

## **Mikrostrukturierung von Funktions- und Strukturwerkstoffen mittels plasmageätzten Siliziums**

Jürgen Stampfl, Rudolf Leitgeb, Yih-Lin Cheng und Fritz B. Prinz  
Rapid Prototyping Lab, Building 530 Room 226, Stanford University, Stanford CA 94305, USA  
E-mail: jstampfl@rpl.stanford.edu

### **Einleitung**

Moderne Plasmaätzer ermöglichen die Mikrostrukturierung von Silizium mit hohen Ätzzraten (250  $\mu\text{m}/\text{h}$ ) bei gleichzeitig hoher Ätzanisotropie (Abweichung von der Vertikalen  $<1,3^\circ$ ). Trotz seiner hohen mechanischen Festigkeit und seiner elektronischen Eigenschaften ist Silizium für viele Anwendungen nicht der geeignete Werkstoff (zu geringe Bruchzähigkeit, schlechte Hochtemperatureigenschaften, niedrige magnetische Permeabilität).

In dieser Arbeit wird gezeigt, wie durch Abformung eine breite Palette von Werkstoffen strukturiert werden kann. Ein Beispiel, an dem diese Technik demonstriert wird, ist Kupfer, das durch galvanisches Abformen in die gewünschte Form gebracht werden kann. Materialien, die nicht oder nur sehr schwer galvanisch abgeschieden werden können, lassen sich durch Mikro-Elektroerosion strukturieren. Diese Technik wird zur Herstellung von Bauteilen aus weichmagnetischen (metallische Gläser) Materialien verwendet. Als Erosionselektrode dient galvanisch abgeschiedenes Kupfer oder heißgepreßtes Silber-Wolfram.

Aus geätzten Siliziumwafern können auch schichtweise komplexere Formen aufgebaut werden (Micro-Mold Shape Deposition Manufacturing). In diese Form wird eine Suspension gegossen, die Keramikpulver (Siliziumnitrid oder Aluminiumoxid) enthält. Nach dem Gießen härtet das Gel aus und die Form kann weggeätzt werden. Auf diese Weise lassen sich Keramikteile mit hoher Präzision und feinen Strukturen herstellen.

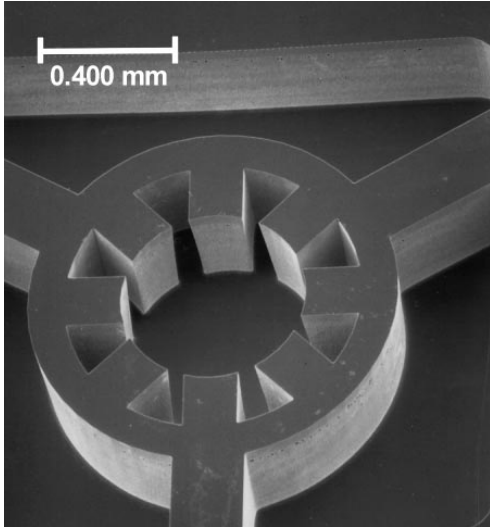
Das Ziel dieser Arbeit ist zu zeigen, wie die Strukturgröße, die bisher mit Shape Deposition Manufacturing (SDM) (1, 2) erreichbar war, um mindestens eine Größenordnung nach unten verschoben werden kann.

### **Mikrostrukturierung von Silizium**

Ausgangspunkt für die unten beschriebenen Prozesse ist mikrostrukturiertes Silizium. Nach dem Auftragen von Photolack auf die Wafer (100mm Durchmesser, (100)-Orientierung, Dicke zwischen 100 $\mu\text{m}$  und 500 $\mu\text{m}$ ) werden diese mit einer entsprechenden Maske belichtet und trocken geätzt. Das Ätzen erfolgt in einem Plasma mit  $\text{C}_4\text{F}_8$  als Ätzgas und  $\text{SF}_6$  als Passivierungsgas. Verwendet wurde ein System von STS (Multiplex ICP Deep RIE) mit einer Ätzrate von 4 $\mu\text{m}/\text{min}$ . Die Abweichung der Seitenwände von der Vertikalen war kleiner als  $1,3^\circ$ . Das Verhältnis der Ätzzraten von Photolack zu Silizium war besser als 1:80. Ein 500 $\mu\text{m}$  dicker Wafer kann also mit 7 $\mu\text{m}$  Photolack beschichtet werden.

