



① Veröffentlichungsnummer: 0 599 049 A2

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

②1 Anmeldenummer: 93116853.8 ⑤1 Int. Cl.⁵: **G01R** 1/067

22 Anmeldetag: 19.10.93

(12)

3 Priorität: 25.11.92 DE 4239532

Veröffentlichungstag der Anmeldung: 01.06.94 Patentblatt 94/22

Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH DE FR GB LI NL

71) Anmelder: Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH Weberstrasse 5 D-76133 Karlsruhe(DE)

② Erfinder: Stark, Walter, Dr.
Friedrichstrasse 26a

D-76287 Rheinstetten-Forchheim(DE)

Erfinder: Laier, Rupert Marienstrasse 22 D-76646 Bruchsal(DE) Erfinder: Matthis, Barbara

Waldstrasse 19

D-76297 Stutensee(DE)

(54) Verwendung von Mikro-Carbonfasern.

Die Erfindung betrifft die Verwendung von Mikro-Carbonfasern zum zerstörungsfreien Prüfen der elektrischen Leitfähigkeit des Strukturgrundes von mikrostrukturierten Körpern, bei denen sich auf einem elektrisch leitfähigen Strukturgrund Mikrostrukturelemente aus elektrisch nicht leitfähigem Material erheben.

10

15

20

25

35

40

50

55

Die Erfindung betrifft die Verwendung von Mikro-Carbonfasern zum Prüfen der elektrischen Leitfähigkeit des Strukturgrundes von mikrostrukturierten Körpern, bei denen sich auf einem elektrisch leitfähigen Strukturgrund Mikrostrukturelemente aus elektrisch nicht leitfähigem Material erheben.

Bei dem Verfahren gemäß der DE-PS 37 12 268 wird auf eine metallische Trägerschicht, z.B. aus Chrom-Nickel-Stahl, eine für Röntgenstrahlen empfindliche Resistschicht aufgebracht, die über eine Röntgenmaske partiell mit Synchrotronstrahlung belichtet wird. Die belichteten Bereiche werden mit einem flüssigen Entwickler herausgelöst, wodurch den Mikrostrukturen entsprechende Hohlräume entstehen. Mit diesem Verfahren können Mikrostrukturen mit sehr hohen Aspektverhältnissen bei kleinsten, lateralen Abmessungen im µm-Bereich erzeugt werden.

Aus der EP 0 328 161 A2 ist ein Verfahren bekannt, bei dem Werkzeug, das auf einer Grundplatte Mikrostrukturen trägt, abgeformt wird. Hierzu wird auf die Stirnflächen der Mikrostrukturen des Werkzeugs nacheinander eine Trennmittelschicht und eine elektrisch leitende Schicht aus niedermolekularem Polymethylmethacrylat (PMMA), gemischt mit 20 bis 50 Gew.- % Ruß aufgetragen. Danach wird das Werkzeug mit einer elektrisch isolierenden Abformmasse, z. B. einem Gießharz, ausgefüllt und überschichtet. Nach der Warmhärtung der Abformmasse, bei der das elektrisch leitende Material mit der aushärtenden Abformmasse eine feste Verbindung eingeht, wird das Werkzeug von der ausgehärteten Abformmasse getrennt. Dabei bleibt das elektrisch leitende Material auf dem Strukturgrund der Mikrostrukturen haften.

Aus der DE 40 10 669 C1 ist ein hierzu alternatives Verfahren zur Herstellung mikrostrukturierter, plattenförmiger Körper bekannt, wobei deren Strukturgrund eine zusammenhängende Fläche bilden muß, bei dem auf einer elektrisch nicht leitenden Thermoplast-Schicht ein Film des elektrisch leitenden Materials aufgebracht wird, danach ein Werkzeug bei einer Temperatur, die oberhalb der Erweichungstemperatur des Thermoplasten liegt, durch den Film des elektrisch leitenden Materials hindurch in die Thermoplast-Schicht eingedrückt wird, Formeinsatz und Thermoplast-Schicht auf eine Temperatur unterhalb der Erweichungstemperatur des Thermoplasten abgekühlt werden und der Formeinsatz entfernt wird.

Aus der DE 39 37 308 C1 ist ein Verfahren zur Herstellung von metallischen Mikrostrukturkörpern bekannt, bei dem auf einer elektrisch leitfähigen Grundplatte Mikrostrukturen aus Kunststoff erzeugt werden, wobei im Zuge der Erzeugung der Mikrostrukturen eine Restschicht des Kunststoffes auf der elektrisch leitfähigen Grundplatte belassen wird und erst anschließend die Restschicht des Kunst-

stoffes durch reaktives Ionenätzen mittels senkrecht gegen die Oberfläche der Grundplatte beschleunigter Ionen entfernt wird.

