

(19) BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

# PATENTCHRIFT



(12) Ausschließungspatent

(11) **DD 285 908 A7**

Erteilt gemäß § 18 Absatz 2  
Patentgesetz der DDR  
vom 27. 10. 1983  
in Übereinstimmung mit den entsprechenden  
Festlegungen im Einigungsvertrag

5(51) G 01 L 1/20  
G 01 L 11/00

## DEUTSCHES PATENTAMT

---

(21) DD G 01 L / 324 945 0 (22) 10.01.89 (45) 10.01.91

---

(71) siehe (73)

(72) Vollmann, Waltraud, Dr. rer. nat.; Adam, Gerhard, Dr. rer. nat.; Throndicke, Lutz, DD

(73) Technische Universität Karl-Marx-Stadt, PSF 964, Chemnitz, 9010, DD

---

**(54) Verfahren zur Messung von Kräften und Drücken**

---

(55) Messung; Kräfte; Drücke; organischer Ladungsübertragungskomplex; Dünnschichtanordnung; vertikale Strommessung; Empfindlichkeit; vorgegebene Spannung; Gerätetechnik; Medizintechnik; Maschinenbau

(57) Das Verfahren ist in der Gerätetechnik, Medizintechnik und im Maschinenbau anwendbar. Die erfindungsgemäße Lösung besteht darin, daß zwischen einer leitfähigen kontaktierbaren Unterlage mit mindestens einer ebenen Begrenzungsfläche, einer einen Ladungsübertragungskomplex enthaltenden organischen Schicht der Dicke 100 nm bis 15 µm und einem leitfähigen kontaktierbaren Gegenstück mit mindestens einer ebenen Begrenzungsfläche, welches zur Kraftübertragung dient, eine konstante Spannung im Bereich von 10 mV bis 50 V angelegt und der Strom in Schichtnormalrichtung in Abhängigkeit von der Kraft im Bereich von 5 N bis 50 kN bzw. dem Druck im Bereich von 10 Pa bis 200 MPa mit einer mittels der angelegten Spannung vorwählbaren Empfindlichkeit gemessen wird.

ISSN 0433-6461

9 Seiten

### Patentansprüche:

1. Verfahren zur Messung von Kräften und Drücken mittels einer organischen Ladungsübertragungskomplex enthaltenden Dünnschichtanordnung, die einen druckabhängigen elektrischen Widerstand besitzt, **dadurch gekennzeichnet**, daß zwischen einer leitfähigen kontaktierbaren Unterlage mit mindestens einer ebenen Begrenzungsfläche, einer organischen Ladungsübertragungskomplex enthaltenden Schicht der Dicke 100 nm bis 15 µm und einem leitfähigen kontaktierbaren Gegenstück mit mindestens einer ebenen Begrenzungsfläche, welches zur Kraftübertragung dient, eine konstante Spannung im Bereich von 10 mV bis 50 V angelegt und der Strom in Schichtnormalenrichtung in Abhängigkeit von der Kraft im Bereich von 5 N bis 50 kN bzw. dem Druck im Bereich von 10 Pa bis 200 MPa mit einer mittels der angelegten Spannung vorwählbaren Empfindlichkeit gemessen wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Dicke der organischen Schicht 300 nm bis 5 µm beträgt und eine Spannung im Bereich 50 mV bis 20 V angelegt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß als leitfähige kontaktierbare Unterlage ein Metallteil oder ein auf der ebenen Begrenzungsfläche mit einer leitfähigen kontaktierbaren Schicht versehenes isolierendes Teil verwendet wird.
4. Verfahren nach Anspruch 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet**, daß als leitfähiges kontaktierbares Gegenstück ein Metallteil oder ein auf der ebenen Begrenzungsfläche mit einer leitfähigen kontaktierbaren Schicht versehenes isolierendes Teil verwendet wird.
5. Verfahren nach Anspruch 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet**, daß auf die ebene Begrenzungsfläche der leitfähigen kontaktierbaren Unterlage oder des Gegenstückes die den Ladungsübertragungskomplex enthaltende organische Schicht aufgebracht wird.
6. Verfahren nach Anspruch 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet**, daß das leitfähige kontaktierbare Gegenstück aus einer Metallschicht die direkt auf die mit der organischen Schicht versehene Unterlage aufgebracht ist, besteht.
7. Verfahren nach Anspruch 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet**, daß als organische Schicht eine Ladungsübertragungskomplexschicht verwendet wird.
8. Verfahren nach Anspruch 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet**, daß als organische Schicht eine einfache oder alternierende Schichtfolge von Elektronendonatoren und Elektronenakzeptoren verwendet wird.
9. Verfahren nach Anspruch 1 bis 8, **dadurch gekennzeichnet**, daß als Elektronenakzeptor des organischen Ladungsübertragungskomplexes ein Chinodimethan-Derivat, vorzugsweise Tetracyanochinodimethan (TCNQ), ein Tetracyanopolyen, ein Tetrahalogen- bzw. -cyanbenzochinon oder ein Halogen bzw. Halogenid verwendet wird.
10. Verfahren nach Anspruch 1 bis 9, **dadurch gekennzeichnet**, daß als Elektronendonator des organischen Ladungsübertragungskomplexes ein Tetrachalkogena-Fulvalen-Derivat, beispielsweise Tetrathiafulvalen (TTF) oder Diphenyltetrathiafulvalen (DPTTF), ein Polychalkogena-Polyacen-Derivat, ein aromatischer Kohlenwasserstoff, ein Substitutionsprodukt aus der Gruppe der Heterocyclen oder ein Metall, verwendet wird.