### **Galvanisches Abformen von Kupfer**

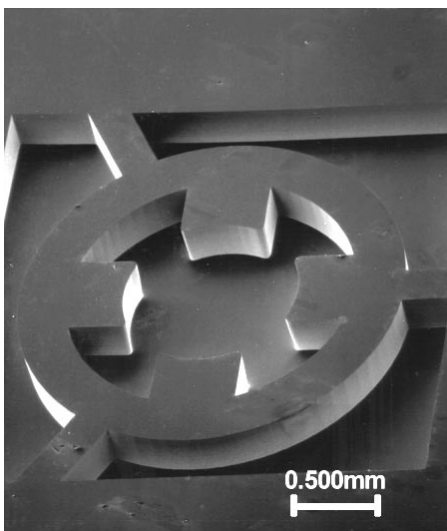
Galvanisches Abformen ist eine weitverbreitete Technik vor allem in Kombination mit optisch oder



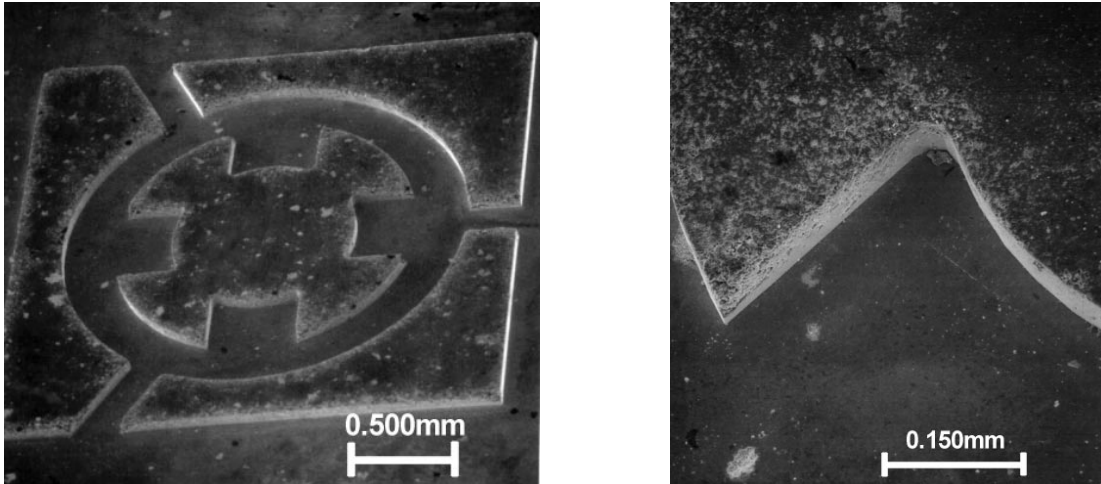
**Abbildung 1:** Plasmageätztes Silizium.

mit Synchrotronstrahlung strukturierten Polymeren (LIGA). Ein Überblick darüber findet sich in (3) and (4). Für die vorliegende Arbeit wird Kupfer galvanisch in eine Siliziumform abgeschieden. Dazu wird ein geätzter Siliziumwafer (siehe Abb. 1) mit einer dünnen Kupferschicht besputtert und in ein Kupfersulfat-Bad getaucht. Um eine glatte Oberfläche zu erhalten, wurde eine gepulste Wechselstromquelle verwendet (Stromdichte  $30\text{mA/cm}^2$ ). Mit diesen Parametern können  $25\mu\text{m}$  Kupfer pro Stunde abgeschieden werden.

Nachdem eine ausreichend dicke Schicht abgeschieden worden ist, wird das Silizium in konzentrierter Kalilauge bei einer Temperatur von ungefähr  $95^\circ\text{C}$  weggeätzt. Zurück bleibt eine Kupferelektrode wie sie in Abb. 2 gezeigt ist. Verwendet werden diese Elektroden zur Elektroerosion metallischer Werkstoffe (siehe übernächster Abschnitt).