Allen diesen Verfahren ist gemeinsam, daß mikrostrukturierte Körper hergestellt werden, bei denen sich auf einem elektrisch leitfähigen Strukturgrund Mikrostrukturelemente aus elektrisch nicht leitfähigem Material erheben. Bei allen Verfahren sollen die mikrostrukturierten Körper in nachfolgenden Schritten galvanisch mit einem Metall abgeformt werden, wobei entweder die Grundplatte oder der elektrisch leitfähig gemachte Strukturgrund als Kathode geschaltet wird.

Für eine einwandfreie galvanische Abformung ist es unabdingbar, daß die galvanischen Abscheidung an allen Stellen des Strukturgrunds gleichmäßig einsetzt und nicht in einzelnen Bereichen durch elektrisch schlecht- oder nicht leitende Fehlstellen im Strukturgrund behindert oder vollständig gehemmt wird.

Solche Fehlstellen können beim erstgenannten Verfahren beispielsweise dadurch entstehen, daß die mit Röntgenstrahlen belichteten Bereiche vom Entwickler nicht vollständig herausgelöst werden, so daß die elektrisch leitfähige Trägerschicht nicht freigelegt ist. Fehlerquellen bei den an zweiter und dritter Stelle genannten Verfahren sind beispielsweise, daß die elektrisch leitfähige Schicht unzureichend vom Werkzeug auf den mikrostrukturierten Körper übertragen oder in den Strukturgrund gepreßt wird. Bei dem an vierter Stelle genannten Verfahren kann schließlich eine Kontrollmessung zweckmäßig sein, mit der festgestellt wird, ob die Restschicht bereits vollständig entfernt ist.

Erfindungsgemäß soll eine Möglichkeit geschaffen werden, Fehlstellen dieser Art erkennen zu können.

Es ist allgemein bekannt, daß die elektrische Leitfähigkeit von Körpern dadurch gemessen werden kann, daß eine erste Stelle des Körpers mit der ersten elektrischen Leitung eines Durchgangsprüfers kontaktiert und eine beliebige weitere Stelle des Körpers mit einer Tasterspitze, die mit der zweiten elektrischen Leitung des Durchgangsprüfers verbunden ist, berührt wird. Eine solche erste Stelle ist bei allen mikrostrukturierten Körpern vorhanden, die nach Verfahren der oben genannten Art hergestellt werden, denn eine solche Stelle wird bei der Kontaktierung für die anschließende galvanische Abformung benötigt.

Es ist jedoch problematisch, den Strukturgrund von mikrostrukturierten Körpern abzutasten. Wie erwähnt, kann mit den oben genannten Verfahren ein hohes Aspektverhältnis erreicht werden; dies bedeutet, daß der Strukturgrund eine bis zwei Größenördnungen kleiner ist als die Höhe der Mikrostrukturelemente. Beispielsweise können einige hundert Mikrometer hohe Mikrostrukturelemente

15

25

durch Gräben, die lediglich etwa 10 µm breit sind, voneinander getrennt sein. Soll an solchen mikrostrukturierten Körpern der Strukturgrund abgetastet werden, so ist es nahezu unvermeidlich, daß die Mikrostrukturelemente berührt und zerstört werden.

Aus der EP 0 483 579 A2 ist eine Abtastnadel mit einer Größe in Nanometer-Bereich für ein Raster-Tunnel-Elektronenmikroskop bekannt, die in eine Spitze ausläuft. Die Abtastnadel besteht aus einer Carbon-Matrixstruktur mit eingelagerten Metallteilchen; sie weist entsprechend ihrer Verwendung eine starre Struktur auf.

Bei der erfindungsgemäß zu schaffenden Möglichkeit, Fehlstellen im Strukturgrund erkennen zu können, muß die Gefahr, daß dabei Mikrostrukturelemente zerstört werden, so weit wie möglich minimiert werden. Wegen ihrer starren Struktur ist die bekannte Abtastnadel hierfür nicht geeignet.

Die Lösung dieses Problems gelingt durch die eingangs angesprochene Verwendung von Mikro-Carbonfasern zum Prüfen der elektrischen Leitfähigkeit des Strukturgrundes von mikrostrukturierten Körpern, bei denen sich auf einem elektrisch leitfähigen Strukturgrund Mikrostrukturelemente aus elektrisch nicht leitfähigem Material erheben.