Hierzu 5 Seiten Zeichnungen

### Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Messung von Kräften und Drücken und findet vorwiegend in der Gerätetechnik, der Medizintechnik und im Maschinenbau Anwendung.

### Charakteristik des bekannten Standes der Technik

Wesentliche Voraussetzung für einen automatisierten Ablauf vieler Prozesse in der Be- und Verarbeitungstechnik sind kleine Sensoren, die die Meßgröße Druck bzw. Kraft in ein weiterverarbeitbares elektrisches Signal umwandeln. Bekannt sind Druck- bzw. Kräftemessungen mittels piezokeramischer Kraftsignalgeber, Miniatur-Druckwandler und Halbleiterdrucksensoren auf Silizium-Basis, kapazitiver Meßfühler, elastischer Elektret- oder anderer Polymerfolien, die drucksensible Materialien enthalten.

So wird ein auf der Druckempfindlichkeit von Ladungsübertragungskomplexen basierendes Nachweiselement mechanischer Spannungen (JP 58-74086) beschrieben, bei dem in ein polymeres Material aus Polystyrene der Elektronendonator Tetrathiofulvalen (TTF) und der Elektronenakzeptor Tetrachlorkohlenstoff ( $CCl_4$ ) eingebettet sind, das aber den Nachteil hat, daß die ohnehin nur bis maximal  $70^\circ C$  stabile Polymermatrix bei Druckeinwirkung leicht deformierbar ist, was den Einsatz in der automatisierten Feinbearbeitung von Werkstücken im Geräte- und Maschinenbau unmöglich macht. Des Weiteren ist bekannt (Thin Solid Films 30 [1975] 173), daß aufgedampfte Schichten des organischen Ladungsübertragungskomplexes Tetrathiafulvalen-Tetracyanoquinodimethan (TTF-TCNQ) bei quasihydrostatischer Druckbelastung bis  $5 \cdot 10^8 Pa$  in Schichtebenenrichtung einen druckabhängigen elektrischen Widerstand aufweisen. Weitergehende Untersuchungen haben aber gezeigt, daß sich bei diesen Messungen in der Schichtebene in keinem Druckbereich eine eindeutige für einen Kräftesensor verwertbare Abhängigkeit zwischen Strom und wirkendem Druck finden läßt. Bei Drücken bis 5 MPa liegt die Widerstandsänderung unter 10%, im Bereich bis  $10^8 Pa$  streuen die Meßwerte stark und lassen sich schlecht durch eine Meßkurve annähern und bei noch größeren Drücken ist die Widerstandsänderung so klein, daß keine eindeutige Zuordnung zu einem Druck möglich ist.

### Ziel der Erfindung

Die Erfindung hat das Ziel, ein Verfahren zur Messung sowohl von Kräften als auch von Drücken in einem großen Kräftebereich bei kleinen Abmessungen des Meßfühlers und einer der Meßaufgabe angepaßten Empfindlichkeit zu entwickeln, das technologisch einfach und kostengünstig realisierbar sowie universell einsetzbar und zuverlässig ist.

### Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur genauen Messung von statischen und dynamischen Kräften im Bereich von wenigen N bis 50 kN bzw. von Drücken bis 500 MPa mit einer einzigen Meßeinrichtung kleiner Abmessungen und einer der Meßaufgabe angepaßten Empfindlichkeit bereitzustellen, das eine vernachlässigbare Deformation des drucksensiblen Elements bei Kraftaufnahme gewährleistet und ein einfaches elektrisches Auswertesignal liefert.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß gelöst, indem zwischen einer leitfähigen kontaktierbaren Unterlage mit mindestens einer ebenen Begrenzungsfläche, einer einen Ladungsübertragungskomplex enthaltenden organischen Schicht der Dicke 100 nm bis  $15 \mu m$  und einem leitfähigen kontaktierbaren Gegenstück mit ebenfalls einer ebenen Begrenzungsfläche, welches zur Kraftübertragung dient, eine konstante elektrische Spannung zwischen 10 mV und 50 V angelegt und der Strom in Schichtnormalenrichtung in Abhängigkeit von der Kraft bzw. dem Druck mit einer mittels der angelegten Spannung vorwählbaren Empfindlichkeit gemessen wird. Dieser Strom kann als Meßsignal registriert und weiterverarbeitet werden. Besonders geeignet sind organische Schichten im Bereich 300 nm bis  $5 \mu m$  und ein Bereich der anzulegenden Spannung zwischen 50 mV bis 20 V. Mit diesem Verfahren können unter Verwendung von organischen Schichten im angegebenen Dickenbereich Kräfte bis 50 kN bzw. Drücke im Bereich von 10 Pa bis 200 MPa gemessen werden.