**Abbildung 2:** REM-Aufnahme einer Kupfer-Elektrode, Gesamtansicht links, Detailansicht rechts.



**Abbildung 3:** REM-Aufnahme einer Silber-Wolfram-Elektrode, Gesamtansicht links, Detailansicht rechts.

### Heißpressen von Pulvermetallen

Eine weitere Möglichkeit zur Herstellung von Erosionselektroden ist das Heißpressen von Pulvermetallen. Zur Verwendung für Erosionselektroden ist ein Werkstoff mit hohem Schmelzpunkt bei gleichzeitig guter Wärmeleitfähigkeit gesucht. Ideale Materialien wären Graphit und Wolfram, die jedoch bei Temperaturen über dem Schmelzpunkt von Silizium verarbeitet werden müssen. Eine Alternative zu diesen hochschmelzenden Materialien sind Mischungen aus Silber-Wolfram beziehungsweise Kupfer-Wolfram, in denen der hohe Schmelzpunkt von Wolfram und die gute Leitfähigkeit von Silber und Kupfer kombiniert sind.

Kupfer diffundiert jedoch sehr rasch in Silizium und bildet außerdem Legierungen mit Silizium (5). Kupferhaltige Pulvermischungen eignen sich deshalb nicht zum Heißpressen in Siliziumformen, deshalb wurde für die vorliegende Arbeit eine Silber-Wolframmischung verwendet (33 Gew.% W, 66 Gew.% Ag). Unter einem Druck von 30 MPa und bei einer Temperatur von 750 °C wurde das Pulver in die Siliziumform gepreßt. Das Silizium wurde danach in konzentrierter Kalilauge weggeätzt und man erhält Elektroden, wie sie in Abb. 3 abgebildet sind. Der verwendete Druck ist hoch genug, um die Form vollständig auszufüllen und niedrig genug, um eine plastische Verformung des Siliziums während des Pressens zu vermeiden.

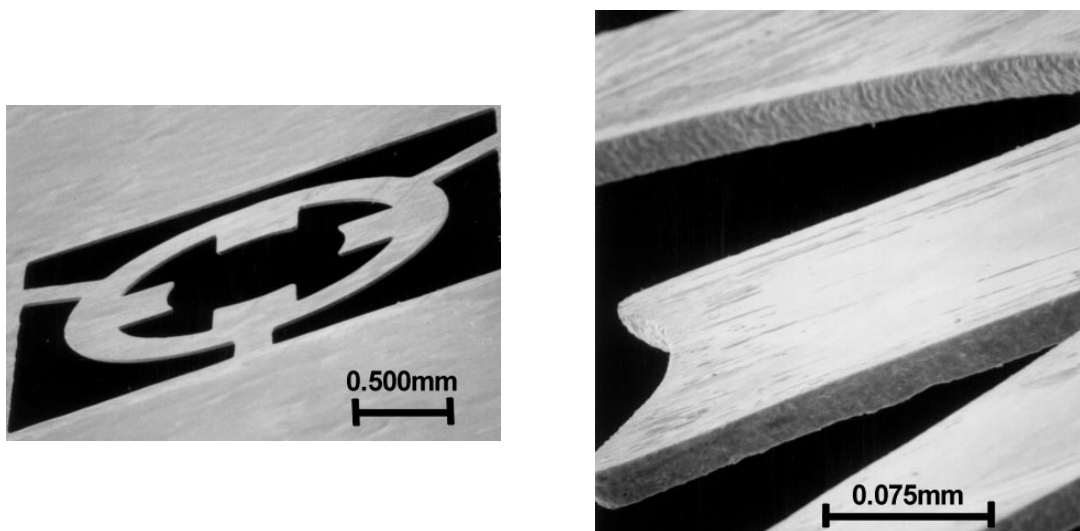
### Elektroerosion

Elektroerosion ist ein abtragendes Formgebungsverfahren für elektrisch leitfähige Materialien, die mit konventionellen spanabhebenden Verfahren nur schwer bearbeitet werden können. Eine unter Spannung stehende Elektrode wird dem Werkstück langsam näher geführt. Ein Funke zwischen Elektrode und Werkstück trägt Material vom Werkstück ab. Dieser Prozeß wird wiederholt, bis das Werkstück die inverse Form der Elektrode angenommen hat. Bei geeigneter Wahl der Parameter kann die Oberflächenrauigkeit sehr klein gehalten werden, und Elektroerosion eignet sich deshalb sehr gut zur Mikrostrukturierung metallischer Werkstoffe (6–8).