Mikro-Carbonfasern eignen sich wegen ihrer hohen Elastizität, ihrer Formsteifheit und ihrer guten elektrischen Leitfähigkeit in besonderem Maß zum Prüfen der elektrischen Leitfähigkeit des Strukturgrundes. Selbst wenn mit Mikro-Carbonfasern Mikrostrukturelemente berührt werden, besteht nicht die Gefahr der Zerstörung, da sich Mikro-Carbonfasern elastisch verbiegen.

Unter Mikro-Carbonfasern sollen im folgenden Carbonfasern mit einem Durchmesser von weniger als 100 µm verstanden werden. Ihre elektrische Leitfähigkeit soll möglichst hoch sein.

Mikro-Carbonfasern sind im Handel erhältlich.

Beispielsweise werden Mikro-Carbonfasern mit einer Dicke von ca. 5 - 10 µm als Garne mit einer Filamentzahl zwischen 1000 und 24000 und einer Länge bis zu mehreren 1000 Metern angeboten. Solche Filamente können aus einem Abschnitt eines Garns herausgezogen und verwendet werden. Daneben werden Kurzschnittfasern mit einigen Millimetern Länge angeboten, die ebenfalls brauchbar sind.

Der elektrische Widerstand solcher Fasern liegt im Bereich von 1,5 • 10⁻³ Ωcm (ca. eine Größenordnung unter der Leitfähigkeit von Quecksilber).

Ein kommerzieller Anbieter ist die Fa. Akzo Faser AG, Wuppertal.

Selbstverständlich werden zum erfindungsgemäßen Prüfen der elektrischen Leitfähigkeit solche Mikro-Carbonfasern ausgewählt, die kleiner sind als die Fläche des Strukturgrunds, die kontaktiert werden soll. Ihre Länge muß außerdem die Höhe der benachbarten Mikrostrukturelemente übersteigen. Für die üblicherweise hergestellten mikrostrukturierten Körper können Mikro-Carbonfasern mit einem Durchmesser von weniger als 20 μm, insbesondere von 10 μm bis 5 μm eingesetzt werden. Es ist für die erfindungsgemäße Verwendung völlig ausreichend, wenn eine Mikro-Carbonfaser einer Länge, die die Höhe der benachbarten Mikrostrukturelemente um das 1,5- bis 2-fache übersteigt, mit dem Ende eines üblichen elektrischen Leitungsdraht verbunden ist. Dieser Leitungsdraht und eine elektrische Leitung, die mit der für die Galvanik vorgesehenen Kontaktstelle verbunden ist, werden mit einem üblichen elektrischen Durchgangsprüfer verbunden.

Wegen der normalerweise geringen Größe der Mikrostrukturelemente und deren geringem Abstand zueinander wird die Kontaktierung der Mikro-Carbonfaser mit dem Strukturgrund häufig unter dem Mikroskop kontrolliert werden müssen. Die Länge der eingesetzten Mikro-Carbonfaser wird in diesen Fällen so gewählt, daß zumindest das freie Faserende unter dem Mikroskop sichtbar ist. Hierbei ist zu berücksichtigen, daß der elektrische Leitungsdraht im allgemeinen um Größenordnungen dicker ist als die Mikro-Carbonfaser, so daß er die Sicht auf die Faser verdeckt.

Es hat sich gezeigt, daß bei elektrischen Leitungsdrähten von ca. 1 mm Durchmesser die Faser ca. 5 mm lang sein sollte, damit das Faserende auch bei höheren Vergrößerungen und einem entsprechend eomgeengten Sichtfeld im Mikroskop sichtbar bleibt. Vorzugsweise wird die Faser am Leitungsdraht nicht rechtwinklig, sondern leicht abgewinkelt angebracht, so daß der Winkel zwischen Leitungsdraht und Faser etwas größer ist als 90°.

Da ein solcher Winkel im allgemeinen nicht exakt einstellbar ist, wird man eine längere Mikro-Carbonfaser am Ende des Leitungsdrahtes anbringen und die Faser entsprechend den gegebenen Sichtverhältnissen unter dem Mikroskop entsprechend kürzen.

Die Verbindung zwischen Mikro-Carbonfasern und einem konventionellen Leitungsdraht kann durch Leitlacke, z. B. durch Silberleitlack hergestellt werden. Bei Bedarf können die Mikro-Carbonfasern leicht ausgetauscht werden. Als Durchgangsprüfer eignet sich ein üblicher Galvaniktester.

Ein besonderer Vorteil der Mikro-Carbonfasern ist, daß sie durch spezielle Behandlungsschritte, z. B. durch elektrochemische Verfahren, z. B. elektrochemisches Ätzen der Spitze, verjüngt und zugespitzt werden können. Außerdem können die Mikro-Carbonfasern durch chemische Verfahren modifiziert werden. Solche Behandlungsschritte sind bei der Verwendung von Kohlefasern als Mikroelektroden in der analytischen Elektrochemie bekannt.

Die Erfindung wird im folgenden anhand eines Durchführungsbeispiels und einer Figur näher er5

10

15

20

25

40

50

55

läutert.

In der Figur ist der Meßaufbau dargestellt.

Der zu untersuchende mikrostrukturierte Körper 1 wird an der für die Galvanik vorgesehenen Kontaktfläche 2 elektrisch kontaktiert und auf dem Arbeitstisch eines Mikroskops (nicht dargestellt) fixiert. Die elektrische Ableitung 3 vom mikrostrukturierten Körper 1 wird mit einem (nicht dargestellten) elektronischen Leitfähigkeitstester, einem Durchgangsprüfer mit eigener Stromversorgung (UNITEST Typ V1X ohmvariant), verbunden. Das andere Kabel des Leitfähigkeitstesters ist mit einem Draht 4 verbunden, der durch einen (nicht dargestellten) Mikromanipulator bewegt werden kann. Am freien Ende dieses Drahtes 4 befindet sich eine Mikro-Carbonfaser 6, die senkrecht zur Grundplatte 5 des mikrostrukturierten Körpers 1 justiert ist. Die Mikro-Carbonfaser 6 ist ca. 5 mm lang, 7 µm dick und wurde durch Kleben mit Silberleitlack mit dem Draht 4 verbunden.

Mit Hilfe des Mikromanipulators wird nun die Mikro-Carbonfaser 6 unter das Objektiv 7 und über den mikrostrukturierten Körper 1 gebracht, so daß die Mikro-Carbonfaser sichtbar ist. Durch Anheben des Arbeitstisches oder durch Absenken der Faser ist es nun möglich, mit der Faser in die Räume 8 zwischen den Mikrostrukturelementen 9 des mikrostrukturierten Körpers 1 zu gelangen, bis der elektrisch leitfähige Strukturgrund 10 des mikrostrukturierten Körpers kontaktiert ist. Ist der Strukturgrund 10 an dieser Stelle frei von elektrisch isolierenden Restschichten, so wird dies durch ein optisches oder akkustisches Signal im Leitfähigkeitstester angezeigt. Ist dagegen eine elektrisch isolierende Restschicht vorhanden, so fließt zwischen der Mikro-Carbonfaser 6 und der Kontaktfläche 2 kein oder nur ein geringer Strom.

Mit Hilfe dieser Methode wurden bisher mehrere unterschiedlich gestaltete mikrostrukturierte Körper untersucht. Sie hat sich dabei als sehr nützlich erwiesen. Probleme bezüglich einer mechanischen Schädigung von Mikrostrukturelementen durch Berührungen mit der Mikro-Carbonfaser traten dabei nicht auf, so daß eine zerstörungsfreie Prüfmethode vorliegt. Dies ist vor allem den oben erwähnten besonderen Eigenschaften von Mikro-Carbonfasern zuzuschreiben. Für schnellere Untersuchungen kann die Meßanordnung mit Hilfe eines geeigneten, programmierbaren Mikromanipulators automatisiert werden.

Mit dem erfindungsgemäß zu verwendenden Mikro-Carbonfasern konnten mikrostrukturierte Körper mit unterschiedlichen lateralen Abmessungen untersucht werden. Es wurde der Strukturgrund zwischen 120 μm hohen Mikrostrukturelementen kontaktiert, wobei der Strukturgrund Breiten zwischen 200 μm bis herunter zu 20 μm aufwies.

Die mikrostrukturierten Körper hatten teilweise die Form von Zahnrädern, teilweise die Form von eng benachbarten Kunststoffsäulen auf einem metallischen Strukturgrund.

Patentansprüche

- Verwendung von Mikro-Carbonfasern zum zerstörungsfreien Prüfen der elektrischen Leitfähigkeit des Strukturgrundes von mikrostrukturierten Körpern, bei denen sich auf einem elektrisch leitfähigen Strukturgrund Mikrostrukturelemente aus elektrisch nicht leitfähigem Material erheben.
- 2. Verwendung von in eine Spitze auslaufenden Mikro-Carbonfasern nach Anspruch 1.
- Durchgangsprüfer mit zwei Kontaktelektroden, von denen mindestens eine eine Tasterspitze bestehend aus einer Mikro-Carbonfaser darstellt.

4