Die Empfindlichkeit des Stromes von der Kraft, die von der verwendeten organischen Schicht und ihrer Dicke abhängt und zwischen einigen nA/N und einigen mA/N liegt, vergrößert sich bei Erhöhung der Spannung von 50 mV auf etw. 20 V bei ein und derselben Dünnschichtenanordnung um 2 bis 3 Größenordnungen. Bei der Messung großer Kräfte liefert somit eine kleine Spannung eine leicht meß- und auswertbare Stromänderung im  $\mu A$ -mA-Bereich, während sich zur Messung sehr kleiner Kräfte eine höhere Spannung empfiehlt, um im gleichen Strombereich messen zu können.

Sowohl die Unterlage als auch das Gegenstück können ein Metallteil oder ein auf der ebenen Begrenzungsfläche mit einer leitfähigen kontaktierbaren Schicht versehenes isolierendes Teil sein. Das Gegenstück kann analog zur Unterlage ebenfalls mit der den Ladungsübertragungskomplex enthaltenden organischen Schicht versehen sein, wodurch die mechanische Belastbarkeit erhöht wird.

Als Gegenstück ist auch eine Metallschicht verwendbar, die direkt auf die mit der organischen Schicht versehene Unterlage, beispielsweise durch Aufdampfen, Aufputtern oder Aufpressen aufgebracht ist. Die Schicht kann eine Ladungsübertragungskomplexschicht sein, die durch Verdampfung des pulverförmigen Ladungsübertragungskomplexes im Hochvakuum, aus einer den Ladungsübertragungskomplex enthaltenden Lösung oder aus seiner Schmelze auf Unterlage und Gegenstück abgeschieden wird. Die Schicht kann aber auch aus einer einfachen oder alternierenden Schichtfolge von Elektronenakzeptoren und Elektronendonatoren bestehen, die ausgehend von der Grenzfläche miteinander den Ladungsübertragungskomplex bilden. Das wird durch aufeinanderfolgende oder auch gleichzeitige Verdampfung von Elektronendonator und Elektronenakzeptor realisiert. Eine solche Schichtfolge zeigt die gleiche Abhängigkeit des Stromes von der wirkenden Kraft, wie die einfache Ladungsübertragungskomplexschicht und trägt eine hohe mechanische Beanspruchung. Als Elektronenakzeptor des organischen Ladungsübertragungskomplexes eignen sich Chinodimethan-Derivate, vorzugsweise Tetracyanoquinodimethan (TCNQ), Tetracyanopolyene, Tetrahalogen- bzw. -cyanbenzochinone oder Halogene bzw. Halogenide. Als Elektronendonator eignen sich Tetrachalkogena-Fulvalen-Derivate, beispielsweise Tetrathiafulvalen (TTF) oder Diphenyltetrathiafulvalen (DPTTF), Polychalkogene-Polyacen-Derivate, aromatische Kohlenwasserstoffe, Substitutionsprodukte aus der Gruppe der Heterocyclen oder auch Metalle.

Bei der Anwendung des Verfahrens hat sich überraschenderweise gezeigt, daß im Gegensatz zur bisher an Schichten organischer Ladungsübertragungskomplexe durchgeführten Messung des Stromes in der Schichtebene, die Messung des Stromes in der Schichtnormalenrichtung außer dem Vorteil des geringeren Bedarfes an Ladungsübertragungskomplexmaterial, der durch die mögliche und an keine Elektrodenanordnung auf der Schicht gebundene Minimierung der Fläche bedingt ist, sowohl bei sehr kleinen Kräften als auch bis 50 kN genaue und empfindliche Angaben ermöglicht.

### Ausführungsbeispiel

Die Erfindung wird an fünf Ausführungsbeispielen näher erläutert. Es zeigen

Fig. 1: Abhängigkeit des Stromes von der Kraft für die in Beispiel 1 beschriebene Dünnschichtanordnung mit der Spannung als Parameter

Fig. 2: Abhängigkeit der Empfindlichkeit von der angelegten Spannung für die in Beispiel 1 beschriebene Dünnschichtanordnung ausgehend von der in Fig. 1 dargestellten Strom-Kraft-Abhängigkeit

Fig. 3: die Strom-Kraft-Abhängigkeit für die in Beispiel 2 beschriebene Dünnschichtanordnung bei 1V

Fig. 4: die Strom-Kraft-Abhängigkeit für die in Beispiel 3 beschriebene Dünnschichtanordnung bei 50mV, 100mV, 500mV und

Fig. 5: die Strom-Kraft-Abhängigkeit für die in Beispiel 4 beschriebene Dünnschichtanordnung bei 5V.