Eine der Stärken von Elektroerosion besteht darin, daß Metalle strukturiert werden können, ohne das bestehende Gefüge zu verändern oder zu zerstören. Das ist von besonderem Vorteil bei magnetischen Materialien wie den in der vorliegenden Arbeit behandelten amorphen Metallen. Amorphe Metalle für magnetische Anwendungen sind nur in Form dünner Folien erhältlich, die mit konventionellen Verfahren nicht mikrostrukturiert werden können.

Elektroden, die mit den im vorigen Abschnitt beschriebenen Methoden angefertigt wurden, wurden auf einen Kupferblock mit Lötzinn befestigt. Der Kupferblock mit der Elektrode wurde mittels einer Elektrodenhalterung an der Funkenerosionsmaschine montiert. Die für das Experiment eingesetzte Funkenerosionsmaschine mußte mit einer Hilfschaltung modifiziert werden, da die von der Maschine generierten Pulse zu energiereich waren und auf dem Werkstück eine zu raue Oberfläche erzeugt hätten. Die Spannung zwischen der Elektrode und dem Werkstück war 80 Volt, die Pulsenergie betrug ca.  $40 \mu\text{J}$ . Die Spannung zwischen der Elektrode und dem Werkstück kann positiv oder negativ gewählt werden, wobei negative Elektrodenspannung zu rascherem Materialabtrag und weniger Elektrodenabtrag führte, während die resultierende Oberflächenrauigkeit am Werkstück bei positiver und negativer Elektrodenspannung vergleichbar war.

Abb. 4 zeigt eine Bauteil aus einer amorphen Eisen-Kobalt Legierung, das als Statorplatte in einem Mesomotor (Durchmesser 2mm) eingesetzt wurde. Die Oberflächenrauigkeit an den Seitenwänden ist ca.  $1\text{-}3\mu\text{m}$ .

