

2.2.3 TiO₂-/ZnO-Partikel

Für die Herstellung der flexiblen photonischen Kristalle, wie sie in Kapitel 3.1 beschrieben und für die Sensoren in Kapitel 4 verwendet werden, wird ein Hochindexmaterial in Partikelform benötigt. In dieser Arbeit wurden sowohl Titandioxid- (TiO₂) als auch Zinkoxid-Materialien (ZnO) für die Herstellung flexibler photonischer Kristalle getestet und für die Sensoren Titandioxid verwendet. Im Folgenden werden beide Materialien kurz vorgestellt und beschrieben.

2.2.3.1 TiO₂-Nanopartikel

Titandioxid (TiO₂) ist ein Oxid des Metalls Titan, welches das neunthäufigste Element der Erdkruste bildet. TiO₂ ist eine weiße, anorganische Substanz, die thermisch stabil, nicht brennbar und schlecht löslich ist. In industriellen Verfahren und Endverbraucherprodukten wird TiO₂ schon seit Beginn des 20. Jahrhunderts verwendet. Die häufigsten Verwendungsmöglichkeiten sind in Form von Pigmenten in Farben, Plastik oder Tinten. Aber auch in Katalysatorsystemen, Keramiken, Bodenbelägen, Kosmetik oder als Nahrungsmittelfarbe wird dieser Stoff eingesetzt [49].

Als massives Material hat TiO₂ je nach vorliegender Kristallform (Anatas, Rutil oder Brookit) einen Brechungsindex im sichtbaren Spektralbereich bei 550 nm von ca. 2,55 (Anatas) über 2,7 (Brookit) bis 2,8 (Rutil). Abbildung 2.9 zeigt die starke Dispersion von Titandioxid für die Kristallformen Anatas und Rutil.

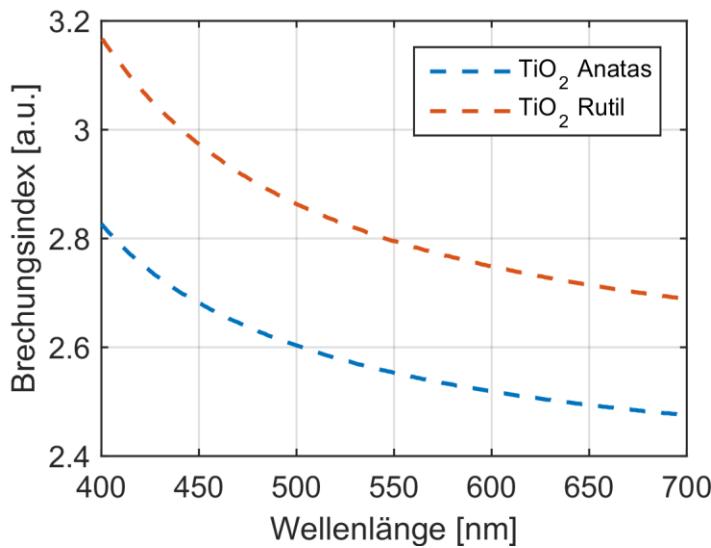


Abbildung 2.9: Dispersionskurven der Anatas- und Rutil-Kristallformen von TiO_2 . Die Brechungsindizes wurden über die Hauptbrechungsindizes für verschieden polarisiertes Licht gemittelt (n_e und n_o) (Werte zur Kurvenherstellung aus [50]).

Zu erkennen ist, dass der Brechungsindex von TiO_2 im sichtbaren Spektralbereich immer über 2,4 liegt und teilweise sogar bis 3,4 ansteigt. Dieser sehr hohe Brechungsindex macht TiO_2 zu einem guten Material für photonische Kristalle, wie sie in dieser Arbeit genutzt werden.

In dieser Arbeit wird die Nanopartikelform des Materials TiO_2 genutzt. Hierbei handelt es sich um Partikel, deren Größe im Durchschnitt deutlich kleiner als 100 nm ist. Aufgrund der geringen Größe sind sie, solange das Material nicht in größeren Clustern vorliegt, für das sichtbare Licht transparent, für UV-Licht hingegen wirken die Partikel stark absorbierend, was ein Grund dafür ist, dass sie in dieser Form auch in Sonnencremes eingesetzt werden [49]. Die verwendeten Partikel liegen in einer Mischung aus Anatas- und Rutil-Kristallform vor (Titanium(IV) oxide, mixture of rutile and anatase, 33–37 wt.% in H_2O von Sigma-Aldrich®; Durchmesser < 150 nm; ~21 nm Hauptgröße der Startpartikel). Der Brechungsindex einer Schicht aus solchen Nanopartikeln lässt sich jedoch nur schwer abschätzen. Der Brechungsindex des gemischten Materials aus Anatas und Rutil befindet sich zwischen den beiden Dispersionskurven der einzelnen Kristallformen, wie sie in Abbildung 2.9 zu sehen sind. Jedoch wird es bei einer Schicht aus diesen Partikeln auch Lufteinschlüsse geben, da die Partikel keine lückenlose Packung bilden. Diese Lufteinschlüsse werden

den Brechungsindex der Schicht im Vergleich zu einem massiven Material weiter senken. Die Experimente (Kapitel 3.2) zeigen, dass der sich einstellende Brechungsindex dennoch ausreicht, um photonische Kristalle mit Resonanzen im sichtbaren Spektralbereich zu erzeugen.

2.2.3.2 ZnO-Nanopartikel

Zinkoxid ist eine chemische Verbindung aus Zink und Sauerstoff, welche hexagonale Kristalle bildet. Bei kleineren Kristallformationen liegt es als weißes Pulver vor. Dieses Pulver wird unter anderem, wie auch Titandioxid, als Bestandteil für Farben verwendet und kann hier unter anderem für eine Unempfindlichkeit gegen Pilzbefall sorgen [51]. In der Medizin findet Zinkoxid aufgrund seiner antiseptischen Wirkung in verschiedenen Präparaten zur Haut- und Wundbehandlung Anwendung [52].

Laut W. L. Bond ([53]) liegt der Brechungsindex von Zinkoxid bei einer Wellenlänge von 550 nm bei etwa 2,02. Der Wert des Brechungsindex nimmt über den sichtbaren Spektralbereich hierbei von 2,1 (450 nm) bis 1,97 (700 nm) stetig ab. Für ZnO in Form von Nanopartikeln ergibt sich ein anderer Verlauf für den Brechungsindex. I. Bodurov et al. ([54]) haben den Verlauf des Brechungsindex für ZnO-Nanopartikel im sichtbaren Spektralbereich angegeben mit 1,97 bei 450 nm bis 1,96 bei 600 nm. Bei 550 nm wurde ein Wert von 1,96 festgestellt. Die Nanopartikel hatten hierbei eine Maximalgröße von 50 nm und lagen in einer 50 wt% Konzentration in Wasser vor. Auch hierbei ist wie schon bei den Titandioxidnanopartikeln zu beachten, dass der Brechungsindex der effektiven Schicht auf den flexiblen photonischen Kristallen, wie sie in Kapitel 3.1 hergestellt werden, geringer ist aufgrund der Lufteinschlüsse, die sich bei einer gespincoateten Schicht aus Nanopartikeln auf einer nanostrukturierten Oberfläche ergeben. Die Experimente (Kapitel 3.2) zeigen, dass der sich einstellende Brechungsindex dennoch ausreicht, um photonische Kristalle mit Resonanzen im sichtbaren Spektralbereich zu erzeugen. Jedoch ist die mögliche Einstelldynamik deutlich geringer.

3 Flexible photonische Kristalle

Eins der Sensorprinzipien, das im Verlauf dieser Arbeit umgesetzt und untersucht wurde (Kapitel 4), setzt einen flexiblen photonischen Kristall voraus, welcher schon bei geringem Kraftaufwand starke Verformungen aufweist. Speziell für diesen Zweck wurde im Verlauf dieser Arbeit ein Herstellungsprozess für extrem flexible und dehbare photonische Kristalle entwickelt.

3.1 Herstellung

Um ein Maximum an Flexibilität zu gewährleisten, wurde PDMS als Substratmaterial für den flexiblen photonischen Kristall gewählt. Dieses Substrat trägt eine lineare periodische Nanostruktur. Diese Struktur dient dazu, die auf der Struktur aufgebrachte Hochindexschicht, die einen Wellenleiter bildet, periodisch zu formen, wodurch ein photonischer Kristall entsteht (Kapitel 2.1).

Für das Erzeugen der Nanostruktur in der Substratoberfläche wird ein Nanostrukturstempel benötigt. Dieser wird mittels eines lithographischen Prozesses über Nanoimprint von einer gekauften Masterstruktur mit der gewünschten Nanostruktur kopiert. Dieser Prozess zur Herstellung einer Kopie einer Nanostruktur wurde unter anderem von Jahns et al. beschrieben ([55]). Für den Nanoimprintprozess wird flüssiges und entgastes PDMS in einem Mischungsverhältnis von 8:1 (Base: Curing) auf den Nanostrukturmaster gegeben und im Ofen bei 80 °C für 45 Minuten ausgehärtet. Das ausgehärtete PDMS wird vom Master abgezogen und dieser Negativabdruck wird wiederum in eine dünne Lackschicht aus Amonil (MMS4 von AMO GmbH, Aachen, Deutschland) gedrückt, deren Aushärtung dann mittels einer UV-Bestrahlung erfolgt. Der PDMS-Stempel kann nun entfernt werden (Abbildung 3.1: a1–b3). Die Nanostruktur ist nun als Kopie in der Lackschicht vorhanden. Diese Kopie kann jetzt als Stempel für die Herstellung des PDMS-Substrats mit Nanostruktur des flexiblen photonischen Kristalls genutzt werden, ohne den originalen Master zu sehr abzunutzen.

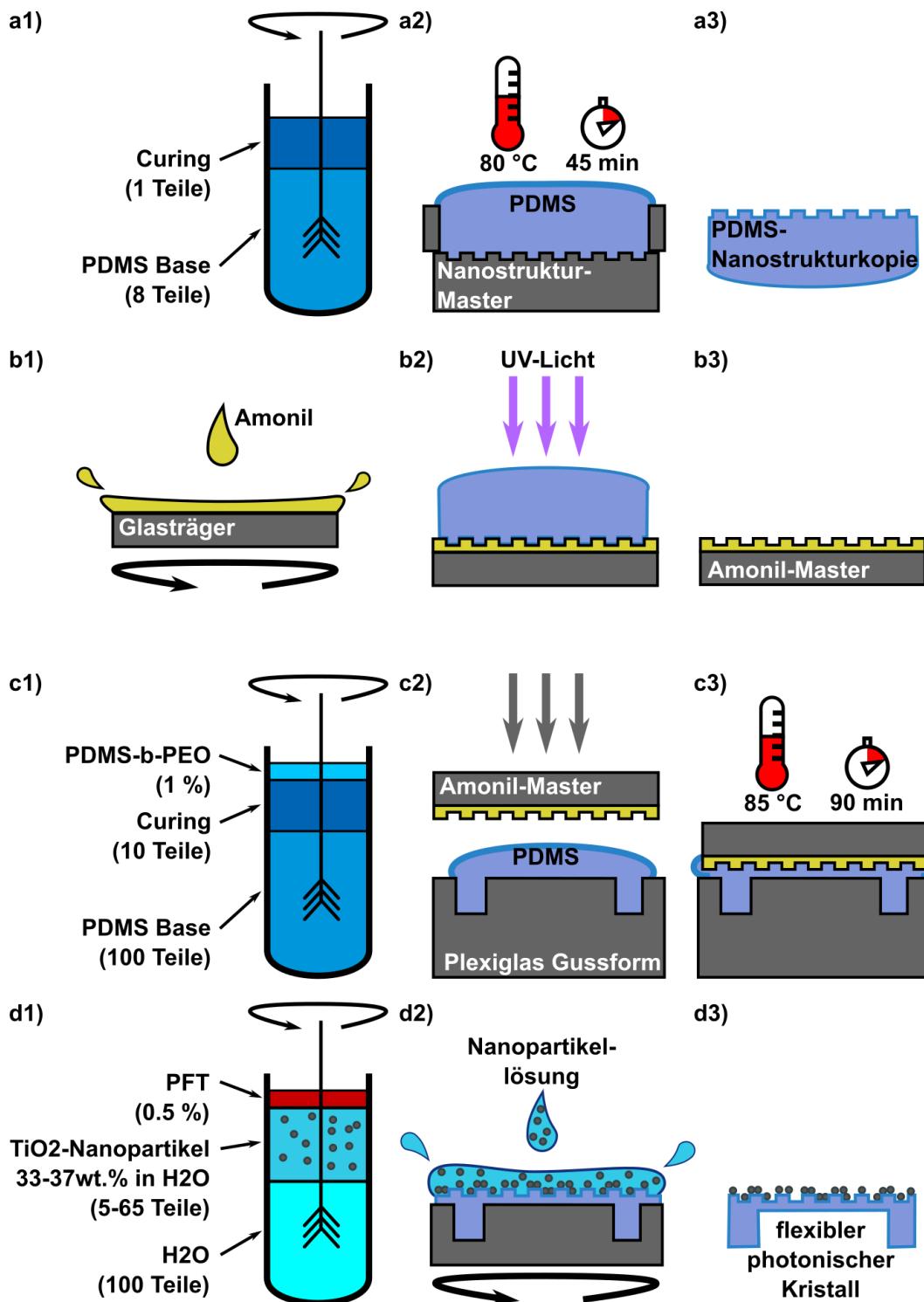


Abbildung 3.1: Gezeigt wird eine Übersicht über den kompletten Herstellungsprozess für einen flexiblen photonischen Kristall. In Zeile a) wird die Kopie eines Nanostrukturmasters in PDMS erzeugt. Zeile b) beinhaltet die Schritte für die Übertragung in eine Amonilschicht. Die Herstellung einer flexiblen PDMS-Membran mit Nanostrukturprägung über ein Pressverfahren wird in Zeile c) gezeigt. In Zeile d) schließlich wird über die Beschichtung mit Nanopartikeln aus der strukturierten Membran ein flexibler photischer Kristall.

Für die Herstellung der flexiblen Nanostruktur werden zunächst die beiden Komponenten von PDMS (Base, Curing) für die gewünschte Flexibilität des ausgehärteten Polymers abgewogen. In den Anwendungsfällen dieser Arbeit fällt die Wahl auf ein Mischungsverhältnis von 1:10. Danach wird ein Anteil von ca. 1 % PEO-PDMS (Poly (dimethylsiloxane-b-ethylene oxide), methyl terminated (PEO-PDMS from Polysciences, Inc.)) hinzugefügt. Dies verringert den Wasserkontaktwinkel der ausgehärteten Oberfläche signifikant (Kapitel 2.2.2) und ermöglicht so erst das Auftragen der Hochindexschicht im späteren Verlauf der Herstellung. Diese 3 Komponenten werden für etwa 15 Minuten gemischt (Abbildung 3.1: c1). Die während des Mischens ins PDMS eingebrachten Luftblasen müssen aus der Masse entfernt werden, bevor das Substrat hergestellt werden kann, da die Luftblasen ansonsten das spätere Substrat schwächen. Hierfür wird das PDMS für 30 Minuten einem stark verringerten Umgebungsdruck ausgesetzt und dadurch entgast. Die Blasen steigen so im PDMS auf und treten an der Oberfläche aus. Wenn keine Blasen mehr aufsteigen, ist das PDMS bereit, um in die Form gegossen zu werden.

Das flüssige PDMS-Gemisch wird in die gewünschte Form gegeben. Die Amonilkopie des Nanostrukturmasters deckt die Form zusätzlich von oben ab und wird angepresst, sodass sich die Nanostruktur in die obere Schicht des PDMS eindrückt und nur eine dünne PDMS-Schicht zwischen Gussform und Amonilkopie übrigbleibt. Diese bildet nach dem Aushärten eine Membran. Das Substrat wird so bei 85 °C für 90 Minuten im Ofen ausgehärtet (Abbildung 3.1: c2+c3). Danach kann die Amonilkopie von der Form entfernt werden.

Für das Erzeugen der Hochindexschicht des flexiblen photonischen Kristalls werden Nanopartikel verwendet. Es handelt sich um TiO₂-Nanopartikel (Titanium(IV) oxide, mixture of rutile and anatase, 33–37 wt.% in H₂O von Sigma-Aldrich®; Durchmesser < 150 nm; ~21 nm Hauptgröße der Startpartikel). Die 33–37 wt.%ige Partikel-Wasser-Mischung muss für das Erzeugen der Hochindexschicht zunächst verdünnt werden. Es wird so viel destilliertes Wasser hinzugefügt, bis die Partikelmenge am Gesamtgewicht 2–14 wt.% beträgt, je nachdem welche Resonanzwellenlänge für den flexiblen Kristall gewünscht wird. Die Prozentgrenzen wurden für die hier durchgeföhrten Experimentreihen empirisch festgelegt und zeigen eine gute

Abdeckung des sichtbaren Spektralbereichs. Zusätzlich wird 0.5 wt.% fluorosurfactant (PFT) (NOVEC FC-4430 von 3M™ Advanced Material Division) der Mischung beigefügt (Abbildung 3.1: d1). Dies reduziert den Kontaktwinkel der Mischung zur PDMS-Oberfläche, auf die diese später aufgetragen werden soll. Dies unterstützt den Effekt, durch das PEO-PDMS ebenfalls verursacht wird.

Die Nanopartikelmischung wird mittels eines Spincoatprozesses auf das PDMS aufgetragen. Das Substrat wird im Spincoater befestigt und die Oberfläche vollständig mit der verdünnten Nanopartikelmischung benetzt. Da sich der Kontaktwinkel an der Oberfläche aufgrund der Molekülneuausrichtung der PEO-PDMS-Komponente im Substrat erst nach einiger Zeit verringert, muss ca. 30 bis 60 Sekunden gewartet werden, bis eine gewisse Sättigung eingetreten ist (genauere Informationen hierzu in Kapitel 2.2.2). Daraufhin kann der Spincoatprozess gestartet werden. Eine Rampe von 5000 rpm/s wird genutzt, um eine Drehzahl von 2000 rpm zu erreichen. Diese Drehzahl wird dann für 60 s gehalten. Die meiste Flüssigkeit wird durch diesen Vorgang vom PDMS-Deckel entfernt, die restliche Feuchtigkeit verdunstet danach innerhalb weniger Sekunden (Abbildung 3.1: d2). Die Partikel bleiben in einer dünnen amorphen Schicht auf der Nanostruktur zurück und werden durch diese strukturiert. Diese Schicht dient somit als periodisch strukturierter Wellenleiter, und der photonische Kristall ist damit fertig (Abbildung 3.1: d3).

3.2 Charakterisierung

Über die Periode der Nanostrukturmaster und die Konzentration der Nanopartikelmischung können die flexiblen photonischen Kristalle mit dem unter 3.1 beschriebenen Herstellungsprozess in vielen verschiedenen Konfigurationen produziert werden. Zur Analyse wurden verschiedene flexible photonische Kristalle hergestellt und optisch vermessen. Für die Vermessung interessant ist die Position der Resonanz des photonischen Kristalls im Spektrum. Diese lässt sich sowohl durch die eben erwähnten Herstellungsparameter (Abbildung 3.2: a) und b)) und auch durch die Neigung des Kristalls (Abbildung 3.2: c)) oder speziell für die flexiblen photonischen Kristalle durch die Dehnung senkrecht zur Nanostruktur (Abbildung 3.2: d)) beeinflussen. Hierbei ist noch zu erwähnen, dass alle Möglichkeiten im Normalfall zu einer reinen Verschiebung der vorhandenen Resonanz führen, solange keine neuen entstehen oder vorhandene verschwinden, außer im Falle der Neigung. Die Neigung

des photonischen Kristalls um eine Drehachse senkrecht zu seinen Gitterlinien und parallel zur Oberfläche führt zu einem Aufspalten der Resonanzen. Dies ergibt eine Abschwächung der Einzelresonanzen. Die zwei einzelnen Resonanzen verschieben sich dann im Spektrum in die entgegengesetzte Richtung, wie aus Kapitel 2.1.1 und [20] ersichtlich. Tabelle 1 zeigt alle getesteten Parameter, diese wurden in allen Kombinationen analysiert.

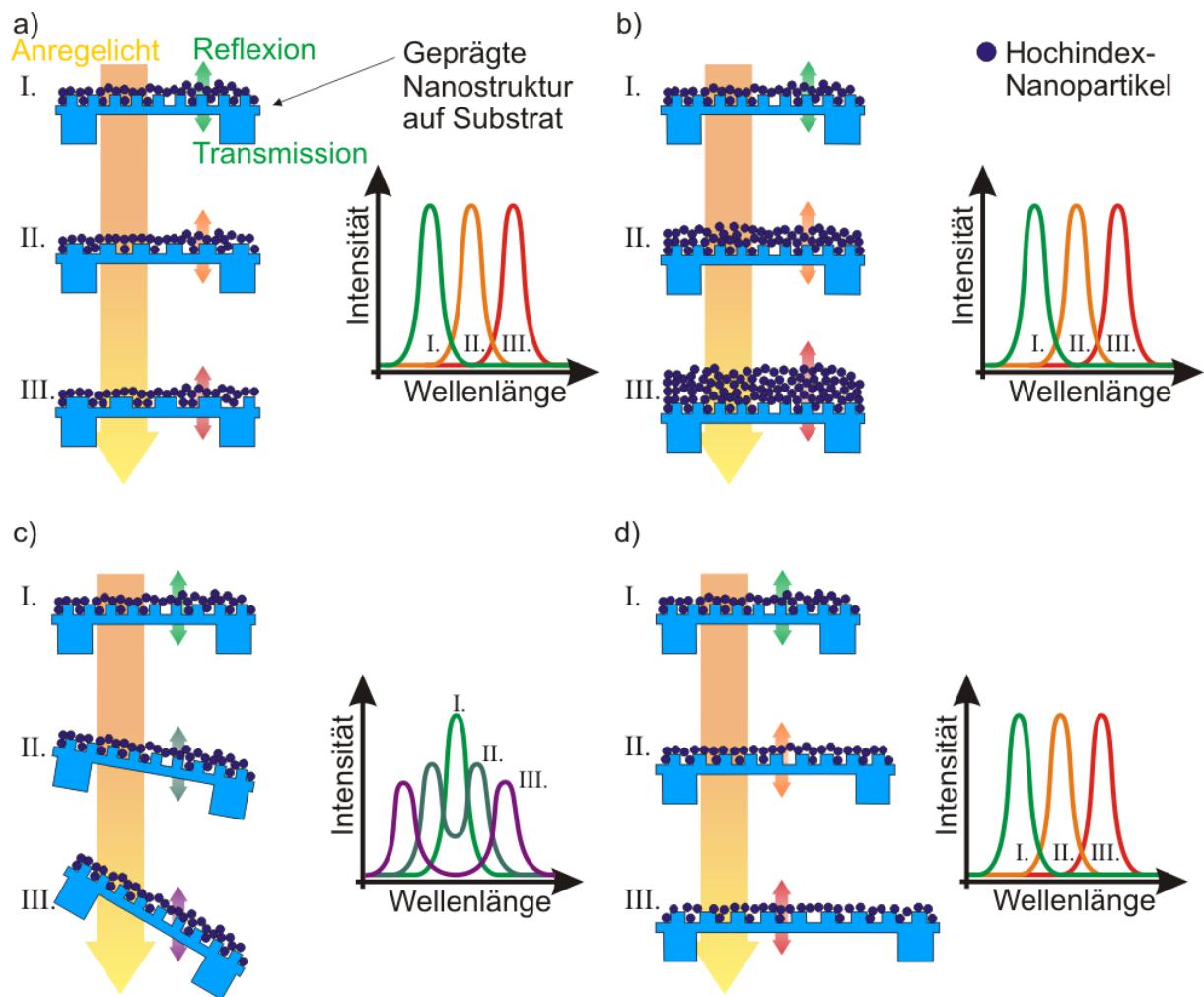


Abbildung 3.2: Die Resonanzfrequenz kann über verschiedene Parameter eingestellt werden, da wären die Periode der Nanostruktur a), die Konzentration der Nanopartikel in der zu spincoatenden Wasserlösung b), die Neigung des Kristalls c) und die Dehnung des flexiblen photonischen Kristalls, welche die Periode und Schichtdicke der Partikelschicht beeinflusst d).

Tabelle 1: Auflistung der getesteten Parameter für die flexiblen photonischen Kristalle

Nanostruktur Perioden	Nanopartikel- konzentrationen	Dehnungen
300 - 500 nm in 100 nm Schritten	2 % -14 % in 4 % Schritten	0 % - 20% in 2 % Schritten

So entstanden 12 verschiedene Proben für die optische Charakterisierung. Für die Analyse wurden die Proben spektral vermessen. Hierzu erfolgte das Ausleseverfahren wie in Kapitel 2.1.2 beschrieben. Das im Kristall resonante Licht aus einer breitbandigen Anregung mit der Mikroskopbeleuchtung wurde mittels des gekreuzten Polfilteraufbaus vom Hintergrundlicht isoliert und über ein Spektrometer ausgemessen (Abbildung 3.3: a) und b)). Der jeweilige flexible photonische Kristall war hierbei in eine Halterung eingespannt, welche zum einen seine 45°-Ausrichtung zu den Polfiltern sicherstellte und zum anderen für die Dehnung des Kristalls senkrecht zu seinen Gitterlinien genutzt werden konnte (Abbildung 3.3: c)).

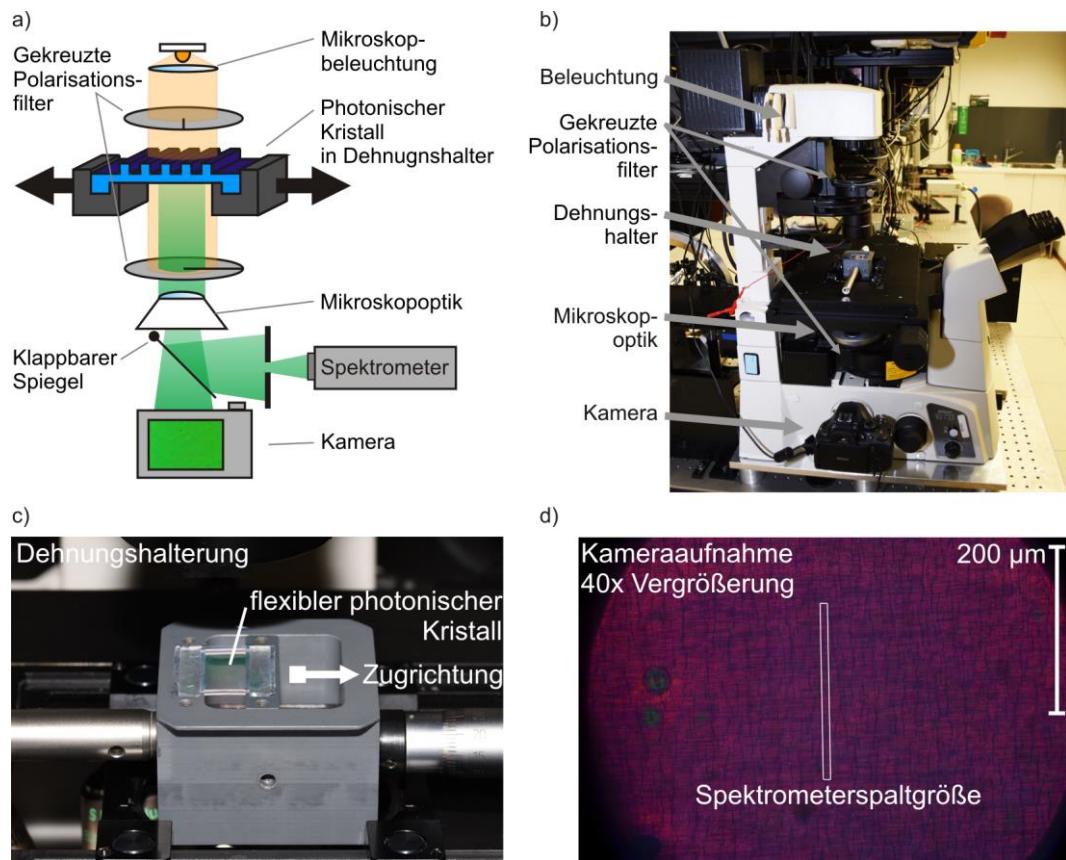


Abbildung 3.3: a) Schema für die Vermessung eines flexiblen photonischen Kristalls unter dem Mikroskop in einer Dehnungshalterung zwischen gekreuzten Polfiltern, um den Farbwechsel sichtbar zu machen. b) Transmissionsmikroskop mit angeschlossener Kamera für Farbaufnahmen der Proben auf der linken Seite und angeschlossenem Spektrometer für die spektrale Untersuchung auf der rechten Seite (im Bild nicht sichtbar). c) Dehnungshalter für flexible photonische Kristalle, der für Durchlichtaufnahmen mit dem Mikroskop geeignet ist. c) Kameraaufnahme eines flexiblen photonischen Kristalls bei 40-facher Vergrößerung zwischen gekreuzten Polfiltern über und unter der Probe, um die Resonanzfarbe (hier dunkles Rot) sichtbar zu machen. Die Größe des für das Spektrometer sichtbaren Bereichs wurde ebenfalls markiert.

Die Auswertung über das Spaltspektrometer ergab je nach Vergrößerungseinstellung des Mikroskops für jede Probe in einer Raumdimension über eine gewisse Entfernung ein lokal aufgelöstes Spektrum des zentralen Bereichs der Probe (Abbildung 3.3: d)). Dieser Bereich wird vom Spektrometer mit 256 Einzelspektren abgetastet (Abbildung 3.4: a); ein Spektrum entspricht einem Pixel auf der X-Achse und überdeckt eine Entfernung von ca. 810 nm bei einer 40-fachen Vergrößerung durch das Mikroskop). Aus diesen Aufnahmen wurde ein Bereich manuell ausgewählt und gemittelt, um ein Einzelspektrum mit gut ausgeprägten Resonanzen und geringem Rauschen zu erhalten (Abbildung 3.4: b)). In diesem Spektrum wiederum wurde manuell die ungefähre Resonanzposition markiert und dann über die gemittelten Messpunkte der

näheren Umgebung (± 20 Messpunkte) ein automatischer Polynomfit 2. Grades gelegt (Abbildung 3.4: c)), um die eigentliche Resonanzposition zu finden (Abbildung 3.4: d)).

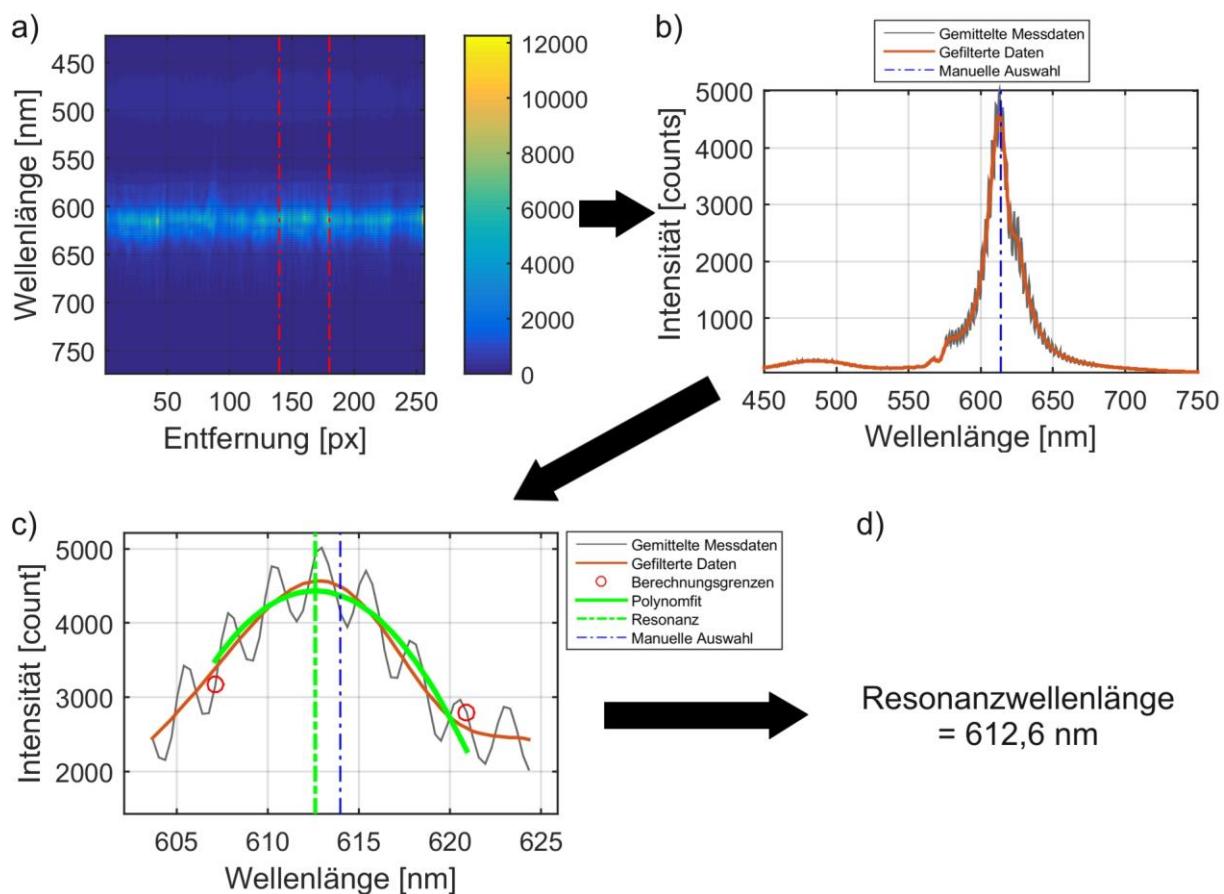


Abbildung 3.4: Gezeigt wird ein Schema für die Analyse der aufgenommenen Spektren zur Ermittlung der Resonanzwellenlänge. Das Spektrum des Spaltspektrometers wird geladen und aus dem über eine gewisse räumlich aufgelöste Strecke ein Ausschnitt mit möglichst wenig Fehlern gewählt a). Über den ausgewählten Bereich wird nun gemittelt und die gemittelten Daten mittels eines Butterworthfilters geglättet, um für die manuelle Vorauswahl Effekte wie Rauschen und Dünnschichtinterferenzen auszublenden b). Über die gemittelten Messdaten in der näheren Umgebung der manuellen Auswahl wird ein Polynom 2. Grades gefitett c), dessen Extremstelle die Resonanzwellenlänge markiert d).

Die manuelle Auswahl erwies sich als nötig, da es im Rahmen der Arbeit nicht möglich war, einen Automatismus für die Erkennung der Resonanzen zu erstellen, der für beliebige Proben funktionierte, da sich die Form und Position der Resonanzen jeweils stark unterscheiden konnten. Auch die Intensität des Rauschens und die Ausprägung der Resonanz gegenüber diesem war stark probenabhängig und deshalb nicht mit einem Automatismus auswertbar. Abbildung 3.5 zeigt Spektren von vier verschiedenen Proben bei unterschiedlichen Dehnungszuständen. Die

Nanostrukturperiode für alle Proben war 400 nm im ungedehnten Zustand. In Grau sind die gemittelten Spektren zu sehen, wie sie durch die Auswahl und Mittelung der Originalspektren entsprechend Abbildung 3.4: b) entstehen. Die farbigen Linien entsprechen den mittels Butterworthfilter geglätteten Spektren und zeigen, dass sich Kurven und Resonanzform jeweils stark unterscheiden. Die erste Kurve für die 2 wt% Partikelkonzentrationsprobe bei 18 % Dehnung zeigt eine recht breit gestreckte Resonanz mit relativ geringer Intensität und starken Dünnschichtinterferenzen im ungefilterten Spektrum.

Dünnschichtinterferenzen im Spektrum entstehen durch die Mehrfachreflexion des zur Beleuchtung verwendeten Lichts, welches zwischen der oberen und unteren Grenzfläche der PDMS-Membran hin und her reflektiert wird. Sind die Grenzflächen parallel und die Schicht dünn genug, so entstehen Auslöschungseffekte zwischen den einzelnen Reflektionen, die sich im Spektrum zeigen. Je nach Wellenlänge sind diese unterschiedlich, wodurch die vielen einzelnen Peaks und Dipps entstehen. Die Dicke der PDMS-Schicht, die Parallelität der Grenzflächen und die Oberflächenbeschaffenheit der Grenzflächen beeinflussen die Intensität dieser Interferenzen, weswegen sie bei einigen Proben stärker und bei andern nur schwach zu erkennen sind. Dünnschichtinterferenzen werden in Kapitel 4.3.3 zur Dickenbestimmung der PDMS-Membranen verwendet.

Die zweite Kurve der 6 wt% Probe bei 10 % Dehnung zeigt einen Doppelpeak, welcher entsprechend der Theorie aus Kapitel 2.1.1 die Bandlücke andeuten kann, aber auch in einer leichten Schräglage der Probe während der Messung begründet sein könnte. Hierbei muss die Dipposition für die Resonanz ausgelesen werden, um mit den restlichen Daten konsistent zu sein. Des Weiteren weist dieses Spektrum keine sichtbaren Dünnschichtinterferenzen auf. Kurve 3 für eine mit 10 wt% Partikelkonzentration gespincoatete Probe bei 2 % Dehnung weist hingegen einen einzelnen deutlich erkennbaren Resonanzpeak auf. Im ungefilterten Spektrum sind jedoch auch hier starke Dünnschichtinterferenzen zu sehen, die ein automatisiertes Auslesen allein aus diesen Daten erschweren würden. Die letzte Kurve bei 14 wt% Partikelkonzentration und 8 % Dehnung zeigt zu einem verhältnismäßig schwachen Resonanzpeak zusätzlich die Entstehung eines zweiten Resonanzpeaks bei einer deutlich geringeren Wellenlänge.

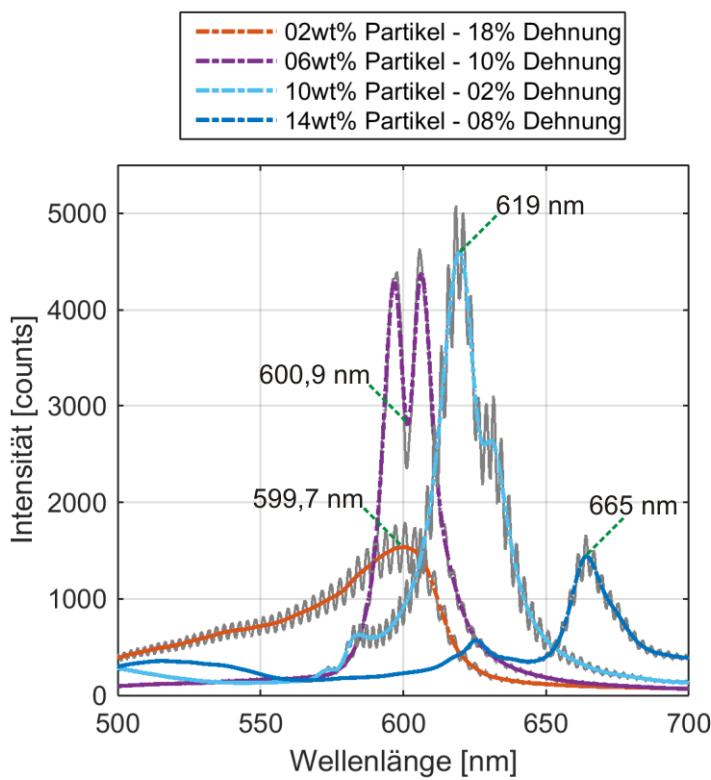


Abbildung 3.5: In diesem Vergleichsdiagramm sind vier Spektren von Proben mit einer TiO₂-Nanostrukturperiode von 400 nm gezeigt. Die Partikelkonzentrationen waren verschieden und die Dehnungszustände ebenfalls. Die grauen Kurven zeigen hierbei die gemittelten Messdaten, wie sie bei der Auswertung nach dem Schema in Abbildung 3.4 von Schritt a) zu b) entstehen. Gut zu erkennen sind bei den meisten Spektren die Dünnschichtinterferenzen. Diese werden durch eine Glättung mit einem Butterworthfilter entfernt, um das Erkennen der Resonanz für den Betrachter einfacher zu machen (farbige Kurven).

In Abbildung 3.6 wurden zunächst die Resonanzpositionen über den genutzten Partikelkonzentrationsgemischen für jede verwendete Nanostruktur gezeigt, ohne diese zu dehnen. Es ist zu erkennen, dass bei Erhöhung der Partikelkonzentration eine näherungsweise lineare Erhöhung der Resonanzposition bei allen drei untersuchten Nanostrukturen zu beobachten ist. Die Resonanzpositionen erhöhen sich für die 300 nm Struktur von 420,6 nm auf 529,1 nm bei der Steigerung der Partikelkonzentration von 2 wt% auf 14 wt%. Für die 400 nm und 500 nm Struktur ändern sich die Resonanzwellenlängen jeweils von 534,1 nm auf 645,3 nm bzw. von 666 nm auf 767,4 nm.

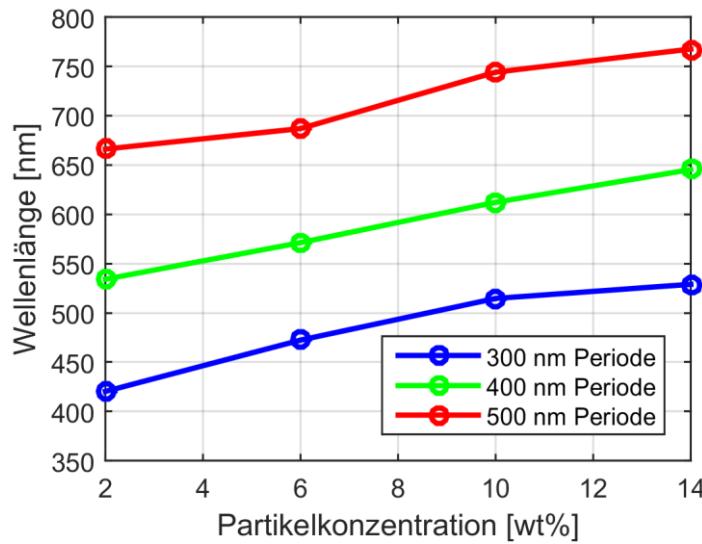


Abbildung 3.6: Durch die Wahl der TiO₂-Partikelkonzentration und der Nanostruktur während der Herstellung wurden hier 12 verschiedene Konfigurationen flexibler Kristalle prozessiert. Jeweils 4 mit 300 nm, 400 nm und 500 nm Grundstrukturperiode und den Partikelkonzentrationen 2 wt%, 6 wt%, 10 wt% und 14 wt%.

Dies entspricht bei allen Strukturen einer Erhöhung der Resonanzposition von etwa 9 nm/wt%. Somit kann mit den hier untersuchten Nanostrukturen und Partikelkonzentrationen der gesamte Spektralbereich von 420,6 nm bis 767,4 nm fast lückenlos abgedeckt werden, was einem Großteil des sichtbaren Spektrums (~380 nm–780 nm) entspricht.

In Abbildung 3.7 wird gezeigt, wie sich die Resonanzform, die durch entsprechende optische Filterung (Kapitel 2.1.2) sichtbar gemacht wurde, durch Dehnung verändert. Es sind Beispiele von 4 Proben mit jeweils einer 400 nm periodischen Nanostruktur gezeigt, deren Herstellung mit unterschiedlichen TiO₂-Partikelkonzentrationen erfolgte. Die Spektren wurden mit einem Spaltpektrometer entsprechend des Schrittes a) aus Abbildung 3.3 aufgenommen und über die Länge gemittelt, um herstellungsbedingte Unregelmäßigkeiten auf der Oberfläche in der Auswertung zu reduzieren. Es ist zu erkennen, dass die stärksten Resonanzen bei einer Partikelkonzentration zwischen 6 wt% und 10 wt% entstehen. Bei der Probe mit 6 wt% Partikelkonzentration in der Herstellungslösung ist im Zentrum des Spektrums ein Dipp der Intensität zu erkennen. Dieser kann entweder die Bandlücke, wie sie in der Theorie in Kapitel 2.1.1 beschrieben wird, andeuten oder durch eine leichte Schräglage der Probe während der Messung begründet sein. Die Resonanz dieser Probe weist eine hohe Intensität und steile Flanken auf, was eine gute Auswertung der Resonanzposition für die späteren Untersuchungen ermöglicht.

In Bezug auf die Dehnung sieht man, dass die Resonanz in allen Fällen bei den in dieser Arbeit entwickelten flexiblen photonischen Kristallen über den gesamten Messbereich hinweg in einer auswertbaren Form erhalten bleibt. Es entstehen mit dem vorgestellten Herstellungsverfahren also nanostrukturierte Wellenleiterschichten, die in der Lage sind, Moden im sichtbaren Spektrum auszubilden. Diese Schichten verlieren ihre Wellenleitereigenschaften nachweislich auch nicht durch extreme Dehnungen von bis zu +20 % der ursprünglichen Länge.

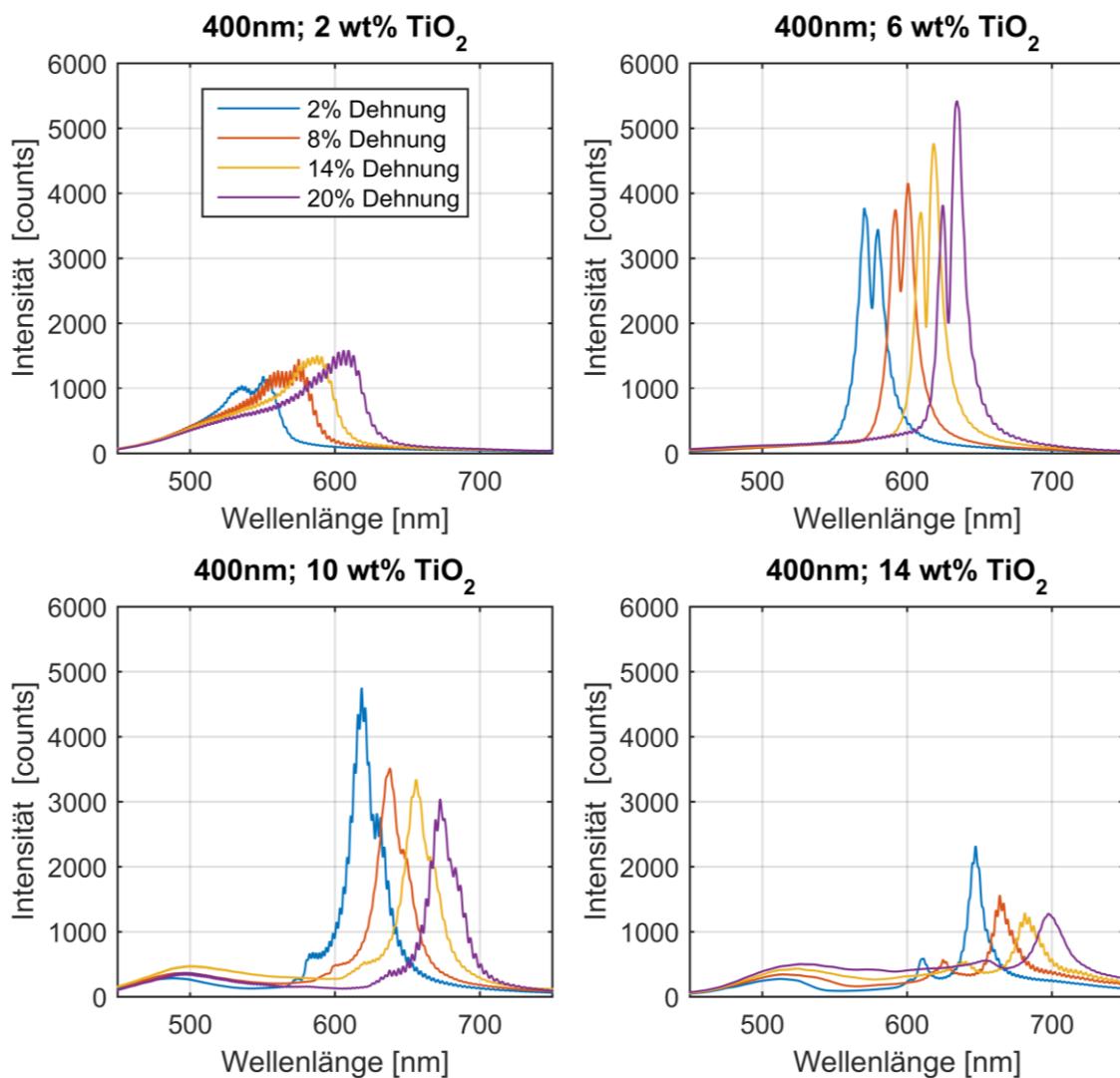


Abbildung 3.7: Es wird eine Übersicht über die Entwicklung der Resonanzform bei Dehnung gezeigt. Es sind exemplarisch einzelne Dehnungszustände (+2, +8, +14 und +20 % der Originallänge) für Proben mit einer 400 nm-Struktur und unterschiedlichen TiO_2 -Konzentrationen (hergestellt mit einer 2, 6, 10 und 14 wt% TiO_2 -Lösung entsprechend Kapitel 3.1) dargestellt.

Für die weitere Auswertung wurden Resonanzwellenlängen der Proben bei Dehnungsreihen bestimmt. Abbildung 3.8 zeigt alle aufgenommenen Messwerte für

die untersuchten Proben. Hierbei wurden die Messpunkte als Kreise (300 nm Strukturen), Kreuze (400 nm Strukturen) und Rauten (500 nm Strukturen) markiert. Die jeweils verwendete Partikelkonzentration auf der Struktur wird über die Farben von Blau (2 wt%) bis Rot (14 wt%) dargestellt. Für jede Probe wurde ein linearer Fit erstellt, der als gestrichelte Linie im Diagramm zu sehen ist. Messwerte ab einer Dehnung von 10 % aufwärts für die 500 nm Probe mit 10 wt% Partikelkonzentration und ab einer Dehnung von 4 % für die 500 nm Probe mit 14 wt% Partikelkonzentration wurden nicht aufgenommen, da hier die Resonanz nicht mehr im messbaren Spektralbereich lag. Für die Dehnung fiel die Wahl aus Erfahrung auf eine Obergrenze von zusätzlichen 20 % der Originallänge, um eine ungewollte Zerstörung der Proben zu vermeiden.

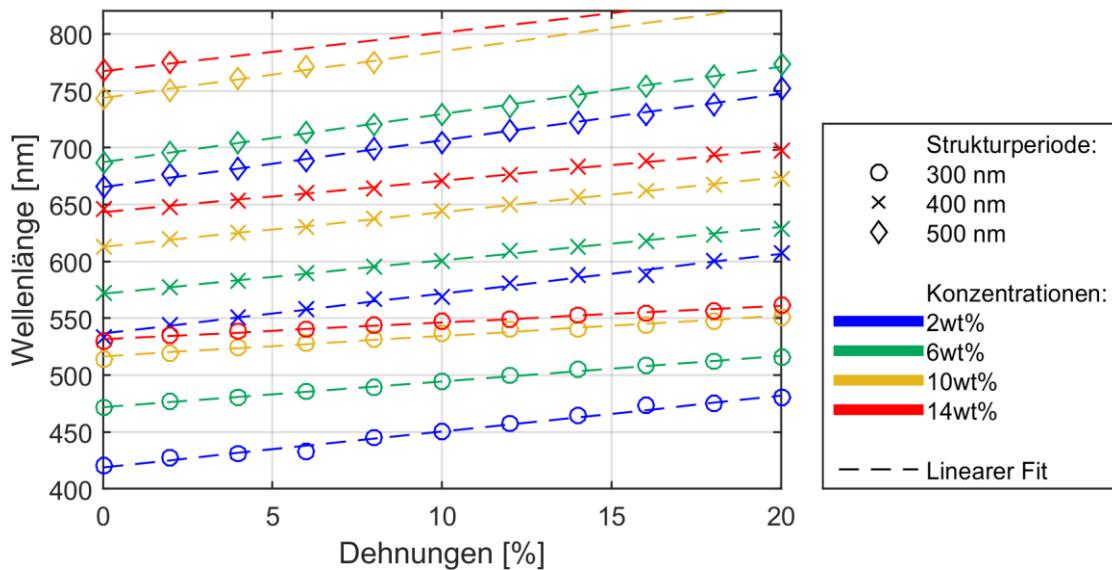


Abbildung 3.8: Die 12 Proben mit unterschiedlichen Nanostrukturperioden und TiO_2 -Partikelkonzentrationen wurden von 0 bis 20 % gedehnt und die Resonanzwellenlängen bestimmt.

Es ist deutlich zu erkennen, dass über die Dehnung die Resonanzwellenlänge näherungsweise linear im Spektrum verschoben werden kann. Diese Verschiebung ist je nach Probe in einem Bereich von 30 nm (300 nm Struktur mit 14 wt% Partikelkonzentration) bis knapp über 80 nm (500 nm Struktur mit 2 wt% Partikelkonzentration) bei einer Dehnung von 0 bis 20 % der Originallänge möglich. Dies führt zu Verschiebungsfaktoren von 1,4 nm/% bis zu 4 nm/%, was den Steigungen der linearen Fits an den Messdaten entspricht. Tendenziell nehmen die Verschiebungsfaktoren mit steigender Partikelkonzentration ab, gleichzeitig aber auch mit steigender Grundstrukturperiode zu.

Diese gegenläufigen Tendenzen lassen sich über den effektiven Brechungsindex erklären. Durch die Dehnung wird die Periodenlänge der Struktur vergrößert, was, wenn man die Formeln zur theoretischen Berechnung der Resonanzwellenlänge von Turnbull in Kapitel 2.1.1 betrachtet, zu einer Erhöhung der Resonanzwellenlänge führt. Gleichzeitig verringert sich jedoch auch die Brechkraft des Hochindexmaterials Titandioxid, was in der Dispersionskurve in Abbildung 2.9 gut zu erkennen ist. Hierdurch wird der effektive Brechungsindex geringer. Dies mindert den Erhöhungseffekt durch die Strukturvergrößerung, wie ebenfalls aus den Formeln in Kapitel 2.1.1 ersichtlich wird. Zudem nimmt bei größerer Dehnung auch die Partikeldichte durch die Vergrößerung der Oberfläche immer weiter ab und somit auch der effektive Brechungsindex. Dieser mindernde Effekt ist umso größer, je höher die Partikelkonzentration ist, da prozentual mehr Anteil des effektiven Brechungsindex durch den Brechungsindex des Hochindexmaterials ausgemacht wird. Dass die Verschiebungsfaktoren bei größeren Nanostrukturperioden weniger stark abnehmen und sogar leicht größer sind als bei kleineren Nanostrukturperioden, lässt sich wiederum damit erklären, dass die Dispersionskurve von Titandioxid (TiO_2) bei höheren Wellenlängen stark abflacht. Dies bedeutet, der Verlust an Brechkraft für das Hochindexmaterial ist bei steigenden Wellenlängen im höheren Wellenlängenbereich pro Wellenlänge nicht so groß wie im niedrigeren Wellenlängenbereich.

3.2.1 Alternatives Hochindexmaterial: ZnO

Eine Variation des verwendeten Hochindexmaterials wurde ebenfalls untersucht. Als Ersatz für die Titandioxidnanopartikel fungierten im Herstellungsprozess (Kapitel 3.1) Zinkoxidnanopartikel. Es wurden Proben auf Basis einer 400 nm Struktur erstellt mit Partikelkonzentrationen von 5 wt% und 10 wt%. Untersuchungen der Resonanzpositionen im Spektrum dieser Proben bei Dehnungen von ebenfalls 0 bis +20 % ergaben deutlich kleinere Verschiebungen durch die Partikelkonzentration. Diese lagen in etwa bei 3 nm/wt%, also bei nur etwa einem Drittel der Änderung durch TiO_2 . Die Verschiebung für die Dehnung erreichte jedoch ähnliche Werte von etwa 4 nm/%. TiO_2 ist somit deutlich besser geeignet, um die Resonanzposition eines solchen flexiblen photonischen Kristalls im gesamten sichtbaren Spektrum einzustellen, was durch den deutlich höheren Brechungsindex (Brechungsindex ZnO: 2,1 bis 1,96 im Gegensatz zu TiO_2 : 2,78 bis 2,54) im sichtbaren Spektralbereich erklärt werden kann. Für die Empfindlichkeit in Bezug auf die Dehnung in der späteren

Anwendung ist das Material allerdings eine geeignete Alternative zu TiO₂, wie die Auswertung in Abbildung 3.9 zeigt.

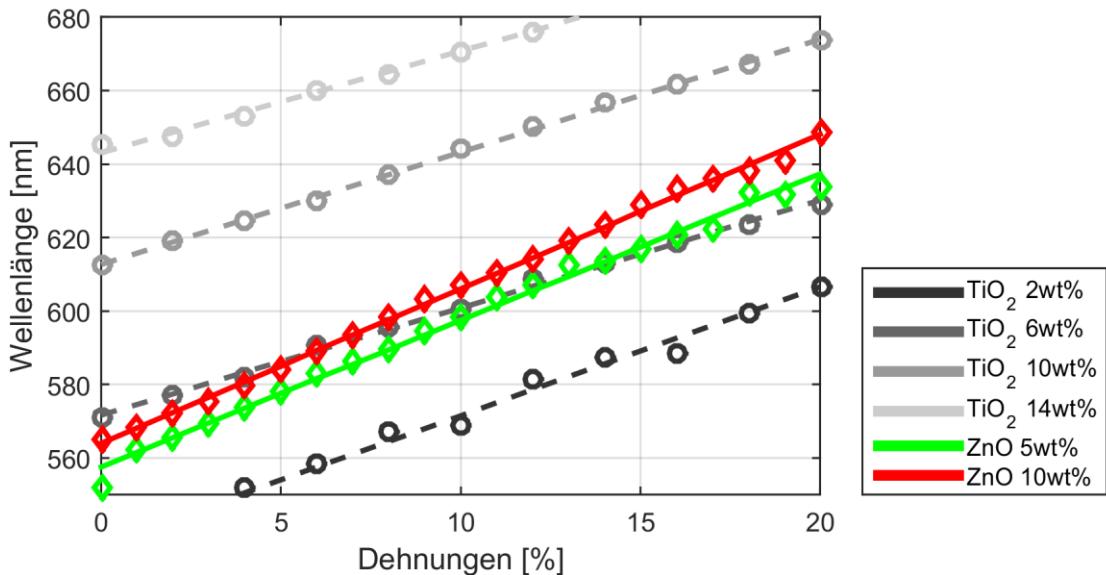


Abbildung 3.9: Die gemessenen Resonanzpositionen der gedehnten ZnO-Proben mit 5 und 10 wt% Partikelmischungen und 400 nm Grundstruktur wurden hier im Vergleich zu den Resonanzpositionen der TiO₂-Proben mit 400 nm Grundstruktur und 2 bis 14 wt% Partikelmischungen geplottet. Zudem wurden gefittete Ausgleichsgeraden für die Messwerte errechnet und ebenfalls geplottet.

Die Resonanzpositionen der zwei hergestellten Proben bei Dehnung sind in Abbildung 3.9 im Vergleich zu den bereits untersuchten 400 nm TiO₂-Proben geplottet. Die Darstellung der Wellenlänge über der Dehnung für jede einzelne Probe zeigt im Vergleich zum TiO₂ eine leicht höhere Steigung der einzelnen Kurven, sie reagieren also stärker auf eine Dehnung der Grundstruktur. Jedoch zeigt eine Steigerung der Menge an Nanopartikeln in der Lösung eine deutlich schwächere Resonanzverschiebung als bei der Verwendung von TiO₂. Auch kann die Konzentration von Partikeln nicht so weit gesenkt werden, wie dies bei TiO₂ vorgenommen wurde. Versuche, Proben mit Konzentrationen von weniger als 5 wt% ZnO-Partikeln in der Spincoatlösung herzustellen, führten nicht zum Ausbilden von Moden und sind hier nicht weiter aufgeführt. Beides lässt sich mit dem geringeren Brechungsindex von ZnO erklären, der einerseits dafür sorgt, dass mehr Hochindexmaterial für die erfolgreiche Bildung einer Wellenleiterstruktur vorhanden sein und die Menge an Hochindexmaterial für eine Verschiebung stärker anwachsen muss bei der Verwendung von ZnO-Partikeln, da diese den geringeren Brechungsindex im Vergleich zu TiO₂-Partikeln besitzen.

Da sich aus diesen Untersuchungen herausstellte, dass TiO₂ als Hochindexmaterial mit geringeren Konzentrationen leichter einstellbare Resonanzen über einen großen Bereich des Spektrums ermöglicht, welche für die folgenden Sensorexperimente wünschenswert waren, wurden keine weiteren Experimente mit ZnO-Partikeln als Hochindexmaterial für flexible photonische Kristalle durchgeführt und für die Drucksensoren TiO₂-Partikel als Hochindexmaterial für die flexiblen photonischen Kristalle gewählt.

3.3 Zusammenfassung

Es wurde ein Herstellungsverfahren für flexible planare photonische Kristalle entwickelt, das ohne komplexe Maschinen wie Aufdampf- oder Sputteranlagen auskommt. Es wird zu den Materialien wie dem PDMS für die Substratherstellung, den gelösten Nanopartikeln für die Hochindexschicht und einem Nanostrukturmaster oder vorzugsweise Kopien hiervon lediglich zusätzlich ein Spincoater benötigt, was die Herstellungszeit, den Aufwand und die Kosten deutlich reduziert. Zudem zeigen die Experimente, dass über den Herstellungsprozess mit den getesteten Materialien und Nanostrukturen Resonanzen im fast gesamten sichtbaren Spektrum erreicht werden können (420,6 nm bis 767,4 nm sind erreicht worden). Zusätzlich zeigte sich eine Dehnbarkeit auf mind. 120 % der Originallänge, wodurch Steigerungen der Resonanzposition je nach Probe von 30 nm bis knapp über 80 nm von der Ausgangsposition möglich waren. Die Kristalle qualifizieren sich somit für Einsatzgebiete, bei denen hohe Dehnungen oder ein weiter Einstellbereich der Resonanz nötig sind, wie dies für die in dieser Arbeit untersuchten Drucksensoren auf Basis einer flexiblen Membran mit photonischem Kristall der Fall ist.

Für diese Arbeit wurden die flexiblen photonischen Kristalle nach dem in diesem Kapitel beschriebenen Herstellungsprozess für die in Kapitel 4 gezeigten Wölbungssensoren verwendet. Die hohe Flexibilität und starke Resonanzverschiebung sind in Kombination mit der einfachen Integration in den Herstellungsprozess des Sensors ideale Eigenschaften für die Nutzung in diesem Anwendungsfall.

4 Wölbungsdrucksensor

Die Entwicklung und Untersuchung eines Sensorprinzips eines implantierbaren Augeninnendrucksensors, der ohne den Einsatz von elektronischen Bauteilen im Inneren des Auges funktioniert, ist ein Schwerpunkt dieser Arbeit. Im folgenden Kapitel wird eine der zwei Varianten eines solchen Sensors, die in dieser Arbeit entwickelt wurden, vorgestellt.

4.1 Messprinzip

Das Messprinzip des Wölbungsdrucksensors basiert auf der Verformung einer dünnen Membran, die sich zwischen zwei unterschiedlichen Druckniveaus befindet. Das Auslesen der Verformung geschieht hierbei, indem die Formänderung der Membran direkt über einen auf ihrer Oberfläche prozessierten flexiblen photonischen Kristall in eine sichtbare ortsabhängige Farbänderung übersetzt wird.

Das Auslesen der Farbwerte geschieht wie in Kap. 2.1.2 beschrieben über das Herausfiltern der nicht resonanten Wellenlängen aus dem beim Beobachter ankommenden Licht über eine entsprechende Filter- und Beleuchtungsanordnung [20]. In den Versuchen dieses Kapitels wurden Transmissionsmessungen durchgeführt, da sie eine Nutzung des Mikroskopaufbaus nebst integrierter Kamera und Filteranordnung ermöglichen und so optimale und gleichbleibende Messbedingungen erlaubten.

4.2 Design

Das Design für den Sensor und seinen Korpus wurde aus einer Reihe von im Folgenden zu erörternden Überlegungen gewählt, die den Ansprüchen, denen der Sensor später genügen soll, entspringen. Abbildung 4.1 zeigt schematische Darstellungen des Sensorkorpus mit Markierungen für die relevanten Einzelkomponenten, deren Begründung im Folgenden aufgeführt werden.

Um bei einem späteren Einsatz im Auge die Sehfähigkeit möglichst wenig bis gar nicht zu beeinträchtigen, war das Ziel, eine möglichst kleine Membranfläche für den eigentlichen Sensor herzustellen und zu testen. Gleichzeitig musste aufgrund der

manuellen Herstellungsverfahren im Labor eine Größe gewählt werden, die gut zu handhaben ist. Zu diesem Zweck wurde im Design eine runde Membranfläche mit einem Durchmesser von 1 mm eingeplant. Diese liefert später die relevanten Messinformationen. Für einen Einsatz im Auge wäre diese Größe gerade noch akzeptabel (Durchmesser einer typischen Implantatslinse ~6 mm), sollte aber mit den Vorteilen industrieller Herstellungsmöglichkeiten möglichst noch verkleinert werden. Um die Handhabung und die Montage im Labor zu erleichtern, wurde diese Sensormembranfläche in einem größeren Korpus integriert, welcher in etwa der maximalen Größe einer implantierbaren Linse entspricht (Außendurchmesser ca. 12 mm). Der mittlere Bereich mit etwa 6 mm Durchmesser sollte ohne Funktionalität belassen werden. Hier würde bei einem Implantat später die eigentliche Linse eingearbeitet werden. Um von außen sichtbar zu sein, ragt die Sensormembran in diesen Sichtbereich hinein, jedoch nur minimal, um keine Störung des normalen Sehens zu verursachen.

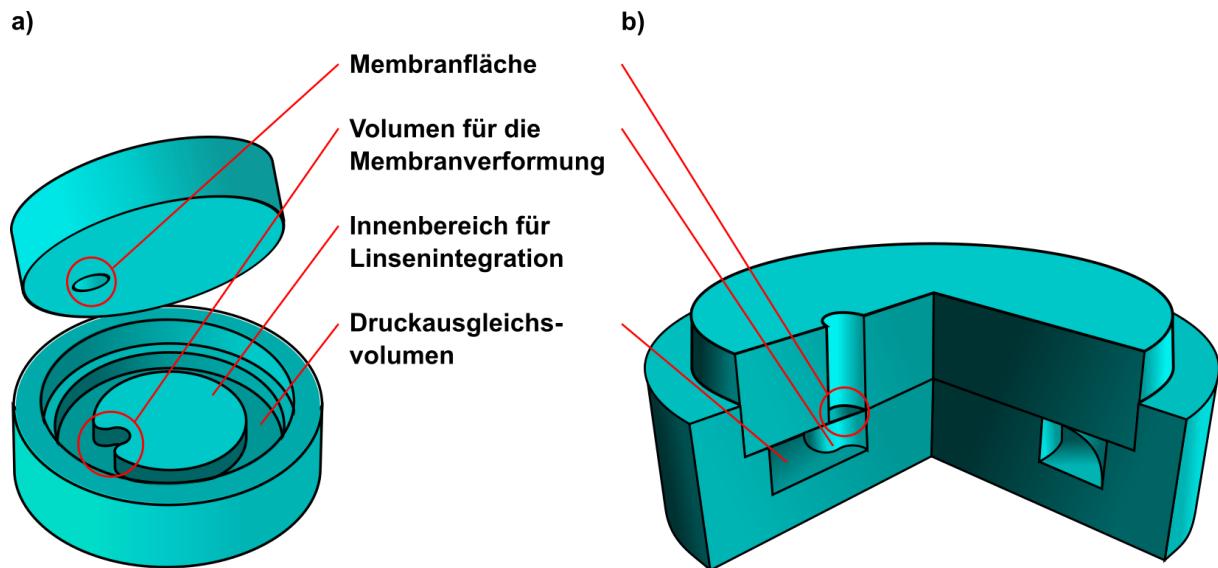


Abbildung 4.1: Zu sehen ist eine schematische 3D-Darstellung des Wölbungssensordesigns. a) zeigt diesen im noch aufgeklappten Zustand, bevor das obere Gusselement in die Fassung eingesetzt und der Sensor damit versiegelt wird. b) demonstriert den versiegelten Sensor in einem 3/4-Schnitt. Hier sind sehr gut die Membran und das Druckausgleichsvolumen zu erkennen.

Die Membran selbst muss, um eine Verformung zwischen zwei Druckniveaus zu ermöglichen, einen Hohlraum im Korpus des Sensors gegenüber der Umgebung abschließen. Dieser Hohlraum enthält den Referenzdruck, mit dem in diesem Differenzmessprinzip aufgebauten Sensor die Messgröße verglichen wird. Bei den geringen Druckunterschieden, die im Kontext des Augeninnendrucks zu messen sind, ist früh aufgefallen, dass ein Minimalvolumen, welches ausschließlich genügend Platz

für die geplante Verformung der Membran lässt, nicht ausreichend ist. Es ergäbe sich die Problematik, dass der Innendruck während der Verformung durch die Reduktion des Gesamtvolumens über die Maße ansteigt und dem äußeren Überdruck entgegenwirken würde. Dies würde die Messgröße reduzieren und damit das Messergebnis verschlechtern. Aus diesem Grund wurde im Design zum Volumen direkt unter der Membran ein weiteres größeres Druckausgleichsvolumen im Außenbereich des Korpus eingeplant. Es verläuft ringförmig um den späteren Linsenbereich herum, um die Sehfähigkeit nicht zu beeinträchtigen, und ist mit dem Hohlraum direkt unter der Membran verbunden. Das Innenvolumen wird auf diese Art fast verzweifacht und der Effekt der Druckdifferenzminderung sehr stark reduziert. Eine detailliertere Abschätzung der Effekte hierzu findet im folgenden Unterkapitel statt. Mit diesen Designentscheidungen war es möglich, den gesamten Korpus des Sensors aus nur zwei sehr einfach handhabbaren Gussteilen zu fertigen, die manuell montierbar sind. Sie entstehen in einem Gussprinzip, welches in Kapitel 4.4 genauer erklärt wird.

4.2.1 Druckanalyse mit dem Boyle-Mariott'schen Gesetz

Das Druckausgleichsvolumen ist deutlich größer als der für die reine Verformung der Membran benötigte Raum. Dies sorgt dafür, dass die Verringerung des Innenvolumens durch die Verformung der Membran bei einem äußeren Druckanstieg den Innendruck nur in einem relativ geringen Maße ansteigen lässt. Ein Anstieg des Innendrucks durch die Volumenänderung würde dem äußeren Druckanstieg und damit der Verformung, die als Messgröße dient, entgegenwirken und damit das eigentliche Messsignal verringern.

Das Boyle-Mariott'sche Gesetz beschreibt diesen Zusammenhang zwischen Volumen- und Druckänderung unter der Voraussetzung, dass die Temperatur konstant bleibt. Für die in dieser Arbeit entwickelten Sensoren und ihr mögliches Einsatzgebiet im Inneren des menschlichen Auges wird aufgrund der dort geringen und langsamen Druckänderungen und einer durch den Körper relativ konstant geregelten Temperatur eine konstante Temperatur für alle weiteren Rechnungen angenommen. Im Folgenden sind $p_{in\ 0}$ und $p_{in\ 1}$ der Druck im Inneren des Sensors vor und nach der Volumenänderung. $V_{in\ 0}$ und $V_{in\ 1}$ sind die entsprechenden Volumina vor und nach der Wölbung der Membran und der damit verbundenen Verringerung des Volumens. Das

Boyle-Mariott'sche Gasgesetz besagt, dass das Produkt aus Volumen und Druck in einem geschlossenen System bei konstanter Temperatur ebenfalls konstant ist:

$$p_{\text{in } 0} V_{\text{in } 0} = p_{\text{in } 1} V_{\text{in } 1} \quad (4.1)$$

Die Berechnung des inneren Drucks nach der Verformung der Membran erfordert nur eine einfache Umstellung der Formel (4.1):

$$p_{\text{in } 1} = \frac{p_{\text{in } 0} V_{\text{in } 0}}{V_{\text{in } 1}} \quad (4.2)$$

Für eine erste Abschätzung nehmen wir an, dass die Membran sich um bis zu 100 µm im Zentrum durchbiegt und ihre Form hierbei näherungsweise einem Kugelsegment entspricht. Die folgende Formel berechnet das Volumen eines solchen Kugelsegments. Hierbei entspricht w_0 der Membrandurchwölbung im Zentrum und r_0 dem Radius der Membran mit hier angenommenen 2 mm.

$$V_k = \frac{w_0 \pi}{6} (3 r_0^2 + w_0^2) \quad (4.3)$$

Mithilfe der Formeln (4.2) und (4.3) wird nun der Druckanstieg im Inneren des Sensors für den Fall, dass kein Druckausgleichsvolumen vorhanden und ein Druckausgleichsvolumen angeschlossen ist, berechnet. Der Außen- und Innendruck vor der Verformung werden als normaler Atmosphärendruck von etwa 101,325 kPa angenommen.

Tabelle 2: Berechnung der Druckänderung im Inneren des Sensors bei einer angenommenen Verformung der Membran ohne ein angeschlossenes Druckausgleichsvolumen entsprechend der Werte und Annahmen aus dem vorangegangenen Absatz.

Ohne Druckausgleichsvolumen

$w_0 / \mu\text{m}$	$V_{\text{in } 0} / \text{mm}^3$	$p_{\text{in } 0} / \text{Pa}$	V_k / mm^3	$V_{\text{in } 1} / \text{mm}^3$	$p_{\text{in } 1} / \text{Pa}$	$\Delta p / \text{Pa}$
20	0,314	101325	0,0314	0,2826	112591,35	11266,35
40	0,314	101325	0,0629	0,2511	126689,22	25364,22
60	0,314	101325	0,0944	0,2196	144856,02	43531,02

80	0,314	101325	0,1259	0,1881	169172,93	67847,93
100	0,314	101325	0,1576	0,1564	203431,63	102106,63

Tabelle 3: Berechnung der Druckänderung im Inneren des Sensors bei einer angenommenen Verformung der Membran mit einem angeschlossenen Druckausgleichsvolumen entsprechend der Werte und Annahmen aus dem vorangegangenen Absatz.

Mit Druckausgleichsvolumen

$w_0 / \mu\text{m}$	$V_{in\ 0} / \text{mm}^3$	$p_{in\ 0} / \text{Pa}$	V_k / mm^3	$V_{in\ 1} / \text{mm}^3$	$p_{in\ 1} / \text{Pa}$	$\Delta p / \text{Pa}$
20	0,314	101325	0,0314	5,2826	101927,67	602,67
40	0,314	101325	0,0629	5,2511	102538,04	1213,04
60	0,314	101325	0,0944	5,2196	103156,76	1831,76
80	0,314	101325	0,1259	5,1881	103784,50	2459,50
100	0,314	101325	0,1576	5,1564	104421,96	3096,96

Aus den in Tabelle 2 und Tabelle 3 gezeigten Werten für Δp der Abschätzungsrechnung für den Sensor ist ersichtlich, wie viel Druck mindestens nötig ist, um die Membran soweit wie angenommen zu verformen. Hierbei ist jedoch noch nicht in Betracht gezogen, dass auch die Verformung der PDMS-Membran selbst einen gewissen Druck benötigt. Die Abschätzung zeigt somit eine leicht pessimistische Angabe für den aufzuwendenden Außendruck. Da sich die Druckänderungen im Inneren des menschlichen Auges im Bereich von 1500 Pa bis 4000 Pa bewegen, ist hieraus zu erkennen, dass sich die Membran eines Sensors ohne ein ausreichend großes Druckausgleichsvolumen bei solchen Drücken im Zentrum weniger als 20 μm wölben würde, also weniger als 40 % der angenommenen Dicke der Membran. Hingegen könnte sich die Membran eines Sensors mit einem Druckausgleichsvolumen von 5 mm^3 im gleichen Druckbereich im Zentrum um mehr als 100 μm , also um mehr als 200 % ihrer Dicke wölben. Diese deutlich höhere Verformung lässt sich naturgemäß deutlich einfacher und präziser ausmessen als die geringe Verformung eines Sensors ohne Druckausgleichsvolumen. Hieraus kann gefolgert werden, dass ein zusätzliches Druckausgleichsvolumen von ausreichender Größe für die optimale Ausnutzung der durch den vorhandenen Überdruck erzeugbaren Verformung sehr erstrebenswert ist.

Eine genauere Berechnung der Verformung einer PDMS-Membran bei unterschiedlichen äußeren Druckänderungen unter Berücksichtigung der Druckänderung im Inneren des Sensors und der Kraft, die nötig ist, um die Membran selbst überhaupt verformen zu können, wird in den folgenden Unterkapiteln durchgeführt.

4.3 Wölbungssensorsimulationen

Der in diesem Kapitel vorgestellte Sensor basiert auf einem Vergleichsprinzip. Der zu messende Druck wird zum Druck im Inneren eines abgeschlossenen Druckvolumens im Sensor in Relation gestellt. Die Druckdifferenz zwischen diesen beiden verformt eine Membran, welche den Innenraum des Sensors von seiner Umgebung trennt. Die Stärke der Verformung, die direkt zur Druckdifferenz korreliert, wird dann über das Auslesen der Resonanzen eines flexiblen photonischen Kristalls auf der Oberfläche der Membran in Form von Farbwerten sichtbar und messbar gemacht.

Dieses Unterkapitel beschäftigt sich mit einer simulativen Betrachtung der zu erwartenden Verformung der Membran bei unterschiedlichen Druckniveaus und der Vorhersage der zu erwartenden Farbwerte. Hierzu wurde sowohl ein COMSOL™ Model erstellt als auch eine analytische Betrachtung herangezogen. Des Weiteren wurde ein Modell entwickelt, welches die Farbmuster auf der Sensormembran bei unterschiedlichen Wölbungen vorhersagt.

Für das Modell wird eine runde Membran aus PDMS von 1 mm Durchmesser und mit einer Dicke von 60 µm angenommen. Diese begrenzt ein von einem massiven PDMS-Körper abgeschlossenes Volumen. Das Volumen im Innenraum setzt sich aus dem Raum direkt unter der Membran und somit dem Platz, welcher der Membran zur Verformung maximal zur Verfügung steht, und einem zusätzlich über einen Kanal angeschlossenes Volumen zusammen. Unter der Membran sind 100 µm für die Verformung zur Verfügung gestellt worden. Das zusätzliche Druckausgleichsvolumen hat im Modell eine Größe von 5 mm³.

4.3.1 Analytisches Modell

Da die Simulation mittels eines Simulationsprogramms wie COMSOL für die hier vorgestellten Sensormodelle inklusive der Betrachtung der Problematik des

Innendrucks relativ rechen- und zeitaufwändig ist, wird zusätzlich eine analytische Methode zur näherungsweisen Lösung des Problems entwickelt. Für die Berechnung des Wölbungsverhaltens von dünnen Membranen wurde in dieser Arbeit auf Grundlagen von Timoshenko et al. zurückgegriffen [56] (speziell Kapitel 13, Seite 402, Formel 234). Mithilfe dieser Formel und den geometrischen Rahmenparametern wie dem Membranradius und der Membrandicke sowie Materialparametern wie dem E-Modul und der Poissonszahl des verwendeten Materials kann das Wölbungsverhalten der Membran unter der Annahme einer bekannten Form, welche die Membran unter der Druckeinwirkung annehmen wird, in Form einer Differentialgleichung dargestellt werden. Für diese Differentialgleichung werden außerdem Näherungslösungen unter bestimmten Vereinfachungen aufgestellt. Diese betrachten jedoch alle nur Membranverformungen ohne das Problem des sich erhöhenden Gegendrucks auf der dem Initialdruck abgewandten Seite der Membran, wenn die Membran einen begrenzten Raum abschließt. Um dieses Problem zu beheben, wird wiederum die Annahme aufgestellt, dass der sich erhöhende Innendruck dem von außen wirkenden Druck entgegenwirkt und er sich über die Formel des Boyle-Mariott'schen Gesetzes (Formel (4.2)) berechnen lässt, wie schon im Kapitel 4.2.1. Für die Form der gewölbten Membran wurde im Gegensatz zur ersten Abschätzung nicht mehr von einer Kugelsegmentform ausgegangen, sondern von einer radialsymmetrischen Wölbung entsprechend des folgenden Polynoms vierten Grades:

$$w(r) = w_0 * \left(1 - \frac{r^2}{r_0^2}\right)^2 \quad (4.4)$$

Hierbei beschreibt, wie schon in der ersten Abschätzung, w_0 die zentrale Durchwölbung der Membran, r_0 den Radius der Membran und $w(r)$ die Durchwölbung der Membran im Abstand r zu deren Zentrum.

Das Innenvolumen konnte nach der Verformung $V_{in\ 1}$ aus Formel (4.2) folgendermaßen ausgedrückt werden. Hierbei ist zu beachten, dass ab jetzt w_0 nicht mehr als gegeben, sondern als von der Druckdifferenz abhängig betrachtet wird und somit $w_0(\Delta p)$ gilt.

$$\begin{aligned}
 V_{\text{in } 1} &= V_{\text{in } 0} - \int_0^{2\pi} \int_0^{r_0} w(r)r \, dr \, d\varphi \\
 &= V_{\text{in } 0} - w_0(\Delta p) \int_0^{2\pi} \frac{1}{6} r_0^2 d\varphi = V_{\text{in } 0} - \frac{\pi}{3} w_0(\Delta p) r_0^2
 \end{aligned} \tag{4.5}$$

Unter der Annahme, dass $p_{\text{in } 0} = p_{\text{out } 0}$, der Innendruck also dem Außendruck vor der Verformung $p_{\text{out } 0}$ entspricht, kann die Druckdifferenz $\Delta p = p_{\text{out } 1} - p_{\text{in } 1}$, die zwischen den zwei Seiten der Membran nach der Verformung entsteht, über die Kombination der Formeln (4.2) und (4.5) beschrieben werden:

$$\Delta p = p_{\text{out } 1} - \frac{p_{\text{in } 0} V_{\text{in } 0}}{V_{\text{in } 0} - \frac{\pi}{3} w_0(\Delta p) r_0^2} = p_{\text{out } 1} - \frac{p_{\text{in } 0}}{1 - \frac{\pi w_0(\Delta p) r_0^2}{3 V_{\text{in } 0}}} \tag{4.6}$$

Die zentrale Wölbung selbst ist auch wiederum abhängig von der Druckdifferenz und wurde mit der Näherung aus der Veröffentlichung von Qiuhua Li et al. [57] berücksichtigt:

$$w_0(\Delta p) = \frac{\Delta p r_0^4}{64 D} \frac{1}{1 + \left(\frac{0.442}{1 - \nu^2} \right) \left(\frac{w_0(\Delta p)}{d} \right)^2} \tag{4.7}$$

Hierbei bezeichnet D die Steifigkeit des für die Membran verwendeten Materials, hier also PDMS, berechnet nach $D = Ed^3/(12(1 - \nu^2))$, wobei E das E-Modul des Materials (hier zunächst angenommen mit 1,12 MPa; in Kapitel 4.3.3 wird dieser Wert über die Vermessung der Wölbung einer Probe angepasst) bezeichnet, d die Dicke und ν die Poissonzahl der Membran. Um eine alternative Lösungsmöglichkeit zu finden, kann die Formel (4.6) in die Formel (4.11) eingesetzt und das Ergebnis nach $w_0(\Delta p)$ umgestellt werden, woraus sich ein Polynom vierten Grades ergibt. Zur Vereinfachung wurden die Formeln so erweitert, dass alle $w_0(\Delta p)$ als $\frac{w_0(\Delta p)}{d}$ vorliegen.

$$\frac{w_0(\Delta p)}{d} = \frac{\left(p_{\text{out}1} - \frac{p_{\text{in}0}}{1 - \frac{\pi w_0(\Delta p) r_0^2 d}{3V_{\text{in}0} d}} \right) r_0^4}{64 D d} \frac{1}{1 + \left(\frac{0.442}{1 - \nu^2} \right) \left(\frac{w_0(\Delta p)}{d} \right)^2}$$

$$\frac{w_0(\Delta p)}{d} + \left(\frac{0.442}{1 - \nu^2} \right) \left(\frac{w_0(\Delta p)}{d} \right)^3 = \frac{\left(p_{\text{out}1} - \frac{p_{\text{in}0}}{1 - \frac{\pi w_0(\Delta p) r_0^2 d}{3V_{\text{in}0} d}} \right) r_0^4}{64 \left(\frac{E d^3}{12(1 - \nu^2)} \right) d}$$

$$\begin{aligned} \frac{w_0(\Delta p)}{d} + \left(\frac{0.442}{1 - \nu^2} \right) \left(\frac{w_0(\Delta p)}{d} \right)^3 \\ = \left(\frac{3 r_0^4 (1 - \nu^2)}{16 d^4 E} \right) \left(p_{\text{out}1} - \frac{p_{\text{in}0}}{1 - \frac{\pi w_0(\Delta p) r_0^2 d}{3V_{\text{in}0} d}} \right) \end{aligned} \quad (4.8)$$

$$\begin{aligned} \frac{w_0(\Delta p)}{d} - \left(\frac{\pi r_0^2 d}{3V_{\text{in}0}} \right) \left(\frac{w_0(\Delta p)}{d} \right)^2 + \left(\frac{0.442}{1 - \nu^2} \right) \left(\frac{w_0(\Delta p)}{d} \right)^3 \\ - \left(\frac{0.442}{1 - \nu^2} \right) \left(\frac{\pi r_0^2 d}{3V_{\text{in}0}} \right) \left(\frac{w_0(\Delta p)}{d} \right)^4 \\ = \left(\frac{3 r_0^4 (1 - \nu^2)}{16 d^4 E} \right) (p_{\text{out}1} - p_{\text{in}0}) \\ - \left(\frac{3 r_0^4 (1 - \nu^2)}{16 d^4 E} \right) \left(\frac{\pi r_0^2 d}{3V_{\text{in}0}} p_{\text{out}1} \right) \left(\frac{w_0(\Delta p)}{d} \right) \end{aligned}$$

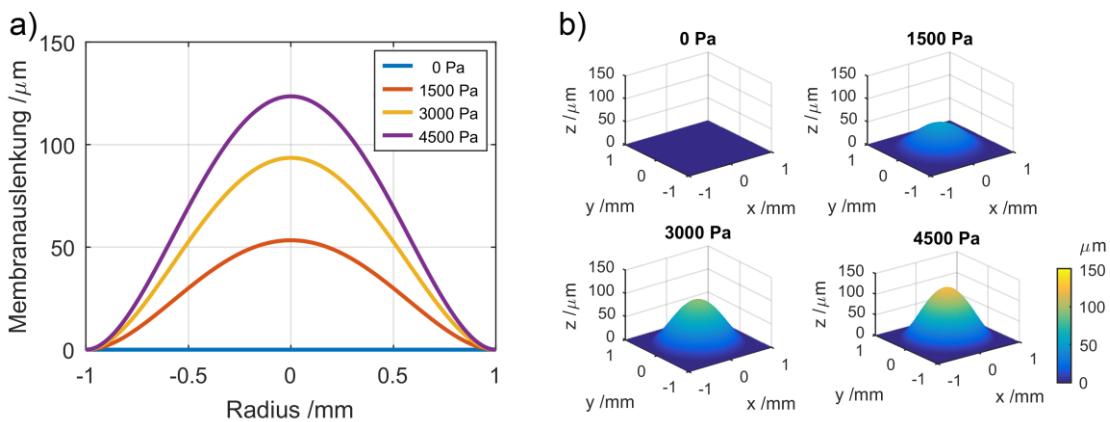
$$\begin{aligned} \left(\frac{w_0(\Delta p)}{d} \right)^4 - \left(\frac{3V_{\text{in}0}}{\pi r_0^2 d} \right) \left(\frac{w_0(\Delta p)}{d} \right)^3 + \left(\frac{1 - \nu^2}{0.442} \right) \left(\frac{w_0(\Delta p)}{d} \right)^2 \\ - \left[\left(\frac{1 - \nu^2}{0.442} \right) \left(\frac{3V_{\text{in}0}}{\pi r_0^2 d} \right) + \left(\frac{3 r_0^4 (1 - \nu^2)^2}{16 d^4 E 0.442} \right) p_{\text{out}1} \right] \left(\frac{w_0(\Delta p)}{d} \right) \\ + \left(\frac{9 V_{\text{in}0} r_0^2 (1 - \nu^2)^2}{16 \pi d^5 E 0.442} \right) (p_{\text{out}1} - p_{\text{in}0}) = 0 \end{aligned}$$

Dies kann als Nullstellenproblem gelöst und auf die sinnvollen Nullstellen untersucht werden. Hier wurde jedoch eine andere Lösungsmöglichkeit gewählt. Die beiden Formeln (4.6) und (4.7) werden separat in Nullstellenprobleme umgeformt:

$$p_{\text{out}1} - \frac{p_{\text{in}0}}{1 - \frac{\pi w_0(\Delta p) r_0^2}{3V_{\text{in}0}}} - \Delta p = 0 \quad (4.9)$$

$$\frac{\Delta p r_0^4}{64 D} \frac{1}{1 + \left(\frac{0.442}{1 - \nu^2} \right) \left(\frac{w_0(\Delta p)}{d} \right)^2} - w_0(\Delta p) = 0$$

Nach Angabe aller Rahmenparameter wie Geometrie, Materialeigenschaften und angelegter Außendruck bleiben die zentrale Wölbung der Membran $w_0(\Delta p)$ und der Differenzdruck zwischen Innen- und Außenbereich des Sensors Δp als gesuchte Variablen übrig. Diese können nun mit Hilfe eines beliebigen Nullstellenlösers, welcher die Nullstellen für beide Gleichungen simultan findet, ermittelt werden. Abbildung 4.2 zeigt eine Darstellung der Membranwölbung auf Grundlage dieser Berechnungen für einen gewählten Satz an Rahmenparametern.



*Abbildung 4.2: a) Zu sehen sind 4 Querschnitte durch die Mitte einer Membran bei unterschiedlichen, von außen angelegten Drücken von 0 bis 4500 Pa. b) zeigt das Wölbungsverhalten der gleichen Membran wie in a) bei den gleichen Drücken in einer dreidimensionalen Darstellung. Für die Membran wurden folgende Parameter gewählt: $E=1.12e6$, $v=0.48$, $d=150e-6$, $r0=1000e-6$, $Vin0=5*1e-3*1e-3$, $k=0.442$.*

4.3.2 Finite-Elemente-Modell mit COMSOL

In diesem Kapitel wird eine Simulation zur Verformung einer PDMS-Membran für die in dieser Arbeit entwickelten Sensormodelle durchgeführt. Dafür kommt das Programm COMSOL Multiphysics zur Anwendung. Es ist in der Lage, mit seinen integrierten Modellen eine entsprechend der Vorgaben des hier vorliegenden Sensordesigns gestaltete Sensormembran unter verschiedenen Druckverhältnissen zu simulieren. Die hierfür benötigten Angaben sind die geometrischen und materialtechnischen Parameter der Membran und Angaben über die Druckverhältnisse, die als Flächenlast auf die Oberflächen der Membran angewandt werden. Es wurde nicht der gesamte Sensor als Modell konstruiert, da dies den Rechenaufwand für die Verformung der Membran unnötig erhöht hätte. Für die Geometrie wurde eine runde Membran aus PDMS gewählt, die in einem runden Aufspannrahmen aus dem gleichen Material gehalten wird. Abbildung 4.3 zeigt das zugrunde liegende 3D-Modell aus zwei verschiedenen Perspektiven.

Im Unterschied zur Berechnung der Membran im analytischen Modell (Kap. 4.3.1) konnten hier einige Grundannahmen unberücksichtigt gelassen werden, welche die Gültigkeit der Ergebnisse ansonsten eingeschränkt hätten. Der relativ breite und hohe Rahmen aus PDMS umgeht die Problematik der Randbedingungen der Membranaufhängung, die im analytischen Model noch mit einer festen Klemmung vorausgesetzt wurden. Über den Rahmen, dessen Außenkanten und obere Ringfläche im Raum fixiert sind, konnten die Randbedingungen einer realen Membran in einem

PDMS-Korpus genauer nachempfunden werden. Des Weiteren wird in der COMSOL-Simulation die Form der Wölbung der Membran nicht als bekannte Größe vorausgesetzt, sondern ergibt sich durch die physikalische Simulation der einzelnen Elemente, was als Resultat ein verlässlicheres Bild der Verformung wiedergibt.

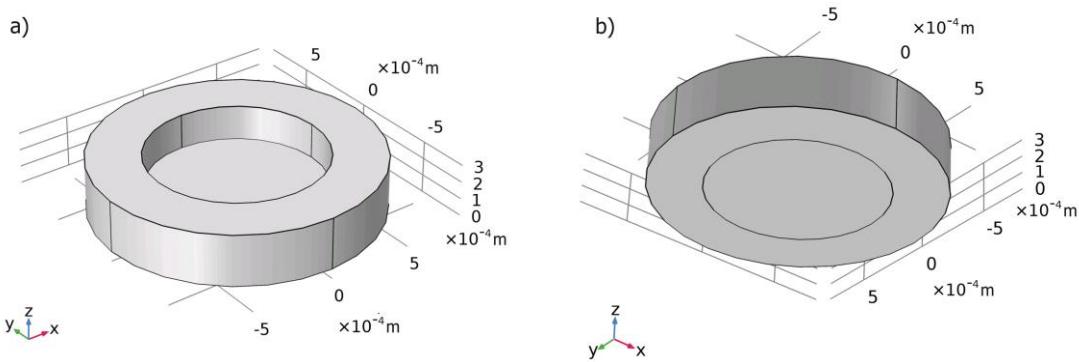


Abbildung 4.3: a) und b) zeigen zwei Ansichten des 3D-Modells der Sensorgeometrie, wie sie für die COMSOL-Simulation verwendet wurde. Zu sehen ist die 1000 μm Durchmesser messende Membran mit variabler Dicke, gehalten durch einen Ring mit 300 μm Wandstärke und einer Höhe von 300 μm zuzüglich der Membrandicke. Die Membran schließt unten (was dem Inneren des realen Sensors entspricht) bündig mit der Umgebung ab.

In diesem Modell wird jedoch nicht das für diesen Sensorotyp gegebene Problem, dass das Sensorinnere gegenüber dem Außenbereich abgeschlossen ist, und sich somit eine Druckerhöhung durch die Volumenänderung des Innenraums in diesem ergibt, direkt betrachtet. Eine Simulation des eingeschlossenen Gases und dessen Komprimierung war mit den zur Verfügung stehenden Programmpaketen nicht möglich. Aus diesem Grund wurde ein alternativer Lösungsweg gewählt. Während der Simulation wirkt eine Oberflächenlast von der angenommenen Außenseite auf die Membran und die übrigen außen liegenden Flächen des Sensors (Abbildung 4.3: a): die versenkten Membranfläche in der Mitte und die Seitenflächen der Versenkung). Das durch die Verformung verloren gehende Innenvolumen wird berechnet und vom Anfangsvolumen abgezogen. Mit diesem Wert und dem Wissen darüber, welcher Anfangsdruck im Inneren des Sensors vorhanden war, konnte mithilfe der Formel (4.2) wiederum der erhöhte Innendruck des Sensors bestimmt werden, wie dies auch schon im Kapitel 4.2.1 in ähnlicher Form durchgeführt wurde. Der neue Innendruck wurde direkt innerhalb der Simulation mit der Annahme genutzt, dass dieser von innen gleichmäßig gegen die Membran und die umgebende Fläche wirkt. Dieser, dem Außendruck direkt entgegenwirkende Druck wurde als Flächenlast auf die Innenseite

der Membran und die angrenzende Ringfläche angewandt. Hieraus ergibt sich somit ein neuer Zustand mit zwei Drücken, welche auf die Membran wirken. Von diesem ausgehend führte das Programm die Berechnungen erneut durch und kam zu einer neuen Verformung, die wiederum das Innenvolumen und somit den Innendruck veränderte. Über diesen iterativen Ansatz wurde die Konvergenz gefunden, in der ein Equilibrium erreicht wird, in dem sich Innendruck, Außendruck und Membranrückstellkraft ausgleichen und somit keine nennenswerten Änderungen zwischen den Durchläufen mehr auftreten. Die Verformung in diesem Zustand ist die gesuchte Verformung der Membran, welche sich auch bei einer realen Membran im Labor unter den verwendeten Druckverhältnissen und Materialparametern einstellen sollte. Die Differenz zwischen Innen- und Außendruck, die im Endzustand in Erscheinung tritt, entspricht somit genau der Rückstellkraft der Membran in Form von Druck, der gleichmäßig auf die Membranoberfläche wirkt. Für das Modell wurden die in Tabelle 4 angegebenen Parameter verwendet. Das E-Modul, das in dieser COMSOL-Simulation verwendet wird, ist eine Abschätzung, da es in der Literatur oft voneinander abweichende Angaben und große Spannbreiten zum E-Modul von PDMS gibt, was mit der starken Abhängigkeit des E-Moduls vom Herstellungsprozess des PDMS zusammenhängt. Daher kann das E-Modul nicht mit Sicherheit durch Literaturquellen bestimmt werden. Der Wert wird in Kapitel 4.3.3 über die Vermessung der realen Wölbungen einer Probe angepasst. Der Überdruck, der als Belastung der Membran von außen wirkt, wurde von 0 bis 5000 Pa in 1000 Pa Schritten erhöht.

Tabelle 4: Angaben für die wichtigsten festen Parameter der COMSOL-Simulation. Membrandicke und angelegter Druck werden von COMSOL als Parameterdurchlauf behandelt.

Membran-radius	Dichte	Rahmen-breite	Rahmen-höhe	Innen-volumen	Atm. Druck	Poisson-zahl	E-Modul
500 µm	0,97 g/cm³	200 µm	200 µm	37*10⁻⁹ m³	101300 Pa	0.49	1,12*10⁶ Pa

Da die Dicke der Membran beim hier verwendeten Herstellungsprozess (siehe 3.1) und unter den gegebenen Laborbedingungen nicht genau zu kontrollieren ist, werden bei der COMSOL-Simulation nicht nur der Druck sondern auch die Membrandicke variiert, um eine bessere Vorstellung für das Verformungsverhalten eines solchen Sensors zu erhalten. Die Membrandicke wurde von 20 bis 100 µm in 20 µm-Schritten gesteigert.

Die Simulationen zeigen, wie zu erwarten, ein stark druck- und membrandickenabhängiges Wölbungsverhalten. Abbildung 4.4 zeigt eine Auswahl an Simulationsergebnissen für verschiedene Kombinationen dieser Parameter.

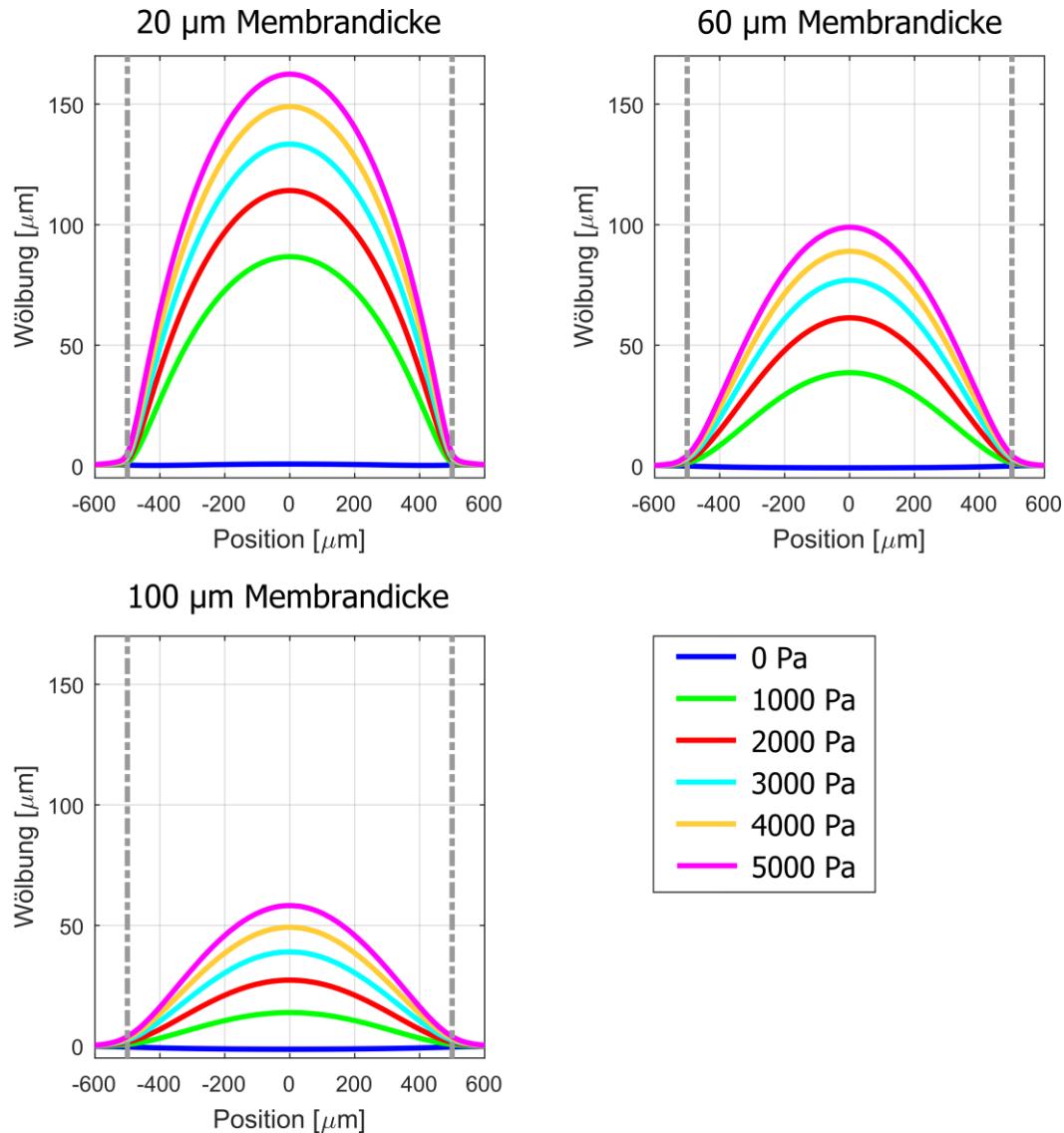


Abbildung 4.4: In den hier gezeigten Diagrammen sind Querschnitte durch die in COMSOL simulierten Membranen gezeigt. Der Belastungsdruck für die Membran wird von 0 bis 5000 Pa variiert und die Ergebnisse für die Membrandicken 20, 60 und 100 μm gezeigt. Die senkrechten grauen gestrichelten Linien markieren in den Diagrammen jeweils die Kante der eigentlichen Membran. Die Verformung geht leicht über diese Grenze hinaus.

Je dünner die Membran oder je größer der angelegte Außendruck ist, desto weiter wölbt sich die Membran. Dies ist nicht weiter überraschend. Schaut man sich Querschnitte der gewölbten Membranen im Vergleich bei konstantem Druck für unterschiedliche Membrandicken an, so zeigt sich, dass unabhängig vom Druck oder der Membrandicke die Form der Wölbung von der Stärke der Wölbung abhängt.

Abbildung 4.5 zeigt solche Querschnitte durch das Zentrum der Membran bei konstantem Druck. Es sind Schnitte für 3000 Pa und 5000 Pa zu sehen.

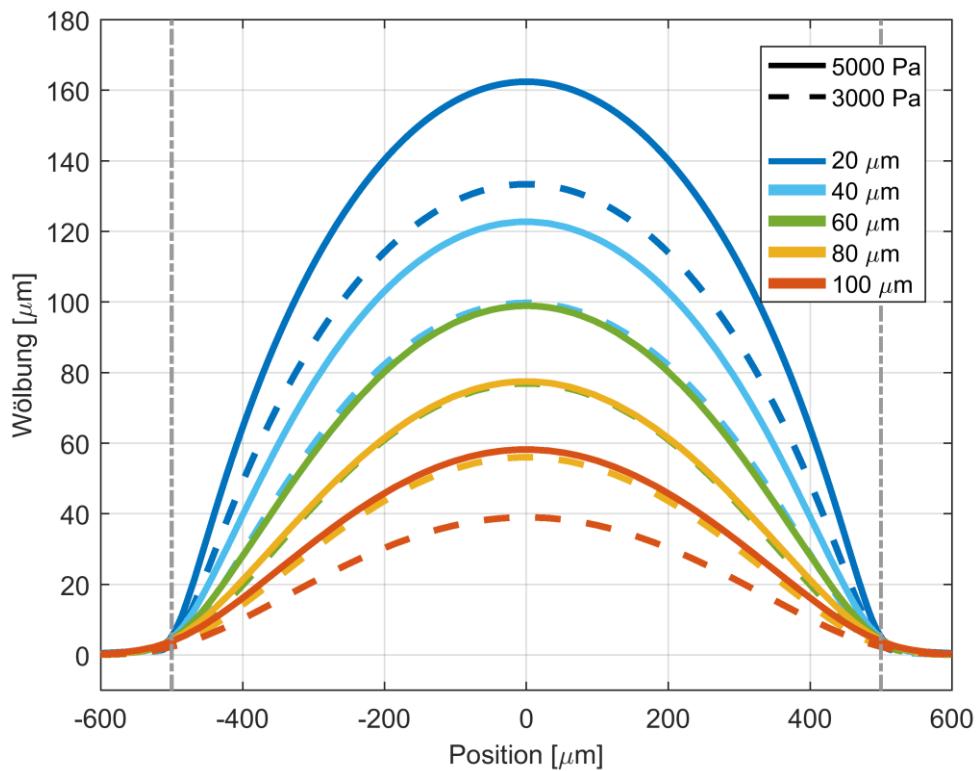


Abbildung 4.5: Hier sind gegenübergestellt Schnitte der COMSOL-Simulation durch das Membranzentrum bei 3000 und 5000 Pa für alle simulierten Membrandicken. Die grauen senkrechten Linien bei $-500 \mu\text{m}$ und $+500 \mu\text{m}$ sind als Markierung der Membrangrenzen eingefügt.

Je schwächer die Membran gewölbt ist, umso seichter steigt ihre Wölbung von den Rändern her an und zeigt zunächst eine negative Wölbungsform, bis es dann Richtung Zentrum eine klare Auswölbung gibt. Dieser seichte Anstieg wird immer geringer, je stärker die Wölbung ist. Die Wölbung nähert sich immer mehr einer Art Parabelform an.

Setzt man die maximale Wölbung im Zentrum der Membran in Beziehung zur Membrandicke (Abbildung 4.6), so ist ein näherungsweiser quadratischer Zusammenhang zu erkennen.

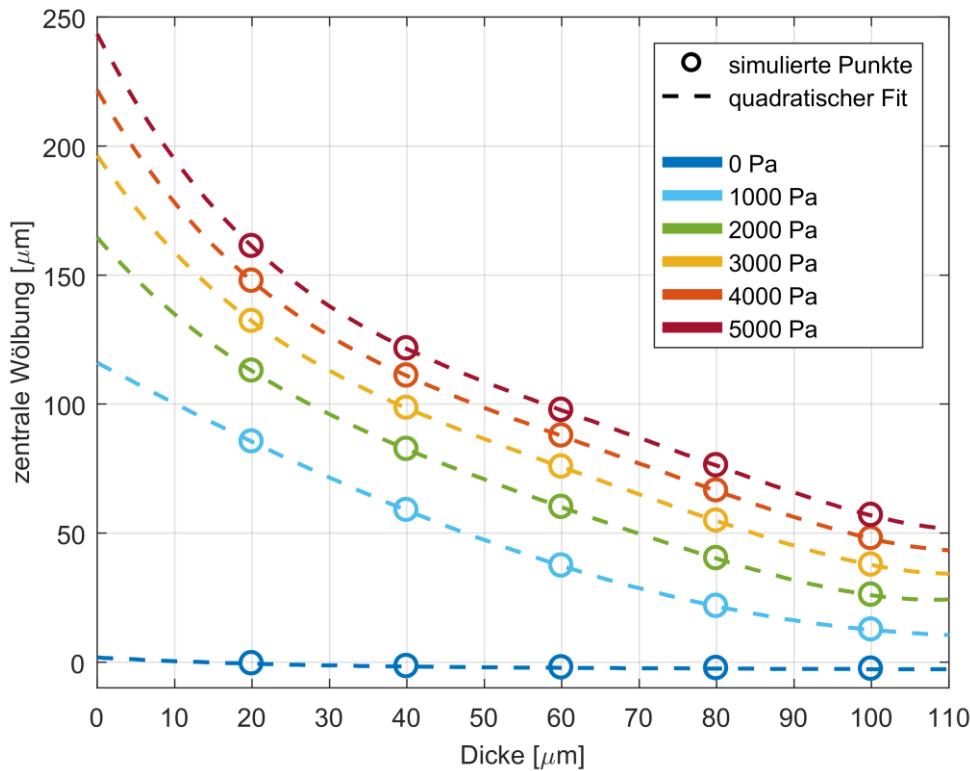


Abbildung 4.6: Hier wurde die Dickenabhängigkeit der Wölbung für unterschiedliche Druckniveaus gezeigt. Der Verlauf wurde zusätzlich mit einem quadratischen Fit überlagert, welcher die simulierten Punkte gut annähert, wobei die Abweichungen zu höheren Drücken größer werden.

Dünnere Membranen sind also dieser Simulation zufolge, wie zu erwarten war, für eine höhere Sensorempfindlichkeit vorzuziehen, da für die Empfindlichkeit direkt die Stärke der Wölbung und damit die Neigung des photonischen Kristalls verantwortlich sind. Jedoch sollte im Hinblick auf Kapitel 2.2.1.2 auch beachtet werden, dass der negative Effekt, den die dort beschriebene Gasdurchlässigkeit des Membranmaterials (PDMS) auf die Langzeitstabilität des Sensors haben könnte, immer stärker zum Tragen kommt und eine Versiegelung der Membranoberfläche immer wichtiger wird, je dünner die Membran gewählt wird.

4.3.3 Optimieren der Simulation mit experimentellen Daten

Dieses Kapitel dient dazu die einzelnen Methoden zur Berechnung und Simulation des Membranverhaltens unter Druckeinwirkung miteinander zu vergleichen und zusätzlich mit Messergebnissen in Beziehung zu setzen. In den vorangegangenen Kapiteln wurde sowohl ein analytisches Model, das die Membranwölbung unter Druckeinwirkung über eine Matlabimplementierung berechnen kann, als auch eine physikalische Simulation im Programm COMSOL, welche die Membranwölbung unter Betrachtung der

physikalischen Materialeigenschaften in Form einer Finite-Elemente-Methode berechnet, vorgestellt.

Im Vergleich des analytischen Modells mit der Simulation stellt man fest, dass sich trotz gleicher Ausgangsparameter wie Membran-Durchmesser, -Dicke, angelegter Druck, E-Modul und Poissonszahl die Ergebnisse für die Wölbung teils stark unterscheiden. Abbildung 4.7 zeigt diesen Vergleich grafisch für alle 5 betrachteten Membrandicken von 20 bis 100 µm und 6 Druckstufen von 0 bis 5000 Pa. Die Komplexität des Problems wurde durch die Annahme verschiedener Prämissen für das analytische Modell stark vereinfacht.

Zu diesen gehören unter anderem die Annahme, dass die allgemeine Form der Wölbung der Membran bekannt und für alle Druckniveaus gleich ist, sich also nur in der Stärke der Wölbung unterscheidet. Hierdurch konnte die Form mittels eines Polynoms 4. Grades für den Schnitt durch das Zentrum der Membran angenähert werden. Im direkten Vergleich mit den Ergebnissen, die aus der COMSOL-Simulation heraus entstanden sind, zeigt sich, dass sich die Form der Wölbung jedoch sehr wohl abhängig vom Druck, der auf die Membran wirkt, oder von der Dicke der Membran ändert (Abbildung 4.4 und Abbildung 4.5). Des Weiteren zeigt das analytische Modell immer eine Unterschätzung der Wölbungen gegenüber der Simulation, was sich möglicherweise auf die Klemmung der Membran, die im analytischen Modell zur Vereinfachung als festgeklemmt angenommen wurde, zurückführen lässt.

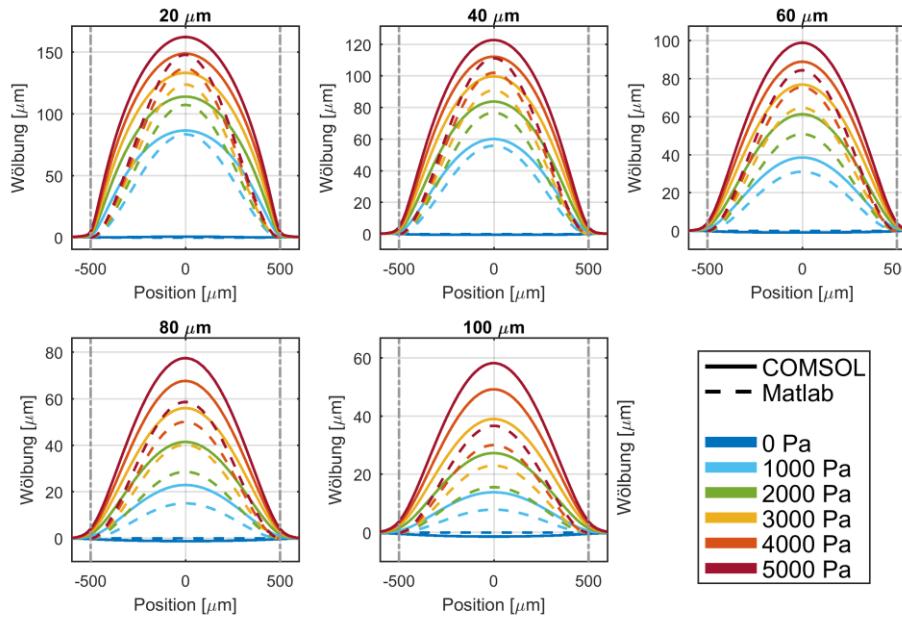


Abbildung 4.7: Für die 5 simulierten und berechneten Membrandicken von 20 bis 100 μm sind hier die Membranverformungen für die Drücke von 0 bis 1000 Pa gezeigt. Die Parameter wie Membran-Durchmesser, -Dicke, E-Modul und Poissonzahl wurden für beide Modelle gleich gewählt.

Zur Verifizierung der theoretischen Annahmen und Modelle aus den vorangegangenen Kapiteln wurde hier ein kurzes Vorexperiment mit einer Membran durchgeführt. Hierzu wurde ein Sensorkorpus mit Membran entsprechend des Herstellungsverfahrens aus Kapitel 4.4 gefertigt und in der in Kapitel 0 beschrieben Druckkammer mit 5 verschiedenen Druckniveaus kurzzeitig belastet. Die Vermessung der Membran erfolgte zum einen mittels des Konfokalmikroskops (Konfokales 3D-Laserscanning-Mikroskop VK-X250 von Keyence) und zum anderen mithilfe eines an ein Lichtmikroskop angeschlossenes Spalt-Spektrometers.

Zunächst konnte durch das Konfokalmikroskops die Dicke der Membran ermittelt werden. Hierfür wurde der Abstand der Intensitätsmaxima in einem Tiefenscan der Membran bestimmt und mit dem Brechungsindex von PDMS als Korrekturfaktor in die wirkliche Dicke der Membran umgerechnet. Abbildung 4.8 und Tabelle 5 zeigen die Konfokalmikroskopmessung und die Ergebnisse. An drei ausgewählten Stellen des Schnitts wurden Messpunkte ausgewertet (M1, M2 und Cursor). Für M1 und M2 erfolgte die Maximabestimmung automatisch vom Programm, für die Cursor-Position durch manuelle Einstellung.

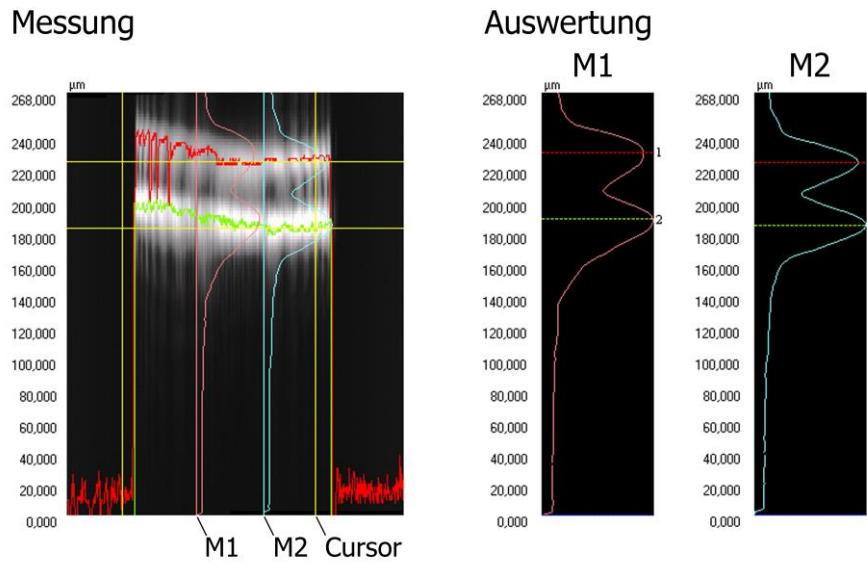


Abbildung 4.8: Zu sehen sind die Intensitätsdaten des Konfokalmikroskops (Konfokales 3D-Laserscanning-Mikroskop VK-X250 von Keyence) für einen Schnitt durch die Membran bei einem Tiefenscan. Diese Daten wurden an drei Stellen (M1, M2 und Cursor-Position) für die Bestimmung der Membrandicke mithilfe des Auswerteprogramms für das Mikroskop verarbeitet. Alle drei Positionen wurden manuell gewählt. Für M1 und M2 geschah die Maxima-Bestimmung dann automatisch, für die Cursor-Position manuell.

Tabelle 5: Ergebnisse der Konfokalmessung zur Dickenbestimmung der Membran (Abbildung 4.8)

	Abstand	Mit PDMS-Brechungsindex
	Segment 1–2	korrigiert (1,42)
	[µm]	[µm]
M1	42	59,6
M2	40	56,8
Cursor	42	59,6

Die ermittelte Dicke von etwa 55 bis 60 µm konnte mit der spektralen Aufnahme bestätigt werden. Abbildung 4.9: a) zeigt eine spektrale Aufnahme der Membran ohne eine Filterung. Man erkennt deutlich die charakteristische Form der Quecksilberdampflampe, die als Beleuchtungsquelle im Mikroskop dient, mit einem Maximum im roten Farbbereich und stark abnehmender Intensität im blauen Farbbereich des sichtbaren Spektrums. Die Minima, welche bei etwa 550 nm zu erkennen sind, röhren von den Resonanzen des flexiblen photonischen Kristalls auf der Oberfläche der Membran her. Der Kristall reflektiert das resonante Licht, welches

die passende Polarisationsrichtung besitzt. Da die Qualität des Kristalls nicht optimal ist, werden nicht annähernd die zu erwartenden 50 % des eingestrahlten unpolarisierten Lichts bei der Resonanzwellenlänge zurückgestrahlt. Im roten Farbbereich des Spektrums sind des Weiteren sehr deutlich die Dünnschichtinterferenzen, die durch die Dicke der Membran entstehen, zu erkennen.

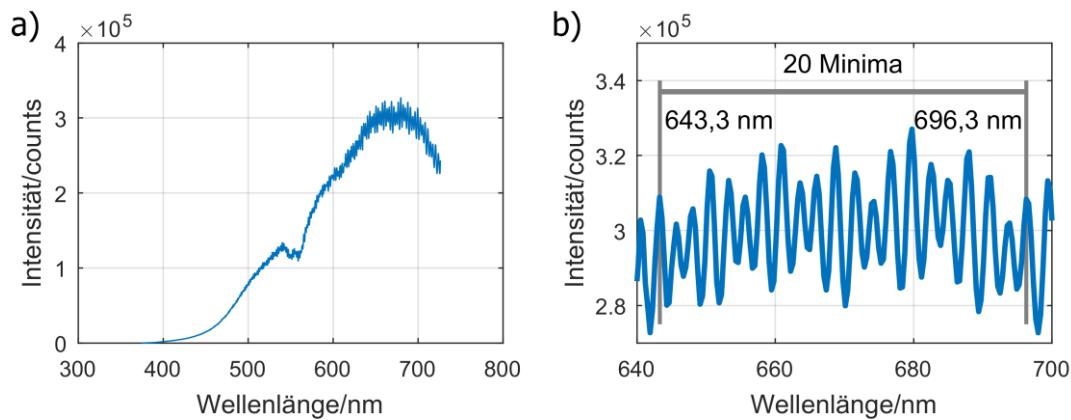


Abbildung 4.9: Die spektrale Aufnahme der Membran ohne spezifische Filterung zeigt den charakteristischen Intensitätsverlauf der Quecksilberdampflampe der Mikroskopbeleuchtung a). Des Weiteren sind zwei lokale Minima im Bereich von 550 nm, welche durch den photonischen Kristall auf der Oberfläche entstehen, zu erkennen, und Dünnschichtinterferenzen, die zur Berechnung der Membrandicke genutzt werden können. Abbildung b) zeigt einen vergrößerten Ausschnitt des Spektrums und ermöglicht eine bessere Analyse der Dünnschichtinterferenzen. Markiert sind 2 deutliche Maxima, welche durch konstruktive Interferenz entstehen, mit 20 Minima zwischen ihnen.

Die Vergrößerung eines Ausschnitts des Spektrums, der in Abbildung 4.9: b)) zu sehen ist, zeigt diese Dünnschichtinterferenzen noch deutlicher. In dieser Aufnahme ist es möglich, einzelne Maxima auszulesen und die Anzahl der Minima zwischen ihnen abzuzählen.

Aus diesen Informationen kann entsprechend folgender Herleitung die Dicke der Membran berechnet werden. d entspricht hierbei der Dicke der Membran. λ_{M1} und λ_{M2} bezeichnen die Wellenlängen im Spektrum von zwei beliebig gewählten Maxima der Dünnschichtinterferenzen und a_M die Anzahl der Minima zwischen λ_{M1} und λ_{M2} . n_s steht für den Brechungsindex der dünnen Schicht, deren Dicke über dieses Verfahren ermittelt werden soll, in diesem Fall dem Brechungsindex von PDMS, ~1,42. Für die Interferenzmaxima gilt, dass die zweifache Dicke der Membran korrigiert mit dem Brechungsindex des Materials ein ganzzahliges Vielfaches der Wellenlänge sein muss (Abbildung 4.10).



Abbildung 4.10: Schematische Darstellung der Mehrfachreflexion und Interferenzbildung in einer dünnen Schicht PDMS.

Es gilt also folgende Gleichung:

$$2 * d * n_s = m * \lambda_M \quad |m = (1, 2, 3 \dots) \quad (4.10)$$

Für benachbarte Maxima muss m jeweils um 1 größer bzw. kleiner sein, je nachdem ob zu kleineren oder größeren Wellenlängen geschaut wird.

Daraus folgt für unsere betrachteten Maxima λ_{M1} und λ_{M2} :

$$2 * d * n_s = (m + a_M) * \lambda_{M1}$$

$$2 * d * n_s = m * \lambda_{M2}$$

Stellt man nun nach m um und setzt ineinander ein, ergibt sich folgende Gleichung:

$$\frac{2 * d * n_s}{\lambda_{M2}} = \frac{2 * d * n_s}{\lambda_{M1}} - a_M$$

$$a_M = \frac{2 * d * n_s}{\lambda_{M1}} - \frac{2 * d * n_s}{\lambda_{M2}}$$

$$a_M = d * \frac{(2 * n_s * \lambda_{M2}) - (2 * n_s * \lambda_{M1})}{\lambda_{M1} * \lambda_{M2}}$$

$$a_M = d * \frac{2 * n_s * (\lambda_{M2} - \lambda_{M1})}{\lambda_{M1} * \lambda_{M2}}$$

$$d = \frac{\lambda_{M1} * \lambda_{M2} * a_M}{2 * n_s * (\lambda_{M2} - \lambda_{M1})} \quad (4.11)$$

Die Dicke der Membran kann somit mittels Formel (4.11) berechnet werden.

Beide Verfahren haben für die verwendete Membran eine Dicke von ca. 60 µm abgeschätzt.

Das Konfokalmikroskop liefert außerdem eine 3D-Abtastung der Oberfläche der Membran und ermöglicht es so, die Wölbung der Membran direkt zu messen. Die

Ergebnisse dieser Messungen des Konfokalmikroskops zur Bestimmung der Oberflächenwölbung werden in der folgenden Abbildung 4.11 gezeigt.

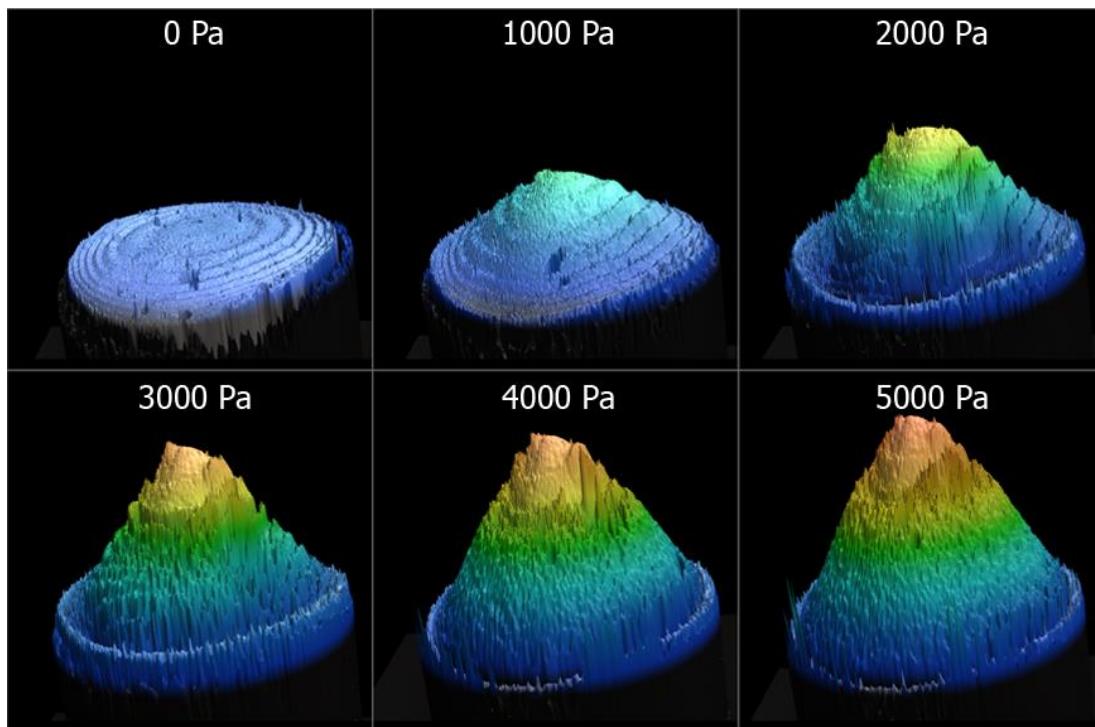


Abbildung 4.11: Hier werden Bilder der dreidimensionalen Oberflächenabtastung der Membran unter verschiedenen Druckbelastungen präsentiert. Diese wurden mit einem Konfokalmikroskop angefertigt. Man erkennt die zunehmende Verformung der Membran bei steigendem Belastungsdruck. Abbildung 4.12 zeigt detailliertere Messdaten.

Die ringförmigen Strukturen und das allgemeine Rauschen sind verhältnismäßig stark, da das Messprinzip des Mikroskops auf der rückreflektierten Intensität des eingestrahlten fokussierten Laserlichts basiert. Die geringe Reflexionsfähigkeit der transparenten PDMS-Membran in Kombination mit Oberflächenverschmutzung und der geringen Dicke der Membran, die im Größenbereich der Wölbung liegt, ermöglichen keine bessere Aufnahmefähigkeit beim verwendeten 10-fach-Objektiv. Vergleicht man die Ergebnisse der COMSOL-Simulation mit den Messdaten des Konfokalmikroskops, so zeigt sich eine nicht zu vernachlässigende Abweichung. Die Simulation ist jedoch bisher mit bestimmten angenommenen Parametern der Membran durchgeführt worden. Zum einen lässt sich an den Messdaten des Konfokalmikroskops direkt erkennen, dass der Durchmesser der Membran nicht wie angenommen 1000 µm entspricht, sondern eher 820 µm, was durch Ungenauigkeiten bei der Herstellung der Gussform und Schrumpfungsprozesse beim PDMS-Gussverfahren erklärt werden kann. Diese Änderung wurde für eine neue Simulation

direkt in das COMSOL-Modell eingefügt, reichte jedoch nicht aus, um die Simulationsergebnisse den Messdaten anzugleichen.

Wie in den vorangegangenen Kapiteln erwähnt, ist die Abschätzung des E-Moduls für PDMS aus Literaturquellen nicht genau möglich, da dieses stark von den Herstellungsverfahren abhängt und in der Literatur oft voneinander abweichende Angaben mit großer Spannbreite existieren. Aus diesem Grund wurde für eine Membrandicke von 60 µm, einen Durchmesser von 820 µm und einen angelegten Überdruck von 5000 Pa das E-Modul so angepasst, dass die COMSOL-Ergebnisse den Messdaten näherungsweise entsprechen. Mit dem ermittelten E-Modul (1,92 MPa, was in den Bereich der Literaturangaben fällt [58]) wurden dann die übrigen Druckniveaus ebenfalls simuliert und mit den Messdaten verglichen (Abbildung 4.12). Die Daten entsprechen sich nun auch bei den übrigen Druckniveaus und zeigen so, dass die COMSOL-Simulation geeignet ist, eine Vorhersage für das Verhalten einer wirklichen Membran zu treffen.

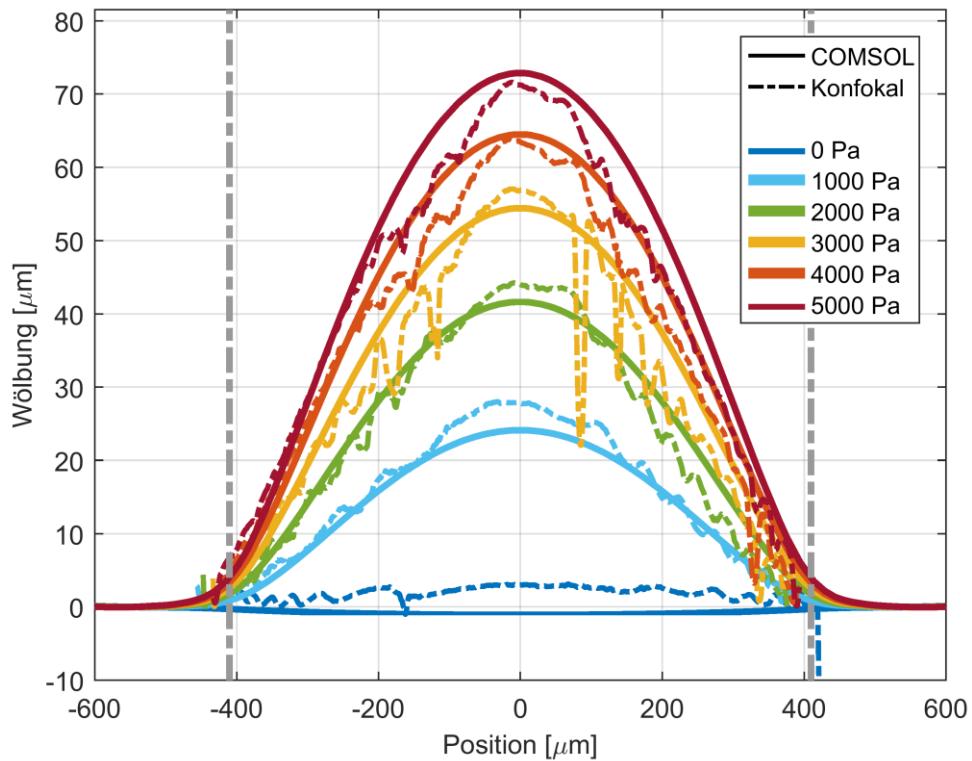


Abbildung 4.12: Die Überlagerung der in COMSOL simulierten Daten und der Messergebnisse des Konfokalmikroskops entsprechen sich, nachdem das E-Modul in der COMSOL-Simulation entsprechend angepasst wurde. Das Rauschen auf den Messdaten des Mikroskops kommt von den schlechten Reflexionseigenschaften der Membran und der geringen numerischen Apertur des Objektivs, das für die Erfassung der gesamten Membran nötig war. Die geringe numerische Apertur führt tendenziell zu verrauschteren Tiefenauflösungen, da die Tiefenschärfe der Abbildung höher ist, was dem Messprinzip des Mikroskops entgegenwirkt.

Das Angleichen des E-Moduls des analytischen Modells an das für die COMSOL-Simulation gefundene E-Modul führt leider nicht zu einer so guten Annäherung der in Matlab berechneten Daten an die realen Messdaten, wie dies bei der Simulation der Fall ist. Abbildung 4.13 zeigt den Vergleich der Berechnung gegenüber der Simulation und der Messung.

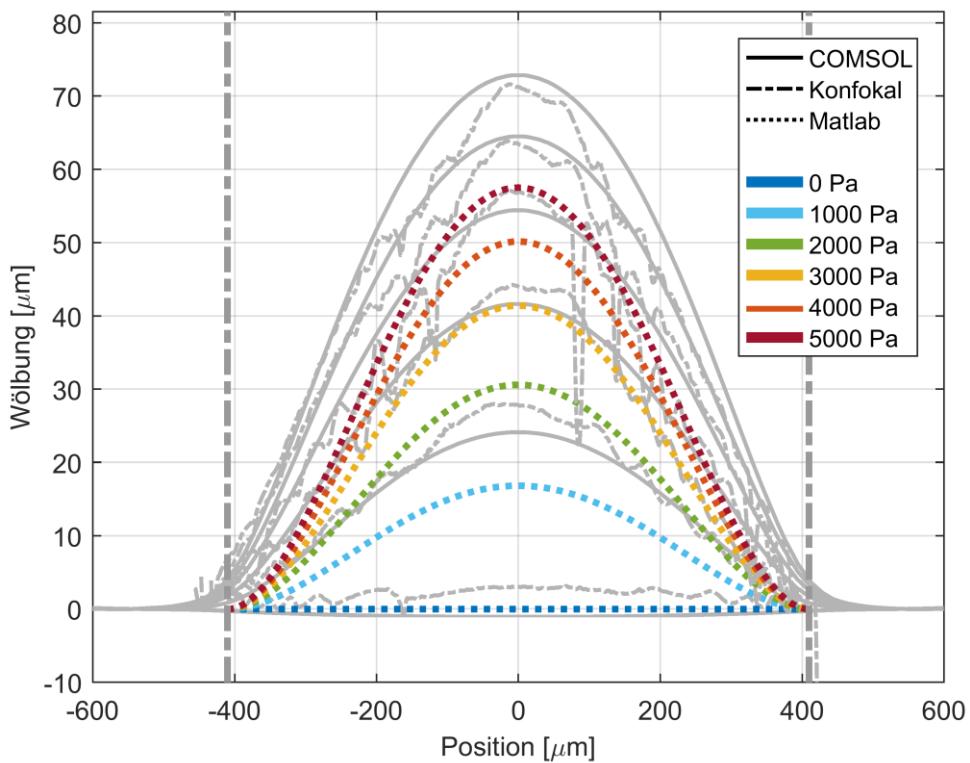


Abbildung 4.13: Mit den gefundenen Parametern wurden die Membranwölbungen mit Hilfe der in Kapitel 4.3.1 angegebenen Methode berechnet und hier zum Vergleich mit den Messungen und Simulationen in ein Diagramm gebracht.

Die verbleibende Abweichung lässt sich möglicherweise damit erklären, dass die Voraussetzungen und angenommenen Näherungen für die Anwendung der Formeln für das Lösen der Differentialgleichung, wie es in Kapitel 4.3.1 entsprechend der Referenz ([56]) geschehen ist, durch eine PDMS-Membran mit den durch die Herstellung gegebenen Parametern nicht erfüllt sind. Im Speziellen die Formulierung „Formeln für dünne Membranen bei geringer Wölbung“ lässt Raum für Interpretationen, ob dies für diesen Fall gilt. Aus diesem Grund wird für weitere Überlegungen nur noch das COMSOL-Modell für die Vorhersage von Membranwölbungen verwendet.

4.3.4 Mustervorhersage mit Hilfe von Turnbull

Ziel dieses Abschnitts ist es, anhand der in Kapitel 2.1.1 gezeigten Formel von Turnbull et al. [34] ein Verfahren zur Berechnung der Farben auf der Sensormembran zu erstellen. Es geht hierbei um die Farbmuster, welche sich durch die Wölbung des flexiblen photonischen Kristalls auf der Oberfläche der Sensormembran ergeben, wenn diese gewölbt und durch entsprechende Filter (Kapitel 2.1.2) betrachtet wird.

Dies soll zum einen zeigen, was in den praktischen Experimenten zu erwarten ist, und zum anderen eine Übereinstimmung der Theorie und der praktischen Experimente bestätigen.

Im vorangegangenen Kapitel wurde die Wölbung der Membran druckabhängig mittels eines analytischen Modells näherungsweise vorhergesagt und mit einer COMSOL-Simulation erfolgreich angenähert. Die Simulationsdaten liefern nun die Neigung der Oberfläche der Membran an jedem Punkt in Bezug auf senkrecht einfallendes Licht. Mit den so ermittelten Winkeln φ und θ (entsprechend der Abbildung 2.3) kann nun unter der Annahme, dass sich ein linearer photonischer Kristall auf der Oberfläche der Membran befindet, mithilfe der Formel (2.1) von Turnbull et al. die Resonanzposition des Kristalls unter diesen Betrachtungswinkel berechnet werden.

4.3.4.1 Winkelmessungen

Zunächst wurden Messungen durchgeführt, um eine Vergleichsbasis für die Theorie aus Kapitel 2.1.1 zu erstellen. Hierzu wurde ein photonischer Kristall im Messaufbau mit gekreuzten Polfiltern vergleichbar mit dem in Abbildung 3.3: a) gezeigten Aufbau bei diskreten Winkeln für θ und φ spektral und fotografisch vermessen. Die Membran wurde hierbei im Gegensatz zu den Membranen in Kapitel 3.2 nicht gedehnt, sondern nur in verschiedenen Winkelkombinationen geneigt. Abbildung 4.14 zeigt einen schematischen Aufbau für die winkelauflöste Messung des Spektrums und der Resonanzwellenlängen a) sowie eine Erläuterung über den Zusammenhang zwischen Beleuchtungsrichtung und den Winkelangaben θ und φ in b).

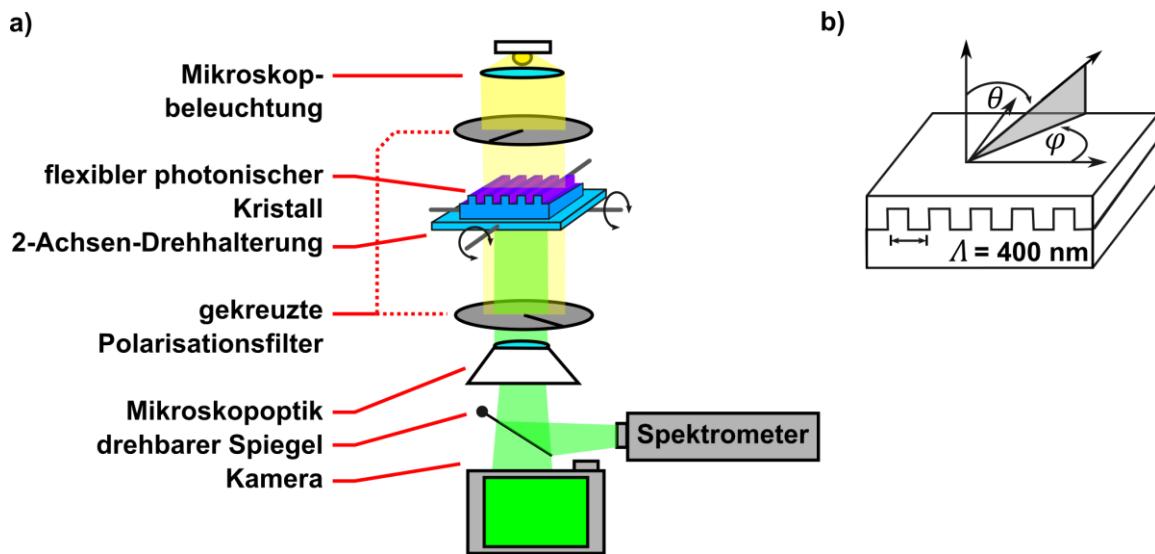


Abbildung 4.14: Beschreibung des Messaufbaus zur winkelaufgelösten Resonanzvermessung des planaren phototonischen Kristalls a). Überblick über den Zusammenhang zwischen Blick- bzw. Beleuchtungsrichtung und den Winkelangaben θ und φ in Bezug auf den phototonischen Kristall b).

Die Spektren für diese Messungen sind in den ersten 5 Graphen der Abbildung 4.15 a)–e) zu sehen. Danach wurden für die aufgenommenen Winkelkonfigurationen die theoretischen Resonanzpositionen anhand einer umgestellten Form der Formel (2.1) berechnet und durch die Anpassung des aus den Messungen unbekannten Wertes n_{eff} für die Resonanz am Kreuzungspunkt gefittet.

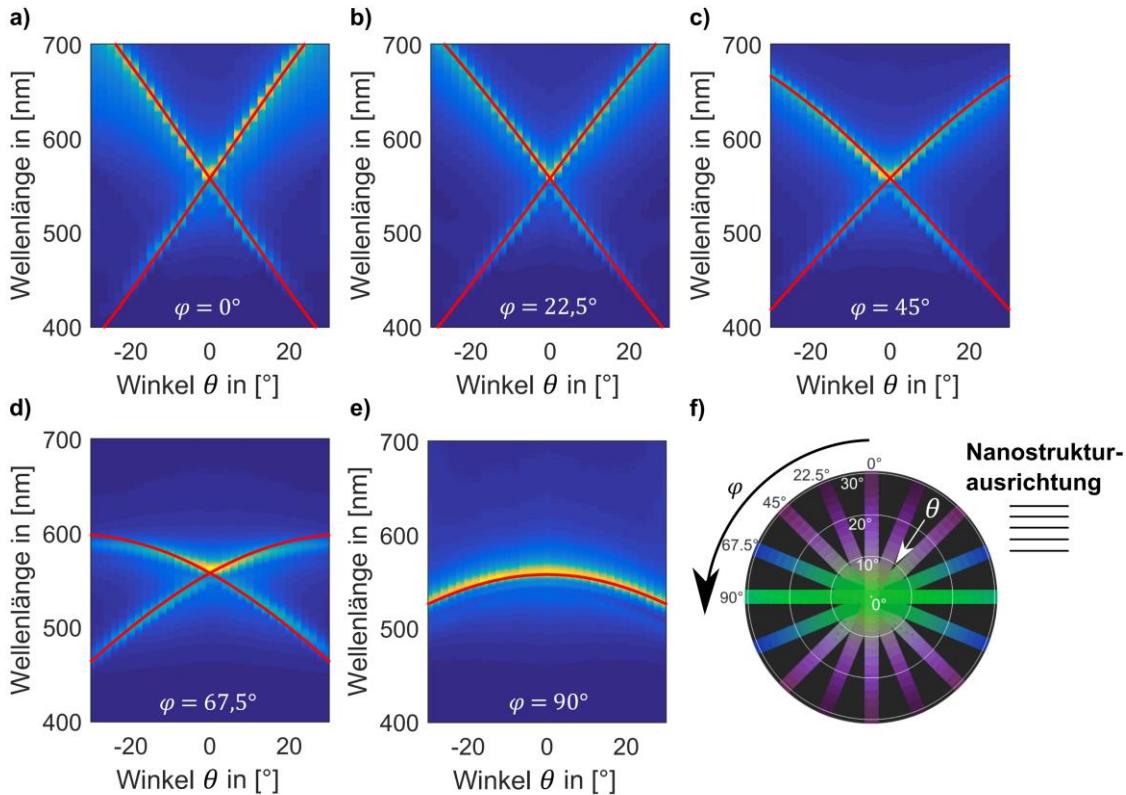


Abbildung 4.15: a)–e) Spektren eines photonischen Kristalls als Funktion des Beobachtungswinkels θ für verschiedene Drehwinkel φ . Die Spektren wurden hierbei mit dem bereits erwähnten Aufnahmeverfahren mit gekreuzten Polarisationsfiltern aufgenommen (Kapitel 2.1.2). Die Messdaten wurden mit berechneten Positionen für die Resonanzposition entsprechend der umgestellten Formel von Turnbull et al. (Kapitel 2.1.1) überlagert. Hierfür wurde ein wellenlängenabhängiges n_{eff} von 1,48 bis 1,4 für den Wellenlängenbereich von 400 bis 700 nm angenommen. f) Hier wurden Ausschnitte von Farbfotoaufnahmen des Kristalls als Polarplot für verschiedene Winkel θ und φ zusammengefügt.

Diese Ergebnisse wurden bereits von mir veröffentlicht [20]. Die Formel wurde mithilfe eines Softwarelösers in eine Form gebracht, über die die Resonanzposition für die erste (λ_1) und minus-erste (λ_2) Resonanz (also der hin- und rücklaufenden Welle) direkt errechnet werden kann:

$$\begin{aligned} \lambda_1 = -\frac{1}{4} & \left[- \left((2 \Lambda \sin(\varphi - \theta) - 2 \Lambda \sin(\varphi + \theta))^2 \right. \right. \\ & - 8 \left(-2 \Lambda^2 n_{eff}^2 - \Lambda^2 \cos(2\theta) + \Lambda^2 \right)^{0.5} - 2 \Lambda \sin(\varphi - \theta) \\ & \left. \left. + 2 \Lambda \sin(\varphi + \theta) \right] \right] \quad (4.12) \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\lambda_2 = -\frac{1}{4} \left[& - \left((2 \Lambda \sin(\varphi + \theta) - 2 \Lambda \sin(\varphi - \theta))^2 \right. \right. \\ & - 8(-2 \Lambda^2 n_{\text{eff}}^2 - \Lambda^2 \cos(-2\theta) + \Lambda^2) \left. \right)^{0.5} - 2 \Lambda \sin(\varphi + \theta) \\ & \left. \left. + 2 \Lambda \sin(\varphi - \theta) \right] \right]\end{aligned}$$

Die theoretischen Kurven wurden ebenfalls in die Graphen a)–e) der Abbildung 4.15 eingefügt und sind in diesen als rote Linien zu sehen. Das Verfahren erfuhr im Vergleich zum von mir veröffentlichten Verfahren ([20]) dahingehend eine Verbesserung, dass für die Veröffentlichung bei der Berechnung der Resonanzwellenlänge von einem festen n_{eff} ausgegangen wurde. Da allerdings sowohl PDMS als auch die hochindexmaterialen Dispersionskurven aufweisen (siehe beispielsweise Abbildung 2.9), ändert sich der effektive Brechungsindex mit der Wellenlänge der Resonanz. Dies führt zu leichten Abweichungen abhängig davon, wie weit die Resonanzwellenlänge vom Kreuzungspunkt, auf den der Brechungsindex abgestimmt wurde, entfernt ist. Im verbesserten Verfahren wurde ein iterativer Ansatz verfolgt. Zunächst wird mit dem für den Kreuzungspunkt bestimmten Wert für n_{eff} die Resonanzwellenlänge für alle Winkel berechnet. Im nächsten Schritt erfolgt eine Neuberechnung der Resonanz für jeden Winkel, allerdings diesmal mit einem n_{eff} , welches für die im ersten Schritt errechnete Wellenlänge angepasst wurde. Dies führt bei der zweiten Berechnung zu einem genaueren Ergebnis für die Resonanzwellenlängen. Durch die Iteration dieses Ablaufs konvergiert die Lösung. Um sich den gemessenen Verläufen anzunähern, wurde hier eine zweifache Berechnung der Resonanzwellenlängen allerdings als ausreichend angenommen. Die für dieses Verfahren nötigen Werte für n_{eff} für verschiedene Resonanzwellenlängen wurden zur Vereinfachung mittels einer Geradenfunktion angenähert. Hierbei erfolgte die Definition der Geraden so, dass der Wert für n_{eff} , welcher bei $\theta = 0^\circ$ zu einer Übereinstimmung von Messung und Berechnung führt, getroffen wird. Die Anpassung der Steigung der Geraden bewirkte, dass die Berechnungen für alle Winkel θ bei $\varphi = 0^\circ$ eine möglichst hohe Übereinstimmung mit den Messungen aufweisen. Mit dieser angenommenen Dispersionsgeraden, die somit aus den Messwerten generiert werden konnte, wurden die übrigen Winkelkombinationen ebenfalls berechnet und in die entsprechenden Abbildungen geplottet. Auch hier ist eine gute Übereinstimmung mit den Messungen zu erkennen und eine deutliche Verbesserung gegenüber dem

vorherigen Verfahren, das von einem festen Wert für n_{eff} ausging. Es hat sich somit bestätigt, dass die theoretische Berechnung geeignet ist, um die Resonanzposition der im Labor vermessenen Kristalle zu ermitteln und somit auch vorherzusagen. Auf diese Weise ergab sich ein linearer n_{eff} -Verlauf von 1,48 zu 1,4 für den Wellenlängenbereich von 400 zu 700 nm. Abbildung 4.15: f) zeigt einen zusammengesetzten Polarplot aus den fotografischen Aufnahmen des Kristalls für alle aufgenommenen Winkelkombinationen für θ und φ . Zu erkennen ist, dass dieser kein radialsymmetrisches Muster aufweist, sondern ein spiegelsymmetrisches zur Mittelachse, parallel zu den Gitterlinien des Kristalls. Dies ist mit dem unterschiedlichen Verhalten der Resonanzen zu erklären, das sich durch das Kippen über den θ Winkel bei unterschiedlichem φ Winkel ergibt (zu sehen in Abbildung 4.15: a)–f)). Je größer der Winkel φ , desto geringer sind die Resonanzaufspaltung und Resonanzverschiebung bei Erhöhung von θ bis zu einem Minimum bei $\varphi = 90^\circ$. Bei diesem Winkel ist sogar keine Resonanzaufspaltung mehr zu messen, nur noch eine minimale Verschiebung zu geringeren Wellenlängen. Die Oberflächenwinkel der im Polarplot angeordneten Fotoausschnitte entsprechen näherungsweise den Winkelanordnungen einer gewölbten Membran, somit ist auch für einen photonischen Kristall, der sich auf einer gewölbten Membran befindet, ein ähnliches Farbmuster unter entsprechender Beleuchtung und Auslesung zu erwarten.

4.3.4.2 Programmerstellung

Es wird nun der Ansatz, die Oberfläche der Membran in kleine plane Flächenstücke mit planaren linearen photonischen Kristallen zu zerlegen, verfolgt, um eine Berechnung des Farbmusters zu ermöglichen. Die Erkenntnisse aus den vorangegangenen Kapiteln werden hier wieder aufgegriffen. Die Simulationen aus COMSOL (Kapitel 4.3.2) werden hier für die Oberflächenform der druckabhängig gewölbten Membran verwendet, da sie eine bessere Näherung der realen Membran darstellen als die analytisch berechneten Oberflächen aus Kapitel 4.3.1. Über die örtliche Ableitung werden so die Oberflächenwinkel φ und θ für jedes einzelne Flächenelement der Membranoberfläche je nach gewünschter räumlicher Auflösung ermittelt. Aus den Winkeln können dann mittels der Formeln (4.12) die theoretischen Resonanzpositionen für den auf der PDMS-Membran hergestellten photonischen Kristall berechnet werden. Aus diesen wird mithilfe einer Überlagerung eines einzelnen gemessenen Spektrums ein künstliches Spektrum erstellt (Abbildung 4.16). Hierzu wird der gemessene Resonanzpeak in der Amplitude halbiert und entlang der

Wellenlängen-Achse verschoben, bis er mit einer der berechneten Resonanzpositionen übereinstimmt. Für die zweite Resonanzposition wird der Vorgang wiederholt. Beide verschobenen Spektren werden dann addiert und ergeben so ein Gesamtspektrum im sichtbaren Wellenlängenbereich von 400 bis 700 nm. Bei $\theta = 0^\circ$ haben beide berechneten Resonanzpositionen die gleiche Wellenlänge und somit überlagern sich die auf ihre Position geschobenen Einzelpeaks zu einer doppelt so hohen Resonanz, welche dem original aufgenommenen Peak entspricht. Die Bandlücke, die sich theoretisch bei $\theta = 0^\circ$ ergibt, wurde hier nicht betrachtet. Zum einen erfolgte so die Vereinfachung des Programms, zum anderen ist die Qualität der herstellbaren photonischen Kristalle nicht so hoch, dass die Bandlücke messbar ist.

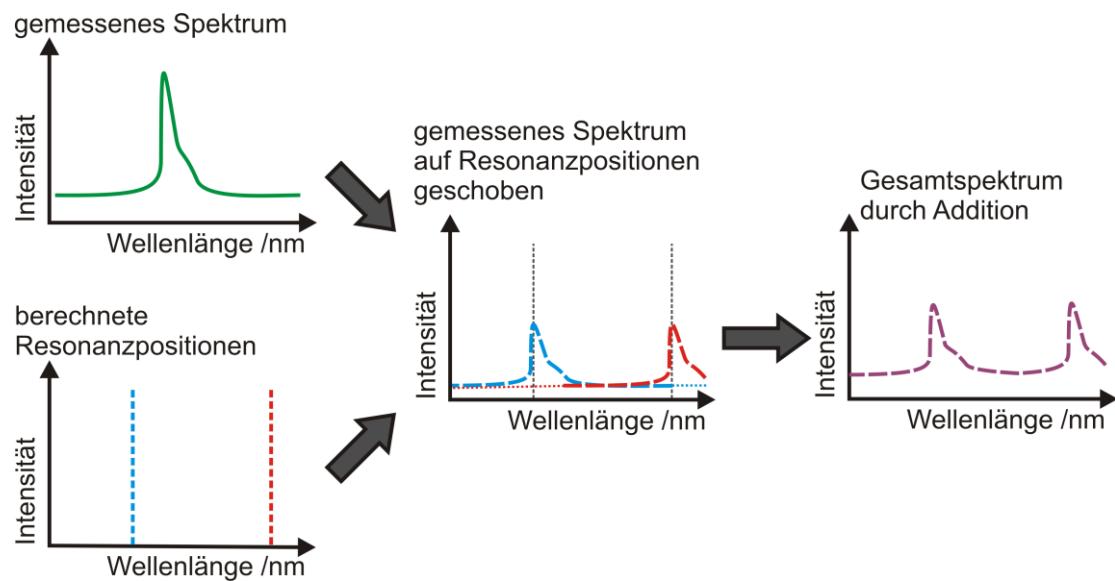


Abbildung 4.16: Dieses Schema zeigt, wie aus den nach den Winkeln θ und φ errechneten Resonanzpositionen mithilfe der Messkurve einer aufgenommenen Resonanz ein künstliches Spektrum erstellt wird.

Um die RGB-Farbwerthe für das Flächenelement zu bestimmen, werden die Empfindlichkeitskurven jedes Farbkanals einer Nikon-Kamera jeweils mit dem künstlichen Spektrum multipliziert und anschließend über die Wellenlängen aufintegriert. Die sich so ergebenden Intensitätswerte für die 3 Farbkanäle werden auf einen vorher festgelegten Wert normiert und auf eine 0–255 Werteskala übersetzt, um RGB-Farbwerthe zu erhalten. Nachdem dies für alle Oberflächensegmente geschehen ist, liegt ein vollständiges Bild der Farbmusterverteilung auf der Oberfläche der Membran unter einem bestimmten Druck vor (Abbildung 4.17). Der vorher festgelegte Wert für die Normierung entspricht dem Belichtungswert einer Kamera. Er muss für

Farbbilder, die miteinander verglichen werden sollen, daher gleich gewählt werden. Somit entsteht ein Modell, das unter Angabe der Sensorgeometrie und der nötigen Materialparameter über die Eingabe des angelegten Druckwerts eine Farbmustervorhersage für die gewölbte Membran erstellen kann.

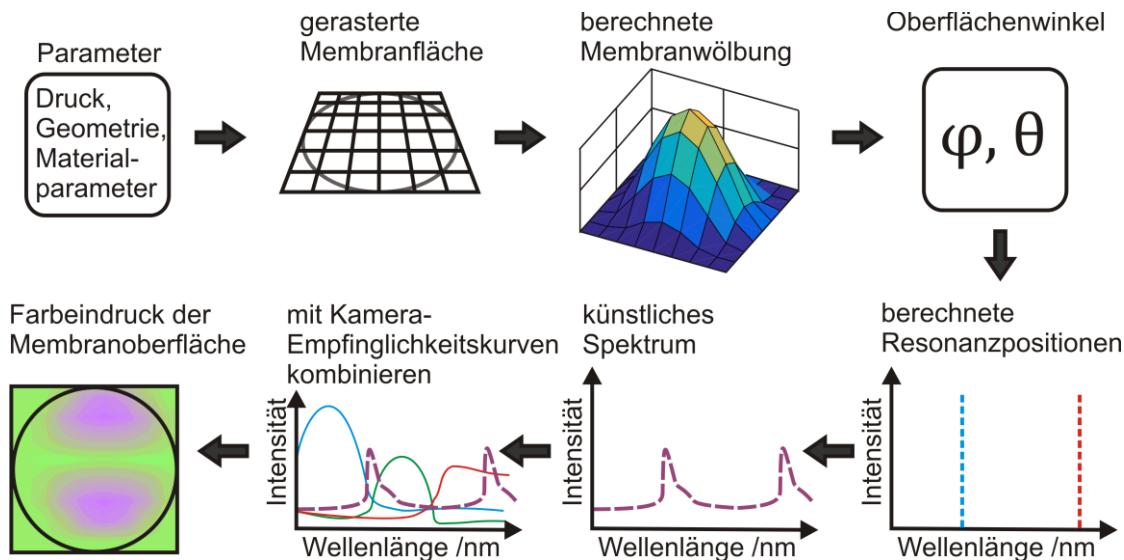


Abbildung 4.17: Hier wird der gesamte Ablauf des Modells zur Mustervorhersage auf der Membranoberfläche schematisch dargestellt. Zunächst werden die Parameter in das Modell eingegeben; hieraus wird eine Membranfläche angelegt, für deren Rasterpunkte Höhendaten und darauf entsprechende Oberflächenwinkel errechnet werden. Aus den Winkeln werden die Resonanzpositionen ermittelt und ein künstliches Spektrum mittels der Überlagerung von verschobenen Realmessungen erstellt. Dieses wird mit Empfänglichkeitskurven eines Kamerachips gewichtet und zur Generierung von RGB-Farbwerten genutzt. Aus den RGB-Daten kann dann ein Bild der Membranoberfläche erstellt werden.

Die nachfolgenden Abbildung 4.18 und Abbildung 4.19 zeigen die Ergebnisse für die Anwendung des hier beschriebenen Verfahrens. Für die Wölbung wurden die simulierten Daten der COMSOL-Simulation für eine 60 µm dicke Membran mit einem Durchmesser von 820 µm und einem E-Modul von 1,05 MPa verwendet. Diese Daten entsprechen also denen der mit dem Konfokalmikroskop vermessenen Membran. Es wurden Belastungsdrücke von 0–5000 Pa simuliert. Aus den Daten der Simulation erfolgte dann entsprechend des Verfahrens die Berechnung der Oberflächenwinkel und hieraus dann die Resonanzpositionen. Nach der Erstellung der künstlichen Spektren wurden dann die ortsabhängigen Farben der Oberfläche ermittelt. Die Gitterlinien des linearen Kristalls liegen in Abbildung 4.19 horizontal. Das zu sehende Farbmuster ist somit auch zur horizontalen Mittelachse symmetrisch. Es weist eine grüne Hintergrundfarbe auf, was der Grundresonanz eines Kristalls von ca. 389 nm

Periode mit einer 5 % ZnO Partikelmischung entsprechend dem Herstellungsverfahren aus Kapitel 3.1 entspricht. Das Muster weist außerdem zwei ins Lila gehende Flecken oberhalb und unterhalb des Mittenhorizontals auf, was durch die Aufspaltung und Verschiebung der Resonanzen in den blauen bzw. roten Spektralbereich erklärt werden kann.

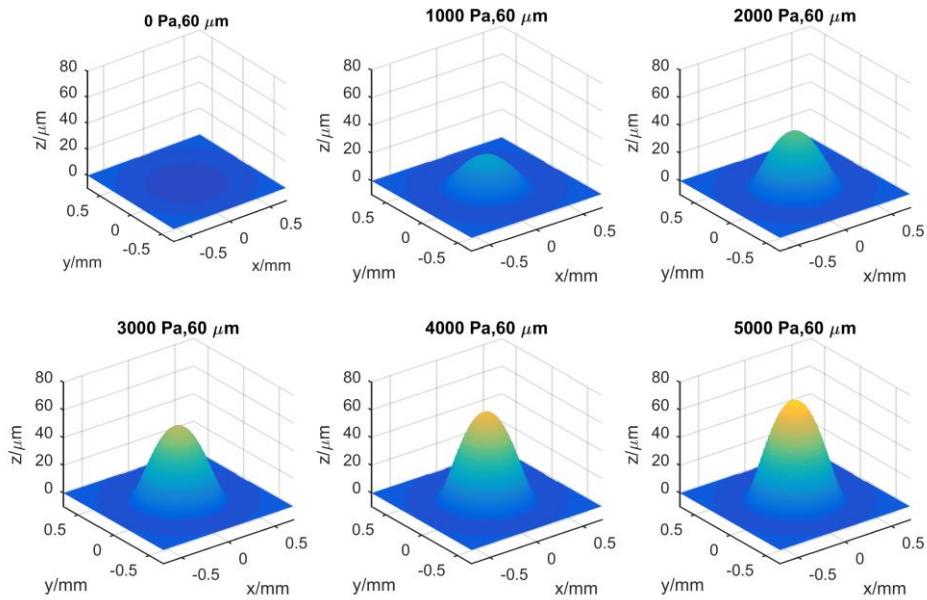


Abbildung 4.18: Gezeigt sind die dreidimensionalen Wölbungen für eine 60 μm dicke Membran mit einem Durchmesser von 820 μm für Belastungsdrücke von 0 bis 5000 Pa, ermittelt über eine Simulation in COMSOL. Hierfür wurde das angepasste E-Modul von 1,05 MPa verwendet. Die Wölbungen entsprechen also denen der realen Membran, wie sie mithilfe des Konfokalmikroskops vermessen wurden.

Die Farbverschiebung ins Lila ist umso stärker, je mehr Druck auf der Membran herrscht, da somit auch die Wölbung stärker wird und im gleichen Zug auch die Resonanzverschiebung aufgrund der größeren Oberflächenwinkel. Der horizontale Schnitt durch die Mitte der Membran zeigt im Gegensatz hierzu nur eine sehr schwache Farbverschiebung Richtung Blau, wenn man sich dem Rand der Membran nähert. Auch dies war aus den Vorversuchen zu erwarten, da hier der Phi-Winkel nahe 90° liegt und somit fast keine Resonanzaufspaltung, sondern nur eine leichte Verschiebung Richtung niedrigerer Wellenlängen beobachtet werden kann, wie aus den Experimenten aus Kapitel 4.3.4.1 und den theoretischen Überlegungen von Kapitel 2.1.1 leicht ersichtlich ist.

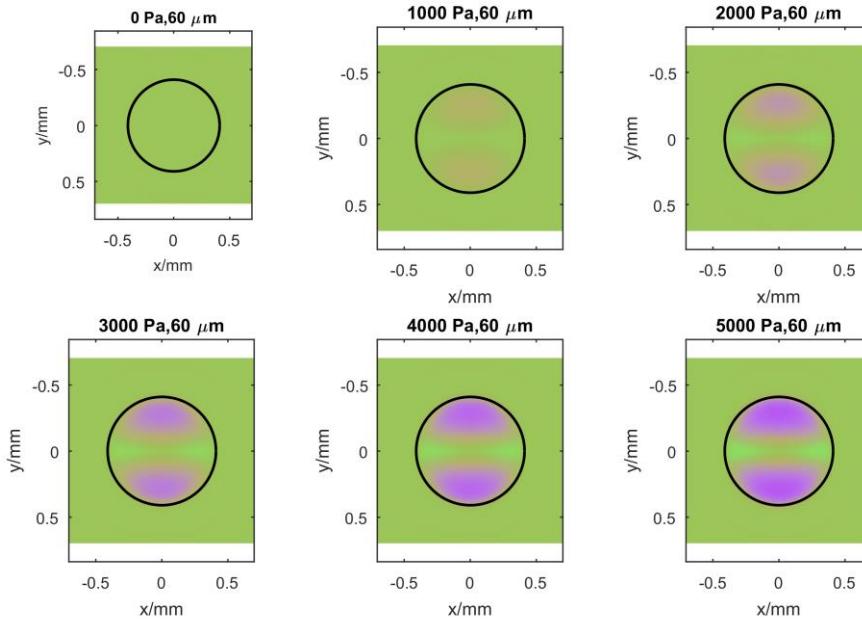


Abbildung 4.19: Für die in Abbildung 4.18 gezeigten gewölbten Membranen wurden mithilfe des in diesem Kapitel beschriebenen Ablaufs die Farbmuster bestimmt, die bei einer Betrachtung entsprechend des in Kapitel 2.1.2 beschriebenen Ausleseverfahrens auf einer realen Membran zu sehen sein würden.

4.4 Herstellung

Der Wölbungssensor wird aus zwei PDMS-Bauteilen hergestellt, die zusammen einen Hohlraum umschließen. Eine kleine, sehr dünne Membran begrenzt diesen Hohlraum an einer Stelle. Diese Membran bildet den eigentlichen Sensor, da sie sich bei entsprechendem Druckunterschied zwischen Innen- und Außenbereich des Sensors verformt.

Beide Elemente werden mit Hilfe eines Guss- und Pressverfahrens erstellt. Abbildung 4.20 zeigt ein computergeneriertes 3D-Modell des Sensors im nicht zusammengesetzten Zustand, um die innere Struktur des Sensors zu zeigen. Man erkennt im Deckelteil gut den Kanal, an dessen Boden die hier gewölbt gezeigte Membran zu sehen ist. Im Bodenelement fällt ein umlaufender Ring auf, der den späteren Hohlraum im Inneren des Sensors bildet, um als Druckausgleichsvolumen zu dienen. Der mittlere Bereich ist nicht als Hohlraum geplant, da hier beim späteren Einsatz im Auge eine Implantatslinse geplant ist. Es gibt eine Aussparung im Ring, die in Richtung des Zentrums zeigt, um der Sensormembran, die näher zum Zentrum der

Linse geplant ist, Platz für die Wölbung zu lassen. Die Membran muss näher zum Zentrum, um von außerhalb des Auges später sichtbar und damit auslesbar zu sein.

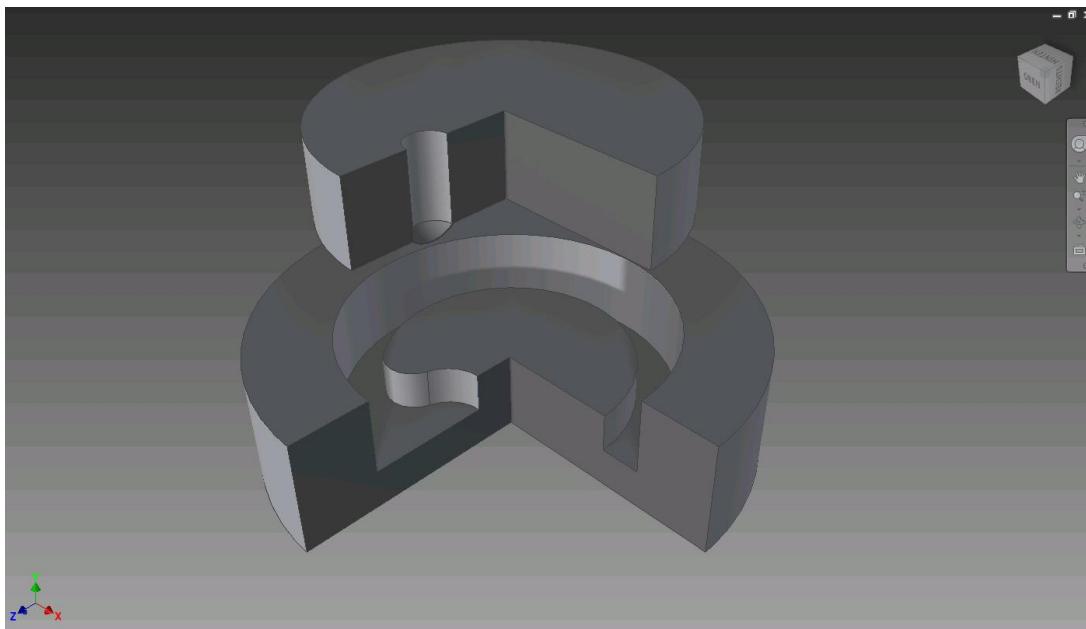


Abbildung 4.20: 3D-Modell des fertigen Sensors. Der Deckel ist hier noch nicht auf das Bodenteil montiert und die Ansicht wurde in einem Viertelschnitt aufgetrennt, um die innere Struktur besser zu erfassen. Man erkennt im Deckelteil gut die Vertiefung mit der Membran. Im Bodenelement sieht man den umlaufenden Ring, der den späteren Hohlraum im Inneren des Sensors bildet, um als Druckausgleichsvolumen zu dienen.

Zunächst wird PDMS in einem Mischverhältnis von 10:1 angerührt. In die Mischung für den Deckel, der später die nanostrukturierte Membran und damit den photonischen Kristall enthalten soll, wird zusätzlich ein 0,1-Anteil poly(dimethylsiloxan)-b-poly(ethyleneoxide) (PDMS-b-PEO) untergemischt. Wie in Kapitel 2.2.2 beschrieben, sorgt dieser Zusatz für eine hydrophile Oberfläche des ausgehärteten PDMS-Materials. Auf diese Weise wird die Herstellung des flexiblen photonischen Kristalls auf der Membranoberfläche erst ermöglicht, wie sie im Detail in Kapitel 3.1 beschrieben wurde. Abbildung 4.21 zeigt eine schematische Darstellung des Herstellungsprozesses für den Wölbungssensor. Das Bodenelement wird in einer Gussform erstellt, die Hohlräume im späteren PDMS-Element erzeugt, um zum einen der Membran, die im Deckelelement integriert ist, genügend Platz für die Verformung zu lassen, und zum anderen ein Druckausgleichsvolumen zur Verfügung zu stellen, das für die möglichst starke Verformung der Membran benötigt wird, ohne dass diese durch ansteigenden Innendruck in Folge von verringertem Volumen behindert wird. Details hierzu sind im Simulationskapitel 4.3 zu finden. Das Deckelelement besteht aus einer PDMS-Scheibe, die in die entsprechende Vertiefung im Bodenelement

passt, und damit die Hohlräume im Bodenelement gegenüber der Umgebung abdichtet. An einer Stelle der Gussform ist die Vertiefung durch eine Säule mit 1 mm Durchmesser unterbrochen. Hier entsteht durch das Aufpressen eines Pressdeckels eine sehr dünne Schicht PDMS, die beim Aushärten die Membran bildet. Diese wiederum gibt dem Sensor seine eigentliche Funktionalität.

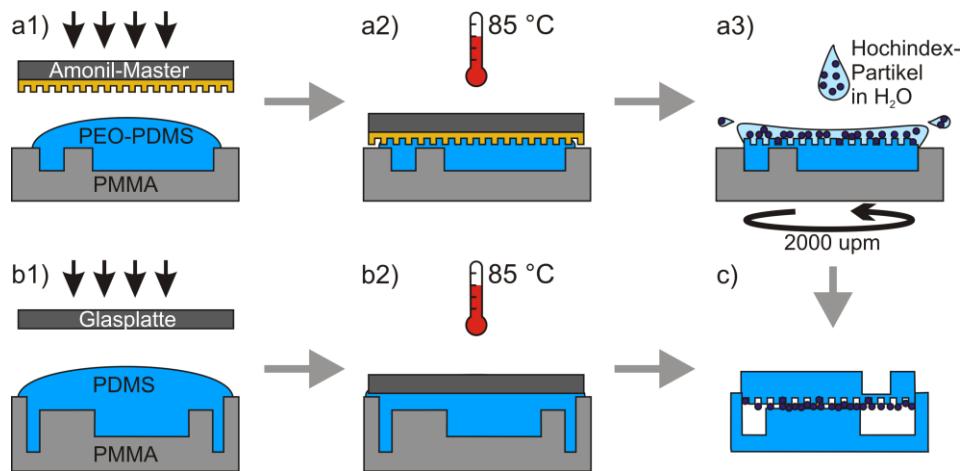


Abbildung 4.21: Herstellungsprozess für den Wölbungssensor: Zunächst werden ein Deckel und ein Bodenteil mittels Gussformen und Pressverfahren hergestellt a1), a2) und b1), b2). Danach wird auf den nanostrukturierten Deckel eine Schicht Hochindexnanopartikel gespincoatet a3). Zum Abschluss werden die beiden Sensorteile miteinander verbunden und versiegelt c). Dies erzeugt einen abgeschlossenen Hohlraum im Inneren des Sensors, in den sich die dünne Membran, die beim Pressvorgang entstanden ist, bei steigendem Außendruck hineinwölben kann.

Nach dem Anrühren der zwei PDMS-Mischungen für den Sensorkörper (Base: Curing, 10:1 Mischung für den Boden, und Base: Curing: PEO-PDMS, 100:10:1 für den Deckel) werden die Mischungen in ihre jeweiligen Gussformen gegeben, bis diese leicht überfüllt sind. Ein Vakuum sorgt für das Entgasen, bis keine sichtbaren Luftbläschen mehr aufsteigen; dies dauert in etwa 20 bis 30 min. Danach werden vorsichtig die beiden Pressdeckel auf die leicht überfüllten Formen gelegt. Für den Bodenteil ist dies eine einfache Glasplatte mit einer Antihaftbeschichtung zum leichteren Ablösen nach dem Aushärten. Dies sorgt für eine plane Oberfläche der späteren Unterseite des Bodens.

Der Pressdeckel für den oberen Teil des Sensors besteht aus einer Amonilkopie eines Nanostrukturmasters. Die Herstellung einer solchen Amonilkopie wurde bereits im Kapitel 3.1 im Rahmen der Herstellung eines flexiblen photonischen Kristalls erläutert. Durch das Aufpressen auf die Gussform mit dem noch flüssigen PEO-PDMS-Gemisch wird die Nanostruktur in die Oberfläche des späteren Deckels geprägt und beim

Aushärten fixiert. Diese Struktur bildet später, wie auch schon im Kapitel 3 beschrieben, die Grundlage für den flexiblen photonischen Kristall. Auch wenn die Struktur durch dieses Verfahren in die Oberfläche des gesamten Deckelements geprägt wird, ist doch nur der Bereich der Membran von Bedeutung, da hier dann der flexible photonische Kristall entsteht, welcher durch die Druckänderungen verformt wird und somit für deren Detektion genutzt werden kann. Der übrige Bereich ist eher starr, reagiert kaum bis gar nicht auf die Druckänderungen und kann somit eher als Referenz genutzt werden. Eine lineare Nanostruktur mit einer Periodizität von 400 nm und einer Tiefe von etwa 100 nm wurde für diesen Sensor gewählt. Die Grundstruktur wurde als Glasmaster von der Firma Sigma Aldrich (Amonil MMS4 by AMO GmbH, Aachen, Germany) gekauft.

Das PDMS in den Formen wird bei etwa 85 °C in den Ofen gegeben. Der Aushärteprozess dauert bei dieser Temperatur, die mit Rücksicht auf das Plexiglasmaterial der Gussformen so niedrig gehalten wurde, etwa eine Stunde. Nach dem Aushärten im Ofen kühlen die Formen auf Raumtemperatur ab, dann werden die Pressdeckel entfernt und die PDMS-Teile aus den Formen gelöst.

Für die Hochindexschicht des Kristalls wird wie in Kapitel 3 eine Nanopartikel-Wassermischung mit einem bestimmten prozentualen Gewichtsanteil von Hochindexnanopartikeln in Wasser benötigt. Die Mischung wird je nach Bedarf und gewünschter Resonanzwellenlänge aus einer gekauften TiO₂-Partikellösung (mit ca. 35 wt% von Sigma Aldrich (Titanium(IV) oxide, Mischung von rutile und anatase, 33–37 wt.% in H₂O von Sigma Aldrich; Durchmesser < 150 nm; ~21 nm durchschnittliche Partikelgröße im Anfangspuder)) oder aus einer ZnO-Partikellösung hergestellt, wie in Kapitel 3.1 beschrieben. Für die meisten Sensoren wird eine Mischung mit 4 wt% TiO₂-Partikeln verwendet, was in Verbindung mit der verwendeten Nanostruktur eine Resonanz bei etwa 555 nm erzeugt. Zur Partikellösung wurden noch 0,5 wt% Fluorosurfactant (PFT) (NOVEC FC-4430 von 3M) zugegeben. Wie ebenfalls in Kapitel 3 beschrieben, setzt dies den Kontaktwinkel beim Auftragen der Lösung auf die PEO-PDMS-Nanostruktur weiter herab und ermöglicht so eine bessere Benetzung und Ablagerung der Partikel, um die Hochindexschicht zu erzeugen.

Die Partikelmischung wird auf das PDMS-Element gegeben, bis sie es vollständig bedeckt. Der darauffolgende Spincoatprozess wird wie in Kapitel 3.1 beschrieben durchgeführt. So entsteht durch die eingeprägte periodische Struktur auf der Membranoberfläche zusammen mit der amorphen Schicht aus

Hochindexnanopartikeln ein flexibler photonischer Kristall, vergleichbar mit denen aus Kapitel 3.

Das Bodenelement wird für die Messungen auf einem Glasträger mittels Epoxidharz fixiert, ebenso das Deckelelement mit dem nun funktionsfähigen flexiblen photonischen Kristall in Form der runden Membran in der Vertiefung des Bodenelements, sodass die inneren Hohlräume absolut abgedichtet sind. Die mit Hochindexnanopartikeln beschichtete Seite des Deckels wird hierbei nach innen ausgerichtet. Die gewählte Anordnung schützt die Nanostruktur und die Partikelschicht zum einen vor äußeren Einflüssen, zum anderen würde dies aber auch im Inneren des Auges verhindern, dass sich Nanopartikel von der Oberfläche des Kristalls lösen und vom Körper aufgenommen werden können. Abbildung 4.22 zeigt eine zusammengeschnittene Aufnahme der runden Sensormembran und ihrer direkten Umgebung. Der übrige Sensorkorpus ist für die Darstellung der Transparenz des Sensors unter normaler Beleuchtung im Vergleich zur gefilterten Aufnahme für die Auswertung nicht relevant. Die obere Hälfte der Aufnahme zeigt den Sensor ohne Filterung und die untere Hälfte mit Filterung, wie sie Kapitel 2.1.2 zum Sichtbarmachen der Resonanzen beschrieben wurde.

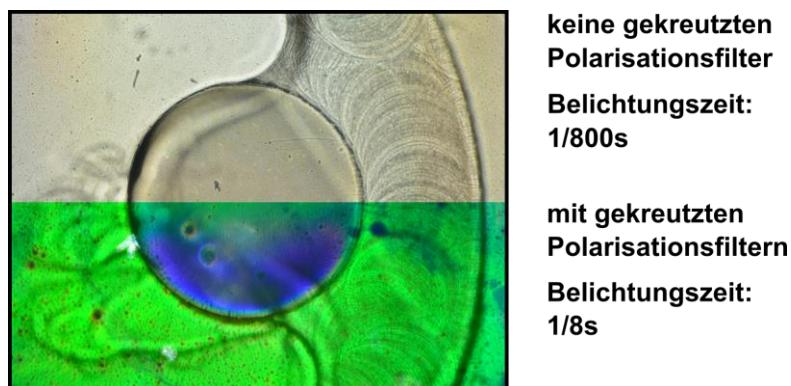


Abbildung 4.22: Für die hier gezeigte Aufnahme wurde die Probe einmal ohne die Filterung durch gekreuzte Polfilter und einmal mit Filterung aufgenommen. Die zwei Aufnahmen wurden so geschnitten, dass die obere Hälfte der Aufnahme ohne Filterung und die untere mit Filterung dargestellt ist. Der Ausschnitt ist so gewählt, dass die runde Sensormembran im Zentrum sichtbar ist. Die Belichtung wurde aufgrund der stark unterschiedlichen Lichtmenge für die Aufnahmen entsprechend angepasst.

Die Belichtungszeit musste für die beiden Aufnahmen jeweils angepasst werden (1/800s ohne Filterung, 1/8s mit Filterung), um diese vergleichbar fotografisch darstellen zu können. Die Darstellung zeigt, dass der Sensor für normales Umgebungslicht sehr durchlässig ist und daher bei einer Integration in einer

Implantatslinse für das Auge nicht weiter stören dürfte, vor allem da er abseits der Hauptachse geplant wäre. Die violette Färbung auf der Sensormembran bei Filterung röhrt daher, dass die Aufnahmen von einem Sensor in einer Überdruckumgebung gemacht wurden. Die Membran ist daher gewölbt und zeigt die entsprechenden Farbmuster, die jedoch ohne Filterung nicht erscheinen. Die ringförmigen Muster auf der Oberfläche sind Werkzeugspuren aus der Herstellung der Gussformen. Sie sind in einem industriellen Prozess leicht vermeidbar und für die hier durchgeföhrten Experimente nicht weiter relevant.

4.5 Druckexperimente

Um den Wölbungssensor zu charakterisieren, wurden Druckexperimente durchgeföhrte. Verschiedene Druckverläufe wurden sowohl in einer Luft- als auch in einer Wasserumgebung aufgenommen. Letztere sollte das mögliche Einsatzgebiet als intraokularer Drucksensor im Auge eines Patienten besser simulieren und zeigen, inwieweit das Verhalten des Sensors durch die Umgebung verändert wird. Abbildung 4.23 zeigt den allgemeinen Aufbau eines Wölbungssensors a) und ein Schema des Messaufbaus sowohl für die Messungen in einer Luft- als auch in einer Wasserumgebung.

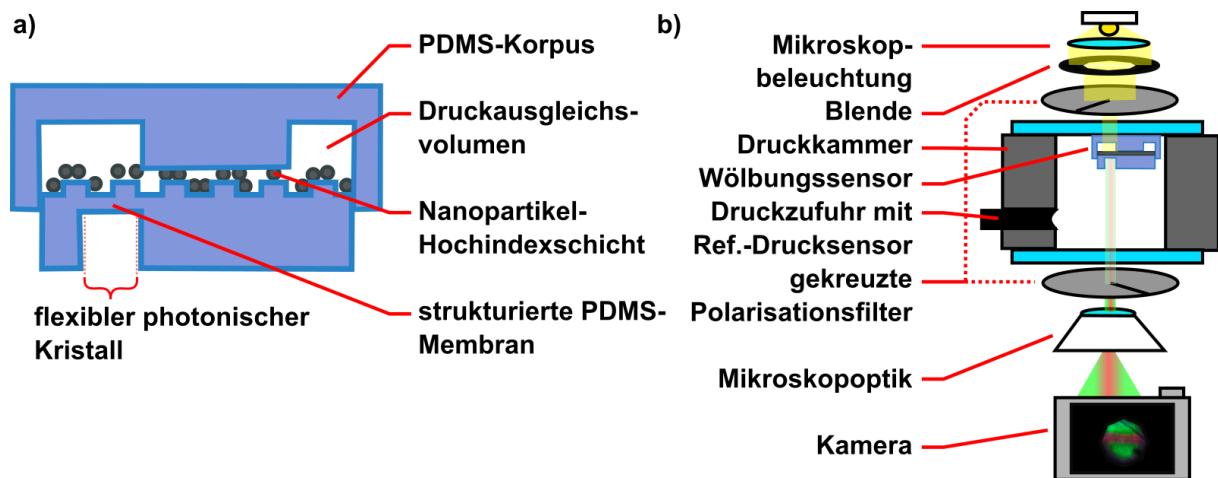


Abbildung 4.23: Auf der linken Seite a) ist ein schematischer Schnitt durch einen Wölbungssensor zu sehen. Die einzelnen relevanten Elemente wie der flexible photonische Kristall oder die Druckausgleichskammer sind markiert. Auf der rechten Seite b) ist ein schematischer Schnitt durch den Messaufbau gezeigt. Die Mikroskopbeleuchtung wird mittels einer Blende durch den ersten Polarisationsfilter auf den Bereich des flexiblen photonischen Kristalls im Wölbungssensor im Inneren der Druckkammer konzentriert. Nach dem Durchlaufen des zweiten Polarisationsfilters auf der anderen Seite der Druckkammer wird das Bild der Sensormembran auf einen Kamerasensor abgebildet.

Die Beleuchtung und Messung finden über das System der gekreuzten Polarisationsfilter statt, wie in Kapitel 2.1.2 beschrieben. Der Referenzdruck zur Kalibrierung und für die Analyse der Messungen wird im druckerzeugenden System, das an die Druckkammer angeschlossen ist, über einen elektronischen Sensor parallel zur Messung aufgezeichnet. Für die Wasserumgebung wird ausschließlich die Druckkammer selbst mit Wasser gefüllt, nicht jedoch das druckerzeugende System, das an die Kammer angeschlossen ist. Eine genauere Beschreibung des druckerzeugenden Systems und der Druckkammer selbst ist im Anhang hinterlegt.

4.5.1 Messung in Luft

Ein Sensor wurde entsprechend der Herstellungsangaben aus Kapitel 4.4 mit einer Gussform für Membranen mit 1 mm Durchmesser hergestellt. Als Hochindexmaterial dienten ZnO-Nanopartikel in einer Konzentration von 10 wt% auf einem 500 nm Gitter. Dies ergibt eine rötliche Resonanz, die sich bei Wölbung aufteilt und in den infraroten und den grünen Farbbereich schiebt. Da der zu höheren Wellenlängen schiebende Peak bei größeren Winkeln aus dem sichtbaren Spektrum verschwindet, wird eine Grünverfärbung wahrgenommen. Aus diesem Grund wurde der grüne Farbkanal für die Auswertung gewählt. Die Steigerung des Drucks erfolgte stufenweise von 0 Pa in

1000 Pa Schritten auf 5000 Pa, wobei jede Stufe für etwa eine Minute gehalten wurde. Auf die anschließende sprunghafte Absenkung des Drucks auf 3000 Pa, gehalten für 1,5 min, folgte ein weiteres Absenken auf 2000 Pa für 1,5 min und ein wiederholter Anstieg auf 3000 Pa für weitere 1,5 min. Danach wurde der Druck auf 0 Pa gesenkt und die Messaufnahme beendet. Dieser Verlauf zeigt zum einen das Verhalten bei steigendem Druck für unterschiedliche Stufen sowie Effekte des Anfahrens einer Stufe von niedrigen als auch hohen Druckbereichen aus. Dieser Verlauf ist in Form des vom elektronischen Kontrollsensors aufgenommenen Signals in Abbildung 4.24 zu sehen. Für die Messung wurde alle 3 Sekunden ein Bild des Wölbungssensors unter dem Mikroskop aufgenommen. Hierzu wurde die Anordnung gekreuzter Polarisationsfilter verwendet, erstmals beschrieben in Kapitel 2.1.2 für das Erfassen eines Resonanzpeaks mit Hilfe einer Kamera als Farbeindruck. Aus den Bildern wurde dann der durchschnittliche Grünwert für die gesamte Membranfläche ermittelt und über der gleichen Zeitachse geplottet – wie die Daten des elektronischen Sensors. Um eine Vergleichbarkeit der Kurvenformen zu erreichen, wurden von den Daten des Wölbungssensors der Minimalwert von allen Werten abgezogen und daraufhin das Maximum auf das Maximum des elektronischen Sensors umskaliert.

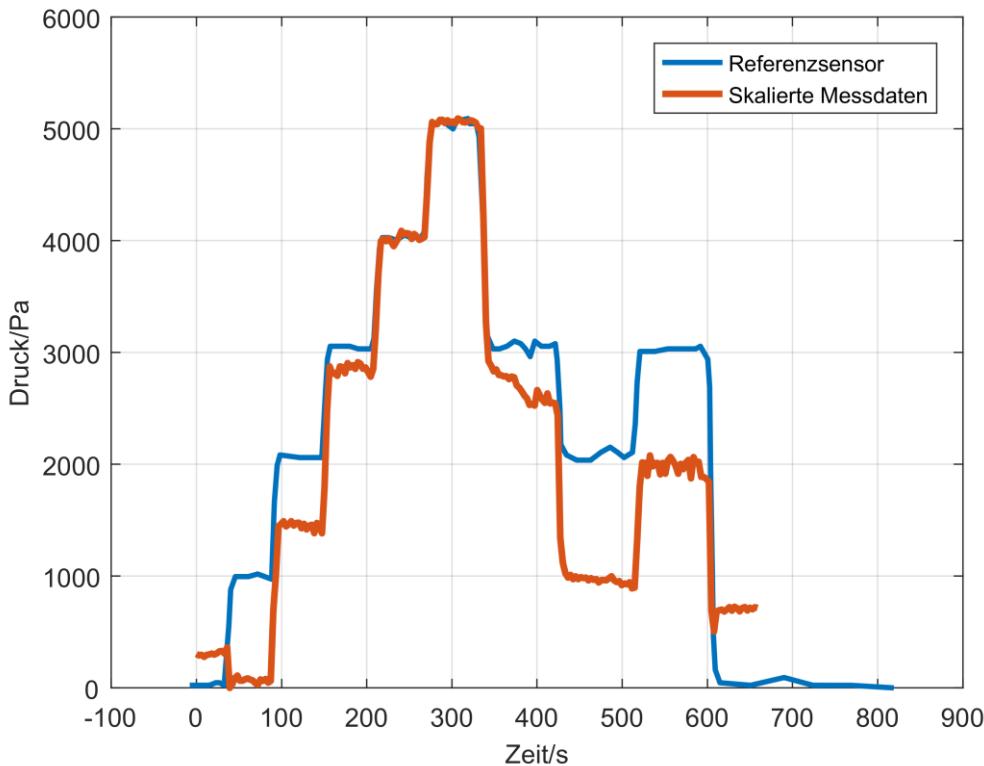


Abbildung 4.24: Zu sehen ist der Vergleich zwischen der aufgenommenen Druckkurve des Referenzdrucksensors und den zur Vergleichbarkeit umskalierten Werten des vermessenen Sensors. Man erkennt Abweichungen zwischen Referenz und Messung. Es wurde versucht, durch eine entsprechende Auswertung der Messdaten die Abweichungen im Folgenden zu minimieren.

Man erkennt, dass der Verlauf der Messwerte dem der Referenzwerte ähnelt, der Sensor also auf Änderungen des Drucks mit den gleichen Tendenzen reagiert wie der elektronische Referenzsensor. Es wird im Folgenden versucht, durch eine angepasste Datenanalyse die Messkurve der Referenzkurve anzulegen. Zu diesem Zweck wird eine Kalibrierungskurve erstellt. Sie stellt eine Verknüpfung des durchschnittlichen Grünfarbwertes eines Pixels und dem angelegten Druckwert dar. Hierzu wurden aus der gemessenen Kurve 3 Bereiche gewählt (Stufenplateaus bei 1000, 3000 und 5000 Pa) und deren durchschnittlicher Wert über die Zeit ermittelt. Über diesen 3 Werten wurden dann die angelegten Druckwerte (1000, 3000 und 5000 Pa) aufgetragen (siehe Abbildung 4.25 links). Durch diese 3 Punkte wurde mit einer formerhaltenden quadratischen Interpolation eine Kurve berechnet. Diese gibt nun für jeden beliebigen Farbwert innerhalb des betrachteten Bereichs den dazugehörigen Druckwert an.

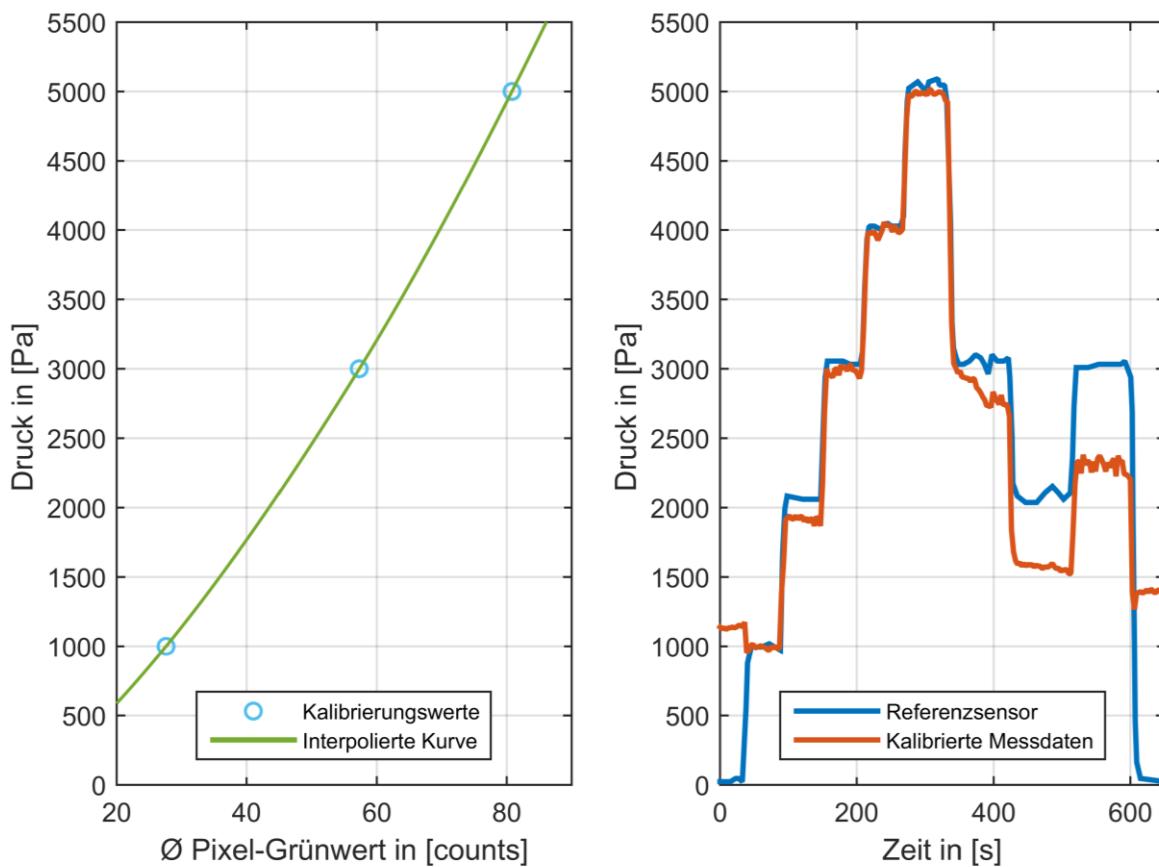


Abbildung 4.25: Links ist die Kalibrierungskurve zu sehen, um die durchschnittlichen Grünfarbwerte pro Pixel in einen Druckwert zu übersetzen. Die Kurve wurde anhand von drei Punkten interpoliert, welche aus Bereichen der Messung entnommen wurden. Rechts sind die mit der Kalibrierungskurve kalibrierten Daten im Vergleich zum Referenzsensor zu sehen.

Man erkennt, dass ein nichtlinearer Zusammenhang zwischen angelegtem Druck und ausgelesenem Farbwert besteht. Wendet man diese Übersetzung von Farbwert in Druck auf die gemessenen durchschnittlichen Farbwerte der Membran an, so kommt man zu einer besseren Übereinstimmung von Referenzkurve und Messkurve, wie im rechten Diagramm der Abbildung 4.25 zu sehen ist. Man erkennt, dass die Druckstufen von 1000 bis 5000 Pa in der ersten Hälfte der Messung eine gute Übereinstimmung mit der Referenzkurve zeigen. Auffällig ist jedoch, dass die Bereiche, in denen 0 Pa an die Membran angelegt wurden, deutlich von den Referenzwerten abweichen. Dies entsteht durch ein besonderes Phänomen. Man kann aus diesen Daten ersehen, dass die Membran vor Beginn der Messung nicht plan gespannt gewesen sein kann, sondern durch einen leichten Überdruck im Inneren des Sensors nach außen gewölbt oder vielleicht durch die Herstellung in gewelltem Zustand vorlag. Dies führt zu Oberflächenwinkeln, welche die gleichen Resonanzverschiebungen zur Folge haben

wie bei einer in den Sensor hineingewölbten Membran und somit auch zu vergleichbaren Farbmustern. Somit erzeugt bei der Auswertung ein solcher, eigentlich negativer Druck positive Werte, da die Farbauswertung nicht zwischen positiv oder negativ gewölbten Membranen unterscheiden kann. Der leicht höhere Wert am Schluss der Messung kann entweder, falls die Membran bei 0 Pa nicht straff gespannt war, sondern in gewellter Form vorlag, durch eine andere Welligkeit entstanden sein, oder, was wahrscheinlicher ist, durch eine stärkere Wölbung nach außen. Dies würde auf einen größeren Überdruck im Inneren des Sensors am Schluss der Messung schließen lassen, was auch zum zweiten beobachteten Abweichungsphänomen in der Messung passt. Ab ca. 350 s nimmt die Abweichung der Messkurve von den Referenzwerten stetig immer mehr zu und der vermessene Sensor zeigt immer geringere Druckwerte an als der Referenzsensor. Dies kann durch die in Kapitel 2.2.1.2 beschriebene Eigenschaft der Gasdurchlässigkeit von PDMS erklärt werden. Je größer der angelegte Druck ist, umso mehr Gas aus der Umgebung kann durch die Sensormembran in den Sensor hineindiffundieren. Hierdurch sinkt der Differenzdruck zwischen innen und außen und die Membran wölbt sich entsprechend nicht mehr so stark. Weshalb die aus den aufgenommenen Werten errechneten Druckwerte nach der Kalibrierung, die über Werte in der ersten Hälfte der Messung vorgenommen wurde, immer weiter absinken, je länger die Messung dauert. Umgekehrt führt dies allerdings auch dazu, dass sich die Membran, wenn nun ein Druck niedriger als der neue Innendruck angelegt wird, immer stärker nach außen wölbt, wie am Ende der Messung durch die höheren scheinbaren Druckwerte im Bereich der angelegten 0 Pa zu sehen ist.

Um die Problematik noch etwas deutlicher zu machen, wird zunächst, mithilfe der Formel (2.4) gezeigt, eine kurze Abschätzung durchgeführt. Hierfür wurde ein Matlab-Programm geschrieben, das mittels dieser Formel den Gasfluss bei Membranen der Dicken 20, 40, 60, 80 und 100 μm berechnet. Für einen angelegten Druck von 6000 Pa wurde der Gasfluss pro Sekunde berechnet. Mit dieser Größe, dem bekannten Innenvolumen des Sensors und dem bekannten Anfangsinnendruck im Sensor, der dem atmosphärischen Druck entsprach, erfolgte die Berechnung der Druckänderung im Inneren des Sensors nach einer Sekunde. Die Drucksteigerung wurde vom angelegten Außendruck abgezogen und der Gasfluss für diesen neuen angelegten Druck unter der Annahme berechnet, dass der Innendruck wieder der atmosphärische sei. Dies wurde iterativ in Sekundenschritten weitergeführt und so die Druckminderung

zwischen Innen- und Außendruck über die Zeit berechnet. Aus dieser Berechnung ergab sich, dass ein Ausgleich der Druckdifferenz zwischen Innen- und Außendruck um 90 % des angelegten Wertes von 6000 Pa schon nach 25 Minuten für eine 20 µm dicke Membran vollzogen wird. Die Zeiten für die übrigen Membrandicken sind entsprechend 51, 76, 101 und 127 Minuten. Man erkennt schon aus dieser Abschätzung, dass die Drift durch die Gasdiffusion zu signifikanten Änderungen des Messwerts führen. Die Berechnungen stützen sich hier auf die Materialparameter der Referenz und bilden die grobe Geometrie des hier vorgestellten Sensors nach. Somit müssen vor Langzeitmessungen Gegenmaßnahmen realisiert werden.

4.5.2 Vergleich in Luft und Wasser

Im Folgenden wurde versucht, die Umgebung des Sensors an sein mögliches Einsatzgebiet im Auge anzupassen und sein Verhalten im Vergleich zur Luftumgebung zu testen. Besonders interessiert hat hierbei die Drift, die durch die Gasdiffusion durch die Membran entsteht und im vorangegangenen Kapitel an Luft beobachtet werden konnte. Diese Drift ist für einen etwaigen Einsatz im Auge über längere Zeit sehr hinderlich, da die Messungen so mit der Zeit immer mehr verfälscht werden. Inwieweit sich diese Problematik mit der Änderung der Umgebung verändert, wird hier überprüft. Für diese Messungen wurde ein Sensor mit 400 nm Strukturperiodizität verwendet. Die Hochindexschicht wurde aus einer 5 wt% ZnO-Nanopartikellösung entsprechend Kapitel 4.4 erzeugt. Kapitel 3.2.1 wies zwar darauf hin, dass TiO₂ besser für die Herstellung flexibler photonischer Kristalle geeignet ist, da hiermit die Resonanzposition des Grundkristalls in einem größeren Spektralbereich eingestellt werden kann, jedoch die Empfindlichkeit der Sensoren in Bezug auf den zu messenden Druck vergleichbar ist. Es ergab sich eine grünliche Grundresonanz, die sich bei Winkeländerung in Blau und Rot aufteilte, wodurch die grüne Farbintensität schwächer wurde.

Zur genaueren Überprüfung und Auswertung des Gasdiffusionseffekts wurde zunächst eine Messung wie im vorangegangenen Kapitel in einer Luftumgebung durchgeführt. Für 5 Minuten wurde zwischen Innen- und Außenbereich des Sensors keine Druckdifferenz eingestellt, um die Nulllinie zu kalibrieren. Danach erfolgte eine Erhöhung des Drucks im System für weitere 5 Minuten auf 3000 Pa über den Innendruck des Sensors, um eine weitere Kalibrierungsstufe zu erhalten. Zum Abschluss wurde der Druck für 50 Minuten auf 6000 Pa über den normalen

Atmosphärendruck angehoben. Über die gesamte Messung erfolgte jeweils alle 30 Sekunden eine Aufnahme des Sensors. Aus diesen Bildern wurde die Grünintensität im Bereich der runden Sensormembran gemittelt und daraufhin wie im vorangegangenen Kapitel für die Messreihe eine Kalibrierungskurve erstellt (links). Als Stützstellen fungierten die Bereiche mit 0 und 3000 Pa am Anfang der Messung sowie das Maximum bei angelegten 6000 Pa. Mithilfe der so gewonnenen Kalibrierungskurven wurde eine Umformung der Intensitätswerte in Druckangaben vorgenommen.

Für die zweite Messung wurde die Druckkammer nach dem Einsetzen des Sensors mit destilliertem Wasser gefüllt, um die Flüssigkeit im Auge nachzustellen. Es wurde nur die Druckkammer selbst, nicht der Druckbehälter des Drucksystems mit Flüssigkeit aufgefüllt. Auf den gewünschten Zieldruck im System eingestellt, regelte das System den Zieldruck im luftgefüllten Bereich mithilfe des elektronischen Drucksensors. Dieser Druck übertrug sich auf die Flüssigkeit in der Druckkammer und belastete so den Sensor mit eben diesem Druck. Durch die geringe Wassermenge und Füllhöhe lastete keine signifikante Wassersäule auf der Membran. Nach einer ausreichenden Ruhezeit, in der alle eventuell vorhanden Luftbläschen aus der Flüssigkeit aufsteigen konnten, die Flüssigkeit die Umgebungstemperatur angenommen und der Sensor sich auf ein Nullniveau eingeschwungen hatte, wurde die Messung in den gleichen Druck- und Zeitschritten durchgeführt wie die vorangegangene Luftpumpe, um eine Vergleichbarkeit mit der Luftpumpe zu erhalten. Nach Ermittlung der Intensitätswerte des grünen Farbkanals für den Bereich der Membranfläche wurden die ermittelten Werte ebenfalls mithilfe einer auf die gleiche Weise wie bei der Luftpumpe erstellten Kalibrierungskurve in Druckwerte übersetzt. Auf diese Weise konnte eine direkte Vergleichbarkeit der Messreihen erreicht werden.

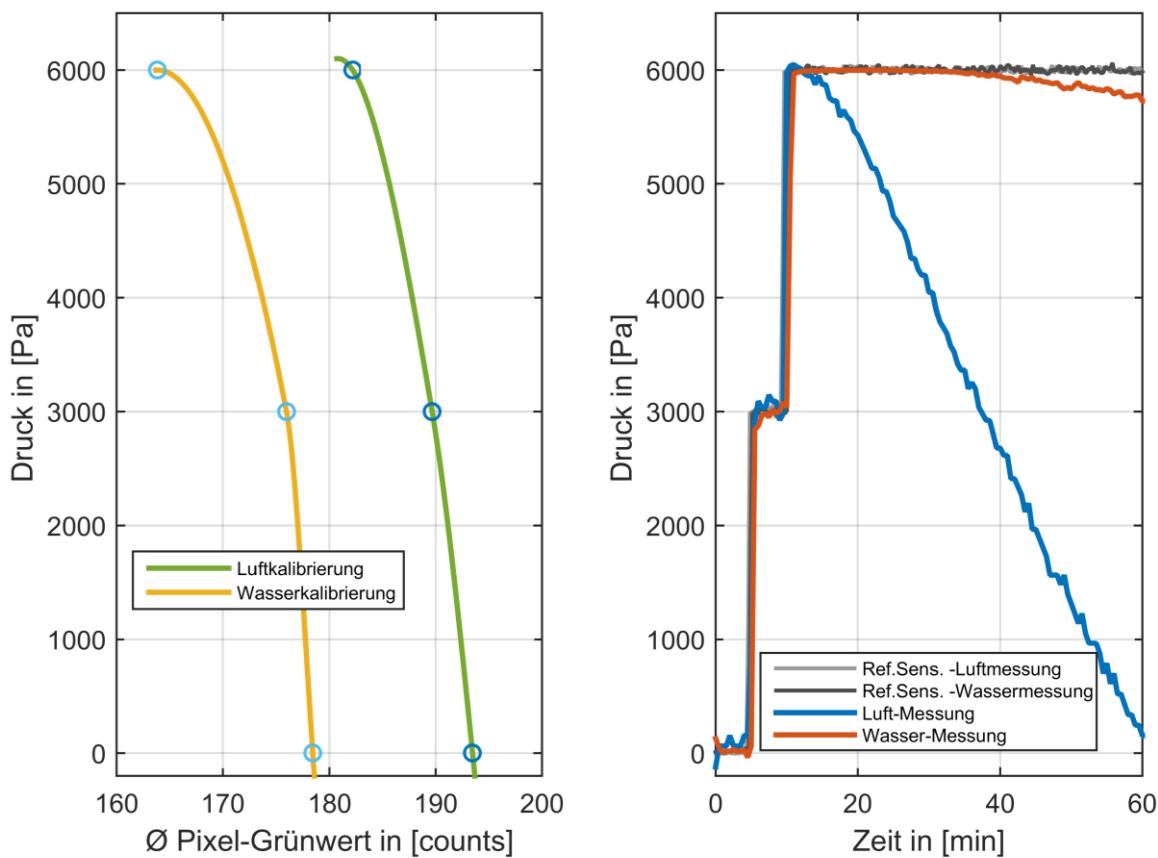


Abbildung 4.26: Links sind die Kalibrierungskurven für die Luft- und Wasseraufnahmen zu sehen, die in diesem Kapitel verglichen werden. Die Kurven wurden über eine Interpolation der drei gewählten Stützstellen ermittelt, wie dies auch schon im vorangegangenen Kapitel beschrieben wurde. Da die Lichtstärke bei der Wasseraufnahme durch das Medium deutlich reduziert wird, liegen die Grünfarbwerte pro Pixel für diese Kurve entsprechend bei niedrigeren Werten als dies bei der Luftaufnahme der Fall ist. Rechts sind die kalibrierten Messkurven der Luft- und Wasseraufnahme zu sehen im Vergleich zu den aufgezeichneten Referenzdruckwerten.

Die aus den Messwerten mithilfe der Kalibrierungskurven ermittelten Druckkurven sind rechts in Abbildung 4.26 zu sehen. Die jeweiligen Referenzkurven des elektronischen Sensors sind in Grautönen ebenfalls in das rechte Diagramm eingefügt. Sie zeigen den eigentlich vorhandenen Druck in der Kammer.

Deutlich zu erkennen sind die zwei Stufen bei 0 Pa und 3000 Pa sowie der Start des Plateaus bei 6000 Pa, die zur Kalibrierung verwendet wurden. Die blaue Kurve für die Messung in einer Luftumgebung zeigt eine deutliche Drift in den letzten 50 min der Messung, in denen konstant 6000 Pa angelegt waren. Diese entsteht durch den Druckausgleich zwischen Sensorinnerem und direkter Umgebung in der Druckkammer. Die Messwerte bestätigen, dass die Gasdiffusion schon im Rahmen

von Minuten zu Problemen führen wird, wie im vorangegangenen Kapitel durch die Berechnung vorhergesagt. Die erwähnte Drift des Messsignals ist auch bei der Wassermessung zu erkennen, jedoch deutlich geringer als bei der Luftpumpe. Der Druckausgleich kommt also zustande durch die Durchlässigkeit der PDMS-Membran für Gase, so kann die unter Druck stehende umgebende Luft langsam durch die Membran in den Sensor diffundieren und einen Druckausgleich herstellen, wodurch sich die Membran immer weiter entspannt und das Sensorsignal zu niedrigeren Drücken zurückkehrt. In einer Wasserumgebung gibt es deutlich weniger zur Verfügung stehendes Gas, welches durch die Membran diffundieren kann. Die Flüssigkeit selbst besteht aus wesentlich größeren Teilchen, die wesentlich langsamer, wenn überhaupt, durch die Membran hindurchdiffundieren können. Dies verlangsamt den Druckausgleich enorm. Nimmt man eine grobe Lineararisierung an, so liegt die Drift bei der Luftpumpe bei ca. 122 Pa/min, hingegen bei der Wassermessung nur bei ca. 6 Pa/min, ist also ca. um den Faktor 20 besser als bei der Luftpumpe. Es zeigt sich demnach, dass schon die Umgebung, in der sich das spätere Einsatzgebiet des Sensors befinden soll, positive Auswirkungen auf die Stabilität des Messsignals hat. Dennoch wäre für die spätere Anwendung eine weitere Verbesserung der Dichtigkeit und damit der Messstabilität des Sensors ein wichtiger Aspekt der Weiterentwicklung, da es hierbei dann nicht um Stabilität im Minuten- oder Stundenbereich geht, sondern um Monate bis Jahre.

4.5.3 Messungen in Wasser

Die vorangegangenen Experimente haben gezeigt, dass die Gasdurchlässigkeit von PDMS (siehe Kapitel 2.2.1.2) nicht nur für die spätere Anwendung im menschlichen Auge ein Problem darstellt, sondern auch schon bei den momentanen Experimenten im Labor mit ihren im Verhältnis deutlich kürzeren Laufzeiten starke Beeinflussungen der Messergebnisse erzeugt. Es wurde des Weiteren gezeigt, dass die Wasserumgebung, die die Verhältnisse im Inneren des menschlichen Auges nachbilden soll, eine deutliche Verbesserung für die Qualität der Messergebnisse im Hinblick auf die Drift durch die Gasdurchlässigkeit und den damit verbundenen Druckausgleich zwischen Sensorinnerem und seiner Umgebung bietet. Aus diesem Grund wurden hier nun mehr Messungen in einer Wasserumgebung durchgeführt. Für diese Experimente wurde die Druckkammer des Drucksystems wieder mit destilliertem Wasser gefüllt und gewartet, bis sich alle eventuellen Luftblaschen vom

Testsensor gelöst und entfernt hatten, wie schon im vorangegangenen Kapitel beschrieben.

Um die Drift durch die Gasdurchlässigkeit des PDMS in den Messungen so gering wie möglich zu halten, wurden im Folgenden Messungen von kurzer Dauer durchgeführt. Es ging hierbei um das Verhalten des Sensors beim Wechsel von verschiedenen Druckniveaus. Um die Messungen zusätzlich in Druckwerte übersetzen zu können und diese mit den Messungen des elektronischen Sensors im Drucksystem zu vergleichen, wurde eine Kalibrierungskurve für die Messung erstellt, mit deren Hilfe der gemessene Wert in einen Druckwert übersetzt wird. Hierzu werden drei Bereiche der Messung mit relativ konstantem Druck gemittelt und mit dem dazugehörigen Druckwert, der vom elektronischen Sensor stammt, korreliert (Abbildung 4.27 rechts, Bereiche I., II. und III.). Aus diesen Datenpunkten wird dann eine Kalibrierungskurve für alle anderen Kombinationen von Messwert und Druck interpoliert, wie dies auch in den vorangegangenen Kapiteln geschehen ist (Abbildung 4.27 links). Für die Messungen dieses Abschnitts stand ein nach Kapitel 4.4 hergestellter Sensor mit einer 400 nm periodischen Oberflächenstruktur und einer Hochindexschicht aus TiO₂-Nanopartikeln, die aus einer 5 wt% Nanopartikellösung hergestellt wurde, zur Verfügung. Es ergab sich eine grünliche Grundresonanz, die sich bei Winkeländerung in Blau und Rot aufteilte, wodurch die grüne Farbintensität schwächer wurde.

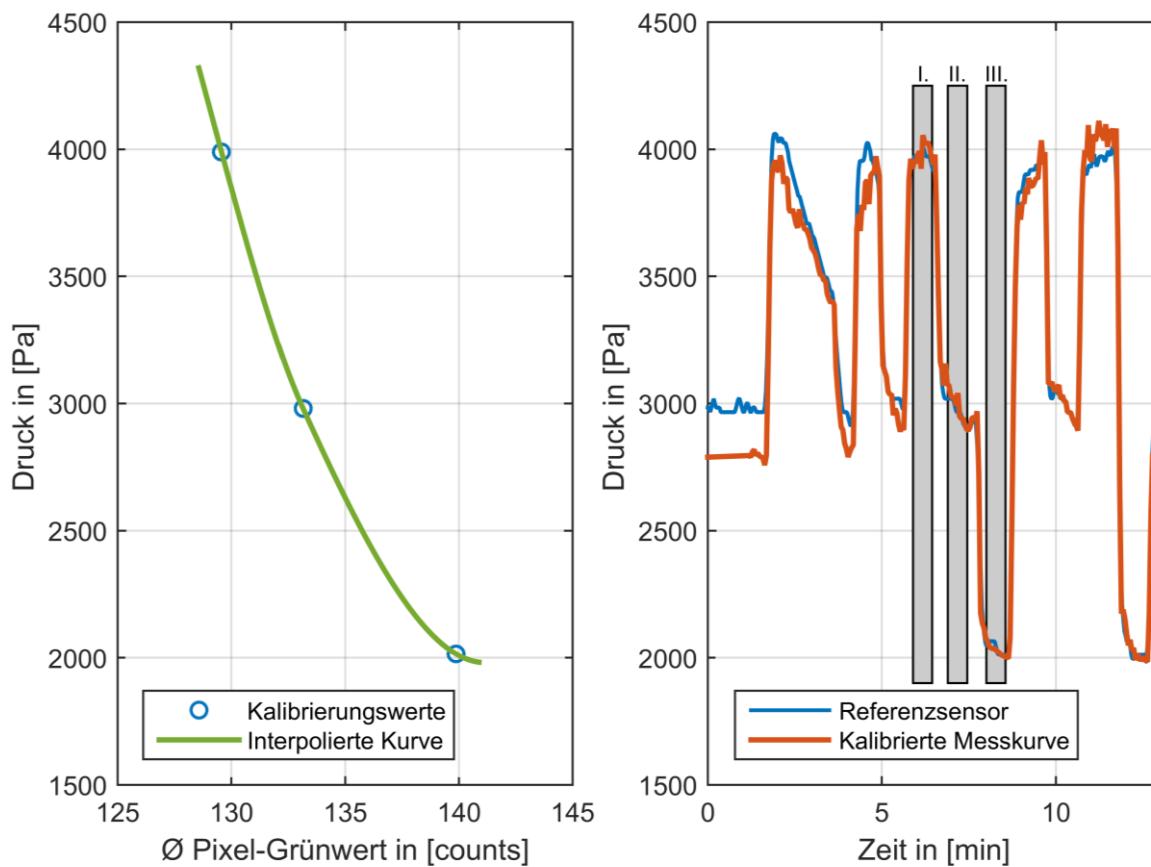


Abbildung 4.27: Links ist die Kalibrierungskurve für die rechts gezeigte Kurzzeitmessung in einer Wasserumgebung zu sehen. An drei Stellen (Zonen I., II. und III. im rechten Diagramm) der Messung wurde der Druck über den elektronischen Sensor ermittelt und wie schon in den vorangegangenen Experimenten mit den Messpunkten korreliert. Anhand dieser drei Punkte wurde eine Kalibrierungskurve interpoliert, mit deren Hilfe die Messdaten des Sensors in Druckwerte übersetzt wurden. Der Druckverlauf, wie er vom Referenzsensor aufgezeichnet wurde, ist ebenfalls im rechten Diagramm gezeigt.

Man erkennt deutlich, dass die Kurve mit entsprechender Kalibrierung und kurzen Messzeiten, in denen die Drift nicht stark ins Gewicht fällt, gute Übereinstimmung mit den Messdaten des Referenzsensors bietet. Die Vermutung liegt also nah, dass wenn die Gasdiffusion ausgeschlossen werden kann, der Sensor gut geeignet ist, um die Druckänderungen im Inneren eines Auges abzubilden.

4.5.4 Messungen ohne geschlossenes Referenzvolumen

Zum Abschluss sollte gezeigt werden, dass die Verlässlichkeit und Wiederholbarkeit der Messwerte deutlich verbessert werden können, wenn die Probleme der Gasdiffusion durch die Membran und damit das Dekalibrieren des Referenzdrucks gelöst werden können. Um dies zu demonstrieren, wurde eine Sensormembran so in

die Druckkammer eingespannt, dass sie die Druckkammer gegenüber der Umgebung abdichtet. Bei diesem Aufbau besitzt der Sensor also kein abgeschlossenes Referenzdruckvolumen, sondern nutzt direkt den Druck der Laborumgebung außerhalb der Druckkammer als Referenzdruck. Abbildung 4.28 zeigt schematisch den veränderten Aufbau des Sensors und auch die Änderung im Messaufbau im Vergleich zum Aufbau, wie er in Abbildung 4.23 dargestellt wurde. Die Diffusion von Gas aus der Druckkammer durch die Sensormembran hindurch wird zwar durch diese Maßnahme nicht unterbunden, jedoch ändert sich hierdurch die Druckdifferenz der beiden Seiten der Membran nicht, weshalb die Wölbung nicht mehr beeinflusst wird. Somit hat die Diffusion keine Auswirkung auf die Messung mehr. Auf diese Weise wird ein vergleichbarer Effekt zu einer Abdichtung der Membran durch etwaige Materialänderungen oder Oberflächenmodifikationen erzeugt.

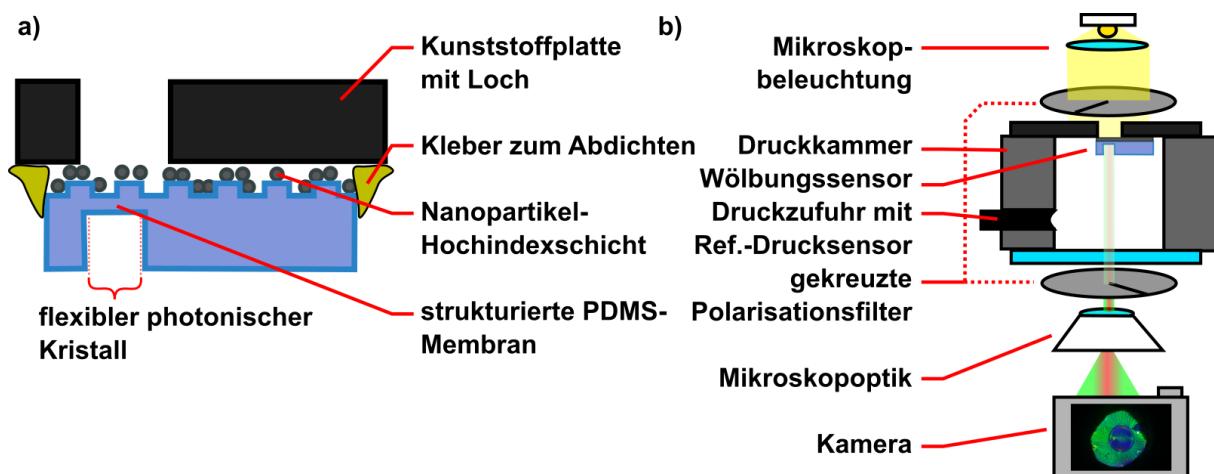


Abbildung 4.28: Auf der linken Seite a) ist ein schematischer Schnitt durch einen Wölbungssensor zu sehen, wie er für dieses Experiment modifiziert wurde. Der Unterschied zum am Anfang von Kapitel 4.5 beschriebenen und in Abbildung 4.23 gezeigten Aufbau liegt im Fehlen des unteren PDMS-Korpus. Der obere Teil, der die Membran und den photonischen Kristall beinhaltet, wird direkt auf eine Kunststoffplatte fixiert, sodass die Membran das Loch, das in die Platte eingebracht wurde, abdichtet. Auf der rechten Seite b) ist ein schematischer Schnitt durch den Messaufbau gezeigt. Statt der oberen Glasplatte, welche die Druckkammer abdichtet, wird die Kunststoffplatte mit Loch, das durch die Sensormembran abgedichtet wird, hier eingesetzt. So besitzt der Sensor kein eigenes Referenzdruckvolumen mehr, sondern nutzt den Umgebungsluftdruck im Labor außerhalb der Druckkammer als Referenzdruck.

Auch für die Messungen dieses Abschnitts stand ein nach Kapitel 4.4 hergestellter Sensor mit einer 400 nm periodischen Oberflächenstruktur und einer Hochindexschicht aus TiO₂-Nanopartikeln, die aus einer 5 wt% Nanopartikellösung hergestellt wurde, zur Verfügung. Es ergab sich eine grünliche Grundresonanz, welche

sich bei Winkeländerung in Blau und Rot aufteilte, wodurch die grüne Farbintensität schwächer wurde.

Es wurden zwei Experimente durchgeführt, zum einen eine Messung mit diesem Setup, bei der zunächst zur Kalibrierung eine Treppenform mit 10-minütigen Stufen auf den 3 Niveaus 0, 1000 und 3000 Pa angefahren wird. Dann wurde ein Niveau von 5000 Pa eingestellt und für knapp 200 Minuten stabil gehalten.

Die in Abbildung 4.29 gezeigten Fotos der Sensormembran bei entsprechender Filterung, um die Resonanzfarbe sichtbar zu machen, zeigen das typische und zu erwartende Verhalten, wie es in Kapitel 4.3.4 vorhergesagt wurde. Ausgehend von einem starken Grün ändert sich aufgrund der Resonanzverschiebung, die durch die Wölbung der Membran und damit die Änderung der Oberflächenwinkel verursacht wird, die Farbe hin zu einem dunklen Violett. wegen des linearen photonischen Kristalls ergibt sich das typische spiegelsymmetrische Muster zur horizontalen Mittelachse der Membran.

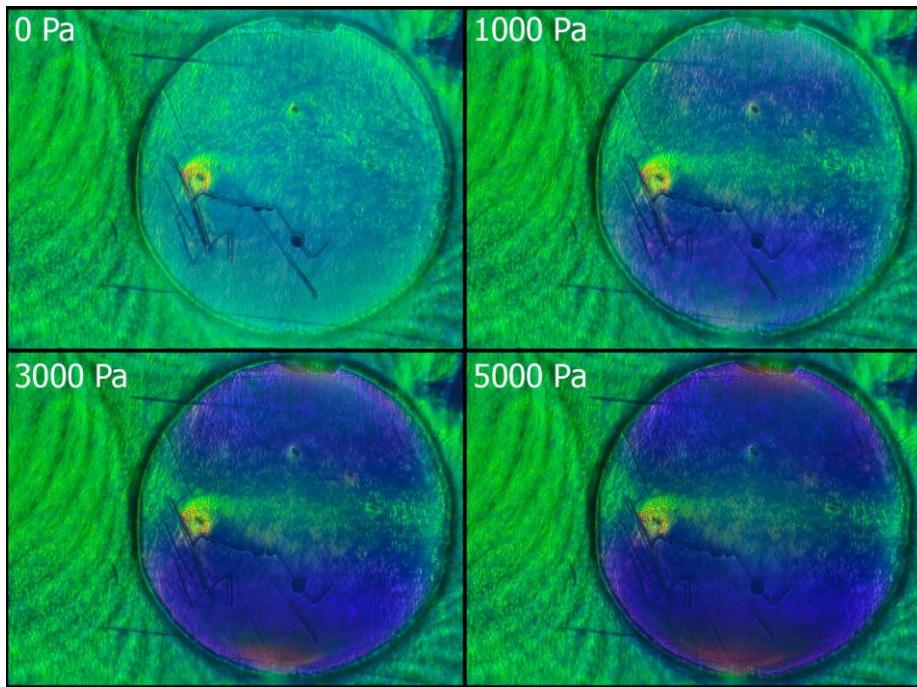


Abbildung 4.29: Vier Beispieldaten der Sensormembran bei unterschiedlichen Druckniveaus bei einer gekreuzten Polfilteranordnung, um die Farbe der Resonanz sichtbar zu machen. Man erkennt, dass sich durch die druckbegründete Wölbung infolge der Oberflächenwinkeländerung der Farbeindruck bei dieser Filteränderung vom ursprünglichen Grün hin zu einem Violett ändert. Dies entspricht der Vorhersage aus Kapitel 4.3.4.

Die Kalibrierungskurve für die Übersetzung der Helligkeitswerte des grünen Farbkanals wurde wieder anhand der in Abbildung 4.30 (rechts) markierten Bereiche I. – IV. durchgeführt, wie schon für frühere Messungen angewandt.

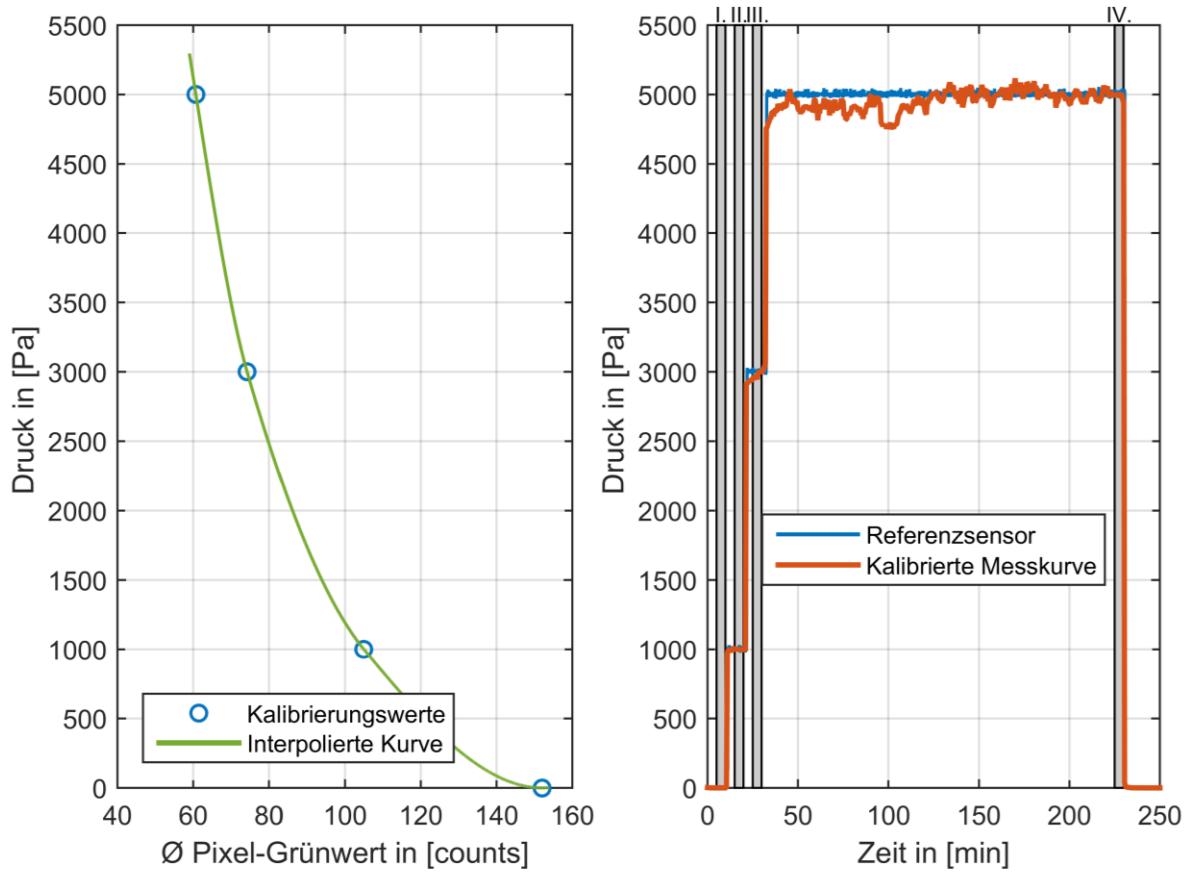


Abbildung 4.30: Die Kalibrierungskurve zur Langzeitmessung ohne abgeschlossenes Referenzvolumen ist links zu sehen. Auf der rechten Seite ist die Langzeitmessung auf einem Niveau von 5000 Pa gezeigt. Die Bereiche I. – IV. wurden zur Kalibrierung der Übersetzungskurve von Farbwert zu Druck genutzt.

Abbildung 4.30 (links) zeigt die Kalibrierungskurve für die Langzeitmessung ohne abgeschlossenes Referenzvolumen. Zu erkennen ist, dass diese Membran eine hohe Empfindlichkeit, also eine starke Farbänderung bei Druckänderungen im Bereich geringer Drücke aufweist, wohingegen die Empfindlichkeit zu höherem angelegtem Druck deutlich geringer wird. Die Zunahme der Wölbung und damit die Winkeländerung des photonischen Kristalls auf der Oberfläche lassen mit zunehmendem Druck immer mehr nach. Somit ist auch die Farbänderung, die durch die Resonanzverschiebung zustande kommt, deutlich geringer. Diese Sensormembran liefert also für Messungen bei geringeren Druckverhältnissen deutlich tolerante Messwerte gegenüber Ausreißern als bei hohen Druckverhältnissen. Abbildung 4.30 (rechts) zeigt die Langzeitmessung. Man erkennt, dass eine Übersetzung der Farbwerte in Druckwerte stabil möglich ist und sich das Langzeitverhalten durch den Ausschluss der Diffusionseffekte deutlich verbessert.

Jedoch sieht man auch, dass der Messwert erst nach ca. 100 min ein absolut stabiles Niveau erreicht hat, was auf eine eher träge Verformung des für diese Membran verwendeten Polymers schließen lässt. Die Abweichung in der Zeit davor ist allerdings nicht sonderlich hoch. Nur in den ersten Minuten ist eine wesentliche Anpassung zu beobachten. Aus diesem Grund wurde für die Kalibrierungskurven immer nur die zweite Hälfte einer Druckstufe verwendet, um den Fehler auch für kurze Druckstufen möglichst klein zu halten.

Das deutlich stärkere Rauschen auf der hohen 5000 Pa Stufe kann auf kleine Schwankungen im Messaufbau und die geringe Empfindlichkeit der Sensormembran auf diesem Druckniveau zurückgeführt werden. Eine Schwankung, die eine kleine Änderung im Farbwert verursacht, kann schon größere Auswirkungen auf den errechneten Druckwert haben. Wir können aus den gegebenen Daten dieser Messung ein Limit of Detection (LOD) für jeweils den Übergang von einer Stufe zur nächsten berechnen. Hierfür definieren wir $LOD = \frac{3\sigma \Delta P}{\Delta I}$ mit σ als durchschnittliche Standardabweichung auf den zwei beteiligten Stufen (innerhalb des Bereichs, der auch für die Kalibrierungskurve genutzt wurde), ΔP als Druckdifferenz in Pa für die zwei Stufen und ΔI als durchschnittlicher Intensitätsunterschied des Pixel-Grünwertes der jeweiligen Stufen (ebenfalls innerhalb der Bereiche für die Kalibrierungskurve). Als Entscheidungsschwelle wurde hier die dreifache Standardabweichung gewählt. So ergeben sich für die Stufen 0 bis 1000 Pa, 1000 bis 3000 Pa und 3000 bis 5000 Pa die LOD-Werte 9,55 Pa, 45,65 Pa und 90,15 Pa. Man sieht sehr deutlich, dass die Empfindlichkeit des Sensors für höhere Druckwerte deutlich nachlässt. Sie liegt allerdings immer noch in einer Größenordnung, die für medizinische Augeninnendruckmessungen akzeptabel ist ($LOD < 1 \text{ mmHg} = 133,32 \text{ Pa}$).

Das zweite Experiment, das mit dem für dieses Kapitel beschriebenen Setup durchgeführt wurde, war eine periodische Wiederholung zeitlich relativ kurzer Druckniveaus. Dies geschah in einem neuen Messdurchlauf, weswegen wiederum eine neue Kalibrierungskurve erstellt wurde. Diese unterscheidet sich zwar von derjenigen der Langzeitmessung, jedoch sind die Abweichungen nicht sehr groß. Sie würden eher bei hohen Druckniveaus, die empfindlich auf kleinere Abweichungen im Farbwert reagieren, relevant werden (Abbildung 4.31 links).

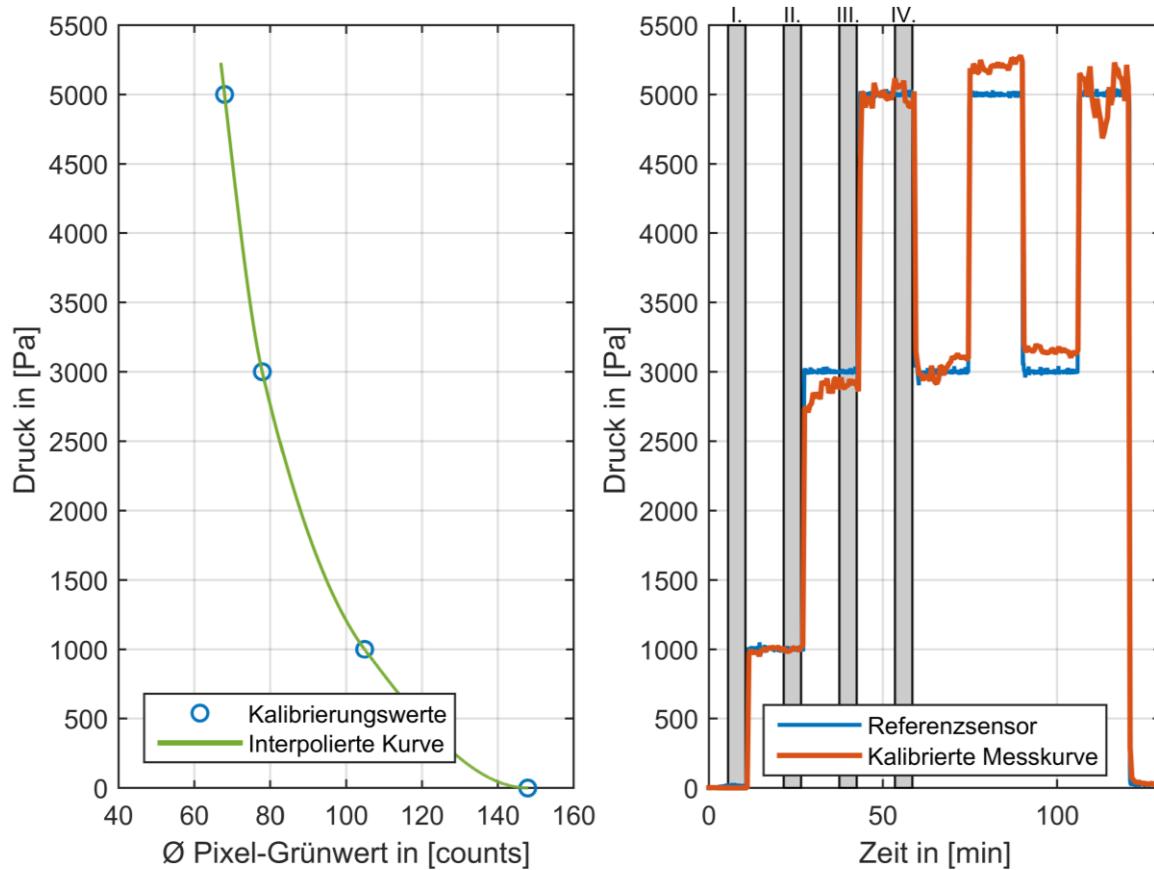


Abbildung 4.31: Links ist die Kalibrierungskurve für die Messung der periodisch Druckwechsel zu sehen, rechts die kalibrierte Messung der periodisch Druckwechsel im Vergleich zur Aufzeichnung des Referenzdrucksensors. Auch die Zonen, aus denen die Werte für die Ermittlung der Kalibrierungskurve entnommen wurden, sind markiert (I., II., III. und IV.).

Für die Erstellung der Kalibrierungskurve wurde zunächst wieder eine Treppenform mit Stufen auf den vier Niveaus 0, 1000, 3000 und 5000 Pa eingestellt. Die Länge der Stufen erfuhr eine Erhöhung auf 15 min, um der Membran mehr Zeit zu geben, einen stabilen Zustand zu erreichen und den durch eine nicht vollständige Verformung verursachten Fehler zu minimieren. Aus diesem Grund wurden ebenfalls wieder nur je die letzten 5 min jeder Stufe für die Auswertung der Kalibrierungspunkte verwendet. Abbildung 4.31 (rechts) zeigt die Messung im Verhältnis zur aufgenommenen Kurve des elektronischen Referenzsensors im System. Die Bereiche, aus denen die Werte für die Kalibrierungskurve genommen wurden, sind mit römisch I. bis IV. markiert. Anschließend wurden die Niveaus 3000 und 5000 Pa im Wechsel wiederholt und dabei gezeigt, dass eine Reproduzierbarkeit der Messergebnisse mit einem gewissen Rauschen möglich ist und die Drift vollständig verschwindet. Somit sieht man, dass die Gasdiffusion tatsächlich das Hauptproblem der aktuellen Entwicklungsstufe des

Sensors, basierend auf PDMS-Membranen, darstellt. Die Unterschiede der Stufen zueinander lassen sich zurückführen auf die bei einer Stufendauer von 15 min nicht vollständig verformte Membran und Temperaturschwankungen, die sowohl den Systemdruck als auch die Kameraaufnahmen beeinflussen können. Der starke Einbruch auf der letzten 5000 Pa Stufe wurde vermutlich durch äußere Störfaktoren im Labor in Kombination mit der hohen Empfindlichkeit der Übersetzung von Farbwerten in Druckwerte im hohen Druckbereich verursacht.

Um zu überprüfen, inwieweit man diese Empfindlichkeit und das allgemeine Rauschen durch eine bessere Farbwertauflösung mindern kann, wurden von dieser Messung nicht nur hochauflöste Bilder im JPEG-Format mit einer 8-bit-Farbtiefe aufgenommen, sondern auch RAW-Bilder mit einer Bittiefe von 14 bit. Somit sind für den Intensitätsbereich von absolut schwarz bis überbelichtet hell statt 256 Intensitätsstufen in diesen 16384 Stufen vorhanden. Der Vergleich der beiden Auswertungen zeigt, dass dies einen positiven Effekt auf das Rauschen der Messwerte hat. Abbildung 4.32 verdeutlicht, dass die Abweichungen bei geringen Druckwerten vernachlässigbar klein sind, jedoch bei höheren Druckwerten eine deutliche Verbesserung des Rauschens auf den einzelnen Druckstufen erzielt werden kann.

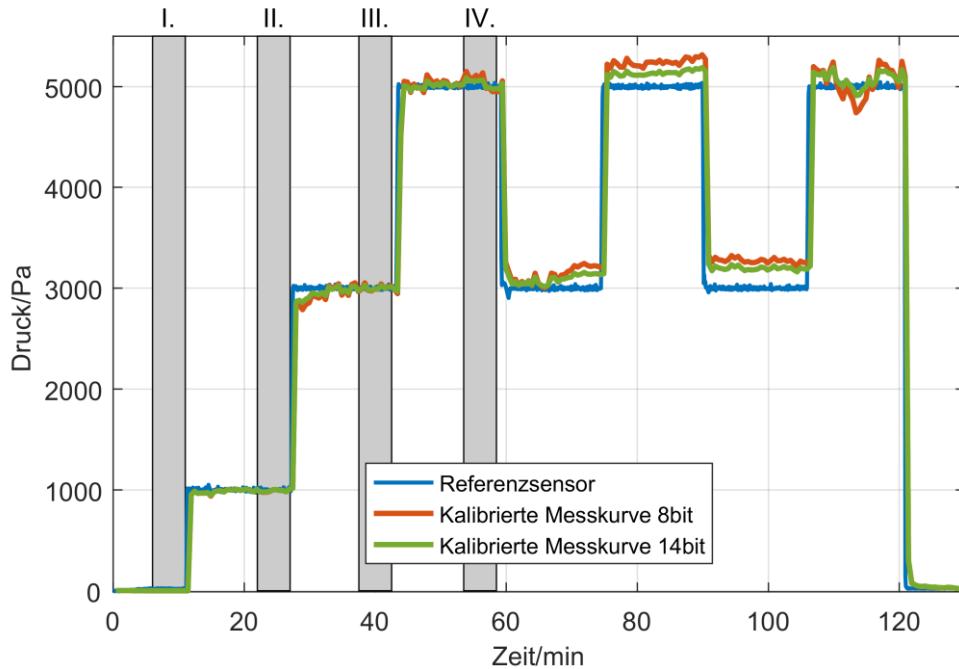


Abbildung 4.32: Die Kurzzeitmessung wurde mit Rohdatenbildern mit höherer Bittiefe erneut ausgewertet und mit der ersten Auswertung verglichen. In den niedrigen Druckbereichen sind kaum Abweichungen zu erkennen, in den höheren Druckbereichen jedoch schon. Hier zeigt die Kalibrierungskurve eine hohe Empfindlichkeit gegenüber Farbwertabweichungen. Durch die höhere Bittiefe der Rohdatenbilder sind die Schwankungen auf diesen Stufen nun deutlich geringer, da die Quantifizierung der Messdaten nun feiner ist.

Die Quantifizierung der Druckstufen bei der Übersetzung von den Farbwerten ist aufgrund der größeren Bittiefe der Rohdaten und der verlustlosen Datenaufnahme im Vergleich zur JPEG-Komprimierung deutlich feiner. Vergleicht man die Standardabweichung für alle Werte, die auf einer 5000 Pa Stufe liegen, der beiden Kurven miteinander, so verbessert sich diese von 111,2 auf 69,3 Pa.

4.6 Fazit

In diesem Kapitel wurde der Prototyp eines Drucksensors vorgestellt, der ohne elektronische Bauteile einen Gas- oder Flüssigkeitsdruck in ein optisches Signal umwandelt. Dieses Signal konnte mit einer entsprechenden Filterung aufgenommen und erfolgreich in Druckwerte umgerechnet werden. Der Drucksensor würde sich wegen dieser Spezifikationen für einen späteren Einsatz als implantierbarer Augeninnendrucksensor anbieten. Hierfür könnte man den Sensor auf bzw. an einer Implantatlinse prozessieren. Hierbei ist zu beachten, dass die Sensorfläche zwar von außen sichtbar sein muss, aber die Sehfähigkeit des Patienten möglichst wenig beeinträchtigen soll. Hierzu ist eine Platzierung leicht außerhalb der Sichtachse, ca. 2

bis 3 mm vom Zentrum der Linse entfernt anzustreben. An dieser Position wäre sie von außen immer noch mit wenig Aufwand zu vermessen, hat aber einen geringen Einfluss auf die Sehfähigkeit, zumal der Sensor mit seinem photonischen Kristall bei normaler Umgebungsbeleuchtung nahezu transparent ist. Untersuchungen, wie die Abbildung der Umgebung im Auge durch den Sensor beeinflusst wird, müssen für die weitere Entwicklung noch durchgeführt werden, um negative Effekte wie Streuung oder Lichtbrechung durch die Brechungsindexübergänge im Inneren des Sensors zu minimieren.

Es wurde zunächst das Messprinzip erklärt, das auf der Verformung einer dünnen PDMS-Membran durch den zu messenden Druck basiert. Der auf der Oberfläche dieser Membran prozessierte flexible photonische Kristall wandelt diese Verformung für den Betrachter in eine örtlich differenzierbare Resonanzverschiebung um. Diese wiederum kann dann mit einem entsprechenden optischen Aufbau als lokale Farbveränderung detektiert werden. Die Farbwerte korrelieren direkt mit dem angelegten Druck und können somit in Druckwerte nach entsprechender Kalibration umgerechnet werden.

Die Sensorfläche konnte mit dem hier beschriebenen Herstellungsprozess auf eine runde Membran mit ca. 1 mm Durchmesser reduziert werden. Das nötige Druckausgleichsvolumen mit in diesem Kapitel erklärter und nachgewiesener Sinnhaftigkeit wurde bei diesem Design ringförmig um einen 6 mm Innenbereich herum angeordnet. Dieser freie Innenbereich würde bei einer Herstellung zusammen mit einer Implantatslinse der Linse selbst zur Verfügung stehen.

Die Darstellung der Notwendigkeit des Druckausgleichsvolumens fand im Rahmen dieses Kapitels in einem Simulationsabschnitt statt. Des Weiteren wurde ein Modell erstellt, welches das Wölbungsverhalten einer wie in diesem Sensor verwendeten PDMS-Membran vorhersagt. Aus diesen Vorhersagen konnten außerdem Berechnungen erstellt werden, welche die zu erwartenden Farbmuster auf der Oberfläche der Membran, die durch den flexiblen photonischen Kristall hervorgerufen werden, zeigen.

Die darauffolgenden Experimente mit dem hier vorgestellten Sensormodel weisen vergleichbare Farbmuster auf und bestätigten so die theoretischen Berechnungen. Zunächst wurden Messungen mit einer Druckabfolge aufgenommen und die Membran dabei unter einer entsprechenden Filterung in einem Transmissionsaufbau fotografiert. Für die Auswertung wurde der durchschnittliche grüne Farbwert der Membran ermittelt

und mittels einer aus wenigen Stufen der Messung erstellte Kalibrierungskurve in Druckwerte umgerechnet.

Hierbei stellte sich heraus, dass bei den Messungen immer eine mehr oder weniger starke Drift auftrat. Die Ursache für diese Drift wurde auf die Gasdurchlässigkeit von PDMS und die geringe Schichtdicke der Membran zurückgeführt. Um diesen Effekt zu mindern und eine realistischere Umgebung des späteren Einsatzgebiets im Inneren des menschlichen Auges im Experiment zu realisieren, wurden daraufhin Messungen in einer Wasserumgebung durchgeführt.

Ein Vergleich mit den Messungen in Luft zeigte, dass die Drift allein durch die Änderung des umgebenden Mediums schon stark gesenkt werden konnte.

Das Problem der Drift zu lösen, sollte das vorrangigste Ziel der Weiterentwicklung dieses Sensors sein. Dies kann künftig durch Materialmodifikationen, Materialänderungen oder Designänderungen erreicht werden.

Mögliche Ansätze hierzu wären zum Beispiel eine Beschichtung der Membranoberfläche mit Parylen-C, die in sehr dünnen Schichten zur Gasabdichtung von Platinen verwendet wird. Eine andere Möglichkeit könnte eine Proteinmembran oder Zellschicht aus körpereigenen Zellen sein. Eine solche Beschichtung könnte neben der gewünschten Dichtigkeit auch den positiven Nebeneffekt einer geringen Körperabstoßungsreaktion mit sich bringen. Eine komplexere Designänderung könnte ein mit Öl gefüllter Bereich im Inneren des Verbindungskanals zwischen Membranbereich und Druckausgleichsvolumen darstellen. Das Öl würde für eine Abdichtung sorgen. Da es nur im Kanal eingebracht wird, verhindert es nicht die Verformung der Membran, da diese das Öl nur etwas weiter in Richtung des Druckausgleichsvolumens schieben sollte. Durch die Kapillarkräfte im Kanal sollte das Öl im Kanal gefangen bleiben und nicht in das angrenzende Volumen austreten.

5 Gegenpressdrucksensor

Im folgenden Kapitel wird die zweite Variante eines Prototyps eines implantierbaren Augeninnendrucksensors, der im Rahmen dieser Arbeit entwickelt und untersucht wurde, vorgestellt. Der Sensor ähnelt in Teilen dem Sensorprinzip, das in Kapitel 4 vorgestellt wurde. Der Unterschied liegt hierbei in der Übersetzung der Verformung der Membran in ein optisch wahrnehmbares Signal. Die Membran wird in diesem Sensor gegen eine plane Fläche gedrückt, wodurch eine Berührungsfläche entsteht, deren Größe druckabhängig ist und vermessen werden kann, um Aufschluss über den angelegten Druck zu erhalten.

5.1 Messprinzip

Das Messprinzip des Gegenpressdrucksensors basiert, wie schon das des Wölbungssensors aus Kapitel 4, auf der Verformung einer dünnen Membran, die sich zwischen zwei unterschiedlichen Druckniveaus befindet. Die druckabhängige Verformung wird hierbei, im Gegensatz zum Wölbungssensor, sichtbar gemacht, indem die Membran gegen eine Fläche gepresst wird, die sich in geringem Abstand zur Neutralposition der Membran befindet. Durch diesen Aufbau ist die Größe der Berührungsfläche ebenfalls druckabhängig und kann somit als Messwert zum Feststellen der Druckdifferenz genutzt werden [32].

Um die Berührungsfläche der transparenten Membran auf der gegenüberliegenden, unter Normalbeleuchtung transparenten Fläche sichtbar zu machen, wird ein linearer planarer photonischer Kristall genutzt (PPK). Dieser bildet die Oberfläche der Fläche, gegen die die Membran gepresst wird. Er wird über ein lithographisches Stempelverfahren erzeugt. Eine lineare Nanostruktur wird in eine Amonilschicht geprägt und dieser Abdruck danach über ein Aufdampfverfahren mit einer Hochindexschicht versehen. Diese nun periodisch strukturierte Hochindexschicht bildet den photonischen Kristall. Eine der in Kapitel 2.1 beschriebenen Eigenschaften eines photonischen Kristalls ist die Verschiebung der Resonanzwellenlänge bei Änderung des Brechungsindex an der Oberfläche des Kristalls. Luft hat einen Brechungsindex von 1. Die aus PDMS gefertigte Membran hat einen Brechungsindex

von ca. 1,42. Somit ergibt sich eine Änderung des Brechungsindex an der Oberfläche des Kristalls bei Berührung von etwa 0,42 Brechungsindexeinheiten. Dies sorgt für eine starke Resonanzverschiebung im Bereich der Berührungsfläche. Diese Resonanzverschiebung kann wiederum als Farbverschiebung sichtbar gemacht werden. Hierzu wird der Kristall beleuchtet und das nicht vom Kristall beeinflusste Licht wird herausgefiltert. Dadurch ergibt sich ein starker Farbunterschied zwischen den zwei Bereichen. Kapitel 2.1.2 beschreibt hierfür die nötigen Methoden [31].

Abbildung 5.1: a) zeigt den schematischen Aufbau eines solchen Sensors. Sie zeigt ebenfalls das Druckausgleichsvolumen, welches in den Sensor eingearbeitet sein muss, um bei Verformung der Membran den relativen Druckanstieg durch die Volumenreduktion möglichst gering zu halten, da diese der Verformung und damit der Sensibilität entgegenwirkt. Es handelt sich um den gleichen Effekt, wie er in Kapitel 4.3 gezeigt und für eine verformte Membran ohne gegenüberliegende Fläche berechnet wurde.

In den Versuchen dieses Kapitels wurden, wie schon für den Wölbungssensor in Kapitel 4, Transmissionsmessungen durchgeführt, da sie eine Nutzung des Mikroskopaufbaus nebst integrierter Kamera und Filteranordnung ermöglichen. So konnten optimale und gleichbleibende Messbedingungen zur Verfügung gestellt werden. Eine schematische Übersicht über diesen Messaufbau ist in Abbildung 5.1: b) zu sehen.

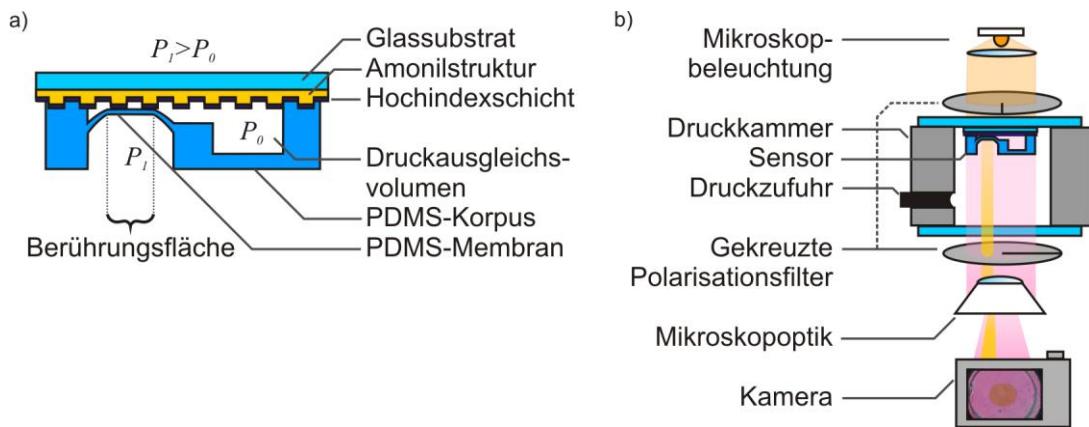


Abbildung 5.1: a) Schematischer Aufbau eines Gegenpresssensors. Steigt der Außendruck P_1 an, so wölbt sich die PDMS-Membran nach innen und berührt den PPK. Die Größe der Berührungsfläche ist hierbei druckabhängig. b) Schematischer Aufbau einer Transmissionsmessung an einem Gegenpresssensor innerhalb der Druckkammer für die Aufnahme der druckabhängigen Berührungsflächen mit einer Kamera.

5.2 Design

Die grundlegenden Rahmenbedingungen, die für den Wölbungssensor in Kapitel 4.2 angestellt wurden, gelten ebenfalls für die in diesem Kapitel beschriebene Variante eines Drucksensors. Abbildung 5.2 zeigt schematische Darstellungen des Sensorkorpus mit Markierungen für die relevanten Einzelkomponenten, deren Begründung im Folgenden aufgeführt wird.

Wie beim Wölbungssensor soll die Sehfähigkeit möglichst wenig bis gar nicht beeinträchtigt werden; aus diesem Grund wurde auch hier eine sehr kleine 1 mm Membran als Sensorfläche eingeplant. Diese liefert später die relevanten Messinformationen. Auch hier wurde die Membran zwecks besserer Handhabung und Montage im Labor in einem größeren Gesamtkörper geplant (Außendurchmesser ca. 12 mm). Aus Fertigungsgründen fiel die Wahl hier auf ein Design (Abbildung 5.2), das keine freiliegende Fläche für eine Intraokularlinse bietet. Prinzipiell ist aber auch ein Design ähnlich dem Sensor aus Kapitel 4 mit freiem Zentrum für die weitere Entwicklung umsetzbar. Es sollte bei diesen Untersuchungen primär die grundsätzliche Funktion gezeigt und untersucht werden.

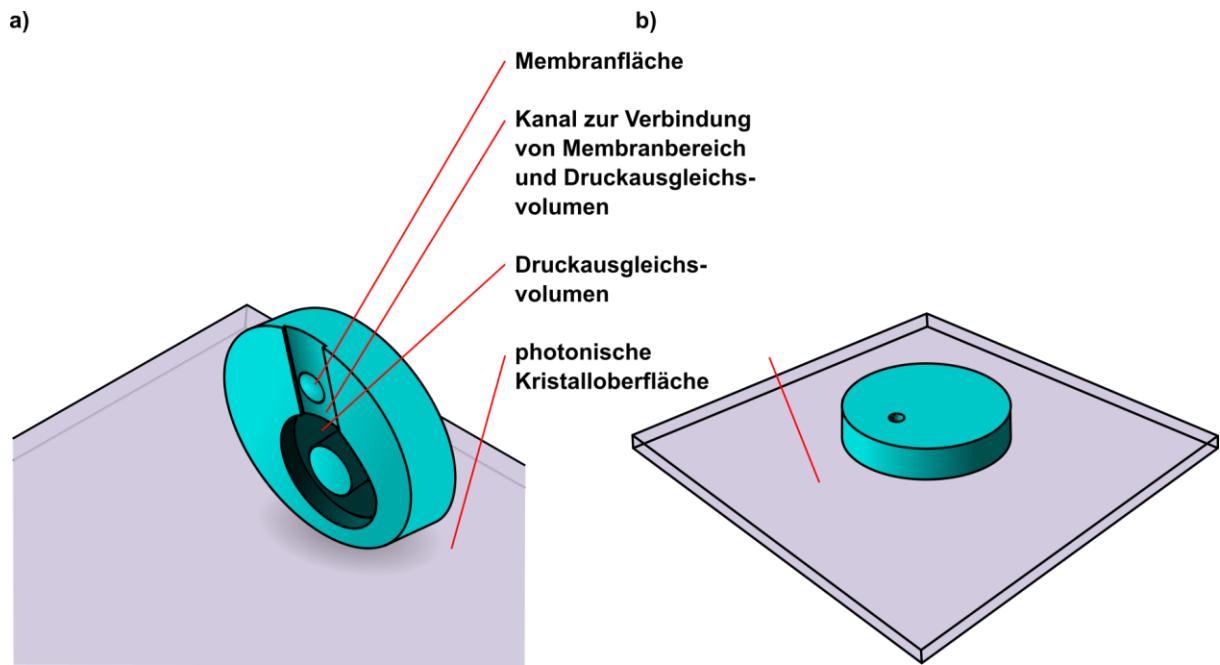


Abbildung 5.2: Zu sehen ist eine schematische 3D-Darstellung des Gegenpressensordesigns. a) zeigt das PDMS-Gussteil vor dem Verkleben. Die Unterseite ist sichtbar und man kann die Membran, das Druckausgleichsvolumen und den Verbindungskanal erkennen. Letzterer sorgt zum einen für den Abstand der Membran zum photonischen Kristall, damit die Membran den Kristall erst ab einem gewissen Druckunterschied berührt, zum anderen verbindet der Kanal das Volumen unter der Membran mit dem Druckausgleichsvolumen. b) zeigt den Sensor im verbauten Zustand. Das PDMS-Gussteil mit der Membran und den integrierten Hohlräumen ist auf die photonische Kristalloberfläche geklebt. Die Öffnungen des Verbindungskanals müssen hierbei mit Kleber verschlossen werden, um den Sensor zu versiegeln.

Die Membran selbst muss, um eine Verformung zwischen zwei Druckniveaus zu ermöglichen, einen Hohlraum im Korpus des Sensors gegenüber der Umgebung abschließen. Dieser Hohlraum enthält den Referenzdruck, mit dem in diesem nach dem Differenzmessprinzip aufgebauten Sensor die Messgröße verglichen wird. Das Minimalvolumen, das bei diesem Sensor für die Verformung noch kleiner sein muss als beim Wölbungssensor, da die Membran bei der Verformung den gegenüberliegenden photonischen Kristall berühren muss, reicht für die Funktion des Sensors nicht aus. Um den Druckanstieg, welcher durch die Volumenverringerung des Innenraums bei der Verformung der Membran entsteht, so weit zu dämpfen, dass eine ausreichend starke Verformung überhaupt möglich ist, muss ein größeres Volumen im Design eingeplant werden. Im Gegensatz zum Wölbungssensor aus Kapitel 4.2 wurde das Druckausgleichsvolumen hier im gleichen Gussteil wie die Membran eingearbeitet und über einen Kanal mit minimaler Höhe mit dem Membranbereich verbunden. Wie

dies genau geschieht, wird im Kapitel 5.3 beschrieben. Der Grund, warum das Druckausgleichsvolumen nicht im unteren Teil des Sensors eingebracht ist, wie im Wölbungssensor, ist der Tatsache geschuldet, dass für die Fläche, gegen die die Membran gedrückt werden soll, eine starre und stabile photonische Kristallfläche vorgesehen ist. Diese wird für die Laborexemplare auf einem Standard-Glassubstrat (2,5 cm Kantenlänge) mittels eines Lithographieverfahrens hergestellt. Dies ist ein übliches Verfahren, wie es zum Beispiel auch in [55] beschrieben wird. Das Einbringen größerer Hohlräume in diese Fläche war fertigungsbedingt nur schwer umsetzbar, daher wurde ein Design entwickelt, welches der Demonstration des Sensors genügt. Das gewählte Design mit dem Druckausgleichsvolumen im oberen Gusselement bringt zudem den Vorteil, dass für den Zusammenbau der Laborexemplare das PDMS-Gussteil nur an einer relativ beliebigen Stelle auf den photonischen Kristall geklebt werden muss, um die Funktionalität des Sensors sicherzustellen. Die Geometrie des Gussteils, welche sich durch die Gussform ergibt, sorgt automatisch für den nötigen Abstand der Membranfläche zum photonischen Kristall.

Eine detailliertere Abschätzung der Effekte hierzu findet im folgenden Unterkapitel statt. Mit diesen Designentscheidungen war es möglich, den gesamten Korpus des Sensors aus nur zwei sehr einfach handhabbaren Teilen zu fertigen: einem PDMS-Gussteil, das die nötigen Hohlräume und die Sensormembran beinhaltet, und einem lithographisch hergestellten photonischen Kristall, welcher sowohl den Träger als auch die zweite Hälfte der Sensormechanik als Gegenpressfläche darstellt.

5.2.1 Druckanalyse mit dem Boyle-Mariott'schen Gesetz

Zunächst wird auch für diesen Sensor eine Abschätzung erstellt, inwieweit das integrierte Druckausgleichsvolumen die negativen Effekte auf die Membranverformung durch den Druckanstieg im Inneren des Sensors durch die Volumenänderung unterbinden kann.

Das Gesamtvolume der Hohlräume kann ebenfalls aus dem tiefenaufgelösten Scan des PDMS-Teils, der im Rahmen der Herstellung mit Hilfe des Konfokalmikroskops erstellt wurde (Abbildung 5.5), ermittelt werden, wie in Abbildung 5.3 zu sehen ist.

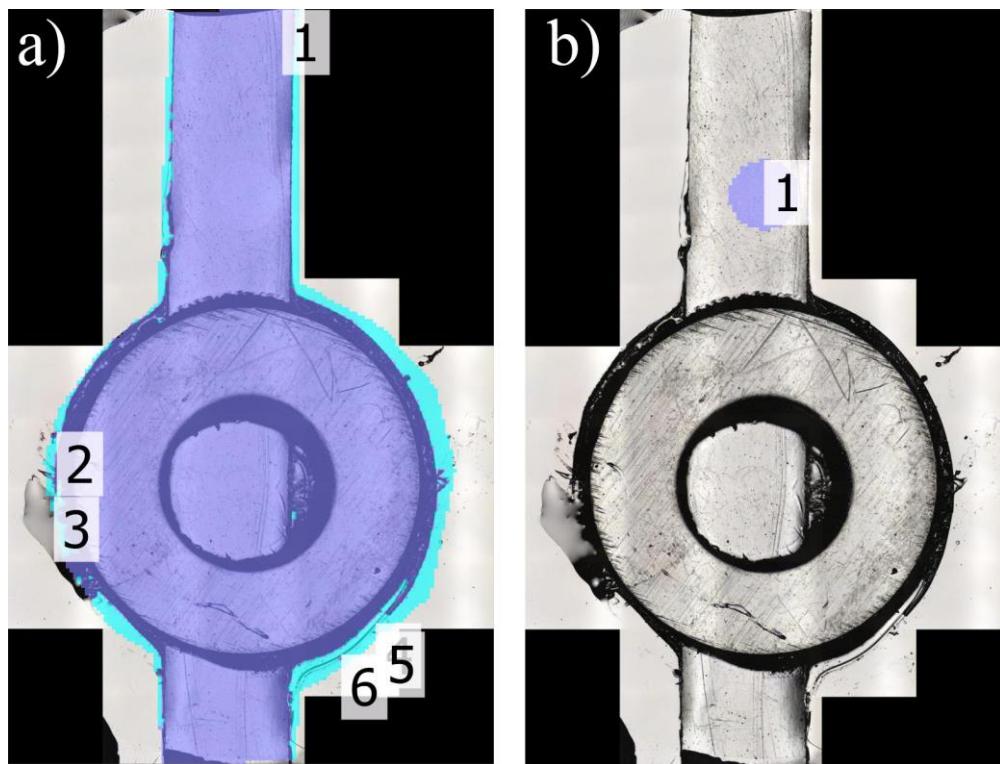


Abbildung 5.3: Zwei Volumenmessungen wurden für die in Abbildung 5.5 gezeigte Probe vorgenommen. In a) 1 wurde das gesamte Volumen des Hohlraums im späteren Sensor nach der Versiegelung vermessen und ergab eine Größe von $5,892 \text{ mm}^3$. In b) 1 wurde nur das Volumen des Hohlraums, der sich im Bereich unter der Membran ergibt, vermessen; dieser beträgt $0,028 \text{ mm}^3$.

Das Volumen, das sich über dem violettblau markierten Bereich in Abbildung 5.3: a) ergibt, hat eine Größe von $5,892 \text{ mm}^3$ und setzt sich aus dem Volumen unter der Membran, dem Druckausgleichsvolumen und dem Verbindungskanal zusammen. Das Volumen direkt unter der Membran ergibt $0,028 \text{ mm}^3$ und ist in Abbildung 5.3: b) markiert.

Mithilfe des umgestellten Boyle-Mariott'schen Gasgesetzes, das in 4.2.1 vorgestellt wurde, wiederholen wir die dort durchgeführte Abschätzung mit Hilfe der am realen Sensor ermittelten Größen. Man verwendet die Formel (4.2) und nimmt für diese Abschätzung an, dass durch die Verformung der Membran durch eine äußere Druckänderung im Extremfall das gesamte Volumen unter der Membranfläche verloren geht. In diesem Fall würde sich $V_1 = 5,892 \text{ mm}^3$ und $V_2 = 5,864 \text{ mm}^3$ ergeben. Nehmen wir weiterhin an, dass der Innendruck zu Beginn der Standardumgebungsdruck von $P_1 = 101325 \text{ Pa}$ ist. Somit ergibt sich ein Druckwert für P_2 von $101808,8 \text{ Pa}$, was einer Änderung von ca. $483,8 \text{ Pa}$ entspricht. Diese Druckänderung würde einer Änderung des Außendrucks direkt entgegenwirken, da sich so die Druckdifferenz von Außen- zu Innendruck verringert, was direkt die

Wölbung der Membran und damit das Messsignal beeinflusst. Jedoch ist die Änderung selbst für diesen angenommenen Extremfall so gering im Verhältnis zu einer dafür nötigen Druckdifferenz, dass diese vernachlässigt werden kann. Hieraus ergibt sich, dass ausschließlich die Rückstellkraft der aus PDMS gefertigten Membran für die Beeinflussung der Verformung abgesehen von der zu messenden Druckdifferenz betrachtet werden muss. Des Weiteren ist ersichtlich, dass das für diesen Sensor konstruierte Druckausgleichsvolumen eine ausreichende Größe hat und seinen Zweck, die innere Druckerhöhung bei Verformung der Membran so weit zu minimieren, dass sie für die Anwendung vernachlässigt werden kann, erfüllt.

5.3 Herstellung

Der hier vorgestellte Prototyp des Wölbungssensors wurde aus zwei Teilen zusammengesetzt. Er besteht zum einen aus einem Gussteil aus PDMS, das die flexible Membran zur Druckerkennung und verschiedene Hohlräume enthält. Der zweite Teil ist ein auf einem Glasträger prozessierter planarer photonischer Kristall. Dieser Kristall bildet die Fläche, gegen die die Membran gepresst wird, um eine Berührungsfläche zu erzeugen, wie in Kapitel 5.1 beschrieben.

Zunächst wird eine 10:1 Mischung aus den beiden Komponenten von PDMS (Base: Curing, von DOW Corning) angerührt. Im Gegensatz zum Herstellungsprinzip aus Kapitel 4.4 wird hier kein PEO-PDMS verwendet, da die spätere Membran nicht mit einer Schicht aus Nanopartikeln versehen werden muss. Diese Mischung wird in einem Vakuum für ca. 30 min entgast, bis keine sichtbaren Blasen mehr vorhanden sind. Die Mischung wird anschließend in eine aus PMMA gefräste Gussform gefüllt. Eine mit einer Anithaftschicht versehene Glasplatte verschließt die Gussform. Durch das Aufpressen der Glasplatte entsteht durch die Form der Gussform an einer Stelle eine dünne Membran. Auf der Glasplatte sind Metallelemente und ein schmaler Streifen einer ca. 60 µm starken Folie befestigt, welche beim Auflegen auf die Gussform PDMS verdrängen und für spätere Hohlräume im PDMS-Element sorgen. In Abbildung 5.4 ist ein 3D-Modell der Gussform und der Glasplatte gezeigt. Im PDMS-Element werden durch diese Anordnung drei Schlüsselelemente erzeugt.

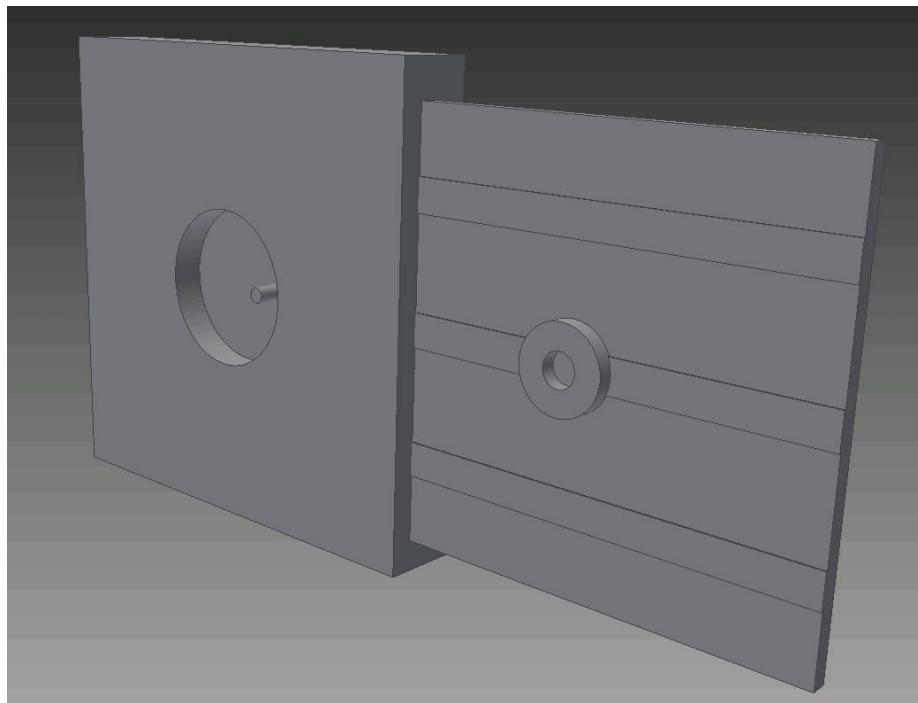


Abbildung 5.4: Platzhalter 3D-Modell der Gussform für einen Gegenpresssensor. Links ist die aus PMMA gefräste Gussform zu sehen, eine kreisförmige Vertiefung von 10 mm Durchmesser, in der eine 1 mm Säule stehen gelassen wurde. Presst man den Deckel (rechts) auf die Form, so entsteht durch das restliche PDMS zwischen Deckel und Säule eine dünne Membran. Auf dem Deckel sind verschiedene Strukturen zu sehen, die für die Hohlräume im Inneren des Sensors verantwortlich sind. Zum einen der schmale Folienstreifen, der den Abstand der Membran zum späteren Kristall bestimmt und eine Verbindung zum Druckausgleichsvolumen herstellt, das durch die ringförmige Erhebung auf dem Deckel freigehalten wird. Die äußeren Streifen sind für eine plane Auflage des Deckels auf die Gussform nötig.

Zum einen die schon erwähnte Membran, die sich bei Druckänderung verformt. Als Zweites ein größerer Hohlraum, der als Druckausgleichsvolumen dient. Der Zweck dieses Elements wurde bereits im Kapitel 4.3 beschrieben und untersucht. Um einen definierten Abstand zwischen der Membran in Neutralposition und dem photonischen Kristall zu erzeugen, sorgt die aufgebrachte Folie für einen flachen Hohlraum direkt unter der Membran. So berührt diese erst nachdem ein bestimmtes Druckniveau erreicht ist den Kristall, und die Berührungsfläche wächst bei Druckanstieg an. Damit das Druckausgleichsvolumen und der Hohlraum unter der Membran miteinander verbunden sind, geht der Folienstreifen bis zu den Metallelementen, die das Druckausgleichsvolumen erzeugen. Dieser Kanal unter der Membran bis hin zum Druckausgleichsvolumen bildet das dritte Schlüsselement. Abbildung 5.5 zeigt einen mit einem Konfokalmikroskop aufgenommenen Scan des Inneren eines mit diesem Verfahren erstellten PDMS-Elements.

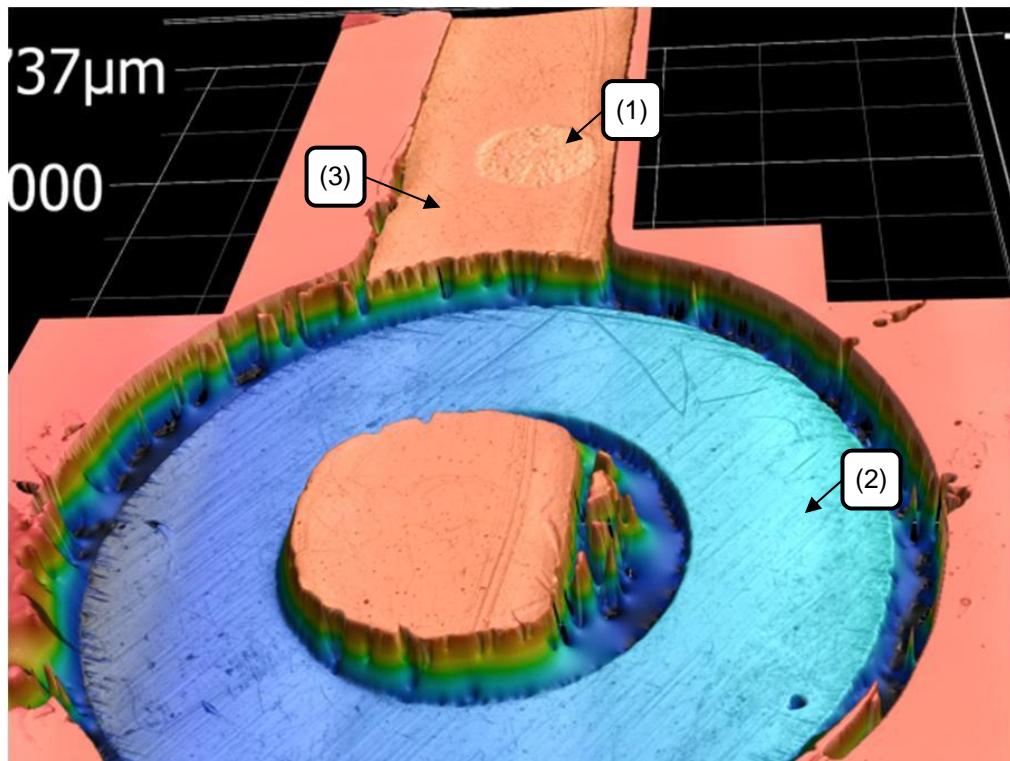


Abbildung 5.5: Zu sehen ist ein partieller 3D-Scan des PDMS-Teils eines Gegenpresssensors mittels eines konfokalen Laserscanning-Mikroskops. Man erkennt den Bereich der 1 mm im Durchmesser messenden Membran (1) und die im Verhältnis dazu sehr große Aussparung für das Druckausgleichsvolumen (2). Des Weiteren ist auch der Verbindungskanal (3) zwischen diesen beiden gut sichtbar.

Gut zu erkennen sind die drei Schlüsselemente. Im unteren Bereich das große Druckausgleichsvolumen, hier mit einer zentralen Stütze, um Verformungen durch einen zu großen frei hängenden Bereich zu vermeiden. Daran anschließend der flache Kanal, der durch den Folienstreifen erzeugt wurde und die Verbindung zur Membran und deren Abstand zum späteren photonischen Kristall herstellt. Der Bereich der Membran ist ebenfalls als kleiner Kreis im oberen Bereich innerhalb des Kanals zu erkennen.

Auf dieses Gussteil wird ein photonischer Kristall geklebt und versiegelt. Dieser Kristall wird mittels eines lithographischen Verfahrens hergestellt. Die ursprüngliche Nanostruktur wird in PDMS abgeformt. Hierzu wird eine entgaste 8:1-Mischung PDMS hergestellt, auf die Nanostruktur gegossen und ausgehärtet, um so einen PDMS-Stempel der Struktur zu erzeugen. Dieser ähnelt den Membranabdrücken für die Sensormembranen des Wölbungssensors. Er ist allerdings dicker und aus etwas härterem PDMS. Dieser Stempel wird in eine dünn gespincoatete Schicht AMONIL-Lack gedrückt, welcher dann unter UV-Licht ausgehärtet wird. So entsteht eine stabile

Kopie der originalen Nanostruktur auf einem Glasträger [55]. Der Lack hat einen ähnlichen Brechungsindex wie Glas und bildet so noch keinen eigenständigen Wellenleiter. Um einen periodisch strukturierten Wellenleiter und damit einen photonischen Kristall zu erzeugen, wird auf die AMONIL-Schicht eine Hochindexschicht aufgedampft. Je nach gewünschtem photonischem Kristall können unterschiedliche Materialien und Schichtdicken verwendet werden. Zum Beispiel Titandioxid, Siliziumdioxid oder Molybdäntrioxid. Auch die Schichtdicken sind in einem gewissen Bereich variierbar. Als allgemeine, aber nicht vollständige Regel für das Einstellen einer Resonanzwellenlänge kann aus den in dieser Arbeit durchgeföhrten Experimenten abgeleitet werden: Je kleiner die Periodenlänge ist, umso mehr wandert die Resonanz hin zu kleineren Wellenlängen, und je dicker die Hochindexschicht und je größer der Brechungsindex des Hochindexmaterials ist, umso stärker wandert die Resonanzwellenlänge zu größeren Wellenlängen. Die Periodenlängen sollten sich bei der Herstellung photonischer Kristalle in der Größenordnung der für die Anwendung verwendeten Wellenlängen befinden. So besteht in Zusammenhang mit den übrigen Faktoren eine gute Chance, einen Kristall mit Resonanzen in einem ähnlichen Wellenlängenbereich zu erzeugen (siehe hierzu Kapitel 2.1.1). Der Brechungsindex des Hochindexmaterials sollte deutlich höher sein als der des Trägermaterials, in diesem Fall also als der von Glas, um die Bildung einer Wellenleiterschicht zu begünstigen. Da durch die Membranberührungen eine sehr hohe Änderung des Brechungsindex an der Oberfläche des photonischen Kristalls entsteht und damit eine starke Resonanzverschiebung verursacht wird, ist die exakte Position der Resonanz des Kristalls für diesen Sensortyp nicht entscheidend, da lediglich eine Kontrasterhöhung zum Sichtbarmachen der Berührungsfläche bewirkt werden soll. Aus Verfügbarkeitsgründen wurden unterschiedliche Kristalle während dieser Arbeit für die Herstellung der Sensoren verwendet.

Durch das Verbinden von photonischem Kristall und PDMS-Gussteil ergeben sich die bereits beschriebenen Hohlräume und die Membran wird im nötigen Abstand zum photonischen Kristall platziert. Betrachtet man nun den Sensor bei normalem Umgebungsdruck und unter entsprechender Filterung wie sie in Kapitel 2.1.2 zum Sichtbarmachen des Farbeindrucks der Resonanz in einer Transmissionsmessung beschrieben wurde, sieht man zunächst nur eine einheitlich gefärbte Fläche entsprechend der Grundresonanz des photonischen Kristalls (Abbildung 5.6 links).

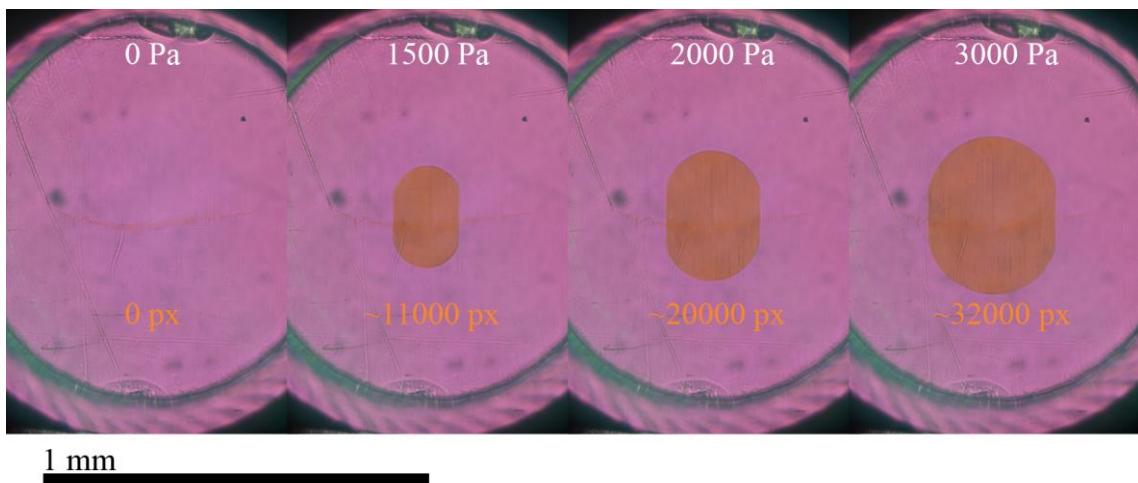


Abbildung 5.6 Die Größenabhängigkeit der Berührungsfläche ist bei diesen Auszügen aus einer Messreihe gut zu erkennen. Dargestellt sind die 4 Druckwerte 0, 1500, 2000 und 3000 Pa über Umgebungsdruck. Die Größe der Berührungsfläche steigt hierbei von 0 Pixel bis zu einer Fläche von 32000 Pixel.

Erst bei Erhöhung des Drucks und ab einem gewissen Niveau berührt die verformte Membran den photonischen Kristall und eine deutliche Berührungsfläche wird sichtbar (Abbildung 5.6 zeigt in den Einzelbildern von links nach rechts eine ansteigende Druckreihe). Eine Berührung schon bei regulärem Umgebungsdruck zu erhalten und somit den Messbereich des Sensors hin zu tieferen Drücken zu erweitern, wäre wünschenswert. Ein möglicher Ansatz hierzu könnte eine gewölbte Oberfläche des photonischen Kristalls sein, die den Spalt zwischen Kristall und Membran schon bei Umgebungsdruck im Zentrum überbrückt. Eine weitere Möglichkeit wäre es, die Verkapselung des Sensors während der Herstellung bei einem gewissen Unterdruck durchzuführen und so bei normalem Umgebungsdruck eine beabsichtigte Druckdifferenz zwischen innen und außen herzustellen, die zu einer Wölbung der Membran führt. Diese Ansätze und ihre Folgen müssten in zukünftigen Arbeiten untersucht werden.

5.4 Druckexperimente

Die Gasdurchlässigkeit des Membranmaterials (PDMS) ist bekannt, wie in Kap. 2.2.1.2 beschrieben und für die verwendeten PDMS-Membranen von relevanter Größe, wie in Kapitel 4.5 des Wölbungssensors gezeigt wurde. Auch eine Langzeitmessung an einem mit dem in Kapitel 5.3 beschriebenen Verfahren hergestellten Gegenpresssensor zeigte trotz der durch die Berührungsfläche deutlich verringerte Oberfläche, durch die Gas diffundieren kann, eine nicht zu vernachlässigende Drift.

Für die in Abbildung 5.7 gezeigte Messung wurde alle 30 s ein Bild der Sensormembran unter den Beleuchtungsbedingungen einer Transmissionsmessung gemacht, wie in Kap. 2.1.2 beschrieben, und die Größe einer gegebenenfalls vorhandenen Berührungsfläche auf den Bildern vermessen.

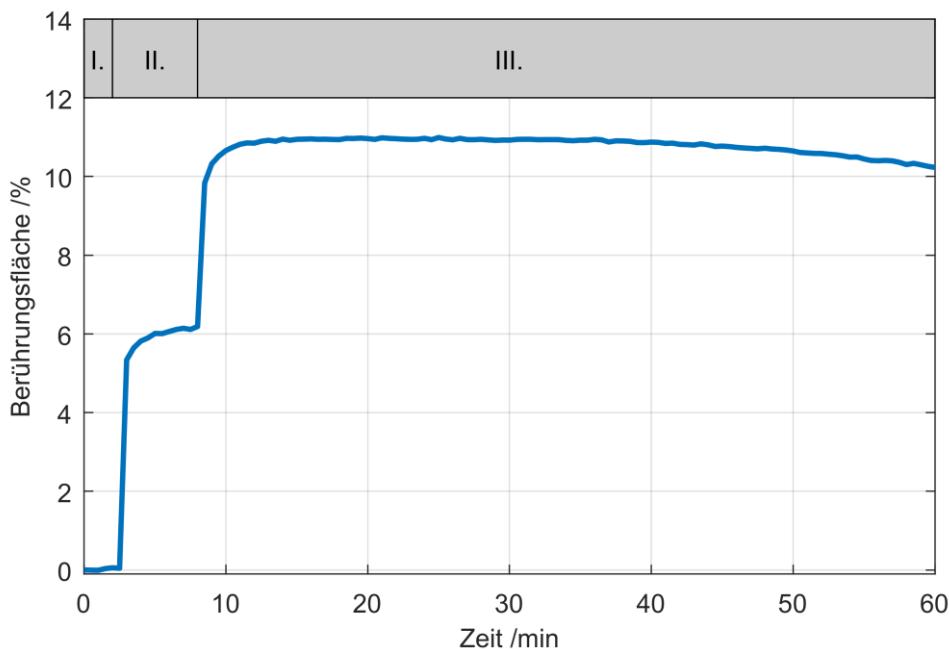


Abbildung 5.7: Hier wird die Berührungsfläche der Membran mit dem photonischen Kristall über der Zeit gezeigt. Für die drei markierten Bereiche (I., II. und III.) wurde der Belastungsdruck von 0 Pa über 1500 Pa auf 3000 Pa erhöht. Die Größe der Berührungsfläche ist hier als prozentualer Anteil der gesamten Membranfläche angegeben.

Zunächst wurde so eine Nulllinie ohne Druckunterschied aufgenommen (I.), danach der Druck auf 1500 Pa erhöht und für ca. 5 Minuten gehalten (II.), um einen Referenzpunkt in der Messung zu erhalten. Daraufhin wurde der Druck auf 2000 Pa erhöht und für ca. 1,5 h dort gehalten (III.). Abbildung 5.7 zeigt die Größe der Berührungsfläche in Prozent der Gesamtfläche der Sensormembran über der Zeit. Man erkennt die zwei Sprünge einmal beim Erhöhen auf 1500 Pa und einmal beim Erhöhen auf 2000 Pa. Nach ca. 5 min bei 2000 Pa hat die Berührungsfläche eine Art Sättigung erreicht. Bei ca. 30 bis 40 min ist ein Abfall in der Messgröße zu beobachten, der stetig größer wird. Diese Drift scheint hierbei nicht so stark zu sein wie noch beim Wölbungssensor. Nach etwa 50 min bei 2000 Pa ist die Größe um ca. 1 % der Gesamtfläche geschrumpft, was fast 10 % des anfänglichen Messwerts der Stufe ausmacht. Wenn man ein späteres Anwendungsgebiet als implantierter

Augeninnendrucksensor betrachtet, ist dies deutlich zu groß als dass stabile Messungen über relevante Zeiträume möglich wären.

5.4.1 Messungen zur Wiederholbarkeit

Um festzustellen, wie wiederholbar die Messergebnisse des Sensors sind, wurde im folgenden Experiment eine Druckabfolge an mehreren aufeinanderfolgenden Tagen wiederholt, mit Ruhepausen für den Sensor bei 0 Pa Belastung zwischen den einzelnen Experimenten. Für die Messung wurde alle 30 s ein Bild der Sensormembran unter den Beleuchtungsbedingungen einer Transmissionsmessung gemacht, wie in Kap. 2.1.2 beschrieben. Zunächst wurden Aufnahmen bei Umgebungsdruck gemacht. Darauf folgte ein Sprung auf 1500 Pa, der als Referenz diente. Im Anschluss wurde der Druck auf 2000 Pa bzw. 3000 Pa erhöht und für mindestens eine Stunde aufrechterhalten. Alle Messungen zeigten die schon festgestellte Drift. Für die Auswertung wurde daher immer nur die Berührungsflächengröße nach ca. 5 min als Messwert gewählt, um der Membran zwar kurz Zeit zu lassen, sich auf den Druck einzustellen, jedoch Effekte, die durch die Gasdiffusion hervorgerufen würden, auszuschließen. Die Berührungsfläche wurde wieder in Prozent der Gesamtfläche der Sensormembran ermittelt.

Beobachtet man die Größe der Berührungsfläche über die Zeit (Abbildung 5.8), so ist die Drift bei allen Messungen sichtbar, welche signifikant nach etwa 1000 s beginnt. Die Fläche reduziert sich stetig. Dies geschieht bei höherem Druck schneller als bei niedrigerem, aufgrund des höheren Gasflusses, der druckabhängig ist [59], durch die Membran. Zwischen den Messungen hat der Sensor, wie schon erwähnt, bei Umgebungsdruck geruht, um das überschüssige Gasgemisch wieder durch die Membran nach außen dringen zu lassen. Um festzustellen, ob der Sensor für die nächste Messung bereit ist, wurde der Druck kurzzeitig bis zur ersten Berührung der Membran mit dem photonischen Kristall erhöht. Diese Berührung musste in etwa bei 1400 Pa stattfinden, dann waren die gleichen Anfangsbedingungen wie bei der ersten Messung erreicht. Die in Abbildung 5.8 gezeigten Messkurven zeigen dennoch eine gewisse Streuung, was zum einen mit der möglichen Mess- und Regelpräzision der Druckkammer zusammenhängt, aber auch mit der Messgenauigkeit bei der Überprüfung, ob die Anfangsbedingungen für die nächste Messung erreicht wurden.

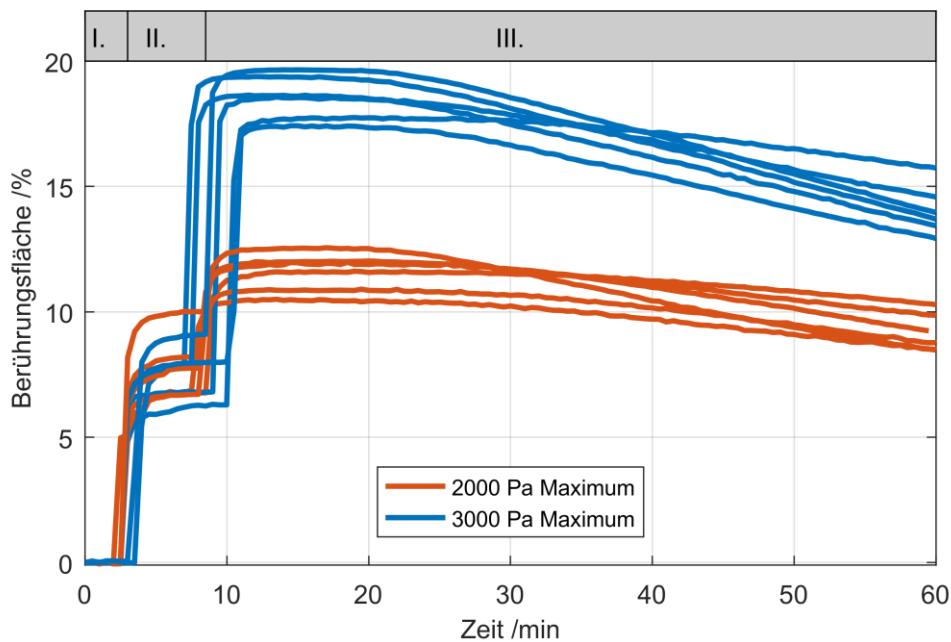


Abbildung 5.8: Der Druck wurde nach kurzer Zeit von 0 Pa (I.) auf 1500 Pa über Umgebungsdruck gesteigert und für ca. 5 min dort gehalten (II.). Danach wurde der Druck auf entweder 2000 Pa oder 3000 Pa angehoben und für lange Zeit gehalten (III.). Die Messungen wurden jeweils im Abstand von einem Tag durchgeführt, um dem Sensor Zeit zur Regeneration zu geben. Es gab 6 Messungen mit einem maximalen Belastungsdruck von 2000 Pa und weitere 6 mit einem maximalen Belastungsdruck von 3000 Pa, die jeweils im Wechsel durchgeführt wurden.

Dennoch sind 3 klar voneinander unterscheidbare Niveaus zu erkennen, welche 1500 Pa, 2000 Pa bzw. 3000 Pa repräsentieren. Zum Zweck einer besseren Vergleichbarkeit wurde jeweils nach 5 min Einstellzeit der Durchschnittswert über die folgenden 5 min auf jeder Druckstufe ermittelt. So hatte die Membran Zeit, sich an die Druckstufe anzupassen, jedoch hat die Berührungsfläche noch nicht signifikant durch die Drift abgenommen. Nur für die 1500 Pa Stufen wurden aufgrund der Kürze der Stufen jeweils nur die letzte Minute vor dem Sprung zum nächsten Niveau gemittelt. Diese Werte wurden, nach den Druckstufen geordnet, in Abbildung 5.9 ausgewertet.

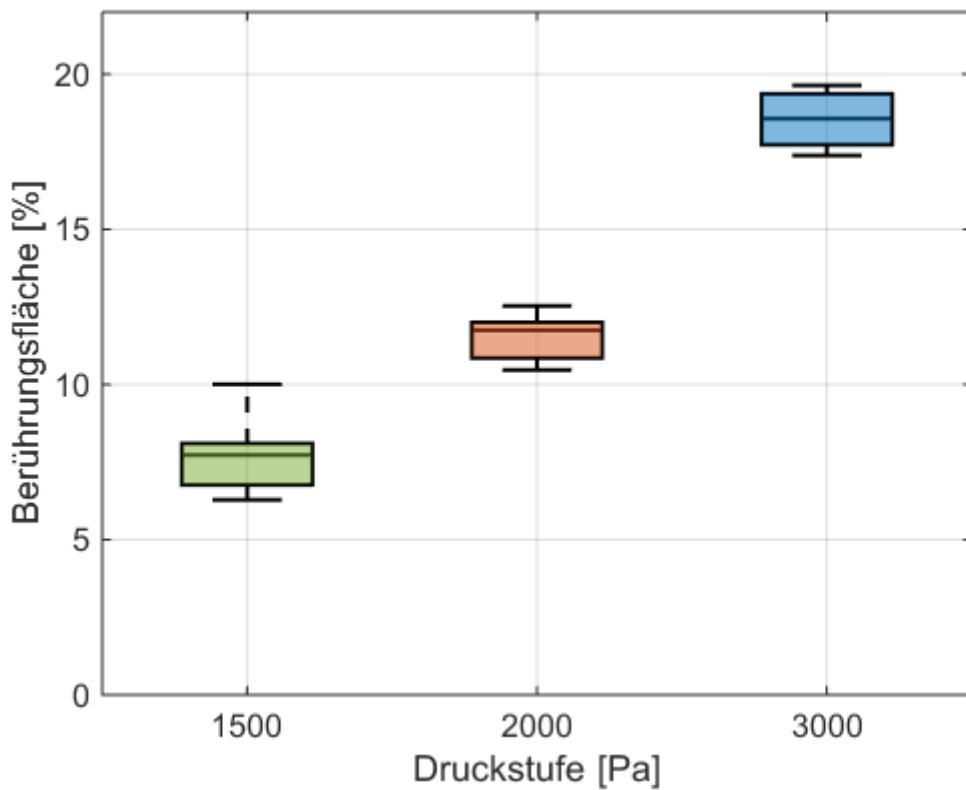


Abbildung 5.9: Auswertung zu den wiederholten Messungen an aufeinanderfolgenden Tagen mit Stufen bei 1500 Pa und 2000 bzw. 3000 Pa. Die Darstellung beinhaltet eine Bereichsmarkierung für die gesamte Spannweite der Messwerte jeder Druckstufe (vom minimalen bis zum maximalen Wert). Die Box repräsentiert, zur besseren Einschätzung der Streuung der Werte, den Bereich vom 25%-Quantil bis zum 75%-Quantil. Im Inneren der Box ist jeweils der Median der Messwertegruppe als horizontale Linie markiert.

Für jede Druckstufe wurden der Maximal- und Minimalwert der entsprechenden Messwerte als Fehlerbalkengraph eingezeichnet. Die Box auf dem Fehlerbalken repräsentiert den Abschnitt vom 25%-Quantil zum 75%-Quantil, um die Verteilung der Werte besser einschätzen zu können. Die horizontale Line im Inneren jeder Box zeigt den Median der Wertegruppe an. Die Bereiche für 3000 Pa und 2000 Pa sind jeweils relativ schmal und haben einen gut unterscheidbaren Abstand zueinander, was zum einen dafürspricht, dass der Sensor unter keiner deutlichen Degradation leidet und dass sich diese Methode der Druckmessung auch zur Messung noch deutlich kleinerer Druckabstände eignet. Lediglich der Bereich für die 1500 Pa Stufe zeigt eine größere Verteilung der Werte. Dies liegt zum Teil daran, dass bei diesen Stufen nicht so lange ausgeharrt wurde, um die Messung auf dem eigentlichen Zienniveau nicht zu sehr zu beeinflussen; somit konnte sich die Membran nicht endgültig auf die 1500 Pa einstellen. Für die Mittelung standen dementsprechend weniger Punkte auf einem

akzeptabel flachen Niveau zur Verfügung, um darüber zu mitteln, was die Unsicherheit erhöht. Allerdings ist auch zu erkennen, dass die Bereiche vom 25%-Quantil zum 75%-Quantil für alle drei Stufen eine ähnliche Ausdehnung besitzen. Der deutlich größere Max-Min-Abstand für die 1500 Pa Stufe kommt also eher durch Ausreißer zustande, als dass ein systematischer Fehler vorliegt.

Vergleicht man die Werte der Niveaus aus den einzelnen Messungen, ergibt sich ein Durchschnittswert für die Fläche von 7,7 % für 1500 Pa, 11,6 % für 2000 Pa und 18,5 % für 3000 Pa, mit einer Standardabweichung (σ) von 1,1 %; 0,77 % und 0,88 %. Aus diesen Daten lässt sich das sogenannte Limit of Detection (LoD) über folgende Formel berechnen:

$$LoD = \frac{3 * \sigma * \Delta p}{\Delta A} \quad (5.1)$$

mit Δp als der durchschnittlichen Druckdifferenz der Niveaus und ΔA als dem durchschnittlichen Größenunterschied der Flächen. Das LoD gibt die minimale Druckdifferenz an, welche unter den gegebenen Bedingungen mit der vorhandenen Messgenauigkeit in den Messwerten unterscheidbar ist. Hier wurde als sichere Erkennungsschwelle die dreifache Standardabweichung gewählt. Das LoD wurde für die Stufen 1500 Pa zu 2000 Pa und 2000 Pa zu 3000 Pa separat berechnet, um zu prüfen, ob sich die Empfindlichkeit des Sensors bei höheren Drücken ändert. Zur Berechnung wurde für jede Druckstufe der Durchschnitt der Standardabweichung der beiden beteiligten Druckniveaus genutzt ($\bar{\sigma}_{ij}$). So erhält man folgende Werte für die mit diesem Sensor noch unterscheidbaren Druckdifferenzen für die unterschiedlichen Druckbereiche:

Tabelle 6: Berechnung der LoD-Werte für eine Messreihe des Gegenpressdrucksensors auf verschiedenen Druckstufen.

Druckstufen	1500–2000 Pa	2000–3000 Pa
Δp	500 Pa	1000 Pa
ΔA	3,9 %	6,9 %
$3 * \bar{\sigma}_{ij}$	2,8 %	2,48 %
LoD	357,44 Pa	354,53 Pa

Man erkennt, dass für Druckunterschiede auf niedrigem Niveau als auch auf höherem Niveau die minimale Druckdifferenz für die Erkennung einer Druckänderung (LoD) kaum voneinander abweicht. Das Absinken um 2,91 Pa ist in Bezug auf die Unterscheidungsgrenze von über 350 Pa zu vernachlässigen. Der Sensor zeigt also über den untersuchten Druckbereich ein konstantes Verhalten. Die Daten konnten nicht genutzt werden, um den Druckbereich von 0 bis 1500 Pa zu untersuchen, da bei 0 Pa noch keine Berührung stattgefunden hatte und der genaue Druckwert, ab dem dies der Fall war, nicht während der Messaufzeichnung ermittelt werden konnte. Daher sind hier keine Angaben über das LoD für diesen Bereich möglich.

Um die Reproduzierbarkeit von Messergebnissen des Sensortyps weiter zu prüfen, startete eine Kurzzeitmessung mit einem neuen Sensor und der Belastung eines Druckanstiegs auf 1500 Pa. Dieses Niveau wurde wieder als Orientierungspunkt in die Messung integriert und für nur 5 min gehalten. Danach wurde der Druck auf 3000 Pa erhöht und für 15 min gehalten. Zur Regeneration, um also die Gasdiffusion auszugleichen, konnte sich der Sensor dann für 20 min bei 0 Pa Belastungsdruck erholen. Danach wurde der Zyklus noch zwei weitere Male wiederholt. Abbildung 5.10 zeigt hierfür wieder die prozentuale Berührungsflächengröße gegenüber der Zeit mit Markierungen für die unterschiedlichen Druckniveaus. Gut zu erkennen ist, dass die 3 Zyklen einen fast identischen Verlauf haben. Nur das Nullniveau vor dem ersten Zyklus und das 1500 Pa Niveau des gleichen Zyklus liegen leicht höher als bei den übrigen Durchgängen, was auf eine Vorbelastung mit einem leicht niedrigeren Innendruck im Sensor schließen lässt.

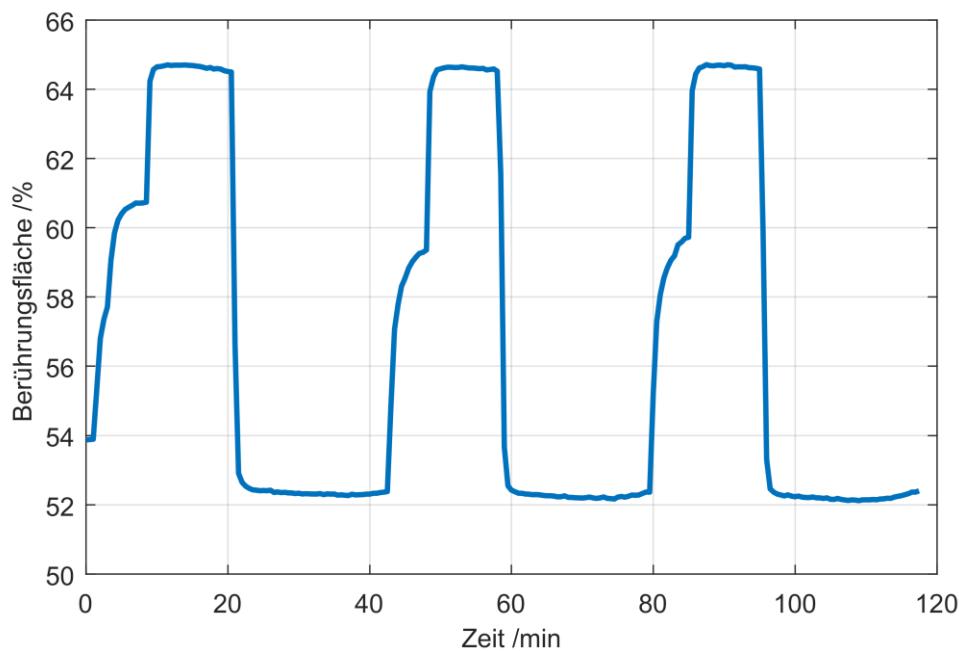


Abbildung 5.10: Wiederholte kurzzeitige Abfolge verschiedener Druckniveaus, um die Reproduzierbarkeit des Sensors zu prüfen. Der Sensor wurde mit der Abfolge 1500 Pa für 5 min, 3000 Pa für 15 min und 0 Pa für 20 min zur Regeneration belastet. Diese Abfolge wurde 3-mal durchgeführt.

Die prozentuale Berührungsfläche ist hier deutlich anders als beim vorangegangenen Exemplar. Dieser Sensor hat aufgrund der Herstellungstoleranzen einen geringen Membranabstand zur photonischen Kristalloberfläche. Dies führte manchmal auch schon bei 0 Pa oder minimalen Belastungen zu einer Berührung der Membran und des Kristalls und sorgte somit für einen konstanten Offset im Messsignal bei Druckerhöhung im Vergleich zum vorangegangenen Sensor. Da die Sensoroberteile aus flexilem Material bestehen und hier eine händische Montage zugrunde liegt, könnte dies auch auf eine Verformung oder Vorspannung des Sensoroberteils bei der Verklebung hinweisen.

Man erkennt auch hier auf den 3000 Pa Druckniveaus in Abbildung 5.10 die Drift, die durch die Diffusion des Umgebungsgases durch die Membran die Verringerung des Messwertes erzeugt. Dennoch ist zu erkennen, dass die drei Niveaus näherungsweise jeweils den gleichen Wert bei 3000 Pa annehmen.

5.4.2 Messung ohne geschlossenes Referenzvolumen

Um etwaige andere Effekte zu ermittelten, welche die Messwerte des Sensors beeinflussen, wurden auch für diesen Sensortyp Messungen mit einem zur Raumumgebung des Messaufbaus geöffneten Referenzvolumen durchgeführt.

Hierdurch wird der Effekt der Gasdiffusion, wie schon im Kapitel 4.5.4 erwähnt, außer Kraft gesetzt, da die Druckdifferenz der beiden Seiten der Membran über den Messaufbau konstant gehalten wird und sich nicht durch ein geändertes Gasvolumen im Referenzvolumen ändern kann. Ein neues Sensorexemplar wurde entsprechend präpariert. Dieses hatte wiederum einen leicht größeren Abstand der Membran zum Kristall, weswegen bei Werten von etwa 0 Pa noch keine Berührung zwischen Kristall und Membran stattfand. Es wurde zunächst eine Messung durchgeführt, bei der nacheinander verschiedene Druckniveaus angefahren und für einen gewissen Zeitraum gehalten wurden. Von 0 Pa beginnend wurden zunächst 1000 Pa angefahren und für 30 Minuten gehalten. Danach wurde auf 2000 Pa erhöht. Diese Stufe wurde für ca. 1,5 h gehalten und dann weiter auf 3000 Pa erhöht. Nach ca. 30 min wurde der Belastungsdruck wieder auf 2000 Pa gesenkt und erneut 1,5 h abgewartet. Darauf folgte ein Absenken auf 1000 Pa für 30 min und schließlich wieder 0 Pa. Abbildung 5.11 zeigt die Größe der Berührungsfläche für diese Messung über der Zeit im direkten Vergleich zur Druckanzeige des elektronischen Referenzsensors für den Belastungsdruck.

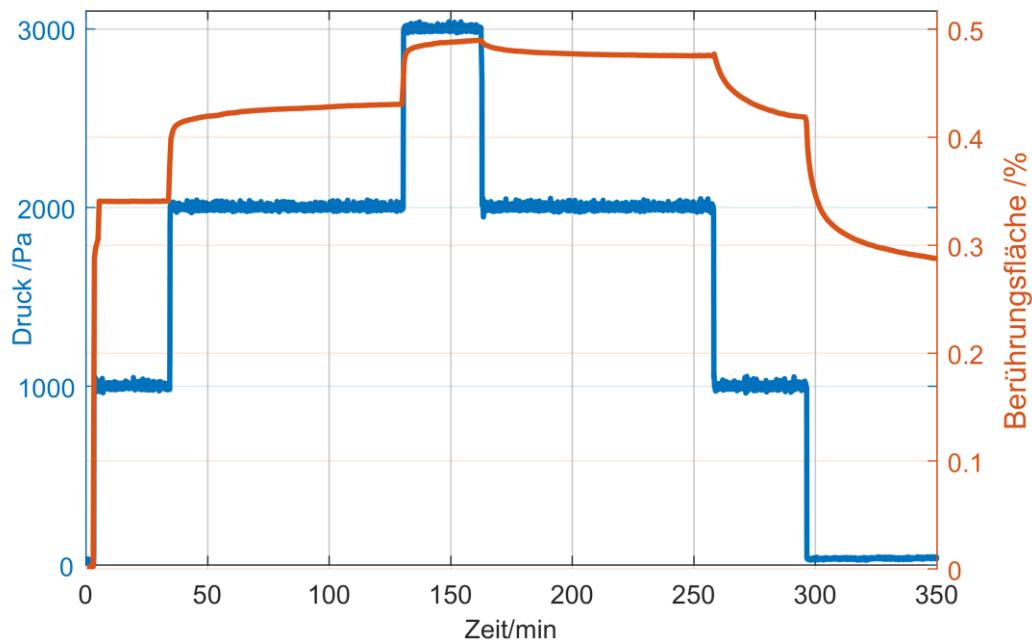


Abbildung 5.11: Der Druck wurde für diese Messung zunächst stufenweise angehoben und danach stufenweise abgesenkt, wodurch Druckniveaus aufgenommen wurden, welche sowohl von tieferen Druckniveaus als auch von höheren Druckniveaus angefahren wurden, wie an der blauen Messkurve des Referenzsensors zu sehen ist. Zu erkennen ist, dass genau dies einen Unterschied für das Messergebnis des Gegenpresssensors (rote Kurve) darstellt, der Sensor also je nach vorangegangenen Druckwerten andere Messergebnisse liefert.

Man erkennt zunächst deutlich, dass der Sensor jeweils ein paar Minuten benötigt, um sich auf das gegebene Druckniveau einzustellen und einen stabilen Messwert anzunehmen. Was aber ebenfalls auffällt, ist, dass die Niveaus, welche doppelt vorkommen (0 Pa, 1000 Pa und 2000 Pa) bei ihrem zweiten Auftauchen deutlich größere Berührungsflächen aufweisen als bei ihrem ersten Erscheinen. Es muss also bei der Verringerung der Berührungsfläche mehr Kraft aufgewendet werden als zuvor zum Erreichen dieser Flächengröße. Dies lässt die Schlussfolgerung zu, dass die PDMS-Membran an der Kristalloberfläche haftet. Diese Haftung muss beim Verringern des Drucks durch die Rückstellkraft der Membran überwunden werden, um die Membran abzulösen. Somit ergibt sich eine Art Hysterese.

Um dies zu prüfen, wurde ein weiteres Experiment ohne geschlossenes Referenzvolumen durchgeführt. Das Referenzvolumen war also mit dem Umgebungsdruck verbunden, wodurch die Problematik der Gasdiffusion neutralisiert wurde. Unter der Annahme, dass ein möglichst langsamer Druckanstieg der Membran immer genug Zeit geben würde, sich, was Verformung und Größe der

Berührungsfläche angeht, dem aktuellen Druckniveau anzupassen, wurde für dieses Experiment ein kontinuierlicher, sehr langsamer Druckanstieg gewählt. Der Druck wurde von 0 Pa aus bis 3000 Pa kontinuierlich über ca. 2 h erhöht, dort für 5 min gehalten und mit der gleichen Geschwindigkeit (~0,4 Pa/s) abgesenkt auf -800 Pa. Alle 30 s wurde ein Bild der Membran gemacht und von diesem die Berührungsfläche in Prozent der gesamten Sensorfläche berechnet. Abbildung 5.12 zeigt den Verlauf der Messgröße über der Zeit im Vergleich zum angelegten Druck.

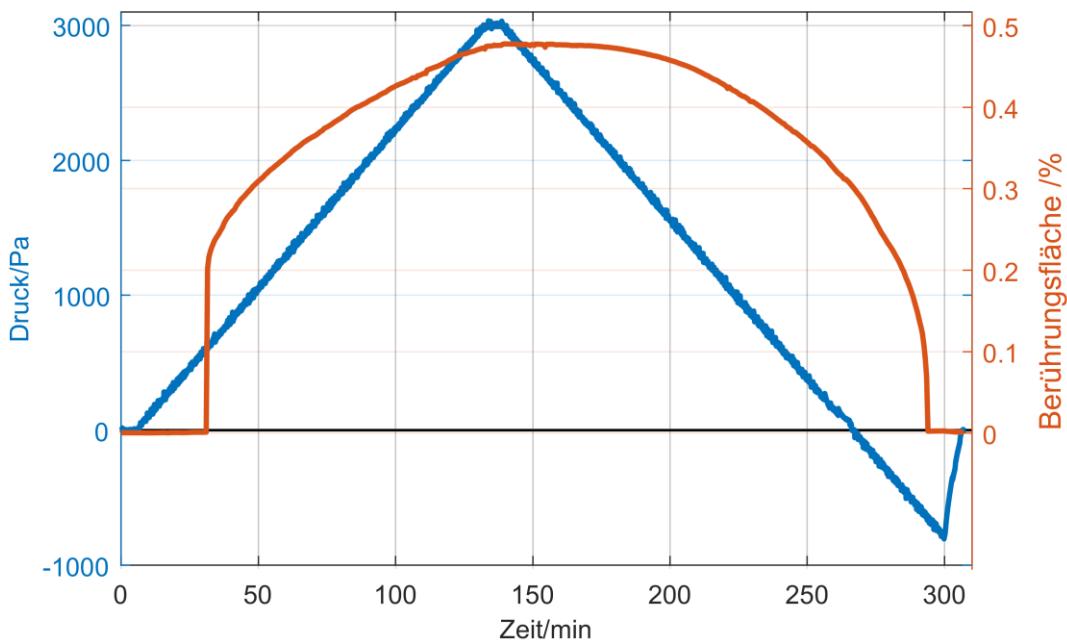


Abbildung 5.12: Für diese Messung wurde der Gegenpresssensor bis zu einem Maximum von 3000 Pa mit gleichmäßig ansteigendem Druck belastet, dieses Niveau wurde für 5 min gehalten und danach wurde der Druck mit der betragsmäßig gleichen Rate abgesenkt (blaue Kurve). Das Messergebnis des Gegenpresssensors (rote Kurve) zeigt verschiedene Charakteristika. Zunächst der sprunghafte Anstieg bei ca. 30 min, als der Belastungsdruck ausreichte, um die Membran in Berührung mit dem photonischen Kristall zu bringen, und die Adhäsionskräfte diese dann noch dichter an den Kristall ziehen, wodurch die Fläche stark ansteigt. Des Weiteren die abflachende bogenförmige Messkurve, welche zeigt, dass bei höheren Druckniveaus ein gleichmäßiger Anstieg des Drucks zu immer geringeren Vergrößerungen der Berührungsfläche führt. Zuletzt sieht man auch noch, dass der Druck ein negatives Niveau annehmen muss, um die Membran für diesen Sensor wieder vom Kristall zu lösen, also ein deutlich geringeres Druckniveau als bei der ersten Berührung.

Die Messgröße kann offensichtlich keine negativen Werte annehmen, da die Berührungsfläche nie kleiner als null sein kann, weswegen die Kurve scheinbar ab der Nulllinie abgeschnitten ist. Die erste Berührung findet bei etwa 650 Pa statt. Hier berührt die Membran die Kristalloberfläche, wird allerdings auch durch die

Adhäsionskräfte weiter an den Kristall herangezogen, weswegen sich die Berührungsfläche sprunghaft vergrößert. Der Zuwachs der Berührungsfläche nimmt ab hier immer weiter ab, weswegen sich eine Bogenform ergibt, die durch den abfallenden Druck nach ca. 2 h ebenfalls wieder abfällt. Die Berührungsfläche verkleinert sich immer weiter, jedoch ist ein Ablösen erst bei ca. -660 Pa zu beobachten. Also eine Differenz von über 1300 Pa zwischen erster Berührung und Ablösung. Trägt man die Flächengröße über dem zum jeweiligen Zeitpunkt anliegenden Druck auf, so erkennt man die bereits erwähnte Hysterese deutlicher. Abbildung 5.13 zeigt diese neue Darstellung der Daten.

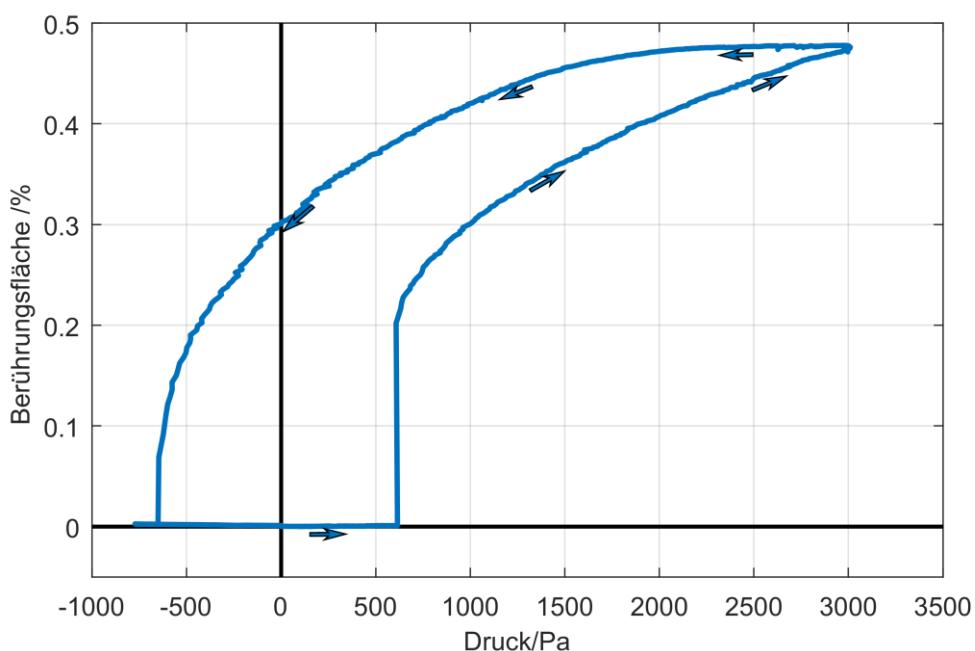


Abbildung 5.13: Trägt man die Größe der Berührungsfläche aus der Messung mit sehr langsamem Druckanstieg und -abfall direkt gegenüber dem jeweils anliegenden Druck auf, so erkennt man eine deutliche Hysteresekurve. Diese lässt sich nur mit dem Anlegen eines Unterdrucks schließen, da die Membran sich bei diesem Sensor vorher nicht vom Kristall löst, der Abstand zum Kristall ist hierfür zu gering, als dass die Rückstellkraft der Membran bei Druckausgleich ausreichen würde, um die Haftung am Kristall aufzuheben.

5.5 Zusammenfassung

Die Experimente haben gezeigt, dass das Grundprinzip, eine Druckdifferenz auf den beiden Seiten einer dünnen Polymermembran in eine Wölbung zu übersetzen, funktioniert. Die Wölbung war bei den gegebenen Druckdifferenzen ausreichend, um bei der speziellen Geometrie der Sensorkammer ab einem gewissen Offset eine Berührungsfläche der Membran mit einer dafür vorgesehenen planen Fläche zu

erzeugen. Über eine Kontrasterhöhung mittels eines photonischen Kristalls auf dieser planen Fläche konnte des Weiteren die Berührungsflächengröße bei den durchgeführten Transmissionsmessungen ermittelt werden.

Die in Abbildung 5.13 zu sehende Hystereseschleife führt zu der Schlussfolgerung, dass sich keine eindeutige Zuordnung von Messwertgrößen zu bestimmten Druckniveaus für den Fall, dass ansteigende und fallende Druckänderungen zu erwarten sind, ergibt. Es ergeben sich aus diesen Daten Bereiche für den Druck von bis zu 1300 Pa für den gleichen Messwert, wenn die vorherigen Zustände nicht bekannt sind. Dies würde bei der hier durchgeführten Messung einem möglichen Fehler von über 35 % entsprechen, wenn man den Gegenpresssensor für die Bestimmung des angelegten Drucks verwenden wollte. Die Messungen in Abbildung 5.9 und Abbildung 5.10 ließen aufgrund der dort gewählten Druckniveaufolgen diesen Schluss noch nicht zu. Hier wurden die fraglichen Druckniveaus von einem gleichbleibenden Ausgangspunkt von unten herangefahren, weswegen sich wiederholbare Ergebnisse zeigten. Allerdings zeigt dies, dass der Sensor dieses Typs eine Wiederholbarkeit der Messergebnisse ermöglicht und somit scheinbar nicht unter permanenten Veränderungen wie zum Beispiel Deformationen oder zu starken Veränderungen der Kristalloberfläche leidet. Und da auch die Experimente des Wölbungssensors aus Kapitel 4 keine merkliche Hysterese vermuten ließen, scheint diese ausschließlich durch die Haftung der Membran an der Kristalloberfläche verursacht zu werden.

Die schrittweise Minimierung des Sensors bis zu seiner momentanen Größe von 1 mm Membrandurchmesser hat gezeigt, dass sowohl ein potenzieller Einsatz als implantierbarer Augeninnendrucksensor schon bei seiner jetzigen Größe möglich wäre als auch, dass eine weitere Miniaturisierung bei einer industriellen Umsetzung realistisch ist.

Herausforderungen, die für eine praktische Anwendung noch zu bewältigen wären, wurden durch die durchgeführten Experimente und aufgenommen Daten ebenfalls deutlich. Zum einen ist die Haftung der Membran an der planen Gegenpressfläche bzw. dem photonischen Kristall zu groß. Diese muss deutlich reduziert werden, um eine Hysterese in den Messungen zu minimieren und damit die Messergebnisse sowohl für steigenden als auch für fallenden Druck ohne Kenntnis der direkt vorher anliegenden Druckwerte verlässlich ermitteln zu können. Zum anderen muss die Gasdurchlässigkeit der Polymermembran minimiert, besser noch, vollständig

unterbunden werden. Je dichter der Sensor ist, umso länger sind verlässliche Messungen möglich, ohne dass eine Neukalibrierung nötig wird.

Durch die Behebung dieser Probleme kann eine Nutzbarkeit des Sensors gewährleistet werden und eine Steigerung des Behandlungskomforts für den Patienten ist zu erwarten.

6 Fazit und Ausblick

Die Motivation der vorliegenden Arbeit ergab sich aus der Problematik von Diagnose und Überwachung der Gruppe von Augenkrankheiten mit der Oberbezeichnung Glaukom. Da ein Hauptindikator für einen Großteil dieser Gruppe von Krankheitsscheinungen ein erhöhter Augeninnendruck ist, ergab sich hieraus die konkretisierte Problemstellung der Druckmessung des im Auge vorherrschenden Drucks mit einer größeren Messgenauigkeit, höherer Frequenz und weniger Unannehmlichkeiten für den Patienten.

Als Ansatz für die Lösung dieser Aufgaben entstand das Konzept eines parallel zu einer intraokularen Ersatzlinse implantierbaren Augeninnendrucksensors. Hiermit wäre eine Druckmessung des wahren Augeninnendrucks möglich, im Gegensatz zur momentan häufigsten Methode, der Tonometrie, bei der eine Messung von außen über die Oberfläche des Auges stattfindet. Da ein solcher Sensor aufgrund der Implantation für eine lange Nutzungsdauer ausgelegt sein sollte, wurde eine Methode der Druckmessung erdacht, bei der auf eine Energiequelle im Auge selbst verzichtet wird. Außerdem sollten zur Sicherheit des Patienten möglichst wenig bis gar keine nichtbiokompatiblen Komponenten implantiert werden. Die hier angewandten Methoden erfüllen diese Vorgaben.

Die Druckmessung der zwei hier entwickelten und verfeinerten Methoden nutzen jeweils eine aus biokompatiblem PDMS hergestellte Membran. Diese schließt in beiden Fällen ein Gasvolumen gegenüber der Umgebung ab. Bei einer Druckveränderung verformt sich diese Membran und dient damit als Indikator. Um diese Verformung von außen sichtbar zu machen, wurden nun zwei Varianten des Sensors entwickelt.

Bei der ersten Variante wird auf die Oberfläche der Membran ein planarer photonischer Kristall prozessiert. Die Verformung des flexiblen photonischen Kristalls verändert dessen Struktur und sorgt damit für eine Verschiebung der resonanten Wellenlängen. Durch eine entsprechende optische Filterung können die resonanten Wellenlängen im reflektierten Licht erfasst und die nichtresonanten Anteile herausgefiltert werden – sichtbar wird ein Farbbild der Sensoroberfläche, das z. B. mit einer Kamera aufgenommen werden kann. Da die Modenstruktur direkt von der Verformung der Membran abhängt, entsteht so ein Bild, dessen Farbwerte Rückschlüsse auf die lokale

Verformung der Membran zulassen. Damit kann über Referenzbilder auch auf die Druckwerte geschlossen werden.

Die Technik, um den hierfür nötigen, äußerst flexiblen planaren photonischen Kristall herzustellen, wurde ebenfalls im Rahmen dieser Arbeit entwickelt. Die Membran wird im Rahmen der Herstellung des Sensors aus PDMS gepresst und mit einer Prägung der linearen Nanostruktur versehen, welche die Grundlage für den photonischen Kristall bildet. In einem zweiten Schritt wird auf die nanostrukturierte Membranoberfläche eine Schicht aus Hochindexnanopartikeln gespincoatet, welche eine Wellenleiterstruktur bilden. In Zusammenhang mit der Nanostruktur entsteht so ein flexibler photonischen Kristall.

Für die zweite Variante eines implantierbaren Drucksensors basiert das Prinzip darauf, dass die Membran durch den erhöhten Außendruck auf eine in geringem Abstand befindliche plane starre Fläche gedrückt wird. Diese Fläche besteht aus einem planaren photonischen Kristall, welcher über übliche lithographische und aufdampftechnische Verfahren hergestellt wird. Durch die Berührung der Membran erhöht sich hierbei lokal der Brechungsindex an der Oberfläche des Kristalls stark. Dies wiederum verändert lokal die Modenstruktur und damit die resonanten Wellenlängen. Ebenfalls über eine optische Filterung kann nun diese Berührungsfläche, deren Größe direkt mit dem anliegenden Druck zusammenhängt, sichtbar gemacht und über Referenzmessungen dann aufgrund der Berührungsflächengröße der zu messende Druck ermittelt werden.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde erfolgreich gezeigt, dass die Herstellung des flexiblen planaren photonischen Kristalls und auch die Druckmessung mit beiden Verfahren gut funktioniert. Messungen mit dem Wölbungsdrucksensor ergeben Level-of-Detection-Werte von 90 Pa (~0,675 mmHg) und besser. Messungen mit dem Gegenpressdrucksensorprinzip zeigen immerhin noch Werte von um die 350 Pa (~2,6 mmHg) in den relevanten Druckbereichen. Der Wölbungssensor hat damit eine höhere Empfindlichkeit als die momentan verwendete Tonometrie, welche bei 1 bis 2 mmHg liegt. Der Gegenpresssensor ist hierbei zwar schlechter, aber noch in einem akzeptablen Bereich für eine Messung des Augeninnendrucks. Zudem wäre bei seinem geplanten Einsatzort im Inneren des Auges hiermit eine Messung des wirklichen Drucks möglich und nicht nur durch die Hornhaut des Auges hindurch gemessen.

Des Weiteren wurde auch die Verkleinerung der Bauweise der Sensoren in dieser Arbeit gezeigt und dass die Funktionalität dennoch erhalten bleibt. Die Membranen, die in beiden Fällen die Sensorfläche darstellen, wurden auf einen Durchmesser von 1 mm verkleinert. Dies ist bereits eine akzeptable Größe für einen Einsatz im Augeninneren nahe der Sichtachse der Implantatslinse. Eine weitere Miniaturisierung ist durchaus denkbar, wurde in dieser Arbeit wegen der händischen Herstellungsverfahren mit den gegebenen Labormöglichkeiten nicht weiterverfolgt. Zu erwähnen sei noch, dass das Druckausgleichsvolumen, welches für beide Sensortypen nötig ist, deutlich größer ist als das Volumen des eigentlichen Sensors (Membranfläche und nötiger Verformungsraum), aber in Sachen Form und Position vollständig variabel gestaltet werden kann. Somit ist es möglich, dies aus dem Bereich des Sichtfeldes des Patienten heraus nach außen, am Rand der Implantatslinse, zu gestalten.

Trotz der erreichten Erfolge in dieser Arbeit gibt es noch einige Punkte, die weitere Entwicklung benötigen, bevor die vorgestellten Sensorprinzipien für einen Einsatz zur Druckmessung im Auge bereit sind. Diese konnten aufgrund des Umfangs und der fachübergreifenden Thematiken in dieser Arbeit nicht mehr behandelt werden. Sie sollen hier aber nicht unerwähnt bleiben und für zukünftige Forschung sowohl als Startpunkt als auch als Anregung und Ausblick dienen.

PDMS als Material bietet für eine Anwendung, wie sie hier vorgestellt wurde, viele Vorteile, wie z. B. hohe Transparenz, Biokompatibilität, hohe Flexibilität, Langlebigkeit und leichte Verarbeitung. Allerdings ist die Gas- und Flüssigkeitsdiffusion, welche gerade dadurch, dass die Schicht des PDMS als dünne Membran genutzt werden soll, begünstigt wird, von Nachteil. Wenn auf den beiden Seiten der Membran unterschiedliche Druckniveaus herrschen, was im angedachten Einsatzszenario eigentlich ständig der Fall ist, kann immer mehr Gas und/oder Flüssigkeit von einer Seite der Membran auf die andere gelangen und so den Druck zwischen zu messender Umgebung und Referenzvolumen ausgleichen. Dadurch wird der Sensor mit der Zeit dekalibriert. Eine erneute Kalibrierung ist dadurch, dass der Sensor implantiert ist, nur schwer möglich. Die Lösung hierfür muss also eine Abdichtung der Membran sein. Entweder durch ein anderes Material für die Membran selbst, das zwar alle positiven Eigenschaften von PDMS aufweist, aber keine Diffusion für Gas und Flüssigkeiten zulässt oder eine Abdichtung der Membran durch eine zusätzliche

Oberflächenbehandlung oder Schutzschicht. Die Flexibilität der Membran und die Struktur des photonischen Kristalls müssen dabei erhalten bleiben.

Als Ausblick seien hier verschiedene Möglichkeiten für eine solche Abdichtung aufgeführt. Parylen-C wird unter anderem in der Elektronik für eine Abdichtung gegenüber Flüssigkeiten zum Schutz vor Korrosion verwendet. Eine wenige Mikrometer dicke Schicht zeigt hier schon deutliche Wirkung und lässt die Hoffnung entstehen, dass sie die Verformungen der Membran überstehen könnte. Eine andere Möglichkeit wäre die Integration eines dünnen Ölfilmes auf der Membran. Da diese in einer kleinen Vertiefung steckt, könnten Kapillarkräfte dafür sorgen, dass der Ölfilm an der Membran bleibt und sich nicht von dieser löst. Das Öl wirkt wasserabweisend, das den Hauptbestandteil der Flüssigkeit im Auge ausmacht. Eine dritte Möglichkeit wäre zu untersuchen, ob es Protein- oder Zellmembranen gibt, die man als zusätzliche Schicht auf die PDMS-Membran aufbringen könnte, um diese abzudichten. Ein weiterer positiver Effekt hiervon könnte sein, dass körpereigene Strukturen auf der Oberfläche eine Abstoßungsreaktion des Körpers unwahrscheinlicher machen.

Die zweite Herausforderung gilt hierbei hauptsächlich für den Gegenpressensor. Wie in den Untersuchungen dieser Arbeit festgestellt wurde, weist der Sensor bei den Messungen eine nicht zu vernachlässigende Hysterese auf. Diese zeigt sich darin, dass der Sensor ein unterschiedliches Verhältnis zwischen anliegendem Druck und Berührungsflächengröße bei ansteigendem Druck aufweist als bei abfallendem Druck. Diese Problematik entsteht aus der Haftung der Membran an der Oberfläche des planaren photonischen Kristalls. Hierdurch muss mehr Kraft aufgewendet werden, um die Membran vom Kristall abzulösen als sie gegen ihn zu pressen. Beim Anpressen wird der anliegende Außendruck nur durch die Membranrückstellkraft und den ansteigenden Innendruck, der sich durch die Verkleinerung des Innenvolumens ergibt, aufgewogen. Beim Ablösen kommt zu diesen zwei Komponenten noch die Haftung hinzu. Um dies zu minimieren, muss untersucht werden, ob eine Beschichtung oder anderweitige Behandlung der Membranoberfläche die Haftung minimieren kann. Auch eine Nanostrukturierung der Oberfläche könnte in Betracht gezogen werden, um den direkten Kontakt der beiden Oberflächen zu minimieren. Allerdings muss hierbei auch immer darauf geachtet werden, dass der Brechungsindexunterschied, der durch die Berührung der Membran an der Oberfläche des photonischen Kristalls entsteht, immer noch groß genug ist, um bei der Auswertung einen gut sichtbaren Farbunterschied zur Identifikation der Größe der Berührungsfläche zu ermöglichen.

Abschließend kann gesagt werden, dass diese Arbeit viele erfolgreiche Ergebnisse in Bezug auf die Realisierbarkeit und Anwendbarkeit der vorgestellten Sensorkonzepte gezeigt hat. Des Weiteren wurde ein neues und gleichzeitig einfaches Verfahren zur Herstellung äußerst flexibler photonischer Kristalle entwickelt. Weitere Forschungen an diesen Sensoren bieten vielversprechende Möglichkeiten für eine Verbesserung der Augeninnendruckmessung mit erhöhter Empfindlichkeit und mehr Komfort für die Patienten. Aber auch für andere Anwendungsbereiche könnte ein Sensorprinzip, das auf elektrisch rein passiven Elementen basiert, keine externe Energieversorgung benötigt und zum Auslesen lediglich eine Sichtverbindung erfordert, sinnvoll sein.

Literaturverzeichnis

- [1] R. R. A. Bourne, H. R. Taylor, S. R. Flaxman, J. Keeffe, J. Leasher, K. Naidoo, K. Pesudovs, R. A. White, T. Y. Wong, S. Resnikoff, and J. B. Jonas, "Number of people blind or visually impaired by glaucoma worldwide and in world regions 1990 - 2010: A meta-analysis," *PLoS One*, vol. 11, no. 10, pp. 1–16, 2016.
- [2] H. Quigley and A. T. Broman, "The number of people with glaucoma worldwide in 2010 and 2020," *Br. J. Ophthalmol.*, vol. 90, no. 3, pp. 262–267, 2006.
- [3] A. J. Bron, R. C. Tripathi, and B. J. Tripathi, *Wolff's Anatomy of the Eye and Orbit 8th edition*, vol. 8. 1997.
- [4] N. Choplin and C. Traverso, *Atlas of Glaucoma.*, vol. 3. 2014.
- [5] S. Shah, "Accurate intraocular pressure measurement - The myth of modern ophthalmology?," *Ophthalmology*, vol. 107, no. 10, pp. 1805–1807, 2000.
- [6] H. Goldmann and T. Schmidt, "Über applanationstonometrie," *Ophthalmologica*, vol. 134, no. 4, pp. 221–242, 1957.
- [7] M. B. Shields, "The non-contact tonometer. Its value and limitations," *Surv. Ophthalmol.*, 1980.
- [8] M. Leonardi, E. M. Pitchon, A. Bertsch, P. Renaud, and A. Mermoud, "Wireless contact lens sensor for intraocular pressure monitoring: assessment on enucleated pig eyes.," *Acta Ophthalmol.*, vol. 87, no. 4, pp. 433–7, Jun. 2009.
- [9] Z. Liu, G. Wang, W. Pei, C. Wei, X. Wu, Z. Dou, Y. Li, Y. Wang, and H. Chen, "Application of graphene nanowalls in an intraocular pressure sensor," *J. Mater. Chem. B*, vol. 8, no. 38, pp. 8794–8802, 2020.
- [10] N. Xue, J.-B. Lee, S. Foland, and S. P. Chang, "Biocompatible polymeric wireless pressure sensor for intraocular pressure sensing application," *2011 IEEE SENSORS Proc.*, pp. 1748–1751, Oct. 2011.
- [11] W. Mokwa, "Medical implants based on microsystems," *Meas. Sci. Technol.*, vol. 18, no. 5, pp. R47–R57, May 2007.
- [12] L. Choritz, K. Mansouri, J. van den Bosch, M. Weigel, H. B. Dick, M. Wagner, H. Thieme, F. Rüfer, P. Szurmann, W. Wehner, M. Spitzer, L. Hesse, A. Jünemann, N. Plange, S. Schmickler, B. Dick, and K. Hakan, "Telemetric Measurement of Intraocular Pressure via an Implantable Pressure Sensor—12-Month Results from the ARGOS-02 Trial," *Am. J. Ophthalmol.*, vol. 209, pp. 187–196, 2020.

- [13] D. Piso and P. Veiga-Crespo, "Application specific integrated circuits in implantable sensors for monitoring intraocular pressure," *Arch. Soc. Esp. Oftalmol.*, vol. 6, no. 10, pp. 311–313, 2011.
- [14] P.-J. Chen, D. C. Rodger, R. Agrawal, S. Saati, E. Meng, R. Varma, M. S. Humayun, and Y.-C. Tai, "Implantable micromechanical polyimide-based pressure sensors for unpowered intraocular pressure sensing," *J. Micromechanics Microengineering*, vol. 17, no. 10, pp. 1931–1938, Oct. 2007.
- [15] I. E. Araci, B. Su, S. R. Quake, and Y. Mandel, "An implantable microfluidic device for self-monitoring of intraocular pressure.,," *Nat. Med.*, vol. 20, no. 9, pp. 1074–8, Sep. 2014.
- [16] A. S. Havreland, S. D. Petersen, C. Østergaard, K. Reck-Nielsen, and E. V. Thomsen, "Micro-fabricated all optical pressure sensors," *Microelectron. Eng.*, vol. 174, pp. 11–15, 2017.
- [17] Y. Lu and A. Lal, "Photonic crystal based all-optical pressure sensor," *2011 IEEE 24th Int. Conf. Micro Electro Mech. Syst.*, pp. 621–624, Jan. 2011.
- [18] V. P. Bykov, "Spontaneous Emission in a Periodic Structure," *Sov. Physics-JETP*, vol. 35, no. 2, pp. 269–273, 1972.
- [19] R. Zengerle and W. H. Bloss, "Lichtausbreitung in ebenen periodischen Wellenleitern," Universität Stuttgart, 1979.
- [20] T. Karrock and M. Gerken, "Pressure sensor based on flexible photonic crystal membrane," *Biomed. Opt. Express*, vol. 6, no. 12, p. 4901, Dec. 2015.
- [21] T. Karrock, M. Paulsen, and M. Gerken, "Flexible photonic crystal membranes with nanoparticle high refractive index nanoparticle layers," *Beilstein J. Nanotechnol.*, vol. 8, no. 1, pp. 203–209, 2017.
- [22] S. Jahns, F. Von Oertzen, T. Karrock, Y. Nazirizadeh, and M. Gerken, "Photonic crystal slabs for biosensing," in *Progress in Electromagnetics Research Symposium*, 2014.
- [23] H. Fudouzi and Y. Xia, "Colloidal Crystals with Tunable Colors and Their Use as Photonic Papers," *Langmuir*, vol. 19, no. 23, pp. 9653–9660, Nov. 2003.
- [24] J. Li, Y. Wu, J. Fu, Y. Cong, J. Peng, and Y. Han, "Reversibly strain-tunable elastomeric photonic crystals," *Chem. Phys. Lett.*, vol. 390, no. 1–3, pp. 285–289, May 2004.
- [25] A. C. Arsenault, T. J. Clark, G. von Freymann, L. Cademartiri, R. Sapienza, J. Bertolotti, E. Vekris, S. Wong, V. Kitaev, I. Manners, R. Z. Wang, S. John, D.

- Wiersma, and G. a. Ozin, "From colour fingerprinting to the control of photoluminescence in elastic photonic crystals," *Nat. Mater.*, vol. 5, no. 3, pp. 179–184, Feb. 2006.
- [26] A. C. Arsenault, D. P. Puzzo, I. Manners, and G. A. Ozin, "Photonic-crystal full-colour displays," *Nat. Photonics*, vol. 1, no. 8, pp. 468–472, 2007.
- [27] D. Graham-Rowe, "Tunable structural colour," *Nat. Photonics*, vol. 3, no. 10, pp. 551–553, Oct. 2009.
- [28] T. Endo, N. Okuda, S. Tanaka, and H. Hisamoto, "Nanoimprinted flexible photonic crystal for sinlge-step label-free biosensor," *15th Int. Conf. Miniaturized Syst. Chem. Life Sci. Oct. 2-6, 2011, Seattle, Washington, USA*, pp. 571–573, 2011.
- [29] X. Xu, H. Subbaraman, S. Chakravarty, A. Hosseini, J. Covey, Y. Yu, D. Kwong, Y. Zhang, W. C. Lai, Y. Zou, N. Lu, and R. T. Chen, "Flexible single-crystal silicon nanomembrane photonic crystal cavity," *ACS Nano*, vol. 8, no. 12, pp. 12265–12271, 2014.
- [30] A. Pradana and M. Gerken, "Photonic crystal slabs in flexible organic light-emitting diodes," *Phot. Res.*, vol. 3, no. 2, pp. 32–37, 2015.
- [31] Y. Nazirizadeh, T. Becker, J. Reverey, C. Selhuber-Unkel, D. H. Rapoport, U. Lemmer, and M. Gerken, "Photonic crystal slabs for surface contrast enhancement in microscopy of transparent objects," *Opt. Express*, vol. 20, no. 13, p. 14451, 2012.
- [32] Y. Nazirizadeh, T. Karrock, and M. Gerken, "Visual device for pressure measurement using photonic crystal slabs.,," *Opt. Lett.*, vol. 37, no. 15, pp. 3081–3, 2012.
- [33] J. D. Joannopoulos, S. G. Johnson, J. N. Winn, and R. D. Meade, *Photonic crystals: Molding the flow of light*. 2011.
- [34] G. A. Turnbull, P. Andrew, W. L. Barnes, and I. D. W. Samuel, "Photonic mode dispersion of a two-dimensional distributed feedback polymer laser," *Phys. Rev. B*, vol. 67, pp. 1–8, 2003.
- [35] H. Lüder, M. Paulsen, and M. Gerken, "Photonic crystal slab between orthogonal polarizers : details on the guided mode resonance wavelength," *Opt. Quantum Electron.*, pp. 1–14, 2020.
- [36] Y. Nazirizadeh, U. Bog, S. Sekula, T. Mappes, U. Lemmer, and M. Gerken, "Low-cost label-free biosensors using photonic crystals embedded between crossed

- polarizers," *Opt. Express*, vol. 18, no. 18, p. 19120, 2010.
- [37] Y. Nazirizadeh, *Photonic crystal slabs for low-cost biosensors*. KIT Scientific Publishing, 2010.
- [38] A. Mata, A. J. Fleischman, and S. Roy, "Characterization of polydimethylsiloxane (PDMS) properties for biomedical micro/nanosystems..," *Biomed. Microdevices*, vol. 7, no. 4, pp. 281–93, Dec. 2005.
- [39] F. Schneider, J. Draheim, R. Kammerer, and U. Wallrabe, "Process and material properties of polydimethylsiloxane (PDMS) for Optical MEMS," *Sensors Actuators A Phys.*, vol. 151, no. 2, pp. 95–99, Apr. 2009.
- [40] James E. Mark, "Polymer Data Handbook," in *Oxford University Press*, 1999, p. 1012.
- [41] M. Eddings and B. Gale, "A PDMS-based gas permeation pump for on-chip fluid handling in microfluidic devices," *J. Micromechanics Microengineering*, vol. 16, no. 11, pp. 2396–2402, 2006.
- [42] J. Goldowsky and H. F. Knapp, "Gas penetration through pneumatically driven PDMS micro valves," *RSC Adv.*, vol. 3, no. 39, pp. 17968–17976, 2013.
- [43] M. Cieślik, M. Kot, W. Reczyński, K. Engvall, W. Rakowski, and A. Kotarba, "Parylene coatings on stainless steel 316L surface for medical applications — Mechanical and protective properties," *Mater. Sci. Eng. C*, vol. 32, no. 1, pp. 31–35, Jan. 2012.
- [44] Jun Xie, Xing Yang, Xuan-Qi Wang, and Yu-Chong Tai, "Surface micromachined leakage proof Parylene check valve," in *Technical Digest. MEMS 2001. 14th IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems (Cat. No.01CH37090)*, Jan. 2001, pp. 539–542.
- [45] M. J. Owen and P. J. Smith, "Plasma treatment of polydimethylsiloxane," *J. Adhes. Sci. Technol.*, vol. 8, no. 10, pp. 1063–1075, Jan. 1994.
- [46] H. Makamba, J. H. Kim, K. Lim, N. Park, and J. H. Hahn, "Surface modification of poly(dimethylsiloxane) microchannels," *Electrophoresis*, vol. 24, no. 21, pp. 3607–3619, Nov. 2003.
- [47] I. Wong and C.-M. Ho, "Surface molecular property modifications for poly(dimethylsiloxane) (PDMS) based microfluidic devices," *Microfluid. Nanofluidics*, vol. 7, no. 3, p. 291, Sep. 2009.
- [48] M. Yao and J. Fang, "Hydrophilic PEO-PDMS for microfluidic applications," *J. Micromechanics Microengineering*, vol. 22, no. 2, p. 025012, Feb. 2012.

- [49] Titanium Dioxide Manufacturers Association, "About Titanium Dioxide," *Titan. Dioxide Steward. Counc.*, no. 202, pp. 1–8, 2012.
- [50] T. Radhakrishnan, "The optical properties of titanium dioxide," *Proc. Indian Acad. Sci. - Sect. A*, vol. 35, no. 3, p. 117, Mar. 1952.
- [51] O. M. El-Feky, E. A. Hassan, S. M. Fadel, and M. L. Hassan, "Use of ZnO nanoparticles for protecting oil paintings on paper support against dirt, fungal attack, and UV aging," *J. Cult. Herit.*, vol. 15, no. 2, pp. 165–172, 2014.
- [52] A. Sirelkhatim, S. Mahmud, A. Seen, N. H. M. Kaus, L. C. Ann, S. K. M. Bakhori, H. Hasan, and D. Mohamad, "Review on zinc oxide nanoparticles: Antibacterial activity and toxicity mechanism," *Nano-Micro Lett.*, vol. 7, no. 3, pp. 219–242, 2015.
- [53] W. L. Bond, "Measurement of the Refractive Indices of Several Crystals," *J. Appl. Phys.*, vol. 36, no. 5, pp. 1674–1677, May 1965.
- [54] I. Bodurov, I. Vlaeva, A. Viraneva, T. Yovcheva, and S. Sainov, "Modified design of a laser refractometer," *Nanosci. Nanotechnol.*, vol. 16, pp. 31–33, 2016.
- [55] S. Jahns, M. Bräu, B.-O. Meyer, T. Karrock, S. Gutekunst, L. Blohm, C. Selhuber-Unkel, R. Buhmann, Y. Nazirizadeh, and M. Gerken, "Handheld imaging photonic crystal biosensor for multiplexed, label-free protein detection," *Biomed. Opt. Express*, vol. 6, no. 10, p. 3724, 2015.
- [56] S. Timoshenko and S. Woinowsky-krieger, *Theory of Plates and Shells*. 1959.
- [57] Q. Li, J. Lieh, and A. Mayer, "Large deflection of laminated circular plates with clamped edge and uniform loading," *Proc. IMechE Vol. 219 Part E J. Process Mech. Eng.*, vol. 219, no. 1, pp. 83–88, 2005.
- [58] I. D. Johnston, D. K. McCluskey, C. K. L. Tan, and M. C. Tracey, "Mechanical characterization of bulk Sylgard 184 for microfluidics and microengineering," *J. Micromechanics Microengineering*, vol. 24, no. 3, p. 035017, Mar. 2014.
- [59] T. C. Merkel, V. I. Bondar, K. Nagai, B. D. Freeman, and I. Pinna, "Gas Sorption, Diffusion, and Permeation in Poly(dimethylsiloxane)," pp. 415–434, 2000.

Eigenanteil an Veröffentlichungen

In diesem Abschnitt werden die Veröffentlichungen in Fachzeitschriften aufgezählt, die Teil dieser Arbeit sind und an denen mehrere Autoren beteiligt waren. Es wird dargestellt welchen Eigenanteil ich an diesen Veröffentlichungen habe.

VERÖFFENTLICHUNGEN IN FACHZEITSCHRIFTEN MIT BESCHREIBUNG DES EIGENANTEILS

- Veröffentlichung:** “Visual device for pressure measurement using photonic crystal slabs”

Autoren: Y. Nazirizadeh, **T. Karrock**, und M. Gerken

Der Eigenanteil bei dieser Publikation liegt bei der Entwicklung der Sensoridee, sowie der Planung und Durchführung der Versuche.

<i>Konzeption: hoch,</i>	<i>Planung: mittel,</i>
<i>Durchführung: hoch,</i>	<i>Manuskripterstellung: niedrig.</i>

- Veröffentlichung:** “Handheld imaging photonic crystal biosensor for multiplexed, label-free protein detection”

Autoren: S. Jahns, M. Bräu, B.-O. Meyer, **T. Karrock**, S. Gutekunst, L. Blohm, C. Selhuber-Unkel, R. Buhmann, Y. Nazirizadeh, und M. Gerken

Der Eigenanteil bei dieser Publikation liegt in beratenden Tätigkeiten bei der Konzeptionierung und Planung, sowie in der Assistenz bei der Durchführung einzelner Versuche.

<i>Konzeption: niedrig,</i>	<i>Planung: niedrig,</i>
<i>Durchführung: niedrig,</i>	<i>Manuskripterstellung: niedrig.</i>

3. Veröffentlichung: "Pressure sensor based on flexible photonic crystal membrane"

Autoren: **T. Karrock** und M. Gerken

Der Eigenanteil bei dieser Publikation liegt sowohl in der Konzeptionierung der Sensoridee, der Entwicklung der Herstellungstechnik der flexiblen photonischen Kristalle, ihrer Herstellung, der Planung, Durchführung und Auswertung der Versuche und der Manuskripterstellung.

Konzeption: hoch, *Planung: hoch,*
Durchführung: hoch, *Manuskripterstellung: hoch.*

4. Veröffentlichung: "Flexible photonic crystal membranes with nanoparticle high refractive index nanoparticle layers"

Autoren: **T. Karrock**, M. Paulsen, und M. Gerken

Der Eigenanteil bei dieser Publikation liegt sowohl in der Konzeptionierung der zu untersuchenden Einflussfaktoren für die Resonanzverschiebung bei flexiblen photonischen Kristallen, als auch bei der Planung der Messobjekte, dem Messaufbau und der Messreihen an sich. Des Weiteren erstreckt sich der Eigenanteil auch auf die Herstellung der Messobjekte und die Durchführung der Versuche sowie die Manuskripterstellung.

Konzeption: mittel, *Planung: hoch,*
Durchführung: mittel, *Manuskripterstellung: hoch.*

Anhang: Druckkammerbeschreibung

Um den Sensor verschiedenen Umgebungsdrücken im Bereich des Augeninnendrucks auszusetzen, wurde ein Drucksystem verwendet, welches im Rahmen einer vorangegangenen Diplomarbeit entwickelt wurde. Abbildung 6.1 zeigt den schematischen Aufbau des verwendeten Drucksystems.

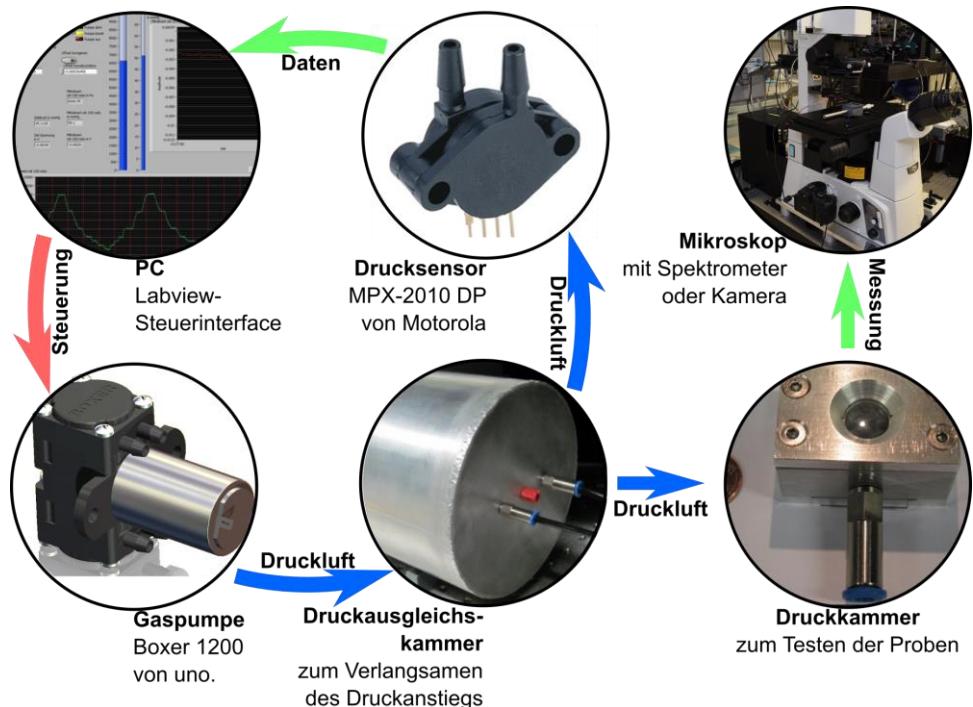


Abbildung 6.1: Druckkammersystem aus der Diplomarbeit von Torben Karrock. Die computergesteuerte Pumpe liefert den nötigen Luftdruck im System. Die Druckanstiegsgeschwindigkeit wird durch das Volumen der Druckausgleichskammer verlangsamt und zur Regelung wird das System mit einem elektronischen Drucksensor überwacht. Dieser gibt seine Daten an das Steuerungsprogramm zurück, wo ein Regelkreis etabliert wird. In der an das System angeschlossenen Druckkammer können die Proben verschiedenen Drücken über dem normalen Umgebungsdruck ausgesetzt werden und dabei mittels des Mikroskops beobachtet und vermessen werden.

Es besteht aus einer computergesteuerten Pumpe, einem mit der Pumpe verbundenen Volumenbehälter, an den ein elektronischer Drucksensor angebracht ist, und einer mit dem Volumenbehälter über einen Schlauch verbundenen Druckkammer. Die Druckkammer ist groß genug, um die Proben aufzunehmen und gleichzeitig noch mit dem Mikroskop untersucht zu werden. Zu diesem Zweck bestehen die obere und untere Abdichtung aus einer Glasplatte, um Reflexions- und

Transmissionsmessungen zuzulassen. Abbildung 6.2 verdeutlicht den Aufbau der Druckkammer. Sie besteht aus einem Aluminiumblock, der durchbohrt wurde, um die eigentliche Kammer zu erzeugen. An eine seitliche Bohrung wurde ein Anschlussstück für Druckschläuche befestigt, um den Anschluss ans Drucksystem zu ermöglichen. Zwei weitere Aluminiumplatten pressen die Glasplatten mit Dichtungsringen gegen den Korpus. Sie wurden mit entsprechenden Bohrungen und Ausfrässungen versehen, um den Blick in die Kammer zu ermöglichen und die Glasplatten zu halten. Eine Gewindebohrung zur Befestigung der Kammer in optischen Aufbauten befindet sich auf der Rückseite.

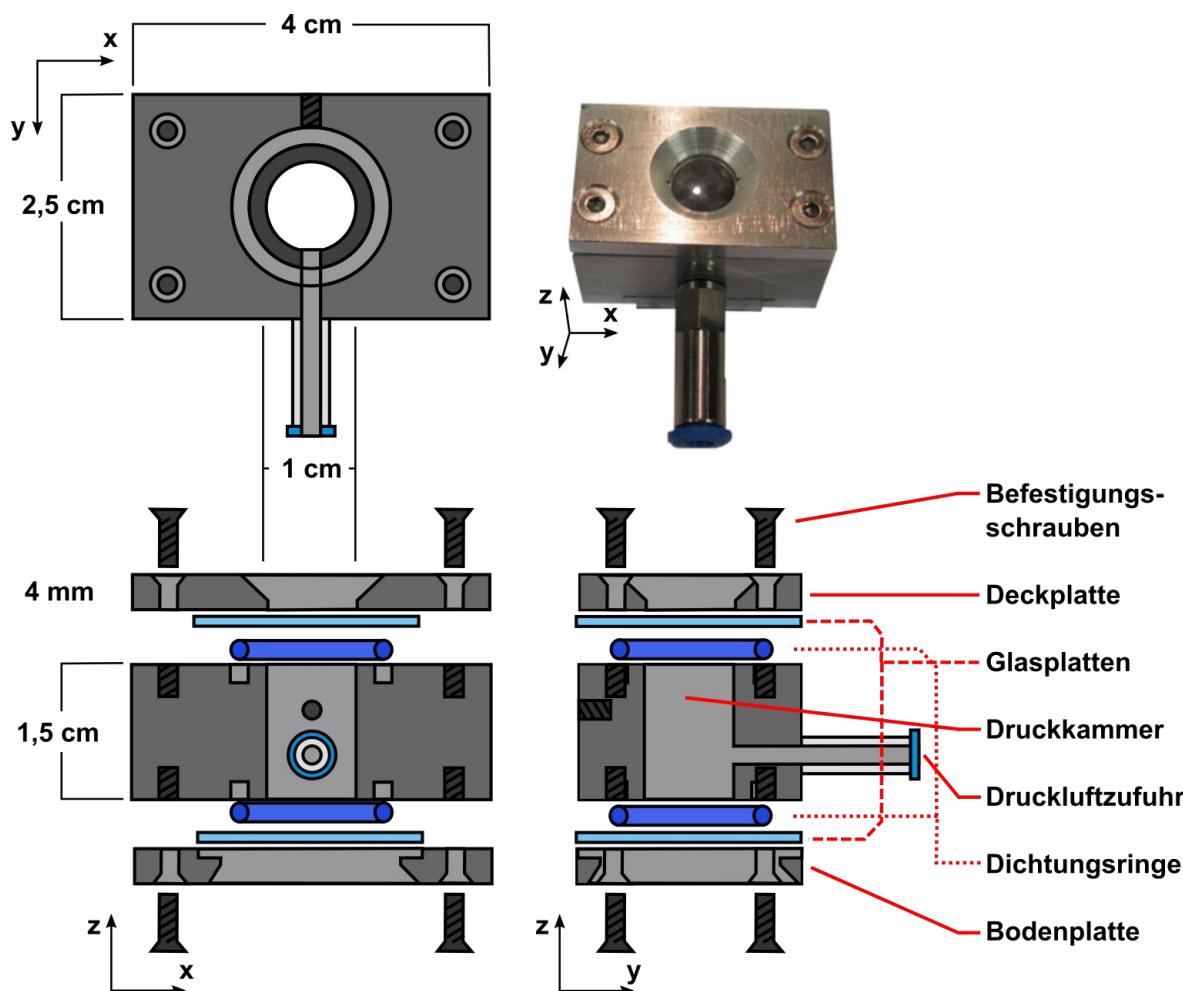


Abbildung 6.2: Hier wird eine Explosionszeichnung der Druckkammer gezeigt. Die relevanten Elemente wurden markiert und eine Fotografie der Druckkammer gibt eine Vorstellung des Aufbaus.

Die Druckausgleichskammer des Drucksystems verlangsamt den Druckanstieg im System bei aktiver Pumpe, da selbst die geringste Pumpleistung ohne diesen Behälter bei dem geringen Innenvolumen der Druckkammer zu einem zu starken und nicht regelbaren Druckanstieg führen würde. Das gesamte System ist über die

computergesteuerte Pumpe mit Hilfe des elektronischen Sensors regelbar. Für eine Drucksteigerung wird die Pumpe aktiviert, für eine Senkung muss abgewartet werden, bis durch die Leckagen des Systems genügend Druck abgebaut wurde, oder es muss eine manuelle Drucksenkung mittels eines Ventils durchgeführt werden.

Im Rahmen der Doktorarbeit wurden Verbesserungen vorgenommen. Für eine bessere Kalibrierung des Systems wurde ein mechanischer Drucksensor in Form eines Barometers an den Drucktank angebracht. Mit ihm kann das vom elektronischen Sensor angezeigte Druckniveau überprüft werden und die im Programm integrierte Übersetzung des Spannungssignals des elektronischen Sensors in einen Druckwert wurde hiermit überprüft und besser eingestellt. Des Weiteren ermöglicht eine im Zuge dessen angebrachte manuelle Pumpe inklusive Ventil ein leichteres Ablassen des Drucks und eine falls nötig schnellere Steigerung desselben. Das Regelungsprogramm wurde ebenfalls erweitert. Das System ist dazu in der Lage, automatisch vorherbestimmte Druckniveaus mit unterschiedlichen Geschwindigkeiten anzufahren (solange die Geschwindigkeiten im Rahmen des Möglichen des Systems liegen: maximale Anstiegsgeschwindigkeit durch die maximale Pumpleistung begrenzt und maximale Sinkgeschwindigkeit durch die Leckagen des Systems) und den Druck dort zu halten. Das System kann in einem Druckbereich von 0 bis 10000 Pa über dem atmosphärischen Umgebungsdruck arbeiten. Die Druckkammer kann mit Wasser gefüllt werden, um für bestimmte Experimente die Bedingungen im Inneren des Auges besser zu simulieren. Hierbei wird ausschließlich die kleine Druckkammer geflutet, nicht jedoch die angeschlossenen Schläuche oder die Druckausgleichskammer. So entsteht keine größere Wassersäule über der Probe, welche einen zusätzlichen Druck verursachen würde, und die Pumpe und der elektronische Sensor sind vor dem Wasser geschützt.