1. Auf einer Stahlplatte der Kantenlänge 10 mm × 15 mm und einer Kupferplatte der gleichen Abmessungen wird durch aufeinanderfolgende Hochvakuumverdampfung bei einer Substrattemperatur von 80K eine organische Schicht abgeschieden, die aus einer 60 nm dicken TTF-Schicht, einer 400 nm dicken TCNQ-Schicht und einer 400 nm dicken TTF-Schicht besteht, beide Platten mit der beschichteten Seite aufeinandergelegt, so daß eine Gesamtschichtdicke von etwa 1,7 µm entsteht und der Strom in Abhängigkeit von der wirkenden Normalkraft bei stufenweiser Erhöhung der angelegten Spannung von 1V bis 15V in 1V-Schritten gemessen. Fig. 1 gibt diese Abhängigkeit im Kräftebereich zwischen 1 kN und 10 kN wieder. Die Ströme liegen zwischen 10 mA und 900 mA. Die Meßkurven lassen sich für alle Spannungen im gesamten Kräftebereich in einer Darstellung des Stromes über der Wurzel der Kraft aufgetragen durch Geraden mit spannungsabhängigem Anstieg annähern. Diese Anstiege, die den Empfindlichkeiten entsprechen, sind in Fig. 2 in Abhängigkeit von der angelegten Spannung dargestellt. Sie steigen linear mit der Spannung von 0,5 mA/N<sup>1/2</sup> (bei 1 V) auf 7,5 mA/N<sup>1/2</sup> (bei 15V).
2. Eine 1 mm dicke als Unterlage dienende Kupferplatte der Kantenlänge 10 mm × 15 mm wird durch aufeinanderfolgende Hochvakuumverdampfung von Tetrathiafulvalen (TTF) (400 nm dick) und Tetracyanochinodimethan (TCNQ) (600 nm) bei einer Substrattemperatur von 220K mit einer organischen Schicht der Gesamtdicke von 1 µm beschichtet und mit einem Strahlgegenstück der gleichen Abmessungen abgedeckt. Beim Anlegen einer elektrischen Spannung von 1V steigt der Strom durch die Dünnschichtanordnung beim Erhöhen einer normal auf die Anordnung wirkenden Kraft von 12 N auf 350 N linear von 1,75 mA auf 3,25 mA mit einer Empfindlichkeit von 4,44 µA/N (Fig. 3) an.
3. Auf zwei Kupferplatten der gleichen Abmessungen wie im Beispiel 1, wovon eine als Unterlage und eine als Gegenstück dient, wird durch Hochvakuumverdampfung des Ladungsübertragungskomplexes TTF/TCNQ eine 300 nm dicke TTF/TCNQ-Schicht abgeschieden und beide Platten mit der beschichteten Seite zueinander zusammengedrückt, so daß sich eine Gesamtschichtdicke von 600 nm ergibt, und eine Spannung von 1V angelegt. Der Strom erhöht sich bei einer Kraft im Bereich von 20N bis 500N quasilinear von 110 µA auf 150 µA mit einer Empfindlichkeit von 85 µA/N.
4. Auf zwei Kupferplatten der Kantenlänge 10 mm × 10 mm wird durch Hochvakuumverdampfung bei einer Substrattemperatur von 300K, eine Schichtfolge aus einer 150 nm dicken Diphenyl-TTF-Schicht und einer 1000 nm dicken TCNQ-Schicht aufgebracht, diese analog zu Beispiel 1 mit der beschichteten Seite zueinander zusammengedrückt (Gesamtschichtdicke 2,3 µm) und der Strom bei einer Belastung bis 500 N gemessen. In Fig. 4 ist die Strom-Kraft-Abhängigkeit für Spannungen von 50 mV, 100 mV, 500 mV und in Fig. 5 für 5V dargestellt. Oberhalb 60N besteht eine lineare Abhängigkeit zwischen Strom und Kraft mit einer linear mit der Spannung zunehmenden Empfindlichkeit zwischen 3,4 nA/N (bei 50 mV) und 340 nA/N (bei 5V), d. h. 68 nA pro N und pro V.
5. Zwei etwa 20 µm dicke Kunststoffolien, die mit 6 mm breiten aufgedampften Kupferstreifen versehen sind, werden durch Hochvakuumverdampfung mit einer Schichtfolge, bestehend aus TTF, TCNQ und TTF, mit einer Dicke von 850 nm beschichtet und so mit den beschichteten Seiten aufeinandergelegt, daß sich die Kupferstreifen im rechten Winkel kreuzen und sich eine effektive Fläche von 36 mm<sup>2</sup> ergibt. Die Kupferstreifen werden außerhalb der Kraft-Druckangriffsfläche kontaktiert. Bei einer angelegten Spannung von 1,3V erhöht sich der Strom durch diese Dünnschichtanordnung bei einem Druckerhöhung von 13 Pa (Grobvakuum) auf 0,1 MPa (Normaldruck) von 0,4 mA auf 2 mA. Bei weiterer Druckerhöhung auf 0,3 MPa steigt der Strom auf 25 mA an.
6. Auf ein Glassubstrat der Kantenlänge 10 mm × 15 mm wird ein 3 mm breiter Kupferstreifen über die gesamte Längsseite des Substrats aufgedampft, mit einer organischen Schicht aus 500 nm DPTTF/TCNQ durch Hochvakuumverdampfung abgedeckt und darüber ein 3 mm breiter Kupferstreifen quer zu dem ersteren aufgedampft. Die Kupferstreifen werden außerhalb der Überlappungsfläche kontaktiert und eine Spannung von 5V angelegt. Bei einer auf die Überlappungsfläche ausgeübten Kraft bis 250N steigt der Strom von 0,4 µA auf 20 µA (Empfindlichkeit: 80 nA/N).

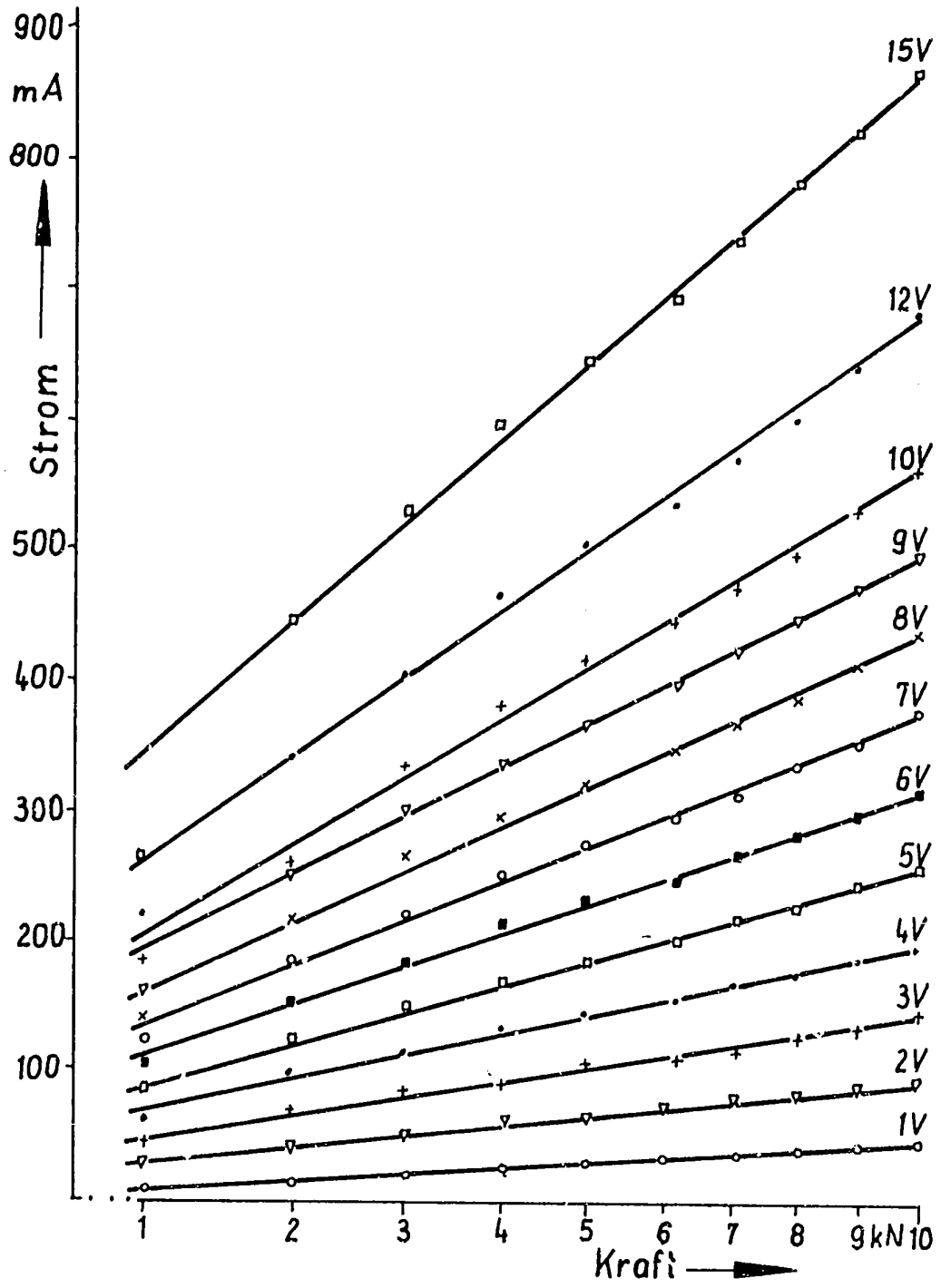


Fig. 1

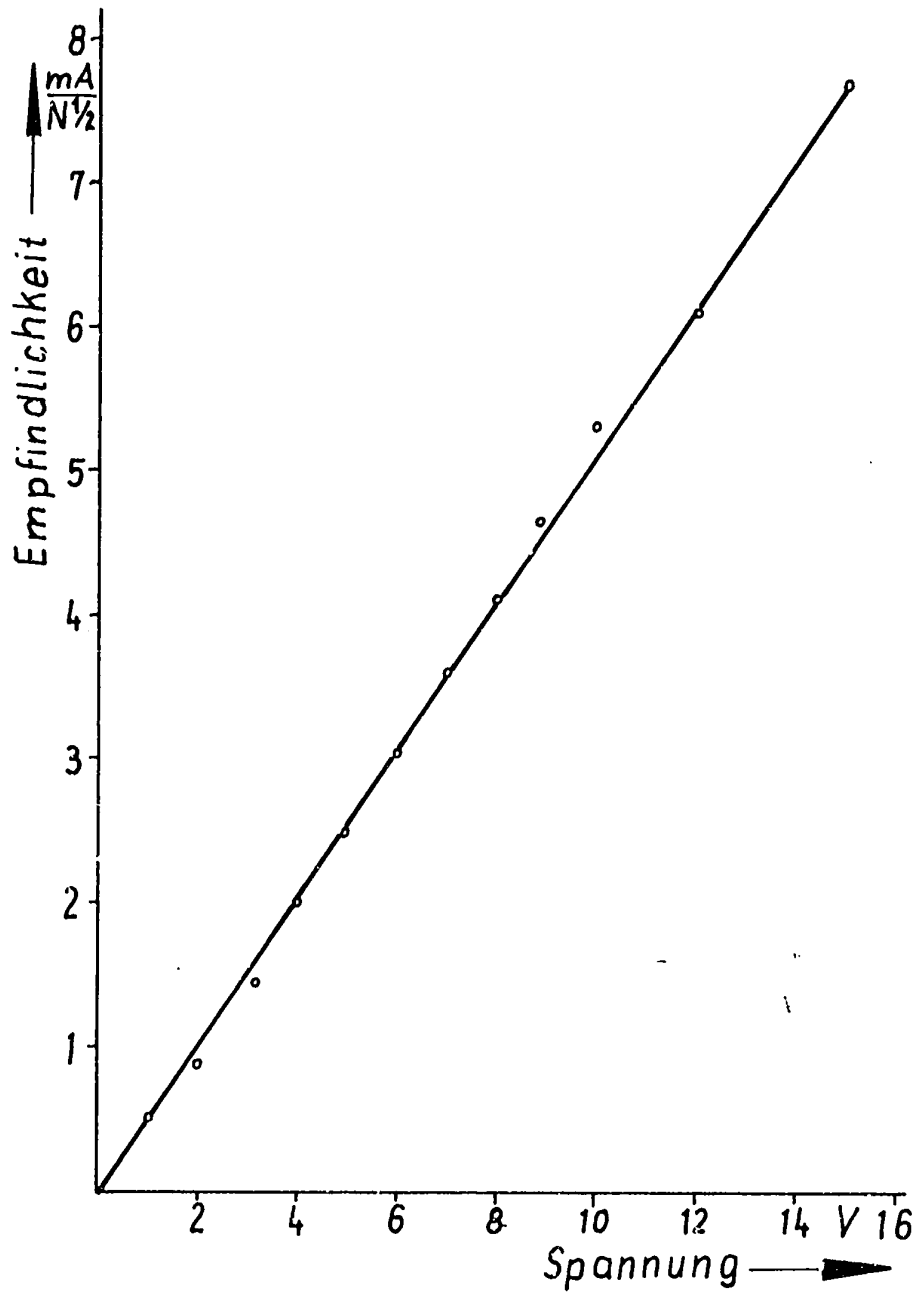


Fig. 2

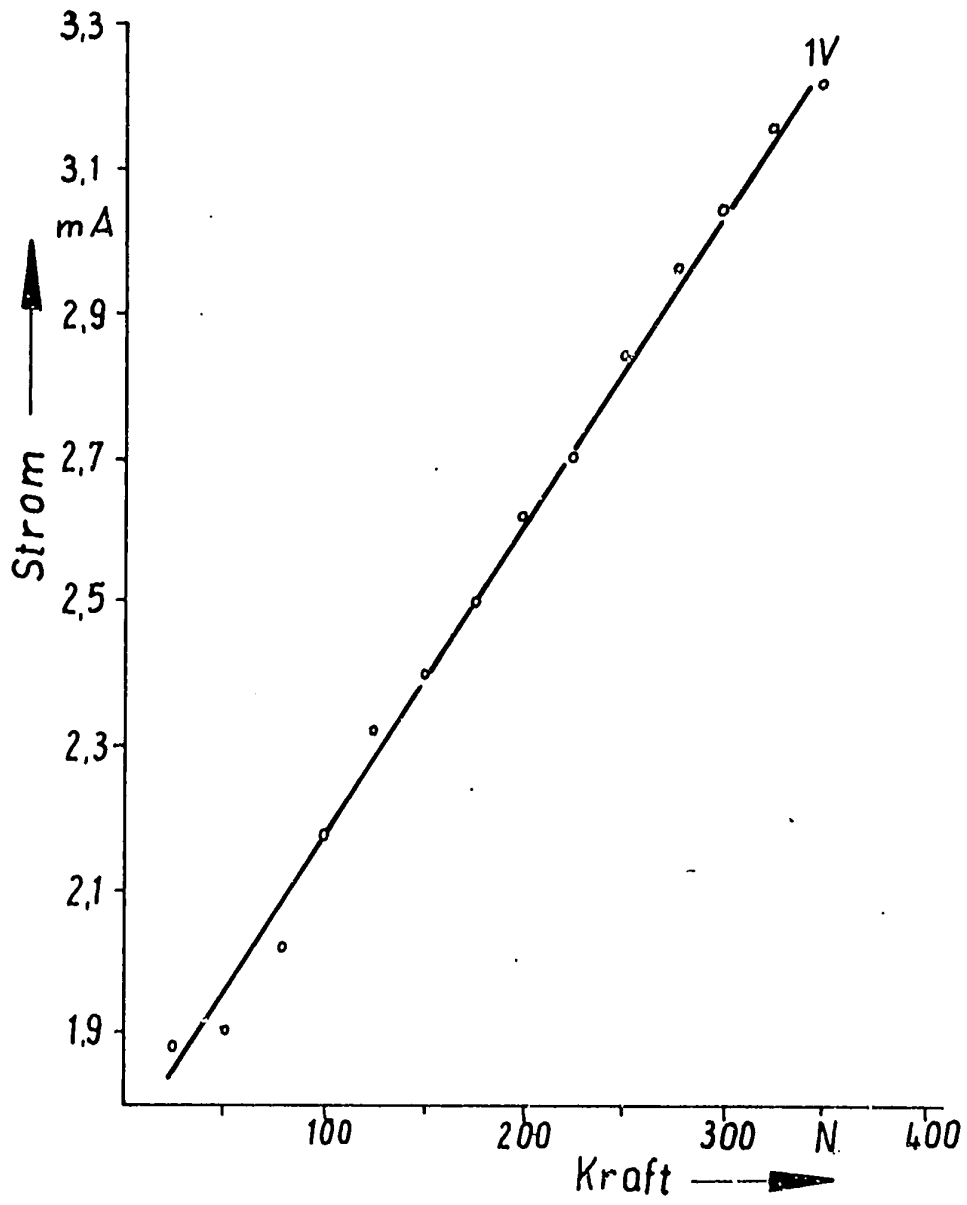


Fig. 3

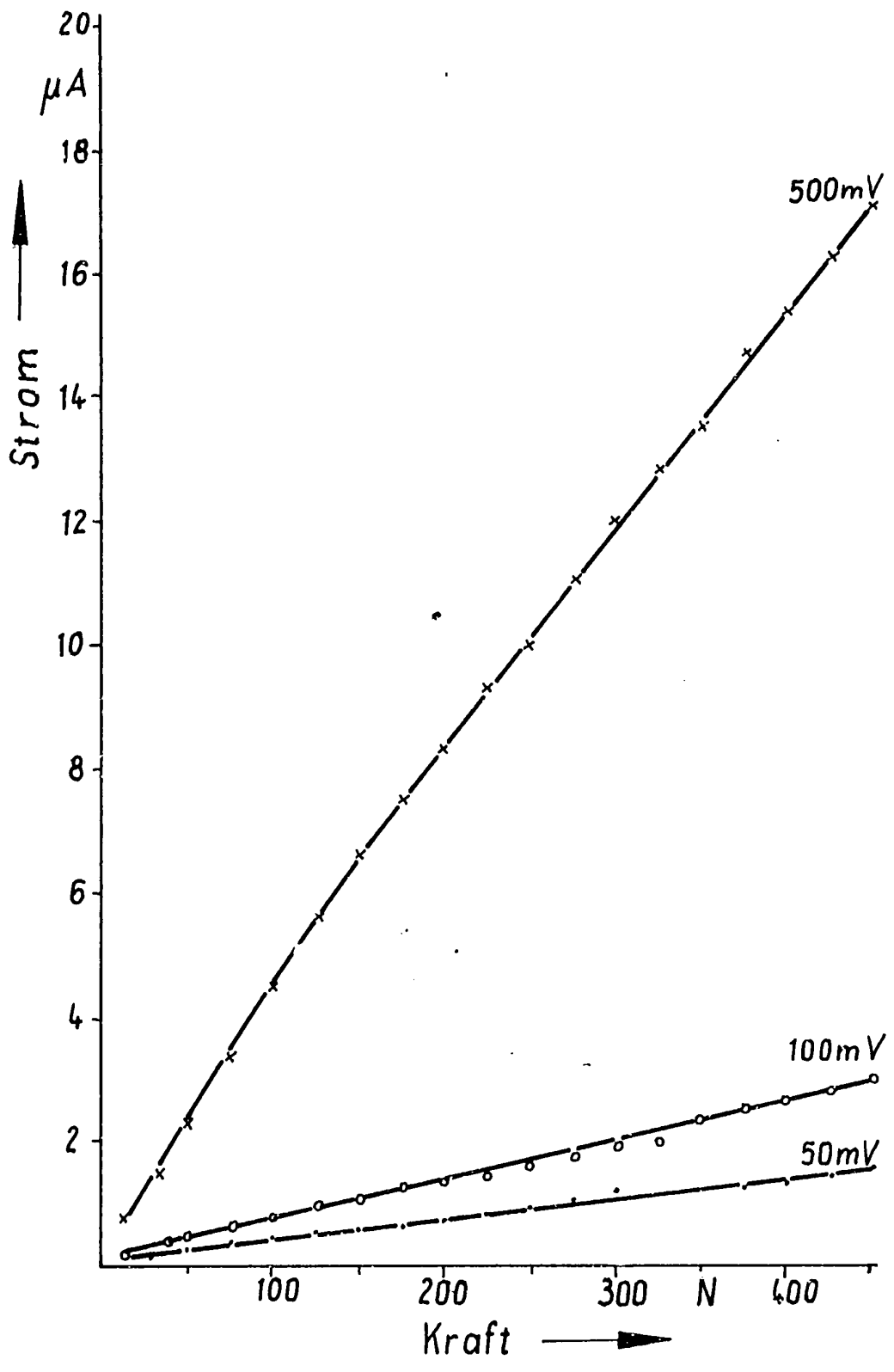


Fig. 4

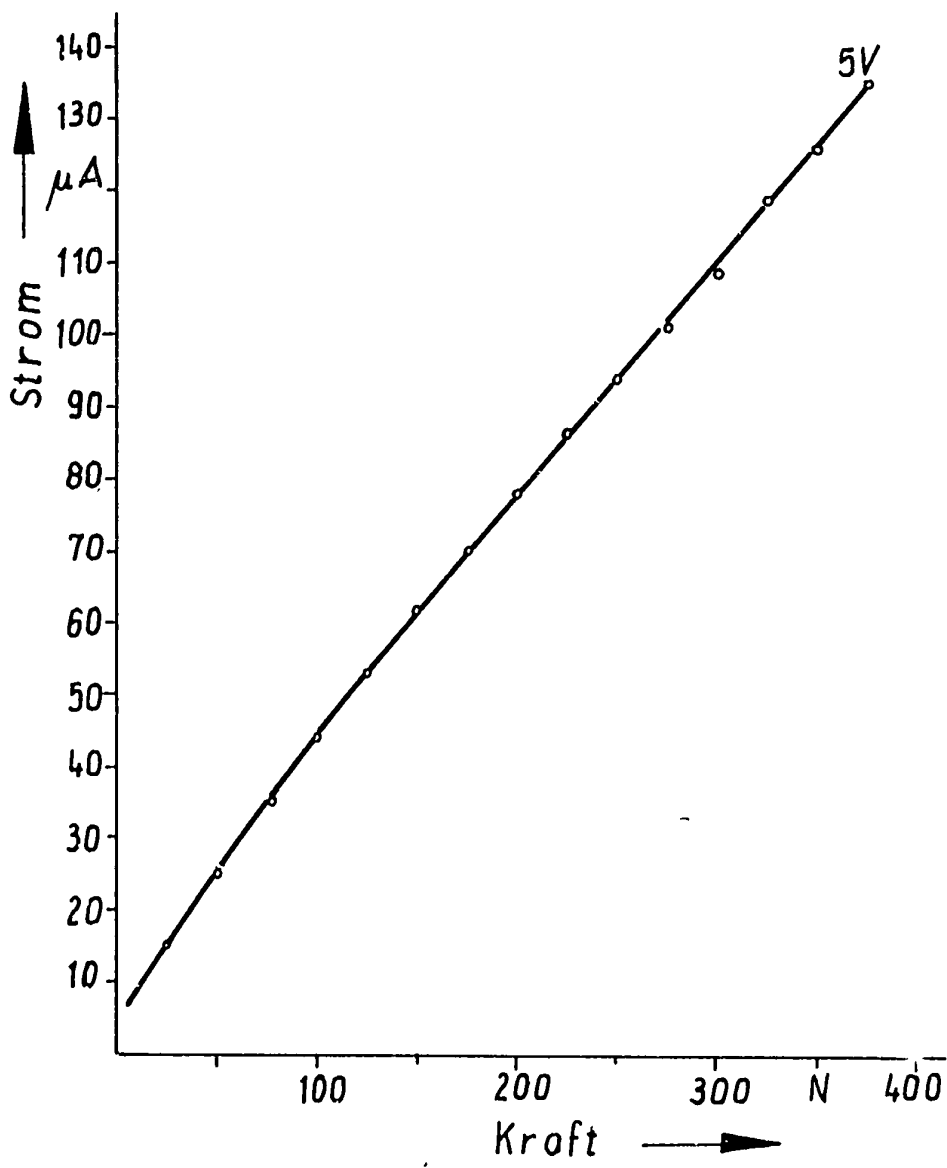


Fig. 5