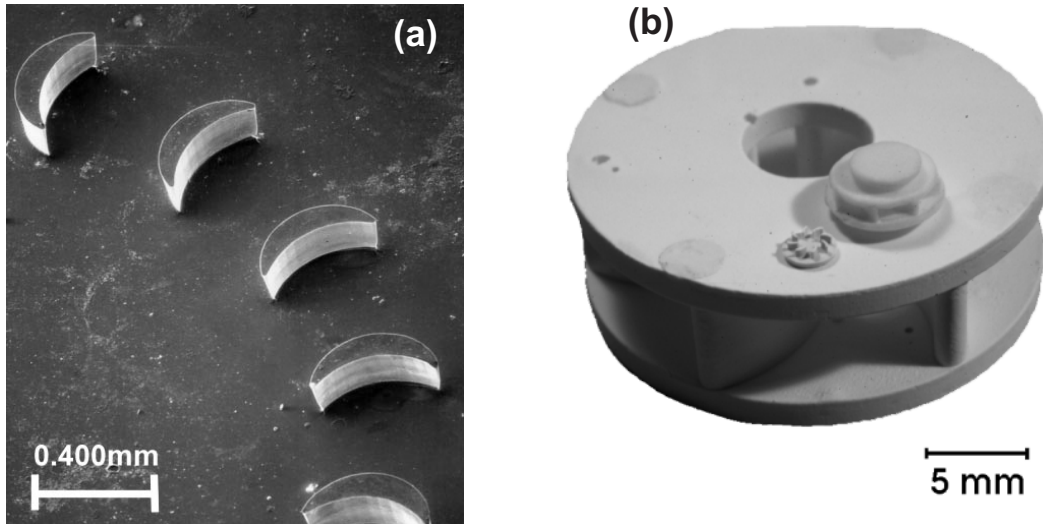


**Abbildung 4:** Funkenerodierte Statorplatte aus amorphem Metall mit 2mm Durchmesser.

### Gelgießen

Mikrostrukturiertes Silizium eignet sich auch zum Abformen von Werkstoffen, die weder elektrolitisch noch durch Heißpressen verarbeitet werden können. In dieser Arbeit wird das am Beispiel von gel-gegossenen Keramiken gezeigt. Das Gel besteht aus einer Suspension von Siliziumnitrid-Teilchen in einem organischen Lösungsmittel, das zusätzlich ein Monomer auf Acrylbasis enthält. Das Gel wird von Advanced Ceramics Research (Tucson, AZ) hergestellt. Der Volumsanteil der Keramikteilchen liegt bei 53%. Bevor das Gel in die Siliziumform gegossen wird, wird noch ein Katalysator beigegeben, der die Polymerisation des Monomers in Gang setzt. Das Gel kann dann innerhalb von 30 min verarbeitet werden. Nach dem Gießen läßt man das Gel bei  $60^\circ\text{C}$  auspolymerisieren. Danach kann die Form weggeätzt werden. Das noch im Grünkörper vorhandene Lösungsmittel wird verdampft, und die so entstehenden Poren erleichtern das Ausbrennen des Bindemittels. Danach kann der Körper gesintert werden.

Die Gußform besteht entweder aus Silizium oder aus elektrolytisch abgeschiedenem Kupfer. Aufgrund seiner hohen Festigkeit und Steifigkeit bietet Silizium den Vorteil, daß durch Übereinander-



**Abbildung 5:** Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme eines  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Impellers (links). In (b) ist der Impeller mit 4mm Durchmesser gemeinsam mit konventionell hergestellten Teilen dargestellt.

schichten mehrerer Wafer komplexe Formen aufgebaut werden können. Auf einem Mikrometertisch oder mit Hilfe von Passungen können die einzelnen Schichten zueinander orientiert werden. Abb. 5(a) zeigt eine Rasterelektronenmikroskopaufnahme eines Teils einer Keramikturbine aus Siliziumnitrid. In Abb. 5(b) ist dieser Impeller gemeinsam mit konventionell hergestellten Impellern dargestellt.

### Danksagung

Diese Arbeit wurde von der Defense Advanced Research Project Agency sowie der National Science Foundation gefördert. Ein Teil der Arbeit wurde durch ein Stipendium des österr. Fonds zur Förderung der Wissenschaftlichen Forschung (Proj. J1486-TEC) finanziell unterstützt. Wir möchten Prof. J. Groaza (UC Davis), C.G. Goetzl und R. DeMattei (Stanford University) für ihre Unterstützung bei pulvermetallurgischen Fragestellungen danken, sowie Ali Farvid (Stanford Linear Accelerator) für seine Hilfe bei Problemen in der Galvanotechnik.

### Literatur

- (1) Merz, R. , F.B. Prinz , K. Ramaswami , M. Terk und L. Weiss : *Shape deposition manufacturing*. In: *Proceedings of the Solid Freeform Fabrication Symposium, University of Texas at Austin*, Seiten 1–8, 1994.
- (2) Merz, R. und F.B.Prinz : *Rapid prototyping of mesoscopic devices*. In: *Proceedings of the 7th International Conference on Rapid Prototyping, San Francisco*, Seiten 261–270, 1997.
- (3) Romankiw, L.T. und E.J.M. O’Sullivan : *Plating techniques*, Seiten 197–298. Band 2 der Reihe Rai-Choudhoury, P. (9), 1997.
- (4) Friedrich, C.R. und others : *High aspect ratio processing*, Seiten 299–379. Band 2 der Reihe Rai-Choudhoury, P. (9), 1997.

- (5) Massalski, T.B. (Herausgeber): *Binary alloy phase diagrams*. ASM International, Materials Park, Ohio, 1990.
- (6) Ehrfeld, W. , H. Lehr , F. Michel und A. Wolf : *Micro electro discharge machining as a technology in micromachining*. In: *Micromachining and Microfabrication Process Technology II*, Proceedings of SPIE - The International Society for Optical Engineering v 2879, Seiten 332–337, 1996.
- (7) Staufert, G. , A. Dommann und D. Lauger : *Behaviour of a silicon spring fabricated by wire elctro-discharge machining*. J. Micromech. Microeng., 3:232–235, 1993.
- (8) Langen, H.H. , T.Masuzawa und M.Fujino : *Self-aligned machining and assembly of high aspect ratio microparts into silicon*. In: *Proceedings of the 1995 IEEE Micro Electro Mechanical Systems Conference Amsterdam*, Seiten 250–255, 1995.
- (9) Rai-Choudhoury, P. (Herausgeber): *Handbook of microlithography, micromachining and micro-fabrication*. SPIE, Washington, 1